

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS FLORESTAIS E
AMBIENTAIS

**COMPOSIÇÃO ISOTÓPICA ESTÁVEL DE CARBONO E NITROGÊNIO DO
LENHO DE *Dinizia excelsa* DUCKE (FABACEAE)**

MANAUS -AM
Outubro/2023

DAIANE MONTEIRO DE OLIVEIRA

**COMPOSIÇÃO ISOTÓPICA ESTÁVEL DE CARBONO E NITROGÊNIO DO
LENHO DE *Dinizia excelsa* DUCKE (FABACEAE)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais e Ambientais da Universidade Federal do Amazonas (PPG-CIFA/UFAM) como requisito para a obtenção do título de Mestre em Ciências Florestais e Ambientais.

Orientadora: Dr^a. Veridiana Vizoni Scudeller
Coorientador: Dr. Marciel José Ferreira

MANAUS- AM

Outubro/2023

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

O48c Oliveira, Daiane Monteiro de
Composição isotópica estável de carbono e nitrogênio do lenho de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae) / Daiane Monteiro de Oliveira . 2023
54 f.: il. color; 31 cm.

Orientadora: Veridiana Vizoni Scudeller
Coorientador: Marciel José Ferreira
Dissertação (Mestrado em Ciências Florestais e Ambientais) - Universidade Federal do Amazonas.

1. Angelim-vermelho. 2. Isótopos estáveis. 3. Rastreabilidade da madeira. 4. Madeira tropical. 5. Amazônia Brasileira. I. Scudeller, Veridiana Vizoni. II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

DAIANE MONTEIRO DE OLIVEIRA

**COMPOSIÇÃO ISOTÓPICA ESTÁVEL DE CARBONO E NITROGÊNIO DO
LENHO DE *Dinizia excelsa* DUCKE (FABACEAE)**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais e Ambientais da Universidade Federal do Amazonas (PPG-CIFA/UFAM) como requisito para a obtenção do título de Mestre em Ciências Florestais e Ambientais.

Orientadora: Dr^a. Veridiana Vizoni Scudeller
Coorientador: Dr. Marciel José Ferreira

Aprovada em 26 de outubro de 2023.

BANCA EXAMINADORA

Dr^a. Veridiana Vizoni Scudeller – Presidente
Universidade Federal do Amazonas- UFAM

Mario Tommasiello Filho – Membro
Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”- ESALQ/USP

Joberto Veloso de Freitas – Membro
Universidade Federal do Amazonas – UFAM

DEDICATÓRIA

À meus pais, Dondival Lemos de Oliveira e Maria Graciney Silvanes Monteiro, pelo exemplo, amor e dedicação.

AGRADECIMENTOS

Dentre tantos que contribuíram para a elaboração deste trabalho, gostaria de agradecer especialmente:

À Deus, por me proporcionar a oportunidade de viver essa experiência desafiadora e engrandecedora que é a pós-graduação. Saio do mestrado completamente grata e realizada pelas inúmeras lições que pude adquirir nesta trajetória.

Aos meus pais, Dondival Lemos e Maria Graciney Monteiro por todo amor, apoio e incentivo, com toda certeza vocês foram essenciais para que eu pudesse realizar este trabalho.

Aos meus irmãos Denise, Deividy e Ronaldo por sempre acreditarem em mim e por toda força que me deram ao longo deste processo.

À minha orientadora Dr^a. Veridiana Vizoni Scudeller e Coorientador Dr. Marciel José Ferreira pela atenção, acolhimento, dedicação e sugestões realizadas no decorrer da construção deste trabalho.

A Dr^a. Maria Teresa Gomes Lopes pela oportunidade de realizar esta pesquisa através do Projeto PROCAD/CAPES: Fortalecimento das Ciências Florestais na Amazônia, apoio fundamental para realização desse trabalho.

À Helinara Laís, José Haroldo, Santiago Linório, Larissa Silva, Guilherme e ao Laboratório Técnico-Científico da Superintendência de Polícia Federal do Amazonas pela parceria, apoio em campo e treinamentos fornecidos, fundamentais para realização desta pesquisa.

Ao Prof. Dr. Mário Tommasiello, Dr. Gabriel Assis e ao Laboratório de Anatomia e Identificação de Madeira- LAIM/ESALQ-USP pela grande colaboração na elaboração desta pesquisa.

Ao Jardel Rodrigues pelo incentivo e apoio na coleta em campo de amostras utilizadas no primeiro capítulo desta dissertação.

À minha querida amiga Ana Karolina pelo carinho e amizade, e principalmente, por tornar minha vida mais leve durante esse processo.

À minha amiga Thamillys Beatriz por compartilhar comigo os desafios da pós-graduação, sempre me acolhendo e incentivando, bem como contribuindo na produção de mapas e levantamento de dados georreferenciados. Poder contar com você tornou tudo “menos difícil”.

Às minhas queridas amigas Francisca Ribeiro e Fernanda Adelaide Ribeiro pelo carinho e amizade dedicados a mim ao longo deste processo.

Às minha queridas companheiras de curso Morgana Aguiar e Natália Castro pelo carinho, apoio e incentivo.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Amazonas-FAPEAM, pela concessão da bolsa de pesquisa que possibilitou a realização deste trabalho.

A oportunidade de cursar uma disciplina na ESALQ-USP, e poder conhecer pessoas incríveis, especialmente, a Isabela Souza que também fez importantes contribuições para este trabalho.

E por fim, a Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais e Ambientais da UFAM e aos seus colaboradores, em especial às secretárias de curso Gillieny Rodrigues e Bruna Siqueira pela atenção e suporte ao longo do curso.

GRATIDÃO

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	x
LISTA DE FIGURAS	xi
RESUMO GERAL	12
ABSTRACT	13
INTRODUÇÃO GERAL	15
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	18

VARIAÇÃO RADIAL DOS ISÓTOPOS ^{13}C E ^{15}N NA MADEIRA DE *Dinizia excelsa* DUCKE (FABACEAE)¹

DESTAQUES	20
RESUMO	21
1. INTRODUÇÃO	22
2. MATERIAL E MÉTODOS	25
2.1 Obtenção das amostras	25
2.2 Análises isotópicas	26
2.3 Análise dos dados	26
3. RESULTADOS	26
3.1 Nitrogênio	27
3.2 Carbono	28
4. DISCUSSÃO	30
5. CONCLUSÃO	31
Agradecimentos	32
REFERÊNCIAS	32

COMPOSIÇÃO ISOTÓPICA ESTÁVEL DE $\delta^{13}\text{C}$ E $\delta^{15}\text{N}$ DO LENHO DE *Dinizia excelsa* DUCKE (FABACEAE) EM FLORESTAS PRISTINAS DA AMAZÔNIA BRASILEIRA¹

DESTAQUES	36
RESUMO	37
1. INTRODUÇÃO	37
2. MATERIAL E MÉTODOS	40
2.1 Locais de amostragem	40
2.2 Coleta de amostras para análise de isótopos estáveis	41
2.3 Análise de Isótopos Estáveis	42

2.4 Análise estatística	43
3. RESULTADOS	43
3.1 Caracterização isotópica.....	43
3.2 Determinação da procedência da madeira com base na composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$	45
4. DISCUSSÃO	47
4.1 Composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ do lenho de <i>D. excelsa</i>	47
4.2 Composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ como subsídio para rastreabilidade da madeira	51
5. CONCLUSÕES	52
Agradecimentos	52
CONCLUSÕES GERAIS	52
REFERÊNCIAS.....	53

LISTA DE TABELAS

Capítulo 1

Tabela 1. Estatística descritiva (Mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Max=máximo e CV=coeficiente de variação) dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ da madeira de *D. excelsa*. PC= posição (figura 1). 27

Tabela 2. Estatística descritiva (Mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Máx=máximo e CV=coeficiente de variação) dos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ da madeira de *D. excelsa*. PC= posição (figura 1). 27

Capítulo 2

Tabela 1. Estatística descritiva (mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Máx=máximo) a composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ em árvores de *D. excelsa* de quatro locais da Amazônia brasileira. 44

Tabela 2. Estatística descritiva (mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Máx=máximo)da composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ em árvores de *D. excelsa* de quatro locais da Amazônia brasileira. 45

LISTA DE FIGURAS

Capítulo 1

- Figura 1. Esquema de amostragem para análise da variação da concentração isotópica de C e N na madeira de *D. excelsa*. (P=Posição 1-8 Sentido medula/casca). As letras de A a G representam as sete repetições realizadas em cada posição. O código PC1 a PC8 são as posições amostradas desde a medula a casca. 25
- Figura 2. Análise de igualdade de variância dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ no decorrer da amostra radial de madeira de *D. excelsa* (PC= Posição). 28
- Figura 3. ANOVA dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ entre as distintas posições no sentido radial da madeira de *D. excelsa*. 28
- Figura 4. Análise de igualdade de variância dos valores de $\delta^{13}\text{C}$ no sentido radial da madeira de *D. excelsa* (PC=Posição). 26
- Figura 5. Análise de variância dos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ entre as distintas posições no sentido radial da madeira de *D. excelsa*. 26

Capítulo 2

- Figura 1. Distribuição dos locais de amostragem situados na Amazônia Brasileira. Autoria: Queiroz, 2023. 40
- Figura 2. Climograma dos locais estudados, mostrando os índices médios de temperatura e precipitação mensal calculados a partir de uma série de dados de 7 anos (2015-2021). Fonte: Worldclim (Harris et al., 2020). 41
- Figura 3. Agrupamento baseado na Distância Euclidiana para verificação da similaridade entre as razões isotópicas estáveis de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ da madeira de *D. excelsa* de diferentes locais da Amazônia brasileira. Siglas indicam locais de amostragem e nº do indivíduo: I= Itapiranga, J= Juruti, P=Parintins e S= Silves. 43
- Figura 4. Análise de Componentes principais visando o agrupamento dos diferentes locais amostrados com base nas semelhanças entre as razões isotópicas de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ da madeira de *D. excelsa*. 44

RESUMO GERAL

A verificação da verdadeira origem da madeira é um passo fundamental no combate ao comércio ilegal de madeira. Um método promissor para determinar a origem da madeira consiste na utilização de isótopos estáveis, mas faltam estudos que investiguem a composição isotópica estável de espécies madeireiras de interesse, visando fornecer subsídios para aplicação desse método no combate ao comércio ilegal desse recurso. Este trabalho tem como objetivo geral investigar a variação na composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ do lenho de uma espécie arbórea amazônica de grande valor comercial (*Dinizia excelsa* – angelim vermelho) em florestas pristinas da Amazônia Brasileira visando: (i) caracterizar a variação nas razões isotópicas dos elementos carbono e nitrogênio ao longo do diâmetro radial do caule e (ii) avaliar se a variação na composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ do lenho de *D. excelsa* diferentes é dependente dos sítios de amostragem, para fins de determinação da origem do material. Para tal, este trabalho foi dividido em dois capítulos cujos métodos e resultados serão resumidos separadamente a seguir: 1. para análise da variação radial nas razões isotópicas de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ na madeira de *D. excelsa*, foi amostrado um disco em oito posições distintas no sentido radial, utilizando furadeira portátil com broca de 5 mm. De cada posição foram extraídas sete amostras, totalizando 56 amostras de madeira em flocos. As amostras foram tratadas e analisadas em analisador elementar acoplado à um espectrômetro de massa de razão isotópica (IRMS) para determinação da concentração dos elementos ^{13}C e ^{15}N . De forma geral, os valores absolutos de $\delta^{15}\text{N}$ variaram entre -0,54 e 1,60‰, e os de $\delta^{13}\text{C}$ entre -27,88 e -26,55‰, no qual o $\delta^{15}\text{N}$ apresentou maior variação entre as posições. Observou-se que a posição de amostragem influencia os valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$, bem como, existe maior variação de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ nas regiões mais próximas à medula e à casca. Apesar dessa variação, amostras retiradas da região do cerne podem garantir dados mais homogêneos. 2. para investigar a variação na composição dos isótopos $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ em função da origem das amostras, foram quantificadas a composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ do lenho de 34 árvores de quatro sítios distribuídos na Amazônia brasileira. Os resultados indicaram maior variação do isótopo $\delta^{15}\text{N}$ comparado ao isótopo $\delta^{13}\text{C}$ no lenho das árvores, sendo esta variação dependente do sítio estudado. No que se refere a separação dos sítios com base nas razões isotópicas de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$, foi observada uma separação bem sucedida entre o sítio localizado na Amazônia Oriental (Juruti) e os sítios da Amazônia Central (Silves e Itapiranga). Entretanto, os sítios territorialmente mais

próximos (Silves e Itapiranga) apresentaram valores mais homogêneos, resultando na sobreposição dos valores isotópicos nas análises e separação limitada. Portanto, existe um alto potencial dos resultados de $\delta^{15}\text{N}$ para a definição da origem do material amostrado. Estes resultados mostram que, apesar da posição de amostragem influenciar os valores de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$, amostras retiradas da região do cerne podem garantir dados isotópicos homogêneos. Conclui-se também que a variação nas razões isotópicas de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ são dependentes do sítio de amostragem, bem como, o isótopo $\delta^{15}\text{N}$ possui alto potencial como indicador da origem da madeira. Tais descobertas contribuem para a compreensão da variação na composição isotópica estável da madeira tropical, e podem fornecer subsídios para refinar métodos forenses de rastreamento de madeiras.

PALAVRAS-CHAVE: Rastreabilidade da madeira, Amazônia Brasileira, madeira tropical, variação radial dos isótopos, angelim-vermelho

ABSTRACT

Verifying the true origin of wood is a fundamental step in combating illegal timber trade. A promising method for determining the origin of wood consists of the use of stable isotopes, but there is a lack of studies that investigate the stable isotopic composition of wood species of interest, aiming to provide support for the application of this method to combat illegal trade in this resource. This work has the general objective of investigating the variation in the isotopic composition of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ of the wood of an Amazonian tree species of great commercial value (*Dinizia excelsa* – angelim-vermelho) in pristine forests of the Brazilian Amazon aiming to: (i) characterize the variation in the ratios isotopic compositions of the elements ^{15}N and ^{13}C along the radial diameter of the stem and (ii) evaluate whether the variation in the isotopic composition of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ of the wood of different *D. excelsa* is dependent on the sampling sites, for the purpose of determining the origin of the material. To this end, this work was divided into two chapters whose methods and results will be summarized separately below: 1. to analyze the radial variation in the isotopic ratios of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ in the wood of *D. excelsa*, a disk was sampled in eight different positions in the radial direction, using a portable drill with a 5 mm drill bit. Seven samples were extracted from each position, totaling 56 flaked wood samples. The samples were treated and analyzed in an elemental analyzer coupled to an isotope ratio mass spectrometer (IRMS) to determine the concentration of elements ^{13}C and ^{15}N . In general, the absolute values of $\delta^{15}\text{N}$ varied between -0.54 and 1.60‰, and

those of $\delta^{13}\text{C}$ between -27.88 and -26.55‰, in which $\delta^{15}\text{N}$ showed greater variation between positions. It was observed that the sampling position influences the isotopic values of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$, as well as, there is a greater variation of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ in the regions closest to the pith and peel. Despite this variation, samples taken from the heartwood region can guarantee more homogeneous data. 2. to investigate the variation in the composition of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ isotopes depending on the origin of the samples, the isotopic composition of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ of the wood of 34 trees from four sites distributed in the Brazilian Amazon was quantified. The results indicated greater variation in the $\delta^{15}\text{N}$ isotope compared to the $\delta^{13}\text{C}$ isotope in tree wood, with this variation depending on the site studied. Regarding the separation of sites based on the isotopic ratios of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$, a successful separation was observed between the site located in the Eastern Amazon (Juruti) and the sites in the Central Amazon (Silves and Itapiranga). However, the territorially closest sites (Silves and Itapiranga) presented more homogeneous values, resulting in overlapping of isotopic values in the analyzes and limited separation. Therefore, there is a high potential for $\delta^{15}\text{N}$ results to define the origin of the sampled material. These results show that, although the sampling position influences the $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ values, samples taken from the heartwood region can guarantee more homogeneous isotopic data. It is also concluded that the variation in the isotopic ratios of $\delta^{15}\text{N}$ and $\delta^{13}\text{C}$ are dependent on the sampling site, as well as the $\delta^{15}\text{N}$ isotope has potential as an indicator of the origin of wood. Such discoveries contribute to the understanding of the variation in the stable isotopic composition of tropical wood, and can provide information for refining forensic wood tracking methods.

KEYWORDS: Wood traceability, Brazilian Amazon, tropical wood; radial variation of isotopes, angelim-vermelho

INTRODUÇÃO GERAL

A floresta amazônica é um hotspot de biodiversidade intensamente ameaçado pelo desmatamento e degradação florestal, sendo este último responsável por afetar 34 milhões de hectares da Amazônia Brasileira entre 1992 e 2014, superando o desmatamento e gerando implicações importantes na biodiversidade, emissões de carbono e equilíbrio energético (Matricardi et al., 2020). Dentre os tipos de degradação florestal destaca-se a exploração madeireira, responsável por degradar 1,8% (119,700 km²) da floresta Amazônica entre 2001 e 2018 (Lapola et al., 2023).

Um dos principais problemas relacionados a exploração madeireira na Amazônia Brasileira consiste na ilegalidade por trás de sua prática. Levantamentos realizados pelo Instituto do Homem e Meio Ambiente da Amazônia (IMAZON) apontam que aproximadamente 40% da madeira extraída da Amazônia não é autorizada (IMAZON, 2023), sendo este um dos crimes ambientais mais lucrativos que existem. Estima-se que os custos diretos da extração ilegal de madeira na Amazônia brasileira, boliviana e peruana totalizam entre US\$ 558 e 639 milhões por ano (Gutierrez-Velez & Macdicken, 2008).

O comércio ilegal de madeira ameaça a conservação da biodiversidade, prejudica as economias locais e globais e afeta o manejo florestal sustentável (Hoare & Uehara, 2022). Segundo Cardoso e Souza Junior (2017) 44% (49.149 ha) de toda madeira tropical extraída entre 2015 e 2016 no Pará, o maior estado produtor de madeira na Amazônia Brasileira, era de origem ilegal. Apesar do grande impacto atrelado às práticas ilegais de extração predatória de madeira, os esforços de aplicação da lei para reduzir esse comércio são muitas vezes limitados pela falta de ferramentas independentes disponíveis para verificar a verdadeira origem da madeira (Boeschoten et al., 2023). Uma vez que, os principais tipos de fraude relacionadas a esse comércio consistem em falsas declarações de origem e irregularidades nos inventários florestais das Autorizações de Exploração Florestal (Brancaion, et al., 2018)

Um método que tem sido bastante aplicado na verificação da origem de uma variedade de produtos baseia-se na utilização de isótopos estáveis, e tem apresentado resultados bem sucedidos na determinação da origem da maconha (Shibuya et al., 2006; Hurley et al., 2010), de alimentos (Chesson et al., 2010; Muñoz-Redondo et al., 2021; Li et al., 2023) e animais (Cerling et al., 2006; Hanson et al., 2013; Hobson & Wassenaar, 2018). No entanto, sua aplicação na determinação da procedência da madeira tropical

ainda é bastante limitada, sendo relatados poucos estudos nos quais foram observados resultados variados, sendo alguns promissores (Watkinson et al., 2022) outros não (Paredes-Villanueva et al., 2022; Boeschoten et al., 2023).

A base para a aplicação deste método consiste na utilização da razão isotópica de bioelementos, geralmente $\delta^{18}\text{O}$, $\delta^2\text{H}$, $\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{87}\text{Sr}$, em que o principal enfoque é determinar a origem geográfica de indivíduos arbóreos, levando-se em consideração a complexidade na incorporação desses elementos (Camargo, Borges, Gontijo, 2022). Geralmente, identificar e separar áreas territorialmente distantes, como por exemplo, países ou hemisférios, constitui uma atividade relativamente fácil devido as grandes variações esperadas nesses casos, no entanto, a separação de indivíduos oriundos de áreas com características edáficas e climáticas muito semelhantes ainda é um grande desafio. Isso faz com que seja fundamental conhecer a composição isotópica de espécies madeireiras de importância comercial, visando compreender sua variação espacial. Tais informações podem ser úteis para obter maior representatividade espacial dos valores isotópicos de uma região, bem como refinar métodos de rastreabilidade de madeiras, atuando no combate ao comércio ilegal desse recurso.

Dinizia excelsa Ducke (Fabaceae) é uma das maiores árvores da Amazônia, com grande potencial econômico atribuído principalmente à produção de madeira, estando no ranking das espécies mais comercializadas no Brasil (IBAMA, 2023). Sua madeira é considerada pesada e bastante resistente, fatores que contribuem para sua grande comercialização e utilização no setor de construção civil, naval e movelaria. Estima-se que nos últimos dez anos aproximadamente 7 milhões de m^3 desta madeira tenha sido comercializada (IBAMA, 2023), isso sem considerar o volume extraído de forma ilegal. Tal situação contribui para que esta espécie esteja inserida na lista vermelha de espécies ameaçadas da IUCN, impondo a necessidade de medidas que contribuam para sua proteção.

No presente estudo, buscou-se investigar a variação na composição dos isótopos $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ no lenho de uma espécie arbórea amazônica de grande valor comercial (*D. excelsa*). Para isso, foram consideradas as seguintes questões: (1) Como os isótopos ^{13}C e ^{15}N variam ao longo do diâmetro radial do caule das árvores? (2) Há influência dos sítios de amostragem nos valores de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$? A partir destas perguntas este trabalho investigou a variabilidade na composição isotópica espacial de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ no lenho de uma espécie madeireira de grande importância ecológica e econômica em diferentes locais da Amazônia Brasileira, de modo a fornecer subsídios para sua rastreabilidade.

Cada uma dessas perguntas foram investigadas em diferentes capítulos desta dissertação, a saber:

Capítulo 1. *Variação radial dos isótopos ^{13}C e ^{15}N na madeira de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae)*, onde investigou-se a variação radial dos isótopos ^{13}C e ^{15}N na madeira de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae), com o intuito de otimizar a amostragem e a análise isotópica. Neste capítulo observou-se que amostras retiradas da região do cerne podem garantir dados mais homogêneos, embora tenha sido verificado que a posição de amostragem influencia nos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$, bem como, existe maior variação de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ nas regiões mais próximas à medula e à casca.

Capítulo 2. *Composição isotópica estável de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ do lenho de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae) em florestas pristinas da Amazônia Brasileira*, que caracteriza a composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ do lenho desta espécie, e avalia se os valores isotópicos são dependentes dos sítios de coleta. Neste capítulo foi verificado um potencial elevado do $\delta^{15}\text{N}$ para atribuição de origem, obtendo sucesso na separação do sítio de Juruti situado na Amazônia Oriental dos demais sítios estudados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BOESCHOTEN, L. E. et al. Stable isotope ratios in wood show little potential for sub-country origin verification in Central Africa. **Forest Ecology and Management**, v. 544, p. 121231, 2023.

BRANCALION, P. H. S. et al. Fake legal logging in the Brazilian Amazon. **Science Advances**, v. 4, n. 8, p. eaat1192, 2018.

CAMARGO, P. B.; BORGES, L. M.; GONTIJO, A. B. Isótopos forenses na proteção dos recursos florestais. In: NARDOTO, G. B. et al. Isótopos forenses. Campinas, SP: Millennium Editora, 2022.

CARDOSO, D.; SOUZA JR, C. Sistema de Monitoramento da Exploração Madeireira (Simex): Estado do Pará 2015–2016. **IMAZON**, Belém, 2017.

CERLING, T. E. et al. Stable isotopes in elephant hair document migration patterns and diet changes. **Proceedings of National Academy of Science of the United States of America**, v. 103, n. 2, p. 371–373, 2006.

CHESSON, L. A. et al. Hydrogen and Oxygen Stable Isotope Ratios of Milk in the United States. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n. 4, p. 2358–2363, 2010.

GUTIERREZ-VELEZ, V. H.; MACDICKEN, K. Quantifying the direct social and governmental costs of illegal logging in the Bolivian, Brazilian, and Peruvian Amazon. **Forest Policy and Economics**, v. 10, n. 4, p. 248-256, 2008.

HANSON, N. N. et al. Reconstructing marine life-history strategies of wild Atlantic salmon from the stable isotope composition of otoliths. **Marine Ecology Progress Series**, v. 475, p. 249–266, 2013.

HOARE, A.; UEHARA, T. H. K. Establishing fair and sustainable forest economies. 2022.

HOBSON, K. A.; WASSENAAR, L. I. Tracking Animal Migration with Stable Isotopes. 2^a ed. Academic Press, 2018.

HURLEY, Janet M.; WEST, Jason B.; EHLERINGER, James R. Tracing retail cannabis in the United States: Geographic origin and cultivation patterns. **International Journal of Drug Policy**, v. 21, n. 3, p. 222-228, 2010.

Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis. Disponível em: <https://www.gov.br/ibama/pt-br/assuntos/biodiversidade/flora-e-madeira/paineis-analiticos-da-gestao-madeireira-1>. Acesso em: 28 de junho, 2023.

Instituto do Homem e Meio Ambiente da Amazônia, IMAZON. Quase 40% da extração de madeira na Amazônia não é autorizada mostra pesquisa inédita. Disponível em: <https://imazon.org.br/imprensa/quase-40-da-extracao-de-madeira-na-amazonia-nao-e-autorizada-mostra-pesquisa-inedita/>. Acesso em: 28 de

setembro, 2023.

LAPOLA, D. M. et al. The drivers and impacts of Amazon Forest degradation. **Science**, v. 379, n. 6630, p. eabp8622, 2023.

LI, C. et al. Recent advances in Chinese food authentication and origin verification using isotope ratio mass spectrometry. **Food Chemistry**, v. 398, p. 133896, 2023.

MATRICARDI, E. A. T. et al. Long-term forest degradation surpasses deforestation in the Brazilian Amazon. **Science**, v. 369, n. 6509, p. 1378-1382, 2020.

MUÑOZ-REDONDO, J. M. et al. Tracing the geographical origin of Spanish mango (*Mangifera indica* L.) using stable isotopes ratios and multi-element profiles. **Food Control**, v. 125, p. 107961, 2021.

PAREDES-VILLANUEVA, K. et al. Isotopic characterization of Cedrela to verify species and regional provenance of Bolivian timber. **Tree-Ring Research**, v. 78, n. 2, p. 73-89, 2022.

SHIBUYA, E. K. et al. Sourcing Brazilian marijuana by applying IRMS analysis to seized samples. **Forensic Science International**, v. 160, n. 1, p. 35–43, 2006.

WATKINSON, C. J. et al. Stable Isotope Ratio Analysis for the Comparison of Timber from Two Forest Concessions in Gabon. **Frontiers in Forests and Global Change**, v. 4, p. 155, 2022.

VARIAÇÃO RADIAL DOS ISÓTOPOS ^{13}C E ^{15}N NA MADEIRA DE *Dinizia excelsa* DUCKE (FABACEAE)¹

¹Parte da Dissertação de mestrado apresentado pelo primeiro autor no Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais e Ambientais (PPGCIFA-UFAM)- apresentado nas normas da revista “Biological Conservation”

Este capítulo segue as normas da Revista Biological Conservation (<https://www.sciencedirect.com/journal/biological-conservation/publish/guide-for-authors>)

DESTAQUES

- Foi investigada a variação radial dos isótopos ^{13}C e ^{15}N na madeira de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae), com o intuito de otimizar a amostragem e a análise isotópica;
- Amostras retiradas da região do cerne podem garantir dados isotópicos mais homogêneos;
- A posição de amostragem influencia os valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ na madeira de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae);
- Existe maior variação de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ nas regiões mais próximas à medula e à casca.

RESUMO

Compreender como a variação isotópica estável se distribui espacialmente na madeira constitui um dos grandes desafios no âmbito dos estudos de rastreabilidade da madeira. Esta informação auxiliaria na coleta de dados mais representativos, contribuindo para uma atribuição de origem mais assertiva. Portanto, avaliar a variação radial dos isótopos ^{13}C e ^{15}N na madeira de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae), uma espécie madeireira amazônica fortemente explorada e comercializada no Brasil é o principal objetivo deste capítulo. Foi amostrado um disco da base do fuste em oito posições distintas no sentido radial, utilizando furadeira portátil com broca de 5 mm. De cada posição foram extraídas sete amostras, totalizando 56 amostras de madeira em flocos. As amostras foram secas em estufa regulada (24 horas a 60°C) e moídas a fino pó. As amostras pulverizadas foram pesadas em cápsulas de estanho seguindo a medida de 5 mg, com o auxílio de balança analítica. Posteriormente, já dentro de cápsulas de estanho as amostras foram inseridas em um analisador elementar acoplado a um espectrômetro de massa de razão isotópica (IRMS) para determinação da concentração dos elementos ^{13}C e ^{15}N . As amostras orgânicas de *D. excelsa* foram calculadas a partir de um padrão laboratorial interno que corresponde à *Handroanthus serratifolius* (Bignoniaceae - ipê) e a razão isotópica (R) expressa pela notação “delta” (δ) em que $\delta = (R \text{ amostra}/R \text{ padrão}) - 1) \times 1000$. Os valores absolutos de $\delta^{15}\text{N}$ variaram entre -0,54 e 1,60‰, e os de $\delta^{13}\text{C}$ entre -27,88 e -26,55‰, no qual o $\delta^{15}\text{N}$ apresentou maior variação entre as posições. Como principal resultado foi observado que amostras retiradas da região do cerne podem garantir dados mais homogêneos, embora tenha sido verificado que a posição de amostragem influencia nos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$, bem como, existe maior variação de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ nas regiões mais próximas à medula e à casca. Sendo assim, este estudo fornece informações importantes para o refinamento de técnicas de amostragem para a determinação da origem do material, apesar disso, existe a necessidade de realizar uma amostragem mais ampla, bem como utilizar outras metodologias visando tornar as análises mais seguras.

PALAVRAS-CHAVE: Composição isotópica, Angelim-vermelho, Madeira tropical, Rastreabilidade

1. INTRODUÇÃO

O desmatamento na Amazônia vem crescendo, e recentemente, em índices recordes. De acordo com dados de monitoramento do Instituto de Pesquisas Espaciais-INPE entre agosto de 2020 e julho de 2021, a Amazônia perdeu aproximadamente 13.200 km², a maior taxa de desmatamento registrada em 15 anos (INPE, 2023). Estimativas recentes revelam que em abril de 2023 o estado que liderou os índices foi o Amazonas (92 km²), ultrapassando até mesmo o estado do Pará (81 km²), que atualmente detém as maiores taxas de desmatamento acumulado na Amazônia (IMAZON, 2023).

Uma das principais problemáticas relacionadas ao desmatamento consiste na extração ilegal de madeira. Relatórios do Instituto do Homem e Meio Ambiente da Amazônia- IMAZON mostram que quase 90% da madeira extraída no estado do Amazonas é feita de forma ilegal. Essa prática afeta o governo e a sociedade de várias maneiras (Lima et al., 2018). Além de ser uma porta de entrada para o desmatamento e degradação florestal. Os custos diretos da extração ilegal de madeira na Amazônia brasileira, boliviana e peruana totalizam entre US\$ 558 e 639 milhões por ano (Gutierrez-Velez & Macdicken, 2008).

Um fator que contribui na intensificação da extração ilegal é à ocorrência de fraudes nos mecanismos de controle, como no sistema de Documento de Origem Florestal (DOF-IBAMA). Operações realizadas pela polícia federal demonstraram a problemática da ilegalidade da madeira nativa produzida na Amazônia, apontando inúmeras irregularidades em processos administrativos das autorizações de exploração florestal. Dentre as quais, constavam cargas de madeira ilegais, divergências entre cargas e seus respectivos DOF, bem como irregularidades e crimes cometidos nos processos de autorização de Planos de Manejo Florestal Sustentável, em diferentes estados da Amazônia Legal (Camargo, Borges, Gontijo, 2022).

Brancaion et al. (2018) analisando casos de exploração florestal no estado do Pará, identificaram evidências de que o volume de madeira de ipê (*Handroanthus* spp.) reportado no Documento de Origem Florestal não era compatível com a capacidade de produção da área de sua origem, de acordo com as normas para exploração florestal estabelecidas na Resolução Conama (Conselho Nacional do Meio Ambiente). Tais irregularidades constituem um grande desafio encontrado atualmente no âmbito da fiscalização ambiental, que consiste em associar as cargas de madeira apreendidas às

áreas de exploração ilegais. Ou ainda, como identificar a origem da madeira extraída de forma ilegal.

Considerando esse desafio, diversos estudos estão sendo realizados visando determinar com precisão a origem da madeira e, conseqüentemente, a certificação de madeiras de diversas regiões. Dentre estes, a análise de isótopos estáveis presentes na madeira tem se apresentado promissora no que se refere a rastreabilidade da madeira (Kagawa & Leavitt, 2010; Costa et al., 2019; Watkinson et al., 2020). Gori, Stradiotti, Camim (2018) aplicaram a tecnologia de isótopos estáveis para produção de mapas de distribuição da variação isotópica ambiental, conhecidos como isoscapes. Neste estudo os autores determinaram a procedência da madeira de *Picea abies* (L.) H. Karst. (Pinaceae) em escala regional através da construção das isoscapes dos isótopos de $\delta^{18}\text{O}$ e $\delta^2\text{H}$.

Apesar dos ótimos resultados, a ferramenta isotópica para determinação precisa da origem da madeira ainda se encontra em pleno desenvolvimento necessitando ampliar os estudos sobre como as razões isotópicas variam espacialmente nos tecidos vegetais. Desta forma, a comunidade científica tem buscado desenvolver estudos que possam esclarecer como os isótopos variam entre indivíduos de uma mesma espécie, entre espécies distintas, entre diferentes pontos geográficos de ocorrência e mesmo ao longo do diâmetro de um indivíduo (Leavitt, 2010; Camargo, Borges, Gontijo, 2022; Albano, 2022).

Alguns estudos já demonstraram que os valores isotópicos de ^{13}C , ^{18}O e ^2H em madeiras podem variar tanto dentro quanto entre espécies (Leavitt, 2010; Schmitz et al., 2020; Silva, 2021). Estudos recentes com espécies tropicais, verificaram que os valores isotópicos de ^{13}C , ^{18}O e ^2H de amostras coletados no sentido transversal do disco na área do cerne e alburno apresentaram pouca variação isotópica, diferentemente das amostras da casca e medula (Camargo, Borges, Gontijo, 2022). Albano (2022) observou o mesmo resultado analisando a variação isotópica radial de ^{13}C , ^{18}O e ^2H na madeira de eucalipto, verificando que amostras coletadas na região do cerne e alburno melhor representaram o valor isotópico de ^{13}C , ^{18}O e ^2H da árvore de eucalipto.

Em plantas C_3 a variação do $\delta^{13}\text{C}$ pode estar relacionada a fatores ambientais como irradiância, temperatura, umidade relativa e disponibilidade de água no solo (Francey & Farquhar, 1982; Mccarroll & Loader, 2004). Isso porque tais fatores influenciam no funcionamento dos estômatos e nas taxas fotossintéticas, que, por sua vez, influencia no fracionamento do carbono incorporado pelas plantas. Já o $\delta^{15}\text{N}$, em geral, pode variar de

acordo com o tipo de vegetação, forma de nitrogênio assimilada pelas diferentes espécies de plantas ou padrões climáticos (Ometto et al., 2006; Costa et al., 2019; Savard et al., 2021; Succarie, Xu, Wang, 2022; Martinelli, 2022).

Diante disso, entender como essa variação se distribui espacialmente na árvore, bem como, realizar uma amostragem que represente toda variação isotópica existente no decorrer do diâmetro, constitui um dos grandes desafios para que essa metodologia possa de fato ser utilizada rotineiramente dentro do sistema judiciário brasileiro auxiliando no combate a extração ilegal de madeira.

Dinizia excelsa Ducke (Fabaceae) é conhecida popularmente como angelim-vermelho e está geograficamente dispersa nos estados brasileiros da região norte, bem como, Guiana e Suriname. Sua árvore é de grande porte, emergente e pode atingir mais de 60 m de altura (Mesquita, Ferraz, Camargo, 2009). Uma de suas características de destaque consiste em sua madeira, que apresenta alta resistência mecânica e ótima durabilidade, constituindo um alvo de interesse comercial na indústria madeireira, na construção civil e naval, para produção de dormentes, vigas, postes, sarrafos, tábuas, vagões e pontes.

Devido a qualidade de sua madeira, *D. excelsa* está entre as cinco espécies mais exploradas no Brasil, ultrapassando 7 milhões de m³ de madeira comercializada nos últimos dez anos (IBAMA, 2023). Isso sem considerar o volume extraído de forma ilegal que geralmente não estão incluídos nos relatórios oficiais dos órgãos fiscalizadores. Tal situação contribui para que esta espécie esteja inserida na lista vermelha de espécies ameaçadas da IUCN, impondo a necessidade de medidas que contribuam para sua proteção.

Desta forma, o objetivo desse estudo foi avaliar a variação radial dos isótopos ¹³C e ¹⁵N na madeira de *Dinizia excelsa* Ducke (Fabaceae), uma espécie madeireira amazônica fortemente explorada, com o intuito de otimizar a amostragem e a análise isotópica. Para tal, foram realizadas análises isotópicas para carbono e nitrogênio da madeira e avaliada a variação dos valores isotópicos no sentido radial do disco. Tais informações podem fornecer subsídios para refinar técnicas de rastreabilidade de madeiras baseadas em análises de isótopos estáveis.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Obtenção das amostras

Foram realizadas 56 perfurações no sentido radial de um disco com espessura entre 5 e 7 cm da madeira de *D. excelsa*, retirada na base do fuste, oriunda do plano de manejo da Empresa de Manejo Florestal Sustentável Mil Madeiras Preciosas, Itacoatiara – Am (02° 30' S, 03° 00' S, 59° 00' W e 58°30' W).

Para investigar a variação dos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ foi separado o raio que continha o maior número de anéis (figura 1). Para amostragem foram definidos oito pontos de coleta (posições) no decorrer da amostra radial com aproximadamente 3 cm de distância entre si. Em cada posição foram amostradas sete amostras de madeira no sentido transversal com o auxílio de uma broca de 5 mm.

Utilizou-se uma furadeira de impacto portátil (Makita 40V Li-Ion 140Nm) para a obtenção das amostras e estas foram maceradas e armazenadas em sacos de papel devidamente identificados, posteriormente foram secas em estufa regulada por 24 horas à uma temperatura de 60°C.

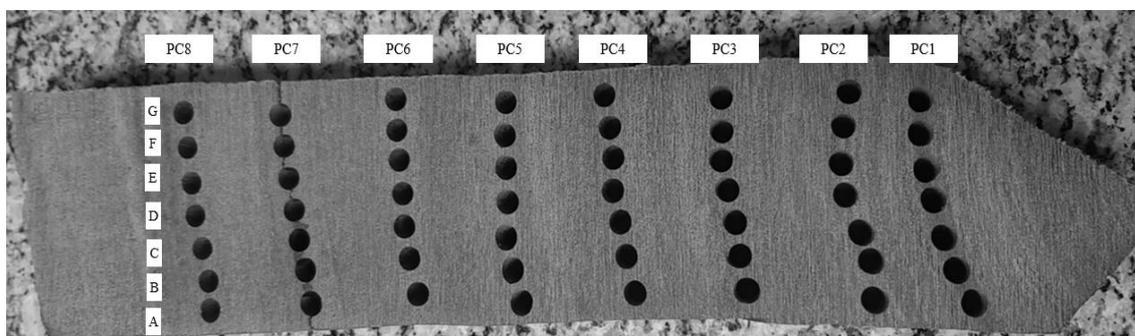


Figura 1. Esquema de amostragem para análise da variação da concentração isotópica de C e N na madeira de *D. excelsa*. (P=Posição 1-8 Sentido medula/casca). As letras de A a G representam as sete repetições realizadas em cada posição. O código PC1 a PC8 são as posições amostradas desde a medula a casca.

Após a secagem as amostras foram transferidas para jarros com esferas, ambos em aço inox, e moídas a fino pó com o auxílio de moinho vibratório de bancada (MM 400 – Retsch) por 1 minuto. Após a pulverização, as amostras foram novamente secas em estufa regulada pelo período de 2 horas a 60°C. Posteriormente cada amostra foi acondicionada em eppendorf de 1.0 ml, e acomodadas em dessecador até o início das análises isotópicas.

2.2 Análises isotópicas

Para análise das razões isotópicas dos elementos C e N da madeira de *D. excelsa* foram feitas leituras em duplicata de cada uma das 56 amostras. Desta forma, de cada amostra foram retiradas duas medidas de 5 mg de madeira pulverizada e acondicionadas em cápsulas de estanho. A pesagem foi feita com o auxílio de balança analítica de quatro casas decimais (Mettler Toledo). Posteriormente, as amostras já dentro de cápsulas de estanho foram analisadas em um espectrômetro de massa de razão isotópica (IRMS) acoplado a um analisador elementar no Laboratório Técnico Científico/Forense de Isótopos Estáveis da Superintendência da Polícia Federal do Amazonas.

As amostras orgânicas de *D. excelsa* foram calculadas a partir de um padrão laboratorial interno que corresponde a espécie *Handroanthus serratifolius* (Bignoniaceae - ipê) específico para as análises em madeiras apreendidas e analisadas no Laboratório Polícia Federal do Amazonas (SR/PF/AM). A razão isotópica (R) expressa pela relação entre o isótopo raro e o mais abundante ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$; $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$) entre a amostra analisada e a padrão é representada pela notação “delta” (δ) com valores em partes por mil (‰), em que $\delta = (R \text{ amostra}/R \text{ padrão}) - 1 \times 1000$.

2.3 Análise dos dados

Todos os testes estatísticos foram feitos no software MINITAB® 14. Para realização das análises os dados foram agrupados de acordo com a posição conforme apresentado na figura 1, e testados de acordo com o elemento ($\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$).

Foi utilizada estatística descritiva (média, desvio padrão, coeficientes de variação, valores mínimo e máximo) para descrever os valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$. Realizou-se o teste de normalidade para verificar a distribuição dos dados, bem como o teste de homogeneidade de variâncias visando verificar a equivalência dos dados. O teste ANOVA foi realizado para investigar diferenças entre as médias dos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ entre as diferentes posições ao longo do diâmetro radial da amostra.

3. RESULTADOS

Os valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ (396%) apresentaram maiores diferenças entre as médias obtidas das amostras quando comparado com o $\delta^{13}\text{C}$ (5%) (tabelas 1 e 2) da madeira de *D. excelsa* evidenciando que a posição de amostragem influenciou nos valores totais obtidos, principalmente de $\delta^{15}\text{N}$.

Tabela 1. Estatística descritiva (Mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Max=máximo e CV=coeficiente de variação) dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ da madeira de *D. excelsa*. PC= posição (figura 1).

Variable	Mean (‰)	StDev	Min (‰)	Max (‰)	CV(%)
PC1	1,40	0,13	1,26	1,60	9
PC2	0,49	0,10	0,30	0,60	20
PC3	-0,10	0,19	-0,35	0,15	-178
PC4	-0,12	0,14	-0,30	0,08	-121
PC5	-0,23	0,16	-0,44	0,03	-71
PC6	-0,26	0,14	-0,54	-0,13	-53
PC7	-0,10	0,24	-0,46	0,33	-239
PC8	0,10	0,16	-0,24	0,25	170

Tabela 2. Estatística descritiva (Mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Máx=máximo e CV=coeficiente de variação) dos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ da madeira de *D. excelsa*. PC= posição (figura 1).

Variable	Mean (‰)	StDev	Min (‰)	Max (‰)	CV(%)
PC1	-27,60	0,08	-27,71	-27,47	0
PC2	-27,17	0,30	-27,49	-26,65	-1
PC3	-26,64	0,06	-26,75	-26,57	0
PC4	-26,99	0,04	-27,05	-26,95	0
PC5	-26,71	0,03	-26,76	-26,66	0
PC6	-27,10	0,07	-27,16	-27,00	0
PC7	-27,83	0,04	-27,88	-27,76	0
PC8	-27,60	0,04	-27,66	-27,56	0

3.1 Nitrogênio

Apesar da variação nos valores absolutos das razões isotópicas de nitrogênio, observa-se no teste de homogeneidade de variâncias que não houve diferença significativa entre as posições, ou seja, os valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ da maior parte das posições no decorrer da amostra radial de madeira de *D. excelsa* apresentaram elevado desvio padrão de tal maneira que não é possível diferenciar os resultados de cada posição ($p \geq 0,05$) (Figura 2).

Porém, como já observado na Tabela 1, as médias dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ entre as distintas posições foram estatisticamente diferentes ($p > 0,05$) com intervalo de confiança de 95% (Figura 3). Em relação à variação das concentrações de $\delta^{15}\text{N}$ no sentido radial da madeira de *D. excelsa*, as posições mais próximas a medula apresentaram os maiores valores para o nitrogênio pesado, enquanto a posição 6 o menor. As posições 1, 2 e 8 apresentaram as maiores médias. As posições 3, 4, 5, 6 e 7 apresentaram uma tendência de estabilização para os valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ (Tabela 1).

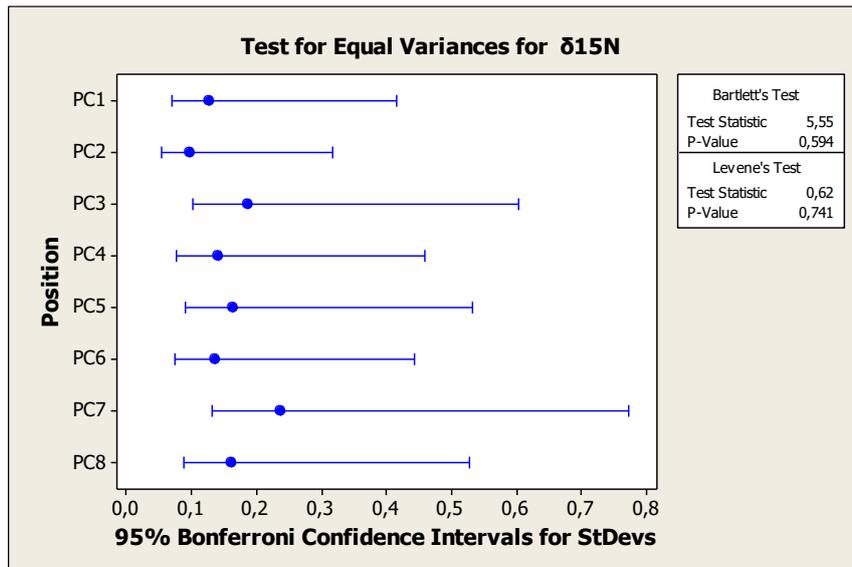


Figura 2. Análise de igualdade de variância dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ no decorrer da amostra radial de madeira de *D. excelsa* (PC= Posição).

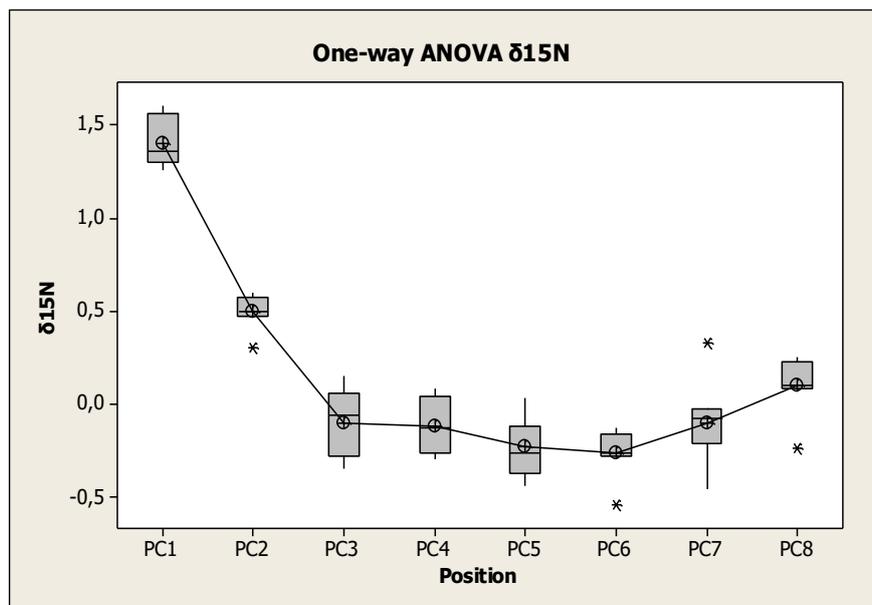


Figura 3. ANOVA dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ entre as distintas posições no sentido radial da madeira de *D. excelsa*.

3.2 Carbono

Todos os valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ apresentaram distribuição normal e a variação entre os valores isotópicos no sentido radial da madeira foi estatisticamente diferente ($p < 0,01$) com intervalo de confiança de 95% (Figura 4). Entretanto, vale destacar que apesar das amostras da posição 2 apresentaram elevada variação e desvio padrão, o coeficiente de variação não foi alto (Tabela 2).

A análise de variância mostrou uma diferença significativa ($p < 0,01$) nos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ entre as diferentes posições no sentido radial da madeira de *D. excelsa* (Figuras 4 e 5). As posições mais próximas a medula e a casca apresentaram os menores valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$. As posições mais centrais tenderam a apresentar maior estabilidade, principalmente as posições 3,4 e 5.

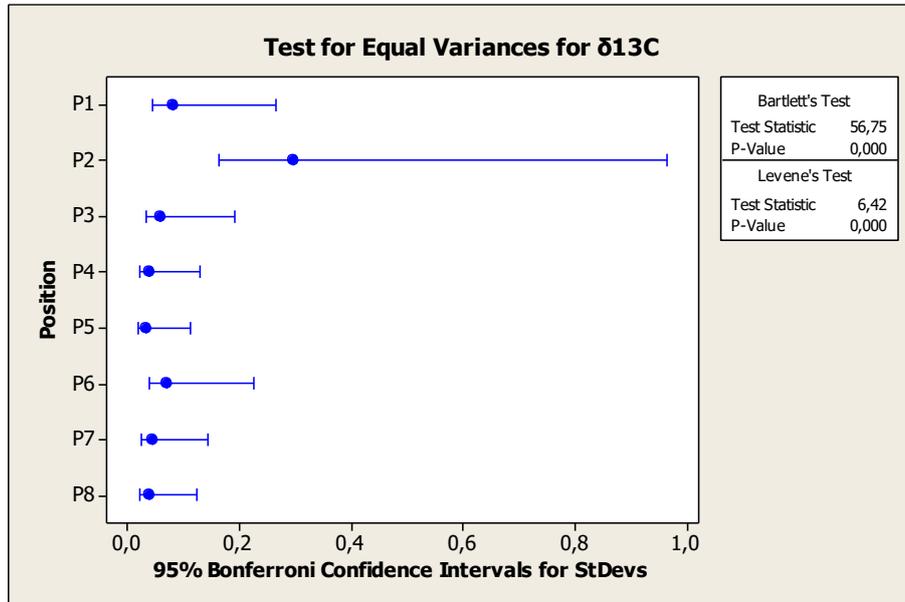


Figura 4. Análise de igualdade de variância dos valores de $\delta^{13}\text{C}$ no sentido radial da madeira de *D. excelsa* (PC=Posição).

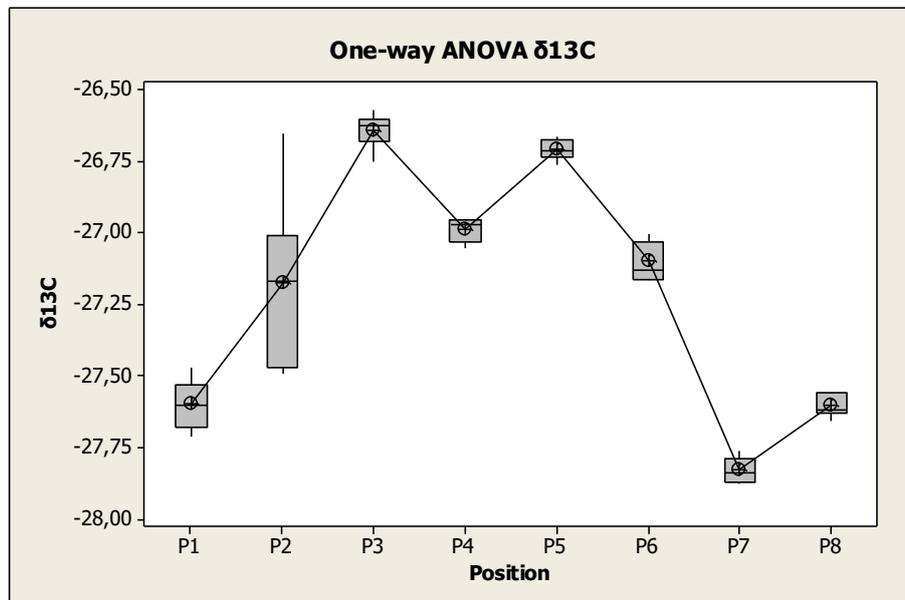


Figura 5. Análise de variância dos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ entre as distintas posições no sentido radial da madeira de *D. excelsa*.

4. DISCUSSÃO

A partir dos resultados obtidos na análise de variância, foi possível verificar que os valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ das amostras coletadas na região mais próxima da medula e casca apresentaram maior variação, em relação às amostras da porção mais central do cerne. Nossos resultados concordam parcialmente com o que tem sido observado na literatura para algumas espécies tropicais (Albano, 2022; Camargo, Borges, Gontijo, 2022), nos quais têm se observado menor variação dos valores isotópicos de ^{13}C , ^{18}O e ^2H em amostras retiradas da região do cerne e alburno.

No entanto, neste trabalho não analisamos a região do alburno, uma vez que, no procedimento de coleta de amostras para análises isotópicas realizado pela Polícia Federal do Amazonas é utilizado somente o material coletado a partir de 5 cm de profundidade. Apesar disso, nosso estudo demonstrou pela primeira vez a variação radial dos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ na madeira de *D. excelsa*, uma espécie tropical de interesse comercial. Considerando a implementação de uma metodologia para coleta de amostras de madeira para análise isotópica, tais resultados fornecem informações importantes para definir uma posição homogênea para a retirada das amostras.

Também foi observado um declínio nos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ no sentido medula-casca, principalmente nas posições 1,2 e 3. A diminuição nos valores de $\delta^{15}\text{N}$ da madeira durante as últimas décadas foi encontrada em várias árvores temperadas e boreais, e foi interpretada como evidência para o aumento da deposição de N reativo (Bukata & Kiser, 2005; Savard et al., 2009), ou mesmo como consequência da estimulação do crescimento das árvores induzida pelo CO_2 (Peñuelas & Estiarte, 1997). No entanto, qualquer que seja a causa, tais considerações devem ser vistas com cautela, pois nosso estudo se limitou a investigar a variação radial de $\delta^{15}\text{N}$ na madeira.

Em relação à variação radial do carbono, é possível notar um aumento do $\delta^{13}\text{C}$ nas posições mais próximas à medula, que pode ser atribuído ao efeito isotópico juvenil. Estudos relatam um aumento de 0,8-2‰ no $\delta^{13}\text{C}$ nos primeiros anos de crescimento da árvore relacionado a esse efeito (Freyer, 1979; Leavitt & Long, 1986; Kern et al., 2023) e sua duração parece variar para diferentes espécies e locais (Leavitt, 2010). No estudo de Kern e colaboradores (2023) foi verificado um enriquecimento de 0,8‰ nos valores de $\delta^{13}\text{C}$ ao longo de um período ≥ 40 anos após a germinação para a espécie *Pinus cembra*. Enquanto Helama et al. (2015) encontraram tendências relacionadas à idade na ordem de 0,04 ‰ por 100 anos ($\delta^{13}\text{C}$) para *Pinus sylvestris*.

Embora tenha sido observado possível efeito isotópico juvenil nos valores radiais de $\delta^{13}\text{C}$ próximos à medula, houve uma tendência a estabilização nos valores isotópicos da região mais central da amostra referente a área do cerne, principalmente nas posições 3, 4 e 5. Isso sugere que amostras coletadas nessas posições podem garantir dados mais homogêneos e, portanto, a técnica de coleta utilizada pela Polícia Federal do Amazonas se mostra eficiente na obtenção de dados representativos da variabilidade isotópica radial da árvore.

De forma geral, nossos resultados fornecem contribuições significativas para os estudos de rastreabilidade da madeira. Uma vez que, entender a variação isotópica espacial da madeira pode auxiliar na obtenção de dados mais assertivos para determinação da origem. Consequentemente, contribuindo no desmonte de esquemas fraudulentos de extração ilegal de madeira que se utilizam de falsa documentação de origem. Entretanto, é importante ressaltar que existe a necessidade de compreender a relação entre as variações radiais dos elementos analisados e fatores como clima, solo, idade, manejo, entre outras, e suas influências sobre as variações observadas. Além disso, recomenda-se realizar uma amostragem mais ampla e a utilização de outras metodologias visando tornar as análises mais seguras.

5. CONCLUSÃO

Este estudo demonstrou que a posição de amostragem influencia os valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$, bem como, existe maior variação de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ nas regiões mais próximas à medula e à casca. Apesar dessa variação, amostras retiradas da região do cerne podem garantir dados mais homogêneos. Desta forma, a estratégia de remover a casca e retirar amostras a partir de 5 cm de profundidade conforme a técnica utilizada pela Polícia Federal do Amazonas pode garantir a obtenção de dados isotópicos representativos.

Compreender a variação isotópica radial é um passo importante na análise isotópica em madeiras, pois a capacidade de identificar as regiões de maior variação ajuda a definir uma estratégia de amostragem. Embora este estudo tenha sido conduzido com um conjunto de dados relativamente pequeno, nossos resultados fornecem informações importantes na elucidação da variação isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ na madeira de *D. excelsa*, uma espécie tropical de importância econômica, podendo subsidiar futuras ações de combate à extração ilegal de madeiras.

Agradecimentos

Este estudo foi apoiado pelo Programa Nacional de Cooperação Acadêmica na Amazônia - PROCAD/CAPES: Fortalecimento das Ciências Florestais na Amazônia: Projeto num: 88881.516217/2020-01 – EDITAL Capes Nº 16/2020 – PROCAD-SPCF – UFAM/UNESP/ILHA SOLTEIRA e PROCAD/CAPES Fortalecimento das Ciências Florestais na Amazônia: Cooperação acadêmico-científica UFAM/ESALQ/UFRA. EDITAL nº 21/2018, Processo: 88887.199858/2018-00. O trabalho de campo foi apoiado logisticamente pela Empresa Mil Madeiras Preciosas LTDA e, em particular, pelo Jardel Rodrigues. Agradecemos ao Laboratório Técnico Científico/Forense de Isótopos Estáveis da Superintendência da Polícia Federal do Amazonas pelo apoio nas análises isotópicas e a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Amazonas-FAPEAM pela concessão da bolsa de pesquisa.

REFERÊNCIAS

ALBANO, L. B. Assinatura isotópica da madeira da espécie *Eucalyptus grandis* cultivados em mesmo sítio com diferentes procedências. Dissertação de Mestrado (Ciências Agrônômicas)-Universidade Estadual Paulista-UNESP. Botucatu, 2022.

BRANCALION, P. H. S et al. Fake legal logging in the Brazilian Amazon. **Science advances**, v. 4, n. 8, p.11-92, 2018.

BUKATA, A. R.; KYSER, T. K. Response of the nitrogen isotopic composition of tree-rings following tree-clearing and land-use change. **Environmental science & technology**, v. 39, n. 20, p. 7777-7783, 2005.

CAMARGO, P. B.; BORGES, L. M.; GONTIJO, A. B. Isótopos forenses na proteção dos recursos florestais. In: NARDOTO, G. B. et al. **Isótopos forenses**. Campinas, SP: Millennium Editora, 2022. p. 75-95.

COSTA, F. J. V; SENA-SOUZA, J. P.; NARDOTO, G. B. Determinação da origem geográfica de vestígios utilizando isótopos estáveis: base científica e potencial de uso no Brasil. **Revista Brasileira de Ciências Policiais**, v. 10, n. 1, p. 15-54, 2019.

FRANCEY, R. J.; FARQUHAR, G. D. An explanation of $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ variations in tree rings. **Nature**, v. 297, n. 5861, p. 28-31, 1982.

FREYER, H. D. On the ^{13}C record in tree rings. Part I. ^{13}C variations in northern hemispheric trees during the last 150 years. **Tellus**, v. 31, n. 2, p. 124-137, 1979.

GORI, Y.; STRADIOTTI, A.; CAMIN, F. Timber isoscapes. A case study in a mountain area in the Italian Alps. **PLoS One**, v. 13, n. 2, p. e0192970, 2018.

GUTIERREZ-VELEZ, V. H.; MACDICKEN, K. Quantifying the direct social and

governmental costs of illegal logging in the Bolivian, Brazilian, and Peruvian Amazon. **Forest Policy and Economics**, v. 10, n. 4, p. 248-256, 2008.

HELAMA, S. et al. Age-related trends in subfossil tree-ring $\delta^{13}\text{C}$ data. **Chemical Geology**, v. 416, p. 28-35, 2015.

HIETZ, P; DÜNISCH, O; WANEK, W. Long-term trends in nitrogen isotope composition and nitrogen concentration in Brazilian rainforest trees suggest changes in nitrogen cycle. **Environmental science & technology**, v. 44, n. 4, p. 1191-1196, 2010.

INPE. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais. PRODES (Desmatamento). São José dos Campos. 2023. Disponível em: http://terrabrasilis.dpi.inpe.br/app/dashboard/deforestation/biomes/legal_amazon/rates. Acesso em: 04 mai. 2023.

Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis – IBAMA. Painéis Analíticos da Gestão Madeireira – Industrialização, comércio e transporte de produtos florestais. Brasília, 2022b. Disponível em: <https://info.serpro.gov.br/t/IBAMA-Publico/views/IBAMA-PAINELPUBLICO> -. Acesso em 04 jun. 2023.

Instituto do Homem e Meio Ambiente da Amazônia- IMAZON. Desmatamento na Amazônia cai 36% de janeiro a abril, mas é o 3º desde 2008. Disponível em: <https://imazon.org.br/imprensa/desmatamento-na-amazonia-cai-36-de-janeiro-a-abril-mas-e-o-3o-maior-desde-2008/>. Acesso em 05 mai. 2023.

KAGAWA, A; LEAVITT, S. W. Stable carbon isotopes of tree rings as a tool to pinpoint the geographic origin of timber. **Journal of Wood Science**, v. 56, n. 3, p. 175-183, 2010.

KERN, Z. et al. Evaluation of the non-climatic (age-related) trends of stable oxygen and carbon isotopes in Swiss stone pine (*Pinus cembra* L.) tree-rings from the Eastern Carpathians, Romania. **Dendrochronologia**, p. 126061, 2023.

LEAVITT, S. W. Tree-ring C–H–O isotope variability and sampling. **Science of the Total Environment**, v. 408, n. 22, p. 5244-5253, 2010.

LEAVITT, S. W.; LONG, A. Stable-carbon isotope variability in tree foliage and wood. **Ecology**, v. 67, n. 4, p. 1002-1010, 1986.

LEWIS, G. P. et al. The majestic canopy-emergent genus *Dinizia* (Leguminosae: Caesalpinioideae), including a new species endemic to the Brazilian state of Espírito Santo. **Kew Bulletin**. v. 72, p. 48, 2017.

LIMA, M. F. M. de et al. Experimental characterization of density, defects and drying kinetic of three amazonian wood species: *Astronium lecointei*, *Dinizia excelsa*, and *Hymenolobium heterocarpum*. **Wood Material Science & Engineering**, p. 1-11, 2022.

MELO, M. F. F.; VARELA, V. P. Aspectos morfológicos de frutos, sementes, germinação e plântulas de duas espécies florestais da Amazônia: I. *Dinizia excelsa* Ducke (Angelim-Pedra). II *Cedrelinga catenaeformis* Ducke (Cedrorana)-Leguminosae: Mimosoideae. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 28, p. 54-62, 2006.

MELO, M. F. F.; VARELA, Vânia Palmeira. Aspectos morfológicos de frutos, sementes, germinação e plântulas de duas espécies florestais da Amazônia: I. *Dinizia excelsa* Ducke (Angelim-Pedra). II *Cedrelinga catenaeformis* Ducke (Cedrorana)-Leguminosae: Mimosoideae. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 28, p. 54-62, 2006.

MESQUITA, M. R., FERRAZ, I. D. K.; CAMARGO, J. L. C. 2009. Angelim-vermelho, *Dinizia excelsa* Ducke in: I. D. K. FERRAZ & J. L. C. CAMARGO (eds) **Manual de Sementes da Amazônia**. Fascículo 8, 12p. INPA. Manaus-AM, Brasil.

MIRON, A. C. et al. Spatial distribution of six managed tree species is influenced by topography conditions in the Central Amazon. **Journal of Environmental Management**. v. 281, p. 1-8, 2021.

PENUELAS, J.; ESTIARTE, M. Trends in plant carbon concentration and plant demand for N throughout this century. **Oecologia**, v. 109, p. 69-73, 1996.

SANTOS DE LIMA, L. et al. Illegal logging as a disincentive to the establishment of a sustainable forest sector in the Amazon. **PloS one**, v. 13, n. 12, p. e0207855, 2018.

SAVARD, M. M.; BÉGIN, C., SMIRNOFF, A.; MARION, J.; RIOUX-PAQUETTE, E. Tree-ring nitrogen isotopes reflect anthropogenic NO_x emissions and climatic effects. **Environmental science & technology**, v. 43, n. 3, p. 604-609, 2009.

SCHMITZ, N. et al. Overview of current practices in data analysis for wood identification. A guide for the different timber tracking methods. 2020.

SILVA, J. A. da. Análise dos isótopos estáveis na caracterização e rastreabilidade da madeira de *Eucalyptus grandis*. Dissertação de Mestrado (Ciências Agrônômicas)-Universidade Estadual Paulista-UNESP. Botucatu, 2021.

WATKINSON, C. J. et al. Stable Isotope Ratio Analysis for the Comparison of Timber from Two Forest Concessions in Gabon. **Frontiers in Forest and Global Change**, v. 4, p. 1-16, 2022.

WATKINSON, C. J. et al. The development and use of isoscapes to determine the geographical origin of *Quercus* spp. in the United States. **Forests**, v. 11, n. 8, p. 862, 2020.

SAVARD, Martine M. et al. Nitrogen isotopes in the soil-to-tree continuum—Tree rings express the soil biogeochemistry of boreal forests exposed to moderate airborne emissions. **Science of The Total Environment**, v. 780, p. 146581, 2021.

SUCCARIE, Amal; XU, Zhihong; WANG, Wenjie. The variation and trends of nitrogen cycling and nitrogen isotope composition in tree rings: the potential for

fingerprinting climate extremes and bushfires. **Journal of Soils and Sediments**, v. 22, n. 9, p. 2343-2353, 2022.

COMPOSIÇÃO ISOTÓPICA ESTÁVEL DE $\delta^{13}\text{C}$ E $\delta^{15}\text{N}$ DO LENHO DE *Dinizia excelsa* DUCKE (FABACEAE) EM FLORESTAS PRISTINAS DA AMAZÔNIA BRASILEIRA¹

¹Parte da Dissertação de mestrado apresentado pelo primeiro autor no Programa de Pós-Graduação em Ciências Florestais e Ambientais (PPGCIFA-UFAM)- apresentado nas normas da revista “Ecological Indicators”

Este capítulo segue as normas da Revista Ecological Indicators (<https://www.sciencedirect.com/journal/ecological-indicators/publish/guide-for-authors>)

DESTAQUES

- Foi investigada a variação na composição dos isótopos $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ de uma espécie arbórea amazônica de grande valor comercial (*D. excelsa*) em função da origem das amostras;
- Existe maior variação na composição isotópica do $\delta^{15}\text{N}$ comparado ao isótopo $\delta^{13}\text{C}$ no lenho das árvores de *Dinizia excelsa* Ducke, sendo esta variação dependente do sítio estudado;
- O isótopo $\delta^{15}\text{N}$ possui grande potencial como indicador de origem da madeira de uma das espécies madeireiras mais comercializadas da região amazônica.

RESUMO

A extração ilegal de madeira está entre os crimes ambientais mais lucrativos, e as falsas declarações de origem são um dos principais fatores que contribuem para essa prática. Um método promissor para verificação da origem baseia-se na composição isotópica de diferentes elementos presentes na madeira. No entanto, faltam estudos que investiguem a variação na composição isotópica de espécies madeireiras de interesse, visando levantar subsídios para sua rastreabilidade. No presente estudo, investigamos a variação na composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ de uma espécie arbórea amazônica de grande valor comercial (*D. excelsa*) em função da origem das amostras. Quantificamos a composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ do lenho de 34 árvores de quatro sítios distribuídos na Amazônia brasileira. Os resultados indicaram uma maior variação do isótopo $\delta^{15}\text{N}$ comparado ao isótopo $\delta^{13}\text{C}$ no lenho das árvores, sendo esta variação dependente do sítio estudado. Observamos maiores valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$ no sítio localizado na Amazônia Oriental (Juruti) em comparação aos sítios da Amazônia Central (Itapiranga e Juruti). Além disso, a análise de agrupamento revelou uma clara separação do sítio de Juruti (0% de similaridade) dos demais, resultado corroborado pela PCA cujo primeiro componente principal respondeu por 84% (PC1 $\lambda_1=84,013$) da variabilidade dos dados e o segundo 13% (PC2 $\lambda_2=13,098$), juntos respondendo por mais de 97% da variabilidade observada. No entanto, locais territorialmente mais próximos demonstraram valores mais homogêneos, resultando na sobreposição dos valores isotópicos. Dessa forma, estes resultados sugerem que o isótopo $\delta^{15}\text{N}$ possui grande potencial como indicador de origem da madeira de uma das espécies madeireiras mais comercializadas da região amazônica. No entanto, a determinação precisa da origem entre locais territorialmente próximos ainda é um desafio, sendo necessários mais estudos que contemplem um conjunto maior de isótopos e diferentes técnicas visando obter atribuições de origem mais precisas.

PALAVRAS- CHAVE: Extração ilegal de madeira, angelim-vermelho, Rastreabilidade, Isótopos estáveis

1. INTRODUÇÃO

A extração ilegal de madeira está entre os crimes ambientais mais lucrativos, e vem registrando índices recordes na Amazônia nos últimos anos. Segundo o levantamento realizado pela Rede Simex aproximadamente 40% da exploração de madeira na

Amazônia não é autorizada, sendo registrada principalmente nos estados de Mato Grosso, Pará, Rondônia e Amazonas (IMAZON, 2023). Estima-se que os custos diretos da extração ilegal de madeira em países da América do Sul (Brasil, Bolívia e Peru) estejam entre US\$ 558 e 639 milhões por ano (Gutierrez-Velez & MacDicken, 2007), sendo as falsas declarações de origem um dos principais fatores dessa prática (Hoare, 2015).

Práticas ilegais de extração de madeira levam à perda de recursos naturais, ameaçam a conservação da biodiversidade, causam danos a economia de países exportadores e fomentam a desigualdade social. A madeira de baixo preço proveniente de extração ilegal afeta os mercados locais e globais, bem como prejudica o manejo florestal sustentável. Tornando necessário o desenvolvimento de métodos independentes que permitam rastrear a origem da madeira com base nas suas características intrínsecas, ao invés de documentos externos como geralmente ocorre. Tal ação poderia desempenhar significativo papel no combate ao comércio ilegal de madeira.

Isótopos estáveis são importantes marcadores governados por mecanismos biogeoquímicos. Por exemplo, nas plantas, as razões isotópicas de carbono ($\delta^{13}\text{C}$) registram os efeitos ambientais na fotossíntese (Xia et al., 2022). Ou seja, a celulose produzida pela planta para formar os tecidos da madeira registra a composição isotópica do carbono e oxigênio do CO_2 e da H_2O absorvidos durante a fotossíntese e absorção de água. Desta forma, tais assinaturas isotópicas tem o potencial de revelar informações importantes sobre as condições ambientais que a planta estava experimentando no momento do seu crescimento.

Já a composição isotópica do nitrogênio ($\delta^{15}\text{N}$) reflete principalmente os complexos processos biogeoquímicos que acontecem no solo e são dependentes tanto de fatores ambientais quanto bióticos (Costa et al., 2019). O ar atmosférico é utilizado como padrão para isótopos de nitrogênio, desta forma, o $\delta^{15}\text{N}$ do N_2 atmosférico é, por definição, igual a 0‰. Como o fracionamento isotópico entre o ar atmosférico e aquele fornecido a planta na forma de amônio (NH_4^+) é relativamente baixo, plantas que tem associação simbiótica com bactérias e se utilizam do N_2 atmosférico, como algumas espécies de Fabaceae, tendem a ter valores de $\delta^{15}\text{N}$ próximos de 0‰ (Martinelli, 2022).

No entanto, a maioria das plantas dependem muito mais de fontes de nitrogênio do solo do que da atmosfera. No solo, as plantas utilizam duas formas inorgânicas de nitrogênio, o amônio (NH_4^+) e o nitrato (NO_3^-). O fracionamento associado à absorção dessas fontes inorgânicas de nitrogênio pelas plantas é pequeno ou ausente, particularmente, sob limitação desse elemento (Sleem, Zuidema, Pons, 2017). Desta

forma, o valor do $\delta^{15}\text{N}$ da planta depende em grande parte do $\delta^{15}\text{N}$ da fonte de nitrogênio utilizada.

O entendimento dessas características tornou os isótopos estáveis ferramentas úteis em estudos de Rastreabilidade da madeira. Atualmente há uma vasta literatura investigando o uso de isótopos como traçadores de origem de madeira, demonstrando em alguns casos resultados promissores (Kagawa & Leavitt, 2010; Gori, Stradiotti, Camin, 2018; Watkinson et al., 2022) outros nem tanto (Vlam et al., 2018; Paredes-Villanueva et al., 2022; Boeschoten et al., 2023). Porém, poucos estudos se concentram em florestas tropicais, resultando em pouca informação isotópica para espécies desses ecossistemas.

Entretanto, esse método ainda se encontra em pleno desenvolvimento, necessitando ampliar os estudos para uma série de questões. Nesse contexto, um dos principais requisitos para o sucesso dessa ferramenta é a produção de bancos de dados referencial, que contemplem a composição isotópica de espécies madeireiras de interesse e que abranja toda sua área de ocorrência, permitindo que amostras possam ser comparadas, bem como, proporcionando maior representatividade espacial de valores isotópicos (Camargo, Borges, Gontijo, 2022).

Dinizia excelsa (Fabaceae) é popularmente conhecida com angelim-vermelho. Apresenta uma madeira que se destaca por características como durabilidade e alta densidade, tornando-a alvo de interesse econômico. Devido sua grande procura, esta espécie tem sofrido pressão pelo setor madeireiro. Segundo relatórios do Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA) esta espécie está entre as cinco mais exploradas no Brasil, somando mais de 7 milhões de m^3 de madeira comercializada nos últimos dez anos (IBAMA, 2023). Diante disso, implementar um método confiável e preciso para determinar a origem da madeira baseado na composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$, auxiliaria muito na preservação desta espécie, bem como, no combate a práticas ilegais de extração de madeira.

Este estudo buscou investigar a variabilidade na composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ do lenho de *D. excelsa* uma espécie amazônica intensamente explorada e comercializada, avaliando o seu potencial uso como indicador de origem geográfica. Dessa forma, este capítulo caracteriza a composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ do lenho desta espécie, e avalia se os valores isotópicos são dependentes dos sítios de coleta. Tais informações serão úteis para conhecer a composição isotópica de espécies madeireiras de interesse, bem como, refinar modelos espaciais de determinação da procedência da madeira.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Locais de amostragem

A amostragem foi realizada em quatro locais de floresta pristina, distribuídos em regiões geográficas distintas da Amazônia brasileira. Destes, dois sítios estão situados dentro dos limites da área de Manejo Florestal Sustentável da Empresa Mil Madeiras Preciosas Ltda (Preciosa Wood Amazon), localizada entre os municípios de Itacoatiara, Silves e Itapiranga, a 227 km a leste de Manaus-AM. O terceiro sítio está localizado no município de Parintins, situado na Mesorregião Centro Amazonense, enquanto o quarto localiza-se no território do município de Juruti, no Pará (figura 1).

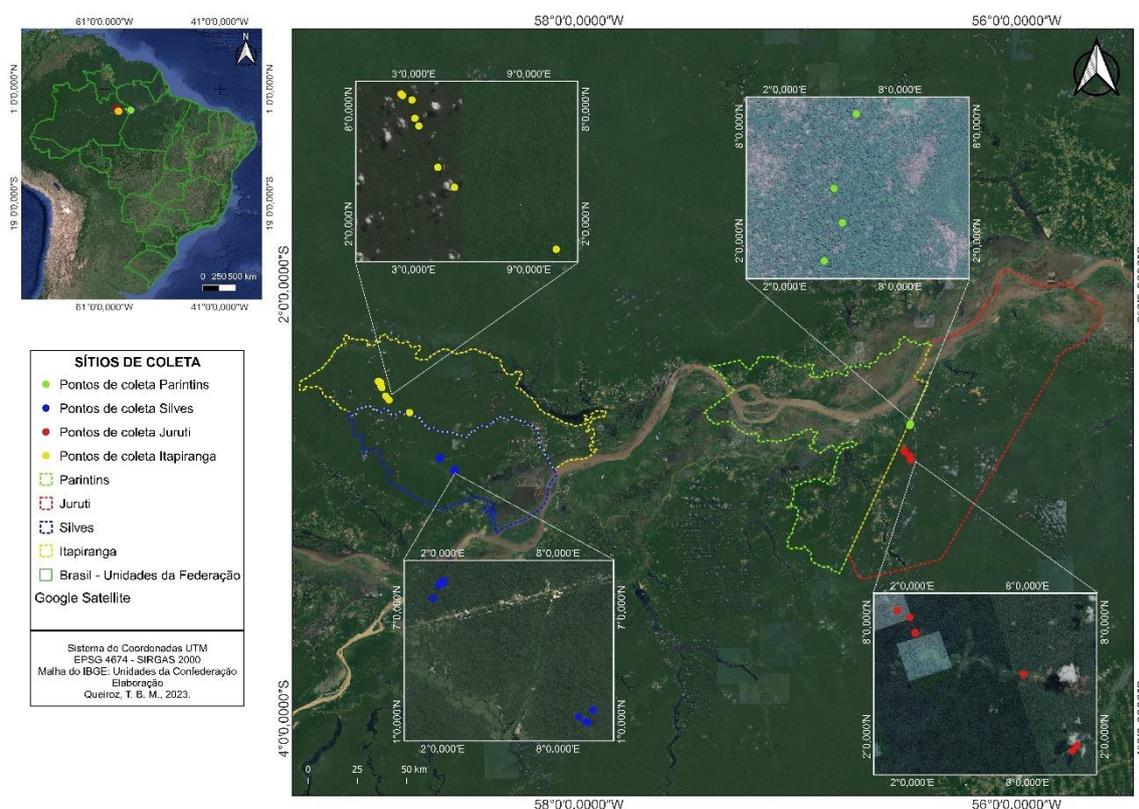


Figura 4. Distribuição dos locais de amostragem situados na Amazônia Brasileira. Autoria: Queiroz, 2023.

Todos os locais estudados foram caracterizados quanto as variáveis climáticas temperatura e precipitação, obtidos no banco de dados do site Worldclim (Harris et al., 2020) (figura 2). A precipitação média anual para esses locais é de 2367 mm para Itapiranga, 2345 mm para Silves, 2072 mm para Parintins e 2112 mm para Juruti. Algumas localidades contrastaram na duração da estação seca, definida como o número de meses com precipitação inferior a 100 mm. Itapiranga teve uma estação seca de dois

meses, agosto e setembro. Silves teve a estação seca de três meses, entre agosto e outubro. Parintins e Juruti, tiveram a estação seca mais extensa, entre os meses de agosto e novembro e registraram as menores médias mensais de pluviosidade. A temperatura média mensal apresentou mínimas variando entre 24 e 26°C e máximas entre 29 e 32°C, para ambos os locais.

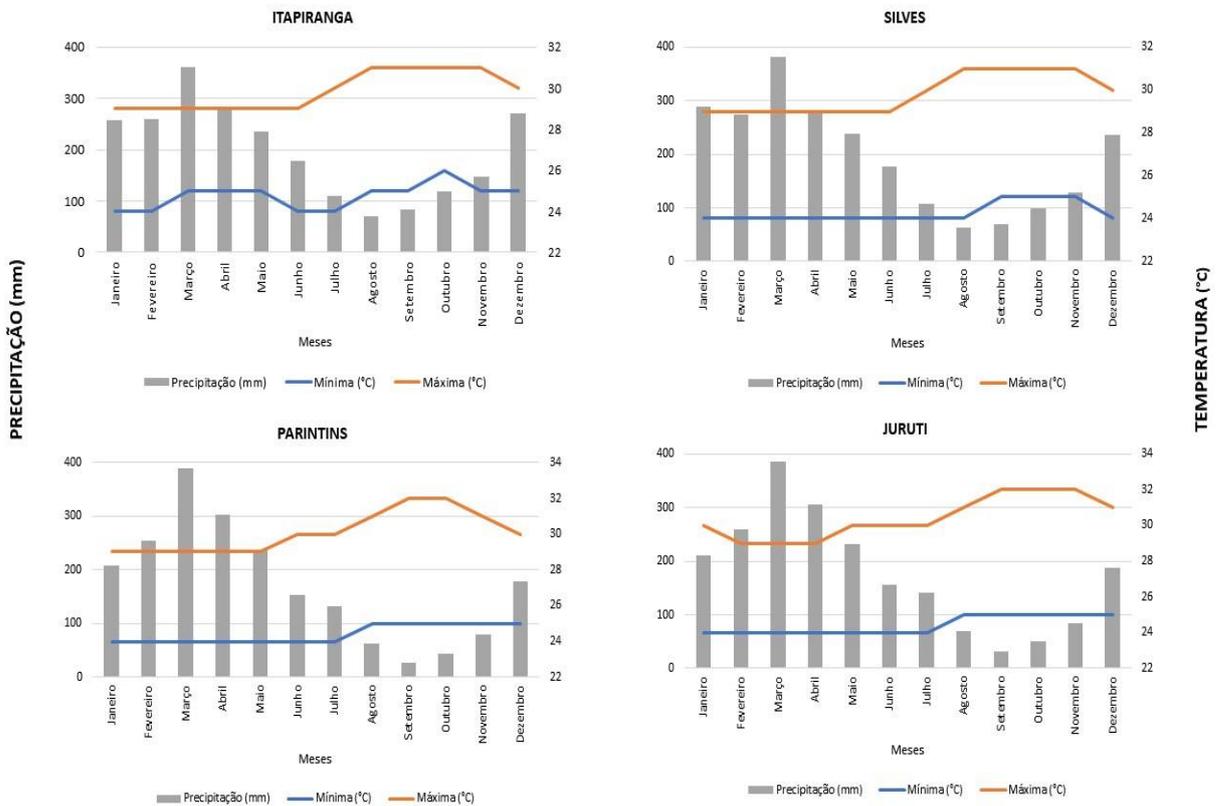


Figura 5. Climograma dos locais estudados, mostrando os índices médios de temperatura e precipitação mensal calculados a partir de uma série de dados de 7 anos (2015-2021). Fonte: Worldclim (Harris et al., 2020).

2.2 Coleta de amostras para análise de isótopos estáveis

Foram amostradas 34 árvores (duas amostras por árvore) de quatro locais distribuídos na Amazônia brasileira. De cada local foram selecionados 10 indivíduos, exceto Parintins, com apenas quatro indivíduos amostrados. Esse número reduzido de amostras em Parintins se deu por dificuldade de encontrar os indivíduos de *D. excelsa* na localidade. Foram selecionadas árvores com diâmetro acima de 50 cm, bem como em boas condições físicas e de fitossanidade. As identificações de coleta em campo foram baseadas em características morfológicas das árvores, principalmente, casca, folhas e frutos. Todos os indivíduos foram georreferenciados e estimado altura e circunferência.

Amostras de lenho em flocos foram coletadas à altura do peito com o auxílio de furadeira de impacto portátil (Makita 40V Li-Ion 140Nm) em dois pontos distintos do fuste. Foi realizada a limpeza da área de coleta com auxílio de um facão, visando remover a casca da árvore. Em seguida, foi introduzida a furadeira portátil a uma profundidade de aproximadamente 5 cm. A primeira porção de material retirado foi descartada, sendo coletado o material lenhoso retirado na sequência. Tal medida visa evitar a contaminação do material com partículas que porventura estiverem presas na casca e no câmbio.

As amostras de lenho foram armazenadas em sacos de papel devidamente identificados, em quantidade suficiente para as análises isotópicas (aproximadamente 100 gramas). Após a coleta foi feito um curativo com silicone em todos os furos realizados nas árvores, visando evitar o ataque de fungos e insetos nestes ferimentos. Após as coletas em campo as amostras foram levadas para estufas artesanais (40°C) com o objetivo de preservá-las da incidência de fungos.

Todas as amostras foram levadas ao Laboratório Técnico Científico/Forense de Isótopos Estáveis da Superintendência da Polícia Federal do Amazonas (SR/PF/AM) para as etapas de preparo e processamento para as análises isotópicas. É importante ressaltar que os procedimentos estabelecidos para coleta e profundidade de perfuração seguem critérios determinados a partir de estudos práticos realizados pela equipe de perícia da Polícia Federal do Amazonas parceira do projeto, baseados em amostragens antecedentes realizadas em madeiras coletadas na Estação Experimental ZF2 do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia/INPA e validado no capítulo 1 desta dissertação.

2.3 Análise de Isótopos Estáveis

As amostras de lenho destinadas à análise de isótopos estáveis foram secas em estufa regulada por 24 horas a uma temperatura de 60°C. Posteriormente, foram transferidas para jarros de aço com esferas em aço inox (AISI 304) e pulverizadas em moinho vibratório de bancada (MM 400 – Retsch) por 1 minuto. Após a pulverização, as amostras foram novamente secas em estufa pelo período de 2 horas a temperatura de 60°C. Posteriormente, cada amostra foi acondicionada em eppendorf de 2.0 ml e organizadas em dessecador até o início das análises.

Para a obtenção das razões isotópicas foram realizadas leituras em triplicatas de cada amostra coletada por árvore. Desta forma, de cada amostra foram pesadas três medidas de 5 mg de lenho pulverizado acondicionadas em cápsulas de estanho, com auxílio de balança analítica de quatro casas decimais (Mettler Toledo). As análises

isotópicas dos elementos $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ foram feitas no equipamento espectrômetro de massa de razão isotópica (IRMS) visando evidenciar a concentração de cada isótopo na amostra.

As amostras orgânicas de *D. excelsa* foram calculadas a partir da razão isotópica de um padrão laboratorial interno que corresponde a espécie *Handroanthus serratifolius* (ipê) específico para as análises em madeiras apreendidas e analisadas no Laboratório Técnico Científico/Forense de Isótopos Estáveis da Superintendência da Polícia Federal do Amazonas (SR/PF/AM). Para isso, foram inseridas 4 amostras do padrão no início e no final das leituras no equipamento, totalizando 8 amostras. No entanto, dependendo da quantidade de amostras analisadas no dia foram acrescentadas 4 amostras do padrão, alocadas no meio das leituras visando maior precisão e segurança aos resultados das análises.

O valor delta (δ) das amostras foi automaticamente determinado segundo a equação:

$$\delta = \left(\frac{R \text{ amostra}}{R \text{ padrão}} - 1 \right) 1000$$

Em que R é a proporção entre o isótopo raro e o mais abundante na amostra analisada e na amostra padrão. Como geralmente R tem valores muito pequenos, utiliza-se seu valor multiplicado por mil, criando-se a notação denominada δ por mil (‰).

2.4 Análise estatística

Todas as análises estatísticas foram realizadas no software PC-ORD 6.0. Desta forma, os valores isotópicos observados foram resumidos por estatística descritiva. Para agrupar os diferentes locais de acordo com a semelhança na concentração dos elementos analisados foram aplicadas duas análises: Análise de Componentes Principais (PCA) e Análise Hierárquica de Cluster. Utilizou-se a matriz de variância/covariância para a extração dos componentes principais (PCs) e distância Euclidiana como medida de distância na análise de Cluster.

3. RESULTADOS

3.1 Caracterização isotópica

Os dados brutos de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ sugerem diferenças entre indivíduos e locais. De forma geral, os valores médios de $\delta^{15}\text{N}$ variaram entre -1,04 e 4,70‰, e os de $\delta^{13}\text{C}$ de -28,35 a -26,26‰ (tabelas 1 e 2). O $\delta^{15}\text{N}$ apresentou maior variação entre os locais, enquanto o $\delta^{13}\text{C}$ foi relativamente mais semelhante. Juruti apresentou os valores médios

de $\delta^{15}\text{N}$ mais elevados, aproximadamente três vezes mais altos que as demais localidades. Em contrapartida, Silves apresentou os valores de $\delta^{15}\text{N}$ mais baixos para alguns indivíduos.

Tabela 3. Estatística descritiva (Mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Máx=máximo) da composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ em árvores de *D. excelsa* de quatro locais da Amazônia brasileira.

Sites	Individual	Mean	StDev	Min	Max
Silves	S1	-0,05	0,23	-0,40	0,19
	S2	-0,68	0,15	-0,82	-0,41
	S3	-1,04	0,12	-1,22	-0,90
	S4	1,50	0,25	1,08	1,77
	S5	0,03	0,07	-0,10	0,10
	S6	1,14	0,27	0,83	1,55
	S7	1,67	0,16	1,46	1,88
	S8	1,57	0,31	1,17	1,94
	S9	1,29	0,08	1,22	1,42
	S10	0,89	0,23	0,55	1,20
Itapiranga	I1	0,39	0,17	0,16	0,64
	I2	2,04	0,24	1,72	2,43
	I3	1,49	0,11	1,35	1,61
	I4	1,80	0,14	1,65	1,97
	I5	1,96	0,06	1,88	2,04
	I6	1,91	0,28	1,67	2,39
	I7	2,29	0,25	1,97	2,67
	I8	1,62	0,18	1,38	1,87
	I9	1,96	0,18	1,71	2,25
	I10	1,03	0,13	0,78	1,16
Juruti	J1	4,70	0,16	4,55	4,98
	J2	4,50	0,26	4,16	4,93
	J3	3,75	0,41	3,18	4,24
	J4	3,43	0,51	2,94	4,04
	J5	4,00	0,27	3,72	4,50
	J6	3,59	0,18	3,31	3,78
	J7	3,55	0,25	3,34	4,00
	J8	4,04	0,36	3,60	4,44
	J9	3,21	0,22	2,98	3,53
	J10	3,16	0,49	2,54	3,73
Parintins	P1	2,15	0,29	1,86	2,58
	P2	1,38	0,18	1,11	1,57
	P3	2,75	0,13	2,59	2,90
	P4	1,40	0,14	1,21	1,54

Tabela 4. Estatística descritiva (Mean=média, StDev=desvio padrão, Min=mínimo e Máx=máximo) da composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ em árvores de *D. excelsa* de quatro locais da Amazônia brasileira.

Sites	Individual	Mean	StDev	Min	Max
Silves	S1	-26,49	0,11	-26,63	-26,37
	S2	-27,92	0,06	-28,00	-27,83
	S3	-27,24	0,10	-27,40	-27,15
	S4	-27,70	0,21	-27,91	-27,45
	S5	-27,51	0,31	-27,81	-27,16
	S6	-26,62	0,29	-26,87	-26,18
	S7	-27,73	0,04	-27,78	-27,67
	S8	-27,12	0,12	-27,20	-26,88
	S9	-27,72	0,36	-28,08	-27,35
	S10	-27,79	0,03	-27,83	-27,74
Itapiranga	I1	-26,87	0,18	-27,04	-26,64
	I2	-27,04	0,03	-27,07	-27,00
	I3	-28,30	0,11	-28,44	-28,20
	I4	-28,04	0,07	-28,13	-27,97
	I5	-27,53	0,23	-27,74	-27,29
	I6	-27,36	0,14	-27,46	-27,11
	I7	-27,12	0,20	-27,36	-26,90
	I8	-26,26	0,19	-26,48	-26,06
	I9	-26,27	0,09	-26,36	-26,14
	I10	-27,52	0,19	-27,73	-27,29
Juruti	J1	-27,70	0,04	-27,76	-27,65
	J2	-27,00	0,08	-27,08	-26,86
	J3	-27,01	0,04	-27,07	-26,94
	J4	-26,48	0,23	-26,72	-26,24
	J5	-28,03	0,07	-28,10	-27,92
	J6	-26,77	0,06	-26,85	-26,70
	J7	-26,93	0,07	-27,01	-26,81
	J8	-26,84	0,52	-27,33	-26,34
	J9	-27,41	0,07	-27,53	-27,34
	J10	-27,40	0,13	-27,54	-27,26
Parintins	P1	-28,35	0,05	-28,40	-28,27
	P2	-27,51	0,06	-27,58	-27,42
	P3	-28,18	0,05	-28,25	-28,12
	P4	-27,56	0,05	-27,62	-27,51

3.2 Determinação da procedência da madeira com base na composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$

A partir dos resultados da análise hierárquica de agrupamento pôde-se detectar uma tendência ao agrupamento de locais com maior proximidade como os sítios de Silves

e Itapiranga, ambos situados dentro dos limites do Plano de Manejo da empresa Mil Madeiras Preciosas, sugerindo maior homogeneidade entre si em relação as variáveis analisadas. Enquanto Juruti apresentou uma clara separação (0%) das demais localidades, evidenciando grande influência da distância, uma vez que este sítio se encontra em um ponto geográfico mais longínquo (figura 2).

No dendrograma também é possível observar que alguns indivíduos de Silves e Itapiranga (S1, S2, S3 e I1) apresentaram valores isotópicos mais diferenciados, formando um grupo com baixa similaridade (25%) ao subgrupo formado pelos demais indivíduos de Silves, Itapiranga e Parintins. Essa diferença pode ser atribuída à distância, pois verificou-se que esses indivíduos estão localizados territorialmente mais distantes dos demais indivíduos amostrados em ambos os locais (figura 1).

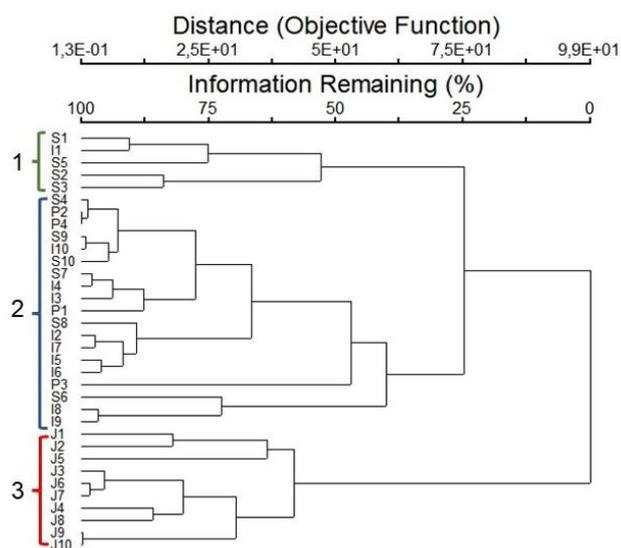


Figura 3. Agrupamento baseado na Distância Euclidiana para verificação da similaridade entre as razões isotópicas estáveis de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ da madeira de *D. excelsa* de diferentes locais da Amazônia brasileira. Siglas indicam locais de amostragem e nº do indivíduo: I= Itapiranga, J= Juruti, P=Parintins e S= Silves.

Os resultados da análise de componentes principais (PC1 $\lambda_1= 84,013$ e PC2 $\lambda_2=13,098$ – totalizando aproximadamente 97% da variabilidade dos dados) mostraram que é possível utilizar a composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ para determinar a procedência da madeira de *D. excelsa*, bem evidente para os indivíduos de localidades mais distantes, como os de Juruti-PA (figura 3). No entanto, como visto anteriormente, locais de maior proximidade tendem a apresentar valores isotópicos mais próximos, devido apresentarem características edáficas e climáticas mais semelhantes, o que poderia explicar a sobreposição de valores isotópicos encontrada entre Silves e Itapiranga.

Parintins apesar de ser geograficamente mais próximo de Juruti apresentou maior proximidade com Silves e Itapiranga (figuras 2 e 3). No entanto, é importante considerar o baixo n-amostal para este local, que poderia ter influenciado nesses achados. Desta forma, os resultados para esta localidade devem ser interpretados com cautela.

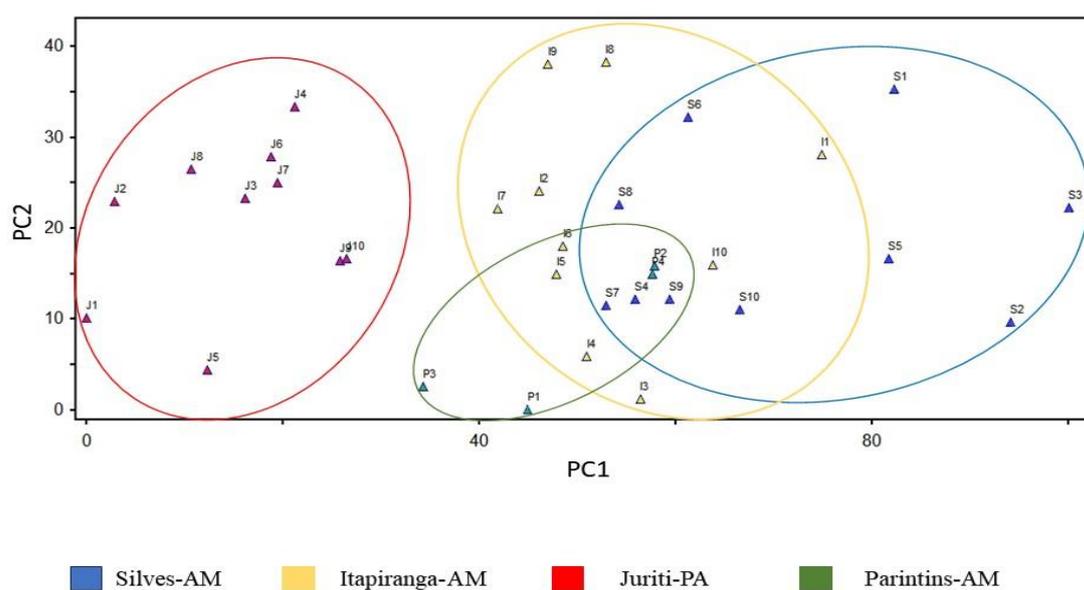


Figura 4. Análise de Componentes principais visando o agrupamento dos diferentes locais amostrados com base nas semelhanças entre as razões isotópicas de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ da madeira de *D. excelsa*.

4. DISCUSSÃO

No presente estudo foi investigada a variação na composição dos isótopos $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ de uma espécie arbórea amazônica de grande valor comercial (*D. excelsa*) em função da origem das amostras. Os resultados indicaram uma maior variação do isótopo $\delta^{15}\text{N}$ comparado ao isótopo $\delta^{13}\text{C}$ no lenho das árvores, sendo esta variação dependente do sítio estudado. Dessa forma, o isótopo $\delta^{15}\text{N}$ possui grande potencial como indicador de origem da madeira de uma das espécies madeireiras mais comercializadas da região amazônica.

4.1 Composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ do lenho de *D. excelsa*

A composição isotópica de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ do lenho de *D. excelsa*, uma importante espécie madeireira que tem sofrido com a superexploração, apresenta uma variabilidade entre indivíduos e entre locais, com maior variação nos valores isotópicos de $\delta^{15}\text{N}$. O $\delta^{15}\text{N}$ da planta e do solo é considerado um indicador da disponibilidade desse elemento no ecossistema, desta forma, locais com maior disponibilidade de N geralmente apresentam

o $\delta^{15}\text{N}$ mais elevado (Nardoto et al., 2008; Craine et al., 2015; Martinelli, 2022). De maneira geral, o $\delta^{15}\text{N}$ pode variar com o tipo de vegetação, forma de nitrogênio dominante assimilada pelas diferentes espécies de plantas ou padrões climáticos (Ometto et al., 2006).

No caso de plantas leguminosas, espera-se que o $\delta^{15}\text{N}$ seja próximo de 0‰ devido a fixação simbiótica de nitrogênio. No entanto, neste estudo observamos valores relativamente elevados de $\delta^{15}\text{N}$ ($3,79\pm 0,58$) para os indivíduos de Juruti. Ometto e colaboradores (2006) investigando a composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ da vegetação em florestas tropicais da bacia Amazônica observaram valores médios de $\delta^{15}\text{N}$ foliar de plantas leguminosas próximos a 5‰ (Manaus-AM e Ji-Paraná-RO) e 7‰ (Santarém-PA) sugerindo que estas plantas não estariam fixando nitrogênio atmosférico nas regiões de estudo. Além disso, não foram observadas diferenças significativas no $\delta^{15}\text{N}$ foliar entre plantas leguminosas e não leguminosas.

Nardoto et al. (2008) também não observaram diferenças significativas no $\delta^{15}\text{N}$ foliar de plantas leguminosas e não leguminosas em florestas densas de terra firme da Amazônia Oriental (Santarém), Amazônia Central (Manaus) e Oeste da Amazônia. Entretanto, os autores encontraram valores mais elevados de $\delta^{15}\text{N}$ foliar e maiores teores de N e fósforo no solo para a região da Amazônia oriental em comparação às florestas localizadas na Amazônia Central. Padrão semelhante ao verificado em nosso estudo, com menores valores de $\delta^{15}\text{N}$ do lenho observados nos sítios da Amazônia Central (Silves e Itapiranga) e maiores valores no sítio da Amazônia Oriental (Juruti). Tais diferenças foram associadas a um ciclo de nitrogênio aberto, no qual, as perdas gasosas de N do ecossistema são maiores que as entradas, favorecendo a perda de ^{14}N leve, particularmente, onde há maior disponibilidade desse elemento, resultando em um enriquecimento em ^{15}N no solo e nas plantas (Martinelli et al., 1999).

Além disso, Nardoto e colaboradores (2008) observaram que as mudanças na composição isotópica de N acontecem devido às diferenças de precipitação entre os sítios controladas pelas taxas de desnitrificação. Em sítios mais secos (como Juruti neste estudo), a incompleta ação do processo de desnitrificação resultaria em maior acúmulo de ^{15}N no solo e nas plantas, enquanto em sítios mais úmidos, as maiores taxas de desnitrificação elevariam as perdas N gasoso, diminuindo ^{15}N no solo e nas plantas. Desta forma, os autores demonstraram a influência da precipitação sobre o $\delta^{15}\text{N}$ foliar para florestas da região amazônica brasileira, no qual locais com maior precipitação e menor

comprimento da estação seca apresentaram menores valores de $\delta^{15}\text{N}$ foliar, consistente com o observado para os sítios da Amazônia Central em nossa pesquisa.

Já é bem documentado na literatura a influência das condições climáticas sobre a disponibilidade de nitrogênio no solo (Austin & Sala, 1999; Handley et al., 1999; Martinelli et al., 1999, Amundson et al., 2003; Craine et al., 2015; Freitas et al., 2015). Com relação à precipitação, Craine e colaboradores (2015) observaram aumento do $\delta^{15}\text{N}$ foliar com a diminuição da precipitação e aumento da temperatura, sugerindo que, em uma escala global locais mais quentes e secos possuem maior disponibilidade de nitrogênio. Tais padrões também foram anteriormente observados por Handley e colaboradores (1999) acerca desta relação global entre a precipitação e o $\delta^{15}\text{N}$ do ecossistema.

Quesada e colaboradores (2010) também fizeram importantes descobertas sobre os padrões de fertilidade dos solos da bacia amazônica e a relação entre a composição isotópica estável do nitrogênio ($\delta^{15}\text{N}_s$) e o fósforo extraível do solo ($[\text{P}]_{\text{EX}}$). Neste estudo os autores observaram maiores índices em indicadores de fertilidade do solo, como soma de bases e fósforo em solos da Amazônia Oriental, em comparação aos solos da Amazônia Central. Além disso, os autores demonstram uma relação direta entre o $\delta^{15}\text{N}_s$ e o $[\text{P}]_{\text{EX}}$, no qual até cerca de $[\text{P}]_{\text{EX}} 30 \text{ mg kg}^{-1}$ houve um aumento no $\delta^{15}\text{N}$ do solo. No entanto, além desse ponto, o $\delta^{15}\text{N}$ do solo começou a diminuir lentamente com o aumento do fósforo extraível.

Adicionalmente, os autores também revelaram que o $\delta^{15}\text{N}$ dos solos da floresta amazônica podem ser influenciados pela textura do solo, com valores mais baixos de $\delta^{15}\text{N}$ em solos mais arenosos, com baixa fertilidade e baixo fósforo extraível e, valores mais elevados em solos mais argilosos e antigos, como por exemplo ferralsolos e acrisolos. A base dessa diferença se deve ao fato de que solos com alto teor de areia geralmente apresentam menores taxas de mineralização e nitrificação, que por sua vez levam a uma menor disponibilidade de nitrogênio nesses locais, diminuindo o $\delta^{15}\text{N}$ foliar nesses locais (Nardoto et al., 2008).

Essa descoberta pode fornecer uma alternativa de interpretação para nossos achados, uma vez que, realizamos coletas de solo em todos os locais de amostragem e a partir de observações exploratórias prévias verificamos solos mais arenosos nos sítios localizados na Amazônia Central e solos argilosos no sítio de Juruti, na Amazônia Oriental. No entanto, tais hipóteses serão confirmadas em estudos futuros, considerando análises de solo mais aprofundadas.

Ademais, outras descobertas foram feitas por Nardoto e colaboradores (2014), verificando que em locais com a precipitação mensal inferior a 100 mm (estação seca) a relação entre fósforo extraível do solo e o $\delta^{15}\text{N}$ foliar foi semelhante ao que Quesada et al. (2010) observaram para o $\delta^{15}\text{N}$ do solo, com valores mais baixos de $\delta^{15}\text{N}$ em concentrações de $[\text{P}]_{\text{EX}}$ baixo e alto do que em $[\text{P}]_{\text{EX}}$ intermediário, sendo os maiores valores de $\delta^{15}\text{N}$ observados principalmente em solos mais antigos (ferralsolos e Acrisolos) do leste da Amazônia.

De maneira geral, os autores concluíram que a maior parte da variação de $\delta^{15}\text{N}$ nas florestas amazônicas é atribuível a condições específicas do local, fortemente influenciadas pelo fósforo extraível do solo e pela precipitação da estação seca, sugerindo uma disponibilidade restrita de nitrogênio em solos jovens e velhos, e/ou em baixos níveis de precipitação. Os autores concluíram que baixos níveis de disponibilidade de nitrogênio só provavelmente influenciarão o funcionamento da floresta amazônica em solos imaturos ou antigos intemperizados e/ou onde a precipitação na estação seca é baixa.

No que se refere ao $\delta^{13}\text{C}$, os resultados observados mostraram uma baixa variabilidade entre indivíduos e locais. A discriminação de ^{13}C é uma função da razão entre as concentrações de CO_2 interno e ambiente ($C_i:C_a$) e a eficiência do uso da água (Farquhar et al., 1982; Farquhar & Richards, 1984). Sob condições úmidas, $C_i:C_a$ é maior, resultando em mais discriminação contra ^{13}C (valores $\delta^{13}\text{C}$ mais negativos). Sob condições secas, a discriminação é menor, resultando em valores de $\delta^{13}\text{C}$ mais positivos devido a um enriquecimento relativo em ^{13}C . Apesar de existir diferenças nos regimes de precipitação entre os locais, não observamos grande variabilidade nos valores absolutos de $\delta^{13}\text{C}$ entre os sítios, sugerindo uma possível resposta amortecida da vegetação às mudanças nas entradas sazonais de umidade, entretanto, a base para essa resposta não está clara.

Ometto et al. (2006) também não encontraram diferenças significativas nos valores de $\delta^{13}\text{C}$ foliar entre sítios localizados na Amazônia Central e Amazônia Oriental, no entanto, observaram diferenças pronunciadas nos valores de $\delta^{13}\text{C}$ relacionadas à altura do dossel, para todos os locais. Além disso, os autores observaram que o $\delta^{13}\text{C}$ foliar apresentou variações sazonais associadas à duração da estação seca, com maiores valores de $\delta^{13}\text{C}$ ocorrendo nos períodos mais secos e valores menores ocorrendo durante as estações chuvosas. Entretanto, essa característica foi observada apenas na vegetação de sub-bosque de sítios na Amazônia Central, nos outros níveis do dossel não foi observado

variabilidade significativa nos valores de $\delta^{13}\text{C}$ foliar em resposta ao regime de precipitação para este local.

4.2 Composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ como subsídio para rastreabilidade da madeira

Neste estudo foi investigado o potencial da composição isotópica de $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ da madeira para determinação da origem. Foi possível separar isotopicamente os indivíduos de Juruti e, portanto, determinar a procedência da madeira. No entanto, os indivíduos de Silves, Itapiranga e Parintins apresentaram valores isotópicos mais homogêneos implicando na sobreposição destes locais. Em estudos de rastreabilidade de madeiras espera-se que indivíduos oriundos de pontos geográficos mais distantes, de uma mesma espécie, ou mesmo, de um conjunto de espécies apresentem resultados diferentes. Áreas geográficas mais próximas são mais difíceis de serem interpretadas, devido apresentarem características climáticas e edáficas mais semelhantes, necessitando muitas vezes de um conjunto maior de isótopos para sua avaliação (Camargo, Borges, Gontijo, 2022; Albano, 2022).

Identificar e separar isotopicamente indivíduos e/ou madeiras de áreas próximas que apresentam características ambientais muito semelhantes é um trabalho de investigação complexo, que ainda se encontra em pleno desenvolvimento. Diante disso, reforça-se a importância de implementar bancos de dados de referência para cada região, bem como, o desenvolvimento de estudos que elucidem a variação isotópica local e regional, visando possibilitar uma identificação precisa e o uso dessa ferramenta no cotidiano dos órgãos fiscalizadores no combate ao comércio ilegal de madeira.

Parintins mesmo estando localizado geograficamente mais próximo de Juruti apresentou maior similaridade isotópica com Itapiranga e Silves. Esse resultado pode ser atribuído ao baixo n-amostral utilizado nas análises isotópicas para essa localidade. Entretanto, estudos relatam ser esta uma região de transição abrupta na composição da comunidade de árvores, aves, bem como na geomorfologia (Dunne et al., 1998; Olson et al., 2001; Albernaz et al., 2012; Thom et al., 2018) que poderia explicar a similaridade observada. Apesar disso, os dados aqui apresentados podem contribuir para compreensão da variação na composição isotópica estável da madeira tropical.

Em última análise, apesar de ter sido possível diferenciar locais mais distantes geograficamente, mais estudos são necessários para obtenção de atribuições mais precisas, em especial, entre locais geograficamente próximos. Ressalta-se também a

necessidade de entender melhor questões como a área de ocorrência da espécie, processos fisiológicos e ambientais que levam as árvores a fixarem esses elementos no lenho do tronco. Também é importante a elaboração de bancos de dados referencial que contemplem a variação isotópica regional com os quais amostras possam ser comparadas, bem como reforçar o desenvolvimento de estudos utilizando conjuntos maiores de isótopos e diferentes métodos, como análise genética, multielementar, anatomia da madeira, entre outras, visando determinações de origem mais acuradas, contribuindo no combate a práticas ilegais de extração de madeira.

5. CONCLUSÕES

Estes resultados mostraram que existe maior variação nos valores de $\delta^{15}\text{N}$ quando comparado ao $\delta^{13}\text{C}$ no lenho de *D. excelsa*, sendo esta variação influenciada pelo sítio de amostragem. Conclui-se também que o isótopo $\delta^{15}\text{N}$ possui elevado potencial como indicador da origem da madeira de uma espécie amazônica de alto valor comercial, especialmente, em maiores escalas espaciais (entre diferentes regiões da Amazônia neste estudo). Estas descobertas contribuem para a compreensão da variação isotópica na madeira tropical, bem como, fornecem subsídios para refinar métodos forenses de rastreabilidade da madeira.

Agradecimentos

Este estudo foi apoiado pelo Programa Nacional de Cooperação Acadêmica na Amazônia - PROCAD/CAPES: Fortalecimento das Ciências Florestais na Amazônia: Projeto num: 88881.516217/2020-01 – EDITAL Capes Nº 16/2020 – PROCAD-SPCF – UFAM/UNESP/ILHA SOLTEIRA. O trabalho de campo foi apoiado logisticamente pela Empresa Mil Madeiras Preciosas LTDA e pela Embrapa/Parintins. Agradecemos ao Laboratório Técnico Científico/Forense de Isótopos Estáveis da Superintendência da Polícia Federal do Amazonas pelo apoio nas análises isotópicas, bem como às equipes de campo que auxiliaram nas coletas, em especial ao Dr. Santiago Linorio Ferreyra Ramos. Apoio adicional foi recebido da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Amazonas-FAPEAM pela concessão da bolsa de pesquisa.

CONCLUSÕES GERAIS

No presente estudo, o objetivo foi investigar a variação na composição dos isótopos $\delta^{15}\text{N}$ e $\delta^{13}\text{C}$ no lenho de uma espécie arbórea amazônica de interesse (*D. excelsa*), visando compreender como os isótopos ^{13}C e ^{15}N variam ao longo do diâmetro

radial do caule das árvores, bem como se existe influência dos sítios de amostragem nos valores de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$, fornecendo subsídios para implementar uma ferramenta isotópica de rastreabilidade de madeiras.

Como conclusão geral, este estudo demonstrou que existe maior variação nas razões isotópicas de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ nas regiões mais próximas a medula e a casca, portanto, a posição de amostragem pode influenciar nos valores isotópicos de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{15}\text{N}$ observados. Apesar desta variação, amostras coletadas na região do cerne apresentaram valores isotópicos mais homogêneos, podendo ser considerada uma boa posição para retirada de amostras. Conclui-se também que existe maior variação do isótopo $\delta^{15}\text{N}$ comparado ao isótopo $\delta^{13}\text{C}$ no lenho das árvores, sendo esta variação dependente do sítio estudado. Diante disso, o isótopo $\delta^{15}\text{N}$ possui alto potencial como indicador de origem da madeira de uma das espécies madeireiras mais comercializadas da região amazônica.

REFERÊNCIAS

ALBERNAZ, A. L. et al. Tree species compositional change and conservation implications in the white-water flooded forests of the Brazilian Amazon. **Journal of Biogeography**, v. 39, n. 5, p. 869-883, 2012.

AMUNDSON, R. et al. Global patterns of the isotopic composition of soil and plant nitrogen. **Global biogeochemical cycles**, v. 17, n. 1, 2003.

AUSTIN, A. T. Comment. Foliar $\delta^{15}\text{N}$ is negatively correlated with rainfall along the IGBP transect in Australia. Response. Interpretation of increased foliar $\delta^{15}\text{N}$ in woody species along a rainfall gradient in northern Australia. **Functional Plant Biology**, v. 26, v. 3, 1999.

BOESCHOTEN, L. E. et al. Stable isotope ratios in wood show little potential for sub-country origin verification in Central Africa. **Forest Ecology and Management**, v. 544, p. 121231, 2023.

CAMARGO, P. B.; BORGES, L. M.; GONTIJO, A. B. Isótopos forenses na proteção dos recursos florestais. In: NARDOTO, G. B. et al. **Isótopos forenses**. Campinas, SP: Millennium Editora, 2022. p. 75-95.

COSTA, F. J. V.; SENA-SOUZA, J. P.; NARDOTO, G. B. Determinação da origem geográfica de vestígios utilizando isótopos estáveis: base científica e potencial de uso no Brasil. **Revista Brasileira de Ciências Policiais**, v. 10, n. 1, p. 15-54, 2019.

CRAINE, J. M. et al. Global patterns of foliar nitrogen isotopes and their relationships with climate, mycorrhizal fungi, foliar nutrient concentrations, and nitrogen availability. **New Phytologist**, v. 183, n. 4, p. 980-992, 2009.

CUNHA, H.I.V. et al. Direct evidence for phosphorus limitation on Amazon forest

productivity. **Nature**. v. 608, p. 558–562, 2022.

DE FREITAS, A. D. S. et al. Nitrogen isotopic patterns in tropical forests along a rainfall gradient in Northeast Brazil. **Plant and Soil**, v. 391, p. 109-122, 2015.

DUNNE, T. et al. Exchanges of sediment between the flood plain and channel of the Amazon River in Brazil. **Geological Society of America Bulletin**, v. 110, n. 4, p. 450-467, 1998.

GORI, Y.; STRADIOTTI, A.; CAMIN, F. Timber isoscapes. A case study in a mountain area in the Italian Alps. **PLoS One**, v. 13, n. 2, p. e0192970, 2018.

HANDLEY, L. L., et al. The ^{15}N natural abundance ($\delta^{15}\text{N}$) of ecosystem samples reflects measures of water availability. **Functional Plant Biology**, v. 26, n. 2, p. 185-199, 1999.

HARRIS, I. et al. (2020). Version 4 of the CRU TS monthly high-resolution gridded multivariate climate dataset. **Scientific Data** 7: 109.

Instituto do Homem e Meio Ambiente da Amazônia, IMAZON. Quase 40% da extração de madeira na Amazônia não é autorizada mostra pesquisa inédita. Disponível em: <https://imazon.org.br/imprensa/quase-40-da-extracao-de-madeira-na-amazonia-nao-e-autorizada-mostra-pesquisa-inedita/>. Acesso em: 28, setembro, 2023.

KAGAWA, A; LEAVITT, S. W. Stable carbon isotopes of tree rings as a tool to pinpoint the geographic origin of timber. **Journal of Wood Science**, v. 56, n. 3, p. 175-183, 2010.

MARTINELLI, L. A. et al. Nitrogen stable isotopic composition of leaves and soil: tropical versus temperate forests. **Biogeochemistry**, v. 46, p. 45-65, 1999.

MARTINELLI, L. A. Princípios básicos sobre isótopos estáveis. In: NARDOTO, G. B. et al. **Isótopos forenses**. Campinas, SP: Millennium Editora, 2022. 21-34.

NARDOTO, G. B. et al. Understanding the influences of spatial patterns on N availability within the Brazilian Amazon forest. **Ecosystems**, v. 11, p. 1234-1246, 2008.

NARDOTO, G. B. et al. Basin-wide variations in Amazon forest nitrogen-cycling characteristics as inferred from plant and soil ^{15}N : ^{14}N measurements. **Plant Ecology & Diversity**, v. 7, n. 1-2, p. 173-187, 2014.

OLSON, D. M. et al. Terrestrial Ecoregions of the World: A New Map of Life on Earth: A new global map of terrestrial ecoregions provides an innovative tool for conserving biodiversity. **BioScience**, v. 51, n. 11, p. 933-938, 2001.

OMETTO, J. P. H. B et al. The stable carbon and nitrogen isotopic composition of vegetation in tropical forests of the Amazon Basin, Brazil. **Biogeochemistry**, v. 79, n. 1-2, p. 251-274, 2006.

PAREDES-VILLANUEVA, K. et al. Isotopic characterization of Cedrela to verify species and regional provenance of Bolivian timber. **Tree-Ring Research**, v. 78, n. 2, p. 73-89, 2022.

QUESADA, C. A. et al. Regional and large-scale patterns in Amazon Forest structure and function are mediated by variations in soil physical and chemical properties. **Biogeosciences Discussion**, v. 6, p. 3993-4057, 2009.

QUESADA, C. A. et al. Variations in chemical and physical properties of Amazon Forest soils in relation to their genesis. **Biogeosciences**, v. 7, n. 5, p. 1515-1541, 2010.

THOM, G. et al. Phenotypic and genetic structure support gene flow generating gene tree discordances in an Amazonian floodplain endemic species. **Systematic Biology**, v. 67, n. 4, p. 700-718, 2018.

VLAM, M. et al. Developing forensic tools for an African timber: Regional origin is revealed by genetic characteristics, but not by isotopic signature. **Biological Conservation**, v. 220, p. 262-271, 2018.

WATKINSON, C. J. et al. Stable Isotope Ratio Analysis for the Comparison of Timber from Two Forest Concessions in Gabon. **Frontiers in Forest and Global Change**, v. 4, p. 1-16, 2022.

WRIGHT, S. J. Low phosphorus levels limit carbon capture by Amazonian forests. 2022.