

TRABAJO FINAL DE GRADO

CARACTERIZACIÓN DE MADERA DE PINO SILVESTRE POR ESPECTROSCOPIA DE
IMPEDANCIA ELÉCTRICA

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR D' ENGINYERIA AGRONÒMICA Y DEL MEDI NATURAL



GRADO EN INGENIERÍA FORESTAL Y DEL MEDIO NATURAL

CURSO 2016/2017

AUTOR: JAIME DOMÍNGUEZ PASCUAL.

TUTORA: INMACULADA FITA FERNÁNDEZ.

COTUTOR: JOSÉ VICENTE OLIVER VILLANUEVA.

VALENCIA, 10 DE JULIO DE 2017

Resumen

Título del Trabajo: *Caracterización de madera de pino silvestre por espectroscopía de impedancia eléctrica.*

Resumen:

La espectroscopía de impedancia eléctrica es una técnica de caracterización de materiales enmarcada en las denominadas técnicas de evaluación no destructiva. El propósito del presente trabajo consiste en caracterizar la madera de pino silvestre mediante esta técnica en un rango de frecuencias de 500 Hz a 5 MHz. Así pues, se ha tratado de buscar la relación existente entre ciertas variables físicas propias de la madera y la respuesta eléctrica del material. Para ello ha sido necesaria la construcción de una celda de medida así como la elaboración de un método de calibración. La respuesta eléctrica del material se ha ajustado a un circuito equivalente distribuido en dos ramas, por métodos iterativos. Del análisis de dicho circuito se concluye que cada una de las ramas muestra un comportamiento eléctrico distinto, que podría llegar a ser ajustado a cada una de los tipos de madera que componen un anillo: madera temprana y madera tardía. Así mismo, se han encontrado correlaciones estadísticamente significativas entre parámetros propios de la madera y parámetros eléctricos.

Palabras clave: espectroscopía, impedancia, evaluación no destructiva, pino silvestre, madera, celda, calibración, circuito equivalente, caracterización, correlación.

The electrical impedance spectroscopy is one of the non-destructive evaluation techniques. The aim of this paper consists on describing the electrical behavior of scots pine's softwood into a frequency range from 500 Hz to 5 MHz. Therefore, the relationship among some physical variables from wood and the electric response has been investigated. In consequence, it has been necessary to build a measurement cell and creating a calibration method. An equivalent circuit has been fitted for the electrical response. This circuit has two branches that could describe the electric behavior from each of the phases of a wood ring: earlywood and latewood. In addition, statistically significant correlations have been found among wood parameters and electrical parameters.

Key words: spectroscopy, impedance, non-destructive evaluation, scots pine, wood, measurement cell, calibration, equivalent circuit, electric behavior, correlations.

Autor: Jaime Domínguez Pascual.

Tutora: Inmaculada Fita Fernández.

Cotutor: José Vicente Oliver Villanueva.

Valencia, julio de 2017.

Índice temático

1.	Introducción	1
1.1.	Fundamentos	1
1.2.	Interacciones entre el campo eléctrico y la madera	3
1.3.	Material analizado: madera de pino silvestre.....	3
1.3.1.	Estructura física	3
1.3.2.	Distribución de la especie	4
1.3.3.	Descripción macroscópica.....	4
1.3.4.	Contenido de humedad de la madera.....	5
1.4.	Posibles aplicaciones.....	5
2.	Estado del arte	6
3.	Objetivos	8
4.	Material y métodos	9
4.1.	Material.....	9
4.2.	Métodos generales.....	9
4.2.1.	Equipo de medida	9
4.2.2.	Celda de medida.....	10
4.2.3.	Calibración.....	11
4.2.4.	Medidas eléctricas.....	16
4.2.5.	Estudio morfológico mediante análisis de imagen.	17
4.2.6.	Circuito Eléctrico Equivalente (CEE)	17
4.2.7.	Métodos estadísticos	19
4.3.	Métodos específicos de la Fase 1.....	19
4.3.1.	Estructura de anillos. Anchura media de anillo (AMA).	20
4.3.2.	Contenido de humedad (H %)	20
4.3.3.	Densidad (ρ)	21
4.3.4.	Selección del material	21
4.3.1.	Estudio morfológico mediante análisis de imagen.	22
4.4.	Métodos específicos de la Fase 2.....	22
4.4.1.	Estructura de anillos y selección del material.....	22
4.4.2.	Contenido de humedad (H %)	22
4.4.3.	Densidad (ρ)	23
4.4.4.	Estudio morfológico mediante análisis de imagen.	23

5.	Resultados y discusión.....	24
5.1.	Resultados de la Fase 1.....	24
5.1.1.	Resultados obtenidos de cada variable.....	24
5.1.2.	Estudio de normalidad de la muestra respecto de cada variable.....	24
5.1.3.	Análisis de distribución de las variables.....	26
5.1.4.	Permitividad – MT (%).....	28
5.1.5.	Admitancia (Conductividad).....	28
5.1.6.	Densidad – MT (%).....	28
5.2.	Resultados de la Fase 2.....	29
5.2.1.	Resultados obtenidos de cada variable.....	29
5.2.2.	Estudio de normalidad de la muestra respecto de cada variable.....	29
5.2.3.	Correlaciones.....	30
5.2.4.	Permitividad – densidad.....	31
5.2.5.	Permitividad – MT (%).....	32
5.2.6.	Densidad - MT (%).....	32
5.2.7.	Correlaciones con elementos del Circuito Eléctrico Equivalente(CEE).....	32
5.2.8.	Admitancia (Conductividad).....	34
5.2.9.	Tiempos de relajación, frecuencias características y capacidad equivalente.....	36
6.	Conclusiones.....	38
6.1.	Trabajos futuros.....	38
7.	Referencias.....	39

Índice de figuras

Figura 1.1. Representación del vector de impedancia en el plano complejo, mediante coordenadas rectangulares y polares.

Figura 4.1. Mesa de corte durante la preparación de muestras.

Figura 4.2. Detalle de la sierra radial en el corte de piezas de 2x2x1cm. En la parte derecha se aprecia la referencia límite para conseguir piezas de 1 cm de grosor.

Figura 4.3. Analizador de impedancia Solartron SI 1260

Figura 4.4. Analizador Solartron SI 1260 y estructura de soporte para el cableado.

Figura 4.5. De izquierda a derecha: electrodos inferiores sobre base de metacrilato; detalle de ambos grupos de electrodos en su posición de trabajo; conjunto de electrodos superiores.

Figura 4.6. Esquema de la configuración del electrodo durante el proceso de calibración mediante sustitución por un metacrilato 2x2.

Figura 4.7. Circuito eléctrico resultante durante la calibración por sustitución con metacrilato 2x2.

Figura 4.8. Esquema de la configuración del electrodo durante el proceso de calibración mediante sustitución por un metacrilato 4x4.

Figura 4.9. Circuito eléctrico resultante durante la calibración por sustitución con metacrilato 4x4.

Figura 4.10. a) Celda completa en disposición de realizar la medición; b) Configuración 3-2-3 de las piezas de madera sobre los electrodos; c) Detalle de las piezas de madera entre ambos electrodos; d) Detalle de la conexión entre la celda y el analizador mediante pinza conductiva.

Figura 4.11. Procedimiento de caracterización de un sistema mediante espectroscopía de impedancia eléctrica.

Figura 4.12. Esquema del circuito equivalente ajustado para la experiencia.

Figura 4.13. Captura de pantalla correspondiente al software LEVM.

Figura 4.14. Izquierda: esquema del perfil longitudinal de una probeta de ensayo, con sus caras A y B; Derecha: sección transversal de la probeta sobre la que se realiza el conteo de anillos y se mide la longitud radial.

Figura 4.15. De izquierda a derecha, recorte de la sección transversal mediante GIMP, marcado de anillos y reducción a paleta bicolor mediante GIMP, conversión a formato binario mediante ImageJ.

Figura 4.16. Distintos estados del procesado de imagen para la obtención del porcentaje de madera tardía, mediante conjuntos de ocho piezas. a) Fotografía original previa a la edición; b) Imagen indexado a dos colores; c) Imagen en formato binario.

Figura 5.1. Histograma de frecuencias de aparición de los distintos intervalos de densidad.

Figura 5.2. Histograma de frecuencias de aparición de los distintos intervalos de AMA.

Figura 5.3. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la sub-muestra (N = 60), basada en la variable ρ .

Figura 5.4. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para MT (%) (N=10).

Figura 5.5. Resultados obtenidos de ϵ en la Fase 1: a) componente real de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia; b) componente real de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera; c) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia; d) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera.

Figura 5.6. Evolución del coeficiente de correlación lineal en el rango de frecuencias. Discontinua: ρ . Continua: anchura media del anillo. a) componente real de la permitividad relativa; b) componente imaginaria de la permitividad relativa.

Figura 5.7. Correlación entre los parámetros ρ y MT (%).

Figura 5.8. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la variable humedad (N=9).

Figura 5.9. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la variable densidad(N=9).

Figura 5.10. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la variable % superficie de madera tardía(N=9).

Figura 5.11. Resultados obtenidos de permitividad relativa en la Fase 2: a) componente real de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia; b) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia.

Figura 5.12. Resultados obtenidos de permitividad relativa en la Fase 2: a) componente real de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera; b) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera.

Figura 5.13. Resultados obtenidos de permitividad relativa en la Fase 2: a) componente real de la permitividad relativa respecto al % de superficie de madera tardía; b) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto al % de superficie de madera tardía.

Figura 5.14. Correlación entre ρ y MT (%).

Figura 5.15. Correlación entre la variable densidad y los siguientes elementos del circuito equivalente: a) R1; b) R2.

Figura 5.16. Correlación entre la variable contenido de humedad y los siguientes elementos del circuito equivalente: a) Q1; b) R2.

Figura 5.17. Relación entre densidad y la componente real de la admitancia en las ramas 1 (a) y 2 (c); Nube de puntos correspondiente a la relación entre densidad y la componente imaginaria de la admitancia en las ramas 1 (b) y 2 (d).

Figura 5.18. Relación entre humedad y la componente real de la admitancia en las ramas 1 (a) y 2 (c). Relación entre humedad y la componente imaginaria de la admitancia en la rama 1.

Índice de tablas

Tabla 5.1. Resultado de la prueba de normalidad para la variable "densidad".

Tabla 5.2. Resultado de la prueba de normalidad para la variable AMA

Tabla 5.3. Valores de correlación obtenidos entre las componentes real e imaginaria de la admitancia y las variables densidad y % de madera tardía, para cada una de las ramas del circuito equivalente.

Tabla 5.4. Resultados obtenidos para cada elemento del circuito equivalente a partir del análisis mediante LEVM.

Tabla 5.5. Valores de correlación obtenidos entre las componentes real e imaginaria de la admitancia y las variables densidad, humedad y % de madera tardía, para cada una de las ramas del circuito equivalente.

Tabla 5.6. Tiempos de relajación, frecuencias características y capacidad equivalente.

1. Introducción

El concepto de impedancia eléctrica fue presentado por vez primera por Olivier Heaviside en 1880 y posteriormente fue desarrollado en términos de diagramas y números complejos por Kennelly y Steinmetz.

Desde entonces la medida y el análisis de la Espectroscopía de Impedancia Eléctrica (EIE) tiene un papel muy importante en el estudio de materiales porosos húmedos (cerámicas, suelos, rocas, suspensiones coloidales, membranas biológicas y materiales derivados del cemento) y materiales dieléctricos (plásticos, maderas...).

La EIE es una técnica no destructiva, de fácil manejo, rapidez, precisión y automatización. Es una técnica destinada a jugar un papel importante en la caracterización de sistemas materiales, tanto líquidos como sólidos.

El objeto de la EIE es el estudio de: a) las propiedades eléctricas de la propia muestra (conductividad, permitividad dieléctrica, movilidad de cargas, etc), de la interfase electrodo-muestra (reacciones químicas, adsorción, difusión, polarización de la doble capa...), b) de su relación con otras importantes propiedades no eléctricas (microestructurales, biológicas, etc).

La popularidad que ha cobrado hoy día la EIE como herramienta analítica y de caracterización, se debe principalmente a la ventaja que aporta el hecho de que sencillas medidas eléctricas realizadas de forma precisa y automatizada puedan relacionarse con un amplio número de fenómenos físicos.

Aunque no se encuentra muy extendida en nuestro país, está ampliamente difundida en el estudio de los materiales de construcción y rocas (caracterización microestructural, calidad, composición, corrosión, etc), de sistemas biológicos (células, tejidos) y por supuesto con una mayor trayectoria en la ciencia electroquímica. La automatización de la técnica, en los modernos equipos actuales permite realizar medidas de modo rápido, preciso y lo que es más importante sin destruir ni alterar la muestra de estudio.

1.1. Fundamentos

La técnica de EIE se basa en la aplicación de un campo eléctrico sinusoidal de baja intensidad mediante una diferencia de potencial creada por dos electrodos, que genera una corriente eléctrica. Dependiendo de la naturaleza de la respuesta, existe un desfase entre la intensidad y la tensión aplicada, del cociente de ambos se obtiene la impedancia compleja (Z) que se caracteriza por su amplitud y su ángulo de desfase.

Una señal sinusoidal $v(t) = V_m \cdot \text{sen}(\omega t)$ con una frecuencia determinada $f = \omega/2\pi$, genera una intensidad sinusoidal de la misma frecuencia, en general desfasada un ángulo θ : $i(t) = I_m \cdot \text{sen}(\omega t + \theta)$.

La impedancia compleja, $Z(\omega)$, relaciona ambas funciones: $Z(\omega) = v(\omega, t)/i(\omega, t)$. Su módulo es $|Z(\omega)| = V(\omega)/I(\omega)$ y su ángulo de desfase $\theta(\omega)$. Por tanto, la impedancia es función de la frecuencia angular ω . Esto es debido a que en sistemas complejos existen reactancias inductivas y/o capacitivas que introducen este tipo de respuesta, en los cuales, la intensidad generada para un mismo voltaje depende de la frecuencia del campo eléctrico.

En efecto, las dos magnitudes que definen la impedancia compleja, el módulo y ángulo de desfase (coordenadas polares), pueden quedar definidas en un único vector complejo dado por sus coordenadas rectangulares: $Z = Z' + jZ''$ donde $j = \sqrt{-1}$ es la unidad de los números

complejos, $Z' = |Z| \cdot \cos\theta$ es la parte real y $Z'' = |Z| \cdot \sen\theta$ es la parte imaginaria. Asimismo $|Z| = (Z'^2 + Z''^2)^{1/2}$ define el módulo de la impedancia y $\theta = \arctg(Z'/Z'')$ el desfase. La interpretación es inmediata a partir del diagrama representado en la Figura 1.1.

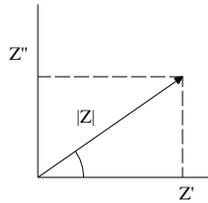


Figura 1.1. Representación del vector de impedancia en el plano complejo, mediante coordenadas rectangulares y polares.

Existen, no obstante, otras funciones que pueden caracterizar la respuesta eléctrica y que están relacionadas con la impedancia. Así, por ejemplo, si en lugar del cociente $v(t)/i(t)$, tomamos el inverso, $i(t)/v(t)$, obtenemos la admitancia $Y = Z^{-1} = Y' + jY''$. Si bien la impedancia presenta la propiedad de que su valor es la suma de las impedancias de los elementos dispuestos en serie y, por tanto, se emplea en circuitos con este tipo de disposiciones; con la admitancia ocurre de modo análogo para disposiciones en paralelo.

Hay que hacer notar, no obstante, que tanto la impedancia como la admitancia, son magnitudes extensivas, características del sistema con unas determinadas condiciones geométricas. Por ello se recurre a veces al empleo de las funciones intensivas, la resistividad compleja, $\rho(\omega) = Z \cdot A/L = \rho'(\omega) + j\rho''(\omega)$, y la conductividad compleja $\sigma(\omega) = Y \cdot L/A = \sigma'(\omega) + j\sigma''(\omega)$, siendo L la longitud de la muestra (en la dirección del campo eléctrico), y A el área de la sección (perpendicular al campo). Las otras dos funciones intensivas son la permitividad dieléctrica relativa $\epsilon(\omega) = Y/j\omega C_0 = \epsilon' + j\epsilon''$ y el módulo $M(\omega) = jZ\omega C_0 = M' + jM''$, siendo C_0 la capacidad de la celda vacía, $C_0 = \epsilon_0 A/L$. Resulta inmediato ver que: $\epsilon(\omega) = M(\omega)^{-1}$

Son numerosos los procesos que tienen lugar en la celda de medida cuando es sometida a la acción de un campo eléctrico y que determina la impedancia total del sistema: transporte de cargas, reacciones químicas, difusión, etc; así como las propiedades microestructurales en materiales: dieléctricas, conductividad eléctrica, etc.

Cuando se mide la impedancia en un intervalo de frecuencias suficientemente amplio, se observa, que ésta no se mantiene constante a lo largo del espectro, sino que varía con la frecuencia. Esto es debido a la variación de las propiedades intrínsecas de los materiales: conductividad y permitividad dieléctrica. Si disminuye su valor con la frecuencia entonces dicha propiedad ha sufrido un proceso de relajación. Esto puede ser debido principalmente a dos causas:

- Por la disminución de la polarización total con la frecuencia en medios homogéneos dieléctricos (efecto Debye).
- Por la heterogeneidad del material, al tener zonas conductoras (con transporte libre de cargas) intercaladas con zonas dieléctricas (con polarización de dipolos) (efecto Maxwell-Wagner).

Tanto si se estudian los sistemas como homogéneos o como heterogéneos es posible encontrar un circuito equivalente en base a consideraciones empíricas y que sea capaz de explicar cualitativamente (es decir la forma) el espectro de impedancias en el rango de frecuencias considerado.

1.2. Interacciones entre el campo eléctrico y la madera

La interacción entre un campo eléctrico variable con la frecuencia y la madera permite definir propiedades intrínsecas de la madera. La interacción del campo eléctrico sobre la madera es debida a la generación de corrientes eléctricas en el material. Cuando la madera se somete a un campo eléctrico, ésta se comporta según sus propiedades dieléctricas, que se pueden medir principalmente a través de dos índices: la Constante dieléctrica relativa (ϵ') y su Tangente de pérdidas dieléctricas ($\text{tg}\delta$).

La Constante dieléctrica relativa (ϵ') indica cuántas veces la fuerza eléctrica en la interacción de dos cargas situadas en un medio dieléctrico es menor con respecto a la fuerza que actuaría en el vacío. $F=F_0/\epsilon'$ siendo la fuerza F_0 entre dos cargas q_1 y q_2 en el vacío: $F_0=K_0 \cdot (q_1 \cdot q_2)/r^2$. Este parámetro describe la capacidad que tiene el material para almacenar energía.

La Tangente de pérdidas dieléctricas ($\text{tg}\delta$) define la parte de la potencia aplicada a la madera que es absorbida por el material bajo la influencia del campo eléctrico. Esta parte de la potencia es transformada en energía térmica.

Un índice adicional que también suele utilizarse para caracterizar eléctricamente las maderas es el Factor de pérdidas que resulta del producto de los dos anteriores: $\epsilon'' = \epsilon' \cdot (\text{tg}\delta)$.

Todos estos índices (ϵ' , ϵ'' , $\text{tg}\delta$) son adimensionales.

La madera seca en estufa puede considerarse como un material dieléctrico. En el rango de los GHz, la Constante dieléctrica y el Factor de pérdidas incrementan con la densidad, y éstos son mayores en la dirección longitudinal que en la dirección tangencial o radial. Con el aumento de la humedad, el número de carga eléctrica móvil aumenta, incrementando la conductividad, lo que afecta a la constante dieléctrica que aumenta lentamente con el contenido de humedad. Sin embargo, con aumentos del contenido de humedad superiores a 5%, el valor de la constante dieléctrica aumenta exponencialmente.

1.3. Material analizado: madera de pino silvestre.

De acuerdo con Kollmann (1959) y Tomppo (2013) la madera es un material biológico que muestra grandes variaciones en sus propiedades. Atendiendo a las distintas partes de un tronco, duramen, albura, las zonas extremas de la base y la copa, las ramas, etc. Poseen propiedades distintas. En la sección transversal es posible observar distintas propiedades a nivel macroscópico como, por ejemplo, los anillos anuales en los que se alterna madera temprana y tardía. Incluso a nivel microscópico se pueden detectar las distintas partes de las células que conforman la madera. Así pues, debido a esta estructura la madera resulta un material ortotrópico, es decir, que posee características distintas para las direcciones longitudinal, radial y tangencial.

1.3.1. Estructura física

Las células de la madera están dispuestas como tubos a lo largo de la dirección longitudinal del fuste. En el caso de las coníferas, se trata principalmente de traqueidas, que son células alargadas cuya misión es conducir el agua además de proporcionar sostén mecánico. Sin embargo, en las maderas de especies frondosas estas funciones son desempeñadas por distintos tipos de células: los vasos conductores transportan el agua, mientras que las fibras alargadas proporcionan sostén mecánico.

La pared celular de una traqueida está compuesta por un conjunto de capas: una lámina media amorfa y paredes primaria y secundaria. La composición de la pared celular de una fibra es equivalente, es decir, está compuesta por capas aunque en algunas especies de frondosas puede haber una pared extra. Además, la pared secundaria consta de tres capas distintas. De estas, la capa media es la de mayor grosor. Sus células están orientadas en espiral. El ángulo de las microfibras, que es el formado entre el eje longitudinal y la espiral, posee un gran impacto sobre las propiedades de la madera, principalmente en la fuerza.

Las distintas partes de la madera ostentan funciones propias y, en consecuencia, su composición y estructura varían de unas a otras. Por ejemplo, la función de la albura es la de almacenamiento de nutrientes y transporte de agua y savia. El duramen está formado a partir de la albura que va madurando en un proceso denominado "transición", durante el cual el contenido de extractos de las células se ve incrementado debido al metabolismo asociado a la muerte celular.

1.3.2. Distribución de la especie

De acuerdo con Vignote (2014) el pino silvestre (*Pinus sylvestris* L.) es el pino de mayor área natural y el de mayor difusión en Europa y Asia. Se extiende, en dirección sur-norte desde Sierra Nevada hasta el Norte de Noruega (donde forma el límite septentrional de la vegetación arbórea); y en dirección oeste-este, desde Escocia hasta los Urales, y desde allí hasta las partes más orientales de China y Rusia.

En España, la extensión y variedad de su área natural y la diversificación morfológica del pino silvestre, se traducen en una gran amplitud ecológica. Es una especie que prefiere continentalidad y, aunque es indiferente, prefiere sustratos arenosos y derivados de rocas ácidas. La mayor parte de las masas se sitúan entre 1000 y 2000 metros de altitud, aunque rebasa esos límites ampliamente en ambos sentidos, presentando el óptimo hacia los 1500m.

En la Península Ibérica, existen tres grandes zonas de habitación en las cordilleras Pirenaica, Ibérica y Central, más otra serie de representaciones menores tales como el pinar de Lillo (León) en la Cordillera Cantábrica, S^a del Maestrazgo (Castellón), Sierra de Baza, Sierra Nevada y otros puntos del NO de España.

1.3.3. Descripción macroscópica

Según Kollmann (1959), algunos de los términos más importantes relativos a la estructura macroscópica de la madera son:

- Estructura: es la ordenación de los diferentes elementos anatómicos que forman la madera. Da origen a la estructura y como consecuencia inmediata, a las figuras o veteados de esta. Las maderas de coníferas tienen una estructura simple (pocos elementos anatómicos)
- Grano: se define en función del tamaño de algunos elementos constitutivos de la madera. En las coníferas, el grano se refiere al diámetro de las traqueidas. Puede ser basto, medio o fino.
- Fibra: conjuntos de las células dispuestas en la dirección del eje del árbol, descartando elementos vasculares y células del parénquima. Las distintas variaciones que puede tener en dimensiones y disposición, da origen a los distintos tipos de fibra: recta, ondulada, revirada, entrelazada.

Dada la gran amplitud de su área de distribución y la diversidad de las estaciones, la calidad de la madera varía de forma ostensible según las distintas procedencias.

La albura es muy clara, de color amarillento. El duramen es de color rosado a marrón rojizo. El color de los nudos varía desde marrón oscuro hasta negruzco.

Los anillos de crecimiento se distinguen perfectamente. La madera de otoño marrón destaca sobre la de primavera blanco amarillenta. En el duramen la madera de otoño pasa a color pardo-rojizo muy pronunciado sobre el color rosado a marrón rojizo de la de primavera. La anchura de los anillos de crecimiento varía desde 1-3 mm hasta los 7-8 mm. La textura es en general pequeña. Los canales resiníferos son numerosos, de pequeño a mediano tamaño. Se reparten por toda la madera de otoño, o en el límite con la de primavera. La fibra es en general muy recta. El grano puede clasificarse como fino a medio-basto.

1.3.4. Contenido de humedad de la madera

Según AITIM (2002), el contenido de humedad de la madera se define como la masa de agua contenida en la madera expresada como porcentaje de masa anhidra (Kollmann, 1959). El agua puede encontrarse en la madera bajo tres formas diferentes:

- Agua de constitución: es la que forma parte de la madera y su eliminación supone la destrucción del material.
- Agua de impregnación: es la que está contenida en las paredes celulares y tiene gran influencia sobre las propiedades físico-mecánicas. Esta agua se mantiene en equilibrio dinámico con el medio ambiente que rodea a esa madera. Cuando la pared celular se encuentra saturada se dice que se ha alcanzado el punto de saturación de las fibras, que se alcanza con un contenido de humedad próximos al 30% y a partir del cual, comienza a formarse agua libre.

La masa y el volumen de la pared celular incrementan con la cantidad de agua absorbida y, por ejemplo, las propiedades relativas a la fuerza cambian considerablemente. Por encima del punto de saturación, las propiedades permanecen prácticamente invariables a pesar del incremento en el contenido de humedad (Tomppo, 2013)

- Agua libre: es la que se encuentra llenando las cavidades de las células. Esta agua no tiene influencia sobre las propiedades físicas y mecánicas de la madera, salvo el aumento de la densidad aparente. La madera recién cortada tiene un contenido de humedad comprendido entre el 70% y valores que pueden llegar a superar el 200% reduciéndose a valores entre el 16 y 18% por secado al aire libre. Para conseguir contenidos de humedad inferiores al 16-18% se ha de recurrir al secado artificial de la madera.

1.4. Posibles aplicaciones.

La Espectroscopía de Impedancia Eléctrica puede ser utilizada como técnica de evaluación de la madera mediante la caracterización del material a través de determinados parámetros. Su principal ventaja reside en el hecho de ser no destructiva. En consecuencia, se trata de una tecnología capaz de sustituir ensayos destructivos prescritos en las normativas de control de calidad de la madera que son altamente costosos, reduciéndolos a pequeñas muestras en las líneas de producción industriales.

2. Estado del arte

Hasta la fecha, son varios los trabajos que se han llevado a cabo en este campo de estudio, cada uno de ellos introduciendo ligeras variantes aunque con el denominador común de la aplicación de técnicas de impedancia eléctrica a madera. Esta técnica ha sido aplicada con éxito en la investigación de las propiedades físicas de la madera (Tiitta *et al.*, 2003; Tiitta, 2006), en la evaluación no destructiva de árboles y maderas (Martin, 2012; Martin y Günther, 2013) y en la detección de raíces de árboles (Zanetti *et al.*, 2011). Así mismo, la EIE ha sido usada para la determinación del contenido de humedad y el gradiente de humedad (Murase y Sobue 2011, Sobue y Yokotsuka 2003, Tiitta y Olkkonen 2002, Tiitta *et al.* 1999), para el estudio de endurecimiento de brotes congelados (Repo *et al.* 2000), para la medida de crecimiento de raíces de árboles (Repo *et al.* 2005). Esta técnica es además útil para la medida de diferentes tipos de defectos. Existen estudios mediante microondas para detectar nudos (Baradit *et al.* 2006, Forrer y Funck 1998, Rice *et al.* 1992) y huecos (Rice *et al.* 1992), y para distinguir entre madera joven de madera madura (Cooper *et al.* 2005). También, con técnicas de medida de resistividad a baja frecuencia se ha determinado deterioro de madera (Larsson *et al.* 2004, Martin 2012, Martin 2009).

Por lo que se refiere a los factores que pueden afectar al resultado de las mediciones, Forsén y Tarvainen (2000) encontraron diferencias en los valores de resistencia, no solo entre distintas especies, sino también entre duramen y albura, especialmente para bajos contenidos de humedad. Para un contenido del 8%, la resistencia de las muestras de duramen es del doble que las de albura. De acuerdo con Stamm (1964), la conductividad eléctrica de una pieza de madera cuya densidad sea el doble que la de otra, debería ser el doble de conductiva en la dirección de la fibra.

Stamm (1927) concluyó que la resistencia en la dirección longitudinal era aproximadamente la mitad que en las direcciones radial y tangencial. Así mismo, también averiguó que la resistencia de la madera disminuye con el incremento de la temperatura.

La influencia de la forma de la muestra también ha sido estudiada, principalmente para las celdas con electrodos de contacto. Stamm (1927) investigó el efecto del grosor de la muestra en electrodos de contacto, lo cual significa que este sería igual a la separación entre ellos. La resistencia varió linealmente con el grosor de la muestra

En el caso concreto del pino silvestre, se han realizado estudios de EIE en los que se ha conseguido encontrar una relación entre las características de la madera y la respuesta eléctrica. Así, según Tomppo (2013), para la madera de duramen se aprecia una correlación en la densidad cuando las mediciones son realizadas longitudinalmente, mientras que para la humedad se aprecia en las direcciones longitudinal y tangencial. Por otra parte, en la albura no se encuentran correlaciones significativas entre el contenido de humedad y cualquier parámetro dieléctrico, mientras que sí se aprecia relación entre la permitividad dieléctrica y la densidad siempre que se trate de muestras en una atmósfera al 65% de humedad y no en estado verde y la medición se realice en la dirección longitudinal.

De forma similar, Tomppo *et al.* (2010) evalúan las posibilidades de determinar las características relativas al pino silvestre (contenido de humedad, densidad, contenido de extractos) en el bosque de forma previa a su traslado a la industria. Las mediciones se realizan

con y sin capa dieléctrica entre electrodo y muestra. Para la relación entre el módulo de la impedancia y el contenido de humedad en albura se aprecia una fuerte correlación con capa dieléctrica ($f = 16$ kHz aprox.); para otras mediciones sin la capa de plástico en la dirección longitudinal, no hay correlación significativa. Sin embargo, en el duramen se da una correlación significativa en todo el rango de frecuencias sin capa dieléctrica, mientras que se observa una correlación a altas frecuencias para mediciones con capa. Los resultados son similares en ambas direcciones de medida. A lo largo de todo el rango de frecuencias, las correlaciones son mayores sin las capas dieléctricas. Por otra parte, en el estudio de la relación entre el módulo de la impedancia y la densidad se observa correlación significativa a altas frecuencias tanto con las capas de dieléctricas como sin ellas para el duramen, mientras que en la albura se da una correlación para medidas con dieléctrico, en un rango de frecuencias de 100 Hz a 10 MHz. Para otras mediciones, no existe correlación significativa.

Otros estudios se han llevado a cabo con un enfoque distinto, como es el caso de Martin *et al.* (2014) en el que se estudia la relación entre parámetros eléctricos como la resistividad compleja y parámetros estructurales en distintas especies europeas y tropicales, en un rango de bajas frecuencias (1mHz – 1 kHz).

3. Objetivos

Objetivo principal

El principal objetivo del presente Trabajo consiste en caracterizar físicamente la madera de pino silvestre mediante la técnica de espectroscopía de impedancia eléctrica con el propósito de consolidarla como técnica de evaluación no destructiva. Para ello es necesario encontrar ciertos parámetros eléctricos que caracterizan la respuesta eléctrica de la madera a la corriente eléctrica senoidal con frecuencias entre 500 Hz y 5 MHz, así como relacionarlos con sus propiedades físicas y morfológicas.

Objetivos específicos

Para alcanzar el objetivo principal, el presente trabajo tiene los siguientes objetivos específicos u operativos:

- Llevar a cabo la selección y preparación del material que se pretende analizar.
- Evaluar las distintas propiedades físicas, morfológicas y eléctricas de la madera.
- Elaborar una celda para la realización de las medidas eléctricas.
- Elaborar e implementar un método de calibración.
- Programar una hoja de cálculo con el método de calibración, capaz de mostrar resultados netos.
- Analizar los resultados con el objetivo de buscar correlaciones entre los distintos parámetros estudiados.

El trabajo se desarrollará en dos fases:

En la fase 1 se ha estudiado una muestra de gran tamaño (N=60) de forma más genérica como primera aproximación.

En la fase 2 se ha reducido el tamaño de la muestra de N=9 compuesta por 8 piezas cada una y así mismo las medidas se han particularizado.

4. Material y métodos

4.1. Material

El material escogido para realizar las mediciones es la madera joven (albura) de *Pinus sylvestris* L. Respecto al formato, se ha optado por seleccionar al azar listones, procedentes de un aserradero común, de aproximadamente 2 m de longitud cada uno y sección cuadrada de 2 cm de lado, perpendiculares a la dirección radial. Estos listones han sido posteriormente cortados en una mesa de corte expresamente montada para la ocasión, para obtener probetas normalizadas de 20x20x300 mm, de las que por último se extraerían piezas de 20x20x100 mm. El corte se ha efectuado mediante una sierra radial de pequeñas dimensiones (Figuras 4.1 y 4.2), aunque en ocasiones también se ha recurrido a una sierra de cinta.



Figura 4.1. Mesa de corte durante la preparación de muestras.



Figura 2.2. Detalle de la sierra radial en el corte de piezas de 2x2x1cm. En la parte derecha se aprecia la referencia límite para conseguir piezas de 1 cm de grosor.

4.2. Métodos generales

4.2.1. Equipo de medida

Las medidas eléctricas se han llevado a cabo en el analizador de impedancia Solartron 1260 (Figura 4.3), capaz de medir en un rango de frecuencias de 10 μ Hz a 32 MHz con una resolución máxima de 10 μ Hz y un error de ± 100 ppm.



Figura 4.3. Analizador de impedancia Solartron SI 1260.

Como se aprecia en la Figura 4.4, el cableado se encuentra sujeto a una estructura con el fin de mantenerlo lo más recto posible y fijar una posición constante para todas las medidas. Así mismo, a cada par de cables se le ha unido una cinta adhesiva con el objetivo de evitar contacto y eliminar posibles campos eléctricos parásitos.



Figura 4.4. Analizador Solartron SI 1260 y estructura de soporte para el cableado.

Las condiciones de medida se fijan mediante el software SMART de Solartron, a tensión constante de 100 mV y un barrido de 500 Hz a 5 MHz, tomando 15 puntos de medida por década (es decir, por cada incremento en la escala logarítmica), lo que significa 61 datos de impedancia.

Todos los datos son recogidos por este software gracias al uso de un ordenador y una tarjeta GPIB-USB-HS de adquisición de datos.

4.2.2. Celda de medida

Para llevar a cabo esta experiencia, se han construido expresamente una celda dieléctrica de medida. (Figura 4.5)

Dicha celda consta de un primer conjunto de tres electrodos de dimensiones 4x15 cm sujetos a una base común de metacrilato, sobre los que se depositarán las muestras de madera, y un segundo conjunto de ocho electrodos de dimensiones 4x4 cm cada uno, unidos entre sí mediante cables conductores, que irán situados sobre las muestras. Todos ellos son de acero y están recubiertos de una fina película de pintura con propiedades dieléctricas.

La conexión de la celda al equipo de medida se realiza en las dos arandelas dispuestas una en cada conjunto de electrodos, a las que se unen los cables del equipo mediante dos pinzas conductoras.



Figura 4.5. De izquierda a derecha: electrodos inferiores sobre base de metacrilato; detalle de ambos grupos de electrodos en su posición de trabajo; conjunto de electrodos superiores.

4.2.3. Calibración

El analizador de impedancia Solartron 1260 una vez realizada la medición, facilita un conjunto de resultados “brutos” de impedancia es decir, comprenden, además de los propios de la madera, los debidos al efecto del cableado, al equipo de medida, a las condiciones ambientales y a los generados por la propia celda de medida. Todos estos efectos se consideran ruido que es necesario eliminar para aislar los datos relativos a las muestras medidas y obtener así un resultado “neto”. Para ello es necesario llevar a cabo dos calibraciones sucesivas: una mediante el procedimiento a tres puntos y otra mediante el procedimiento de sustitución por un material de propiedades eléctricas conocidas.

4.2.3.1. Procedimiento a tres puntos

El calibrado a tres puntos que elimina los errores sistemáticos propios de los cables e instrumental de medida (Solartron 1260) y estudia el sistema de medida como un circuito cuadripolo con dos pares de terminales de entrada y dos de salida, con el que es fácil obtener la relación (1) entre la impedancia medida (\bar{Z}_{xm}) y la impedancia teórica o, en su caso, la impedancia corregida (\bar{Z}_{dut}), Kirtland (1986).

$$Z_{dut} = \frac{\bar{A} \cdot Z_{xm} + \bar{B}}{Z_{xm} + \bar{C}} = FG \cdot \frac{(Z_{xm} - Z_s)}{(Z_0 - Z_{xm})} \quad (1)$$

Donde,

$$\bar{A} = - \frac{Z_{std} \cdot (Z_0 - Z_{sm})}{(Z_{sm} - Z_s)}$$

$$\bar{B} = -\bar{A} \cdot Z_s$$

$$\bar{C} = Z_0$$

Z_{std} : Valor de la impedancia teórica del condensador de vacío de referencia

Z_0 : Impedancia medida en abierto

Z_{sm} : Impedancia medida con el condensador de vacío de referencia

Z_s : Impedancia medida en cortocircuito

$$\text{Siendo } FG = \frac{Z_{std} \cdot (Z_0 - Z_{sm})}{(Z_{sm} - Z_s)}$$

Para obtener el valor de los parámetros complejos de calibrado \bar{A} , \bar{B} , \bar{C} , es necesario disponer de tres valores de impedancia teórica conocida. Estos tres puntos de referencia son fundamentales para una buena calibración. El artículo Application Note 346-3 de Hewlett Packard, recomienda este método utilizando como puntos de referencia: abierto, cerrado y muestra estándar, es decir que además de requerir medidas en circuito abierto y cerrado, tiene en cuenta un dispositivo de medida estándar como tercera medida de referencia.

La ecuación 1 corrige la impedancia medida Z_m , después de determinar los valores de los coeficientes $\bar{A}, \bar{B}, \bar{C}$.

4.2.3.2. Procedimiento de sustitución por un material conocido.

La calibración mediante sustitución tiene por objetivo eliminar los efectos parásitos y efectos borde en la celda de medida (efectos independientes del área de medida) que serán identificados como C_p (capacidad de borde en la celda de medida) y C_{s2} (capacidad unitaria por contacto electrodo-material). Para ello, se han llevado a cabo dos mediciones de un material de capacidad conocida (metacrilato): una con dimensiones de 2x2 cm y otra de 4x4 cm.

En la Figura 4.6 se aprecia el esquema de la configuración de medida del electrodo para una muestra individual de medidas 2x2:

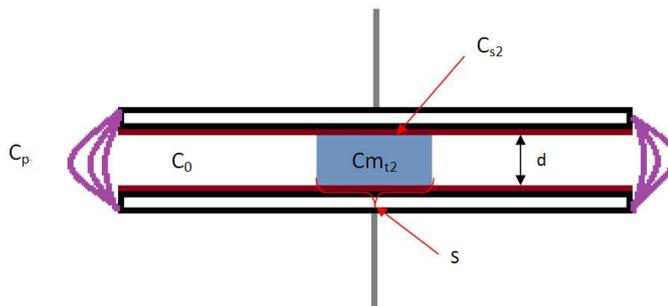


Figura 4.6. Esquema de la configuración del electrodo durante el proceso de calibración mediante sustitución por un metacrilato 2x2.

El circuito resultante de esta configuración es el siguiente (Figura 4.7):

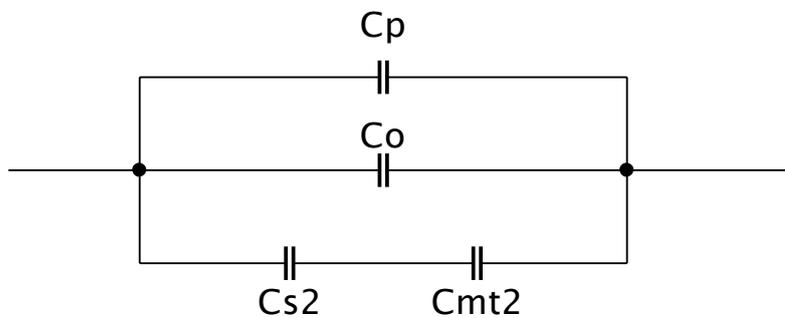


Figura 4.7. Circuito eléctrico resultante durante la calibración por sustitución con metacrilato 2x2.

Donde,

- C_{s2} es la capacidad generada en la superficie de contacto entre el metacrilato y los electrodos.
- C_{mt2} es la capacidad teórica del metacrilato, es decir, aquella que es posible calcular previamente al ensayo dado que se trata de un material de permitividad conocida.
- C_p es la capacidad debida al efecto borde de los electrodos.
- C_o es la capacidad del espacio vacío entre los electrodos.

La capacidad medida del circuito equivale a la capacidad del metacrilato C_{m2}

Por otra parte, la configuración de medida del electrodo para la pieza de 4x4 se aprecia en la Figura 4.8:

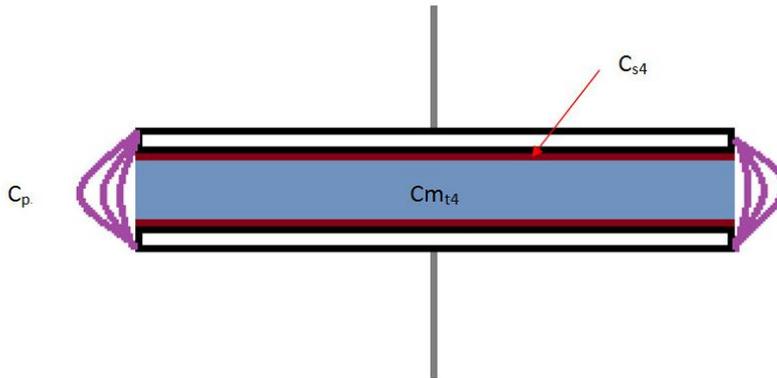


Figura 4.8. Esquema de la configuración del electrodo durante el proceso de calibración mediante sustitución por un metacrilato 4x4.

En este caso, las capacidades son las mismas que en la muestra de 2x2 a excepción de la capacidad de vacío inexistente, puesto que la muestra de 4x4 ocupa todo el espacio disponible.

El circuito correspondiente a esta configuración es el siguiente (Figura 4.9):

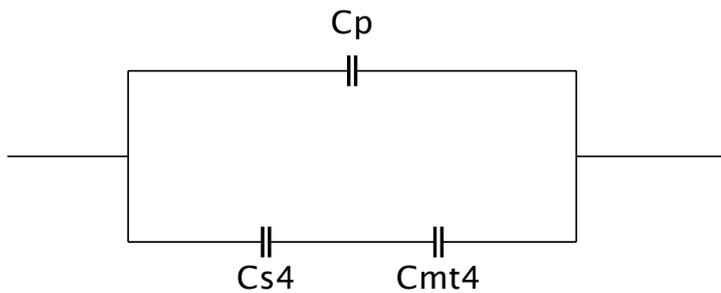


Figura 4.9. Circuito eléctrico resultante durante la calibración por sustitución con metacrilato 4x4.

Donde,

- C_{s4} es la capacidad generada en la superficie de contacto entre el metacrilato y los electrodos.
- C_{mt4} es la capacidad teórica del metacrilato, es decir, aquella que es posible calcular previamente al ensayo dado que se trata de un material de permitividad conocida.
- C_p es la capacidad debida al efecto borde de los electrodos.

La capacidad medida equivale a la capacidad del metacrilato C_{m4}

Una vez planteados los circuitos de cada caso, comenzamos el proceso de cálculo. En primer lugar, planteamos la ecuación (2) para el cálculo de la capacidad de los metacrilatos:

$$C_{m_i} = C_p + C_0 + \frac{C_{s_i} \cdot C_{mt_i}}{C_{s_i} + C_{mt_i}} \quad (2)$$

Donde,

- C_{m_i} es la capacidad medida del metacrilato i corregida con la calibración a tres puntos.
- C_p es la capacidad debida al efecto borde de los electrodos.

- C_0 es la capacidad de vacío (exclusiva del metacrilato 2x2).
- C_{S_i} es la capacidad generada en la superficie de contacto entre el metacrilato i y los electrodos. Esta a su vez se descompone en:
 - $C_{S_i} = C_{S_0} \cdot S_i$; siendo C_{S_0} la capacidad superficial unitaria y S_i la superficie ocupada por el metacrilato i .
- C_{mt_i} es la capacidad teórica del metacrilato i .

A partir de la ecuación (2) podemos comenzar a operar:

$$C_{m_2} = C_p + C_0 + \frac{C_{S_2} \cdot C_{mt_2}}{C_{S_2} + C_{mt_2}} \quad (\text{capacidad del metacrilato 2x2})$$

$$C_{m_4} = C_p + \frac{C_{S_4} \cdot C_{mt_4}}{C_{S_4} + C_{mt_4}} \quad (\text{capacidad del metacrilato 4x4})$$

$$C_{m_2} - C_{m_4} = C_0 + \frac{C_{S_2} \cdot C_{mt_2}}{C_{S_2} + C_{mt_2}} - \frac{C_{S_4} \cdot C_{mt_4}}{C_{S_4} + C_{mt_4}}$$

$$\text{Donde, } \Delta_m = C_{m_2} - C_{m_4}$$

$$\Delta_m - C_0 = \frac{C_{S_2} \cdot C_{mt_2}}{C_{S_2} + C_{mt_2}} - \frac{C_{S_4} \cdot C_{mt_4}}{C_{S_4} + C_{mt_4}}$$

$$\text{Donde, } \Delta = \Delta_m - C_0$$

$$\Delta \cdot (C_{S_2} + C_{mt_2}) \cdot (C_{S_4} + C_{mt_4}) = C_{S_2} \cdot C_{mt_2} \cdot (C_{S_4} + C_{mt_4}) - C_{S_4} \cdot C_{mt_4} \cdot (C_{S_2} + C_{mt_2})$$

$$\Delta \cdot C_{S_2} \cdot C_{S_4} + \Delta \cdot C_{mt_2} \cdot C_{S_4} + \Delta \cdot C_{mt_4} \cdot C_{S_2} + \Delta \cdot C_{mt_2} \cdot C_{mt_4} = C_{S_2} \cdot C_{mt_2} \cdot C_{S_4} + C_{S_2} \cdot C_{mt_2} \cdot C_{mt_4} - C_{S_2} \cdot C_{mt_4} \cdot C_{S_4} - C_{S_4} \cdot C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}$$

$$(\Delta - C_{mt_2} + C_{mt_4}) \cdot C_{S_2} \cdot C_{S_4} + (\Delta \cdot C_{mt_2} + C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}) \cdot C_{S_4} + (\Delta \cdot C_{mt_4} - C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}) \cdot C_{S_2} + \Delta \cdot C_{mt_2} \cdot C_{mt_4} = 0 \quad (3)$$

Considerando que,

$$C_{S_2} = C_{S_0} \cdot S_2 = x \cdot S_2$$

$$C_{S_4} = C_{S_0} \cdot S_4 = x \cdot S_4$$

Y que la capacidad teórica de cada tipo de metacrilato ha sido calculada previamente a partir de la siguiente expresión,

$$C_{mt_i} = \left(\varepsilon_{m_t} \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{S_i}{d} \right) \cdot N$$

Donde,

- d , es el espesor del metacrilato.
- N es el número de piezas dispuestas en la medida (en nuestro caso $N=8$).

Sustituyendo en (3):

$$(\Delta - C_{mt_2} + C_{mt_4}) \cdot (S_2 \cdot S_4) \cdot x^2 + (\Delta \cdot C_{mt_2} + C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}) \cdot S_4 \cdot x + (\Delta \cdot C_{mt_4} - C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}) \cdot S_2 \cdot x + \Delta \cdot C_{mt_2} \cdot C_{mt_4} = 0$$

A su vez, se podría transformar en la siguiente expresión:

$$A \cdot x^2 + (B + C) \cdot x + D = 0 \quad (4)$$

Siendo,

- $A = (\Delta - C_{mt_2} + C_{mt_4}) \cdot (S_2 \cdot S_4)$
- $B = (\Delta \cdot C_{mt_2} + C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}) \cdot S_4$
- $C = (\Delta \cdot C_{mt_4} - C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}) \cdot S_2$
- $D = \Delta \cdot C_{mt_2} \cdot C_{mt_4}$

A partir de (4) se deduce que $x = C_{s_0}$. Sustituyendo en (2) se obtiene C_p .

Este procedimiento de calibración se aplica para cada frecuencia de medida en una hoja Excel.

4.2.3.3. Procedimiento de corrección de la medida de madera.

Una vez calculadas C_p y C_{s_0} a partir del metacrilato y realizar la calibración a tres puntos, es posible corregir la medida de la madera.

En primer lugar se medirá en el analizador, de donde se obtendrá la lectura de impedancia (Z) que, tras transformarla en admitancia (Y) se emplea para el cálculo de la capacidad de la madera, quedando la siguiente ecuación:

$$C_{mad} = C_p + C_0 + \frac{C_{s_2} \cdot C_{mad,correg}}{C_{s_2} + C_{mad,correg}} \quad (5)$$

Donde

- C_{mad} es la capacidad de la madera corregida únicamente por la calibración a tres puntos.
- $C_{mad,correg}$ es la capacidad de la madera corregida por ambas calibraciones.

Desarrollamos la expresión (5):

$$(C_{mad} - C_p - C_0) = \frac{C_{s_2} \cdot C_{mad,correg}}{C_{s_2} + C_{mad,correg}}$$

Considerando $C_{mad,correg} = x$,

$$(C_{mad} - C_p - C_0) \cdot (C_{s_2} + x) = C_{s_2} \cdot x$$

$$(C_{mad} - C_p - C_0 - C_{s_2}) \cdot x = (-C_{mad} + C_p + C_0) \cdot C_{s_2}$$

$$x = \frac{(-C_{mad} + C_p + C_0) \cdot C_{S_2}}{(C_{mad} - C_p - C_0 - C_{S_2})}$$

Por tanto, una vez obtenida $x = C_{mad,correg}$, podemos averiguar la permitividad relativa sustituyendo en (6):

$$\bar{\epsilon}_{mad} = \frac{C_{mad,correg} \cdot d}{\epsilon_0 \cdot S_2} \quad (6)$$

Donde

$$\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ (F/m)}$$

S_2 = superficie de 8 piezas de 2x2cm

d: espesor de 1 cm

4.2.4. Medidas eléctricas.

El proceso eléctrico consiste en realizar una medición por cada muestra compuesta por ocho piezas. Tras calibrar el quipo y la plantilla de cálculo (Excel), se sitúan dichas piezas en la celda en una configuración 3-2-3, tal y como se aprecia en la Figura 4.10 a. A continuación, se cubren con el resto de electrodos y se fijan con las pinzas (Figura 4.10 b y c), de tal forma que, gracias a la compresión ejercida por estas sobre la superficie de la madera, se mejore la conductividad (James, 1985). Tras conectar la celda al analizador mediante dos cables fijados con pinzas conductoras (Figura 4.10 d), se inicia la medición desde la aplicación *Smart* para PC. Los resultados obtenidos son trasladados a una hoja Excel programada con las operaciones necesarias para la calibración (apartado 4.2.3) y corrección de la impedancia medida.

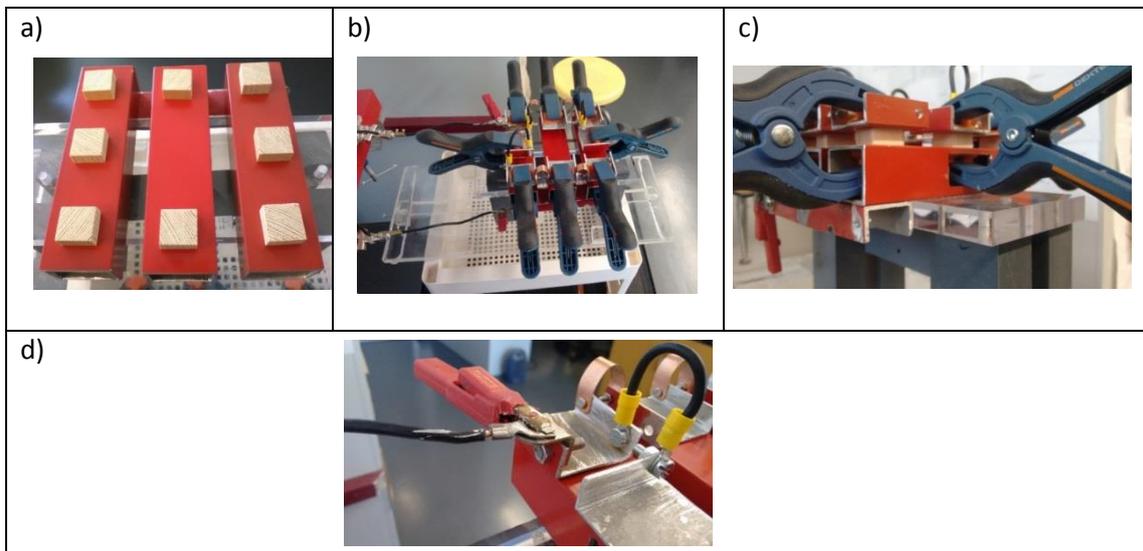


Figura 4.10. a) Celda completa en disposición de realizar la medición; b) Configuración 3-2-3 de las piezas de madera sobre los electrodos; c) Detalle de las piezas de madera entre ambos electrodos; d) Detalle de la conexión entre la celda y el analizador mediante pinza conductiva.

4.2.5. Estudio morfológico mediante análisis de imagen.

Dado que el circuito equivalente comprende dos ramas con un carácter claramente distinto en cada una de ellas, se ha planteado una hipótesis consistente en que cada una de estas ramas está asociada individualmente al comportamiento eléctrico de cada una de las dos franjas que integran cada anillo (madera temprana y tardía). El reto consiste en averiguar con qué tipo de madera se corresponde cada rama del circuito.

Para tal fin, se hace necesario encontrar un parámetro físico asociado al tipo de madera que se pueda relacionar con los valores eléctricos obtenidos de la celda. Así pues, el parámetro que mejor se ajusta a estos requerimientos es el porcentaje de superficie ocupada por el conjunto de franjas de un tipo de madera. En este caso, se ha calculado el porcentaje de madera tardía (MT(%)) respecto a la superficie de la sección transversal.

Para averiguar dicha superficie de madera, se ha recurrido a un análisis de imagen mediante los programas GIMP e ImageJ.

4.2.6. Circuito Eléctrico Equivalente (CEE)

Los datos experimentales, que representan la función de variación de la impedancia con la frecuencia, deben ser analizados en base a un modelo físico construido a partir de consideraciones teóricas sobre los procesos que tienen lugar en el sistema muestra-electrodo, al aplicar el campo eléctrico. En este modelo las ecuaciones matemáticas resultantes (modelo matemático), deben predecir una respuesta eléctrica similar a la observada experimentalmente. Este modelo debe quedar representado en última instancia por un circuito teórico equivalente donde estén caracterizados todos los procesos considerados a partir de una disposición determinada de elementos localizados (R, L, C) o distribuidos (CPE), y que se comporte eléctricamente como la muestra $Z_t(\omega)$. El esquema general a la hora de caracterizar un sistema mediante EIE queda representado en la Figura 4.11.

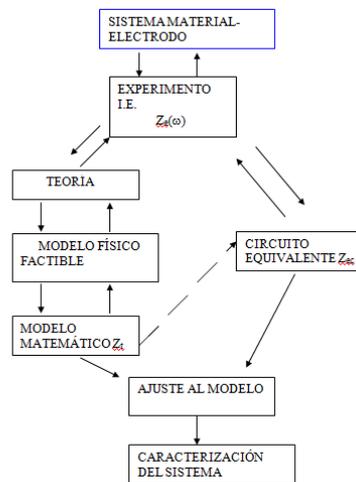


Figura 4.11. Procedimiento de caracterización de un sistema mediante espectroscopía de impedancia eléctrica.

El paso previo a la caracterización del sistema, como vemos en la Figura 4.11, es el de conseguir los valores adecuados a los elementos del circuito, para que de este modo la concordancia entre el espectro real y el obtenido por el CEE definitivo sea también a nivel cuantitativo. En esta fase suele hacerse necesario el empleo de programas de ordenador, con un software apropiado. El sistema de medida queda caracterizado por un circuito, que representa su comportamiento eléctrico.

En ocasiones, conseguir un circuito equivalente a partir de un modelo físico-teórico puede resultar una labor demasiado complicada, dada la complejidad del sistema y de los procesos que pueden tener lugar en él. Así, un desarrollo matemático que apoye el modelo no siempre es posible, y puede ser suficiente en un primer orden de aproximación obtener el circuito en base a consideraciones a nivel puramente cualitativo. Y dado que la superficie que debe atravesar el flujo eléctrico cuenta con dos canales claramente diferenciados, uno de madera temprana y otro de tardía, situados en paralelo uno respecto al otro, el circuito equivalente que a priori parece razonable ajustar comprenderá dos ramas en paralelo y cada una de ellas constará de una resistencia y un elemento distribuido CPE, tal como se aprecia en la Figura 4.12.

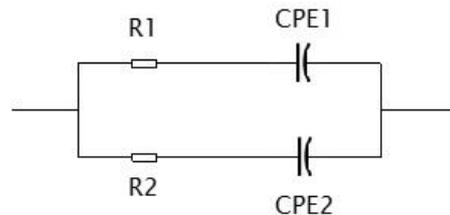


Figura 4.12. Esquema del Circuito Eléctrico Equivalente ajustado para la experiencia.

El CPE (*constant phase element*) es un elemento distribuido, que se emplea para caracterizar eléctricamente los procesos de relajación distribuida (circuito de Cole-Cole). El CPE es un elemento eléctrico (elemento de fase constante) que puede representar diversos efectos eléctricos observados con corrientes iónicas, y tiene por admitancia:

$$Y(\text{CPE}) = Q \cdot (j\omega)^\alpha$$

donde α es un número entre 0 y 1 y Q un factor cuyas unidades son Siemens-segundo ($S \cdot s^\alpha$), este elemento eléctrico es versátil, es decir, que puede representar distintos elementos eléctricos dependiendo del valor de α , que varía de acuerdo con la heterogeneidad de la microestructura. Así, si $\alpha = 1$, Q se mide en $S \cdot s$ que es Faradio, y el valor de Y representa el de un condensador, si $\alpha = 0$, Q se mide en Siemens y el valor de Y representa una conductancia (inverso de la resistencia), y si $\alpha = -1$, Q se mide en $S \cdot s^{-1}$ que es Henrio, y el valor de Y representa una autoinducción. Se caracteriza porque su ángulo de desfase (tensión-intensidad) no varía con la frecuencia, $\theta = \alpha \cdot \pi / 2$.

Por cada rama del CEE se tiene una impedancia que viene dada por:

$$Z_i = R_i + [Q_i \cdot (j\omega)^{\alpha_i}]^{-1} \quad (7)$$

Siendo $i = 1, 2$ dependiendo de si se trata de la rama 1 o la rama 2.

La admitancia de cada rama se calcula a partir de (7) teniendo en cuenta que $Y_i = Z_i^{-1}$. Esta admitancia es igual a la conductividad del material por un factor geométrico de celda que es el mismo para todas las muestras estudiadas

En nuestro caso, el programa informático utilizado para el ajuste del CEE se denomina *LEVM*. La Figura 4.13 se corresponde con una captura de pantalla de dicho programa en la que se muestran una serie de gráficas relativas a la bondad del ajuste.

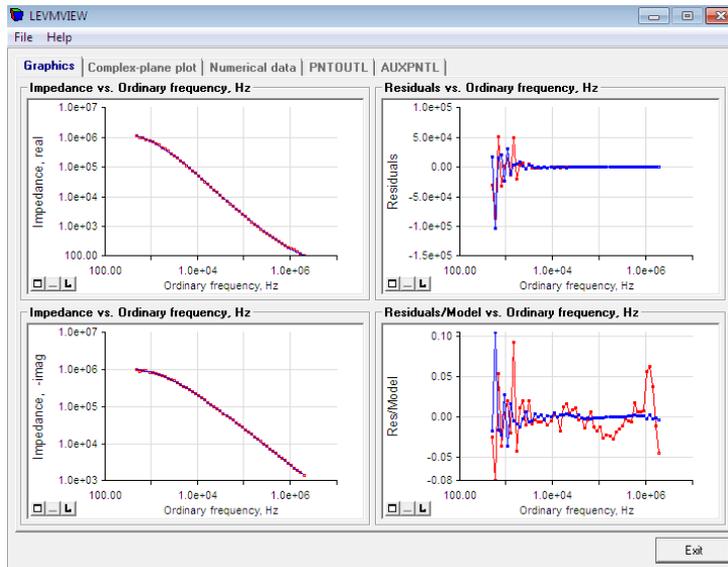


Figura 4.13. Captura de pantalla correspondiente al software *LEVM*

4.2.7. Métodos estadísticos

Los métodos estadísticos utilizados en este estudio consisten en la realización de una prueba de normalidad, bien mediante una simple comprobación visual de un histograma de frecuencias o bien mediante la prueba Kolmogorov-Smirnov, a los valores de las distintas variables físicas a estudiar. Esta prueba es necesaria para determinar la fiabilidad de los resultados que una muestra arroje en posteriores análisis.

A efectos de cuantificar la intensidad de la relación existente entre las variables consideradas y los resultados de las medidas eléctricas (siempre que esta sea de tipo lineal), se ha recurrido al coeficiente de correlación lineal (r). Para realizar un análisis cuantitativo de la naturaleza de la relación existente entre dichas mediciones, especialmente útil a la hora de predecir una de ellas a partir de la otra, se ha recurrido a un modelo lineal ajustado de ANOVA. El estudio estadístico se efectúa para todas las variables que intervienen en cada una de las fases del Trabajo.

Dada la heterogeneidad del material y la consecuente variabilidad de resultados, las correlaciones se han comenzado a considerar significativas cuando el coeficiente de correlación lineal r ha tomado valores iguales o superiores a 0,40 con valores de significancia (p -value) por debajo de 0,05.

Las herramientas informáticas empleadas son *Microsoft Excel*, para la aplicación de técnicas de estadística descriptiva, y *Minitab 17* para técnicas de mayor complejidad.

4.3. Métodos específicos de la Fase 1

Para caracterizar la madera de pino silvestre mediante EIE, necesitamos variables propias con las que poder relacionar el resultado de las mediciones. Por tanto, se ha optado por determinar la estructura de anillos y la densidad.

Con anterioridad a las mediciones, se han transformado los listones previamente mencionados en probetas de dimensiones 2x2x30 cm, todas ellas numeradas y agrupadas según el listón de procedencia. Es importante remarcar que, con el objetivo de facilitar las mediciones de impedancia, se han eliminado los tramos con nudos por lo que ha sido imposible obtener el mismo número de probetas de cada listón.

4.3.1. Estructura de anillos. Anchura media de anillo (AMA).

Para la determinación de la estructura de anillos, se ha realizado un conteo manual en cada una de las caras A y B de cada probeta de ensayo (Figura 4.14). Dicho conteo tan solo ha contemplado los anillos enteros, es decir, aquellos que contuviesen el par de madera temprana y tardía y descartando el resto. A continuación, se ha medido la longitud radial de las secciones en la dirección más perpendicular posible, con la ayuda de un pie de rey.

Una vez obtenidas las medidas, se ha procedido al cálculo de los siguientes parámetros:

- Nº de anillos (N) en caras A y B. Unidad: ud.
- Longitud radial (Lr) en caras A y B. Unidad: cm.
- AMA ($\bar{A}A$) en las caras A y B.

$$\bar{A}A = \frac{Lr}{N}$$

- AMA total ($\bar{A}A_T$) para cada barra.

$$\bar{A}A_T = \frac{\bar{A}A_A + \bar{A}A_B}{2}$$

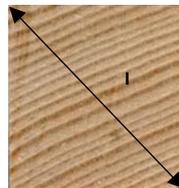
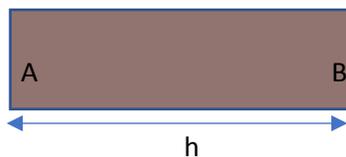


Figura 4.14. Izquierda: esquema del perfil longitudinal de una probeta de ensayo, con sus caras A y B; Derecha: sección transversal de la probeta sobre la que se realiza el conteo de anillos y se mide la longitud radial.

4.3.2. Contenido de humedad (H %)

Antes de realizar las mediciones de densidad, es necesario llevar las muestras hasta una humedad determinada a la que poder referir estas medidas. Para ello se han almacenado las probetas en una cámara ambiental durante 2-3 días, en unas condiciones constantes de temperatura y humedad relativa del aire de 20 °C y 60% respectivamente, por lo que la humedad de equilibrio de las muestras se espera que sea del 12% aproximadamente (Kollman, 1959).

4.3.3. Densidad (ρ)

Una vez aclimatadas, las mediciones de densidad se han realizado extrayendo individualmente las probetas de la cámara y en el menor tiempo posible (entre 1 y 2') con el fin de evitar variaciones en los resultados por higroscopicidad.

- Masa de la probeta (m_p (g)): medida en una báscula electrónica de precisión.
- Longitud (h (cm)). (Figura 4.14)
- Lado (L (cm)): para conseguir mayor precisión, se ha obtenido el promedio (\bar{L}) de lados por cada sección (A y B). (Ecuación 8)
- Sección promedio de la probeta (\bar{S}_p (cm²)): a partir de las secciones A y B. (Ecuación 9)
- Volumen de la probeta (V_p (cm³)): producto de la sección promedio y la longitud de la probeta. (Ecuación 10)
- Densidad de la probeta (ρ_p (g/cm³)): cociente entre la masa y el volumen de la probeta. (Ecuación 11).

Proceso de cálculo:

$$\bar{L} = \frac{(L_1+L_2+L_3+L_4)}{4} \quad (8)$$

$$S_i = \bar{L}_i^2$$

$$\bar{S}_p = \frac{S_A+S_B}{2} \quad (9)$$

$$V_p = \bar{S}_p \times h \quad (10)$$

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} \quad (11)$$

4.3.4. Selección del material

Para llevar a cabo la experiencia, seleccionaremos 60 probetas a partir de las 93 iniciales, de la manera más equidistante posible dentro del rango de densidades. El motivo por el cual se ha optado por la variable ρ para seleccionar las muestras y no por la AMA, es que esta última no resulta tan fiable debido al escaso grado de definición visual del anillado que poseen muchas probetas.

Una vez escogidas, se han cortado transversalmente cada probeta en ocho piezas de 1 cm de espesor. Dado que resulta de vital importancia para la calidad del análisis conseguir un buen contacto entre ambas caras de la muestra y los electrodos, cada pieza de madera ha sido lijada previamente a la medición con el objetivo de allanar lo máximo posible su superficie de contacto.

4.3.1. Estudio morfológico mediante análisis de imagen.

El procedimiento ha consistido en extraer diez muestras al azar y de las ocho piezas que integran cada muestra se ha seleccionado una, también al azar, como representante del resto y sobre la que se ha llevado a cabo el análisis en cuestión (Figura 4.15).

En primer lugar, se han fotografiado individualmente. A continuación, la fotografía ha sido tratada en GIMP, donde se ha modificado el contraste, se ha definido con gran precisión cada franja de madera tardía mediante una herramienta de selección inteligente y se ha reducido la imagen a un indexado de dos colores. El resultado de este tratamiento se ha exportado a ImageJ, donde se ha convertido a un formato binario en blanco y negro en 8bits y se ha extraído el parámetro MT (%).

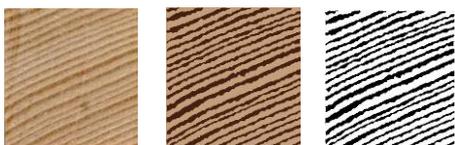


Figura 4.15. De izquierda a derecha, recorte de la sección transversal mediante GIMP, marcado de anillos y reducción a paleta bicolor mediante GIMP, conversión a formato binario mediante ImageJ.

4.4. Métodos específicos de la Fase 2

Dados los resultados inconcluyentes de la Fase 1, se ha propuesto llevar a cabo una Fase 2 cuyo objetivo consiste en repetir el proceso pero con una muestra de menor tamaño e introduciendo variaciones en las mediciones.

4.4.1. Estructura de anillos y selección del material.

Una de las diferencias de la presente fase respecto a la anterior, radica en el método de selección de la muestra. Mientras que en la Fase 1 se realizaba en base a los valores de densidad, en la Fase 2 se lleva a cabo según la heterogeneidad del anillado. Es decir, se han escogido nueve muestras (compuestas a su vez por ocho piezas cada una) que muestren un anillado bien definido y que comprendan una variedad considerable de anchuras.

Esta manera de selección de las muestras, a priori puede parecer impreciso por estar basándose en una variable visual, sin embargo, lo compensa el hecho de obtener resultados más precisos para la variable MT (%).

4.4.2. Contenido de humedad (H %)

Del mismo modo que en la anterior fase, en la Fase 2 las muestras se conservan en una cámara a 20°C y 60% de humedad relativa.

De acuerdo con Tiitta (2002), el contenido de humedad resulta un factor importante por afectar a las propiedades de la madera. Este influye sobre las propiedades de fuerza, dureza, resistencia a la abrasión, conductividad térmica, rigidez, calidad de la pulpa y resistencia a la biodegradación. La determinación del contenido de humedad y el conocimiento de las relaciones entre este y la madera resultan, por tanto, de vital importancia. Por este motivo, en vistas a obtener resultados individualizados para cada muestra y así poder utilizarlo como una variable más con la que relacionar los resultados, se ha determinado mediante el método gravimétrico expresado en la ecuación 12, en el que el contenido de humedad se define como

el peso de agua contenida en la madera expresado como porcentaje del peso de la madera secada al horno.

$$H (\%) = 100 \cdot [(w_m - w_d)/w_d] \quad (12)$$

Donde w_m es el peso de madera húmeda y w_d es el peso de madera seca.

Tras pesar las muestras en la báscula de precisión, han sido llevadas al horno a unas condiciones de 103 ± 2 °C hasta alcanzar un peso constante, momento en el cual se han considerado secas.

4.4.3. Densidad (ρ)

La determinación de la densidad también se ha visto modificada con respecto a la fase anterior. En este caso no se ha calculado sobre la probeta completa sino en base a las ocho piezas concretas que han sido medidas eléctricamente. Así pues, los parámetros *masa*, *longitud* y *lado* se redefinen como:

- Masa (g): medida de las ocho piezas juntas en una báscula electrónica de precisión.
- Longitud del conjunto de piezas (h (cm)): medida juntando las ocho piezas por sus caras transversales.
- Lado (L (cm)): se asume que el lado es de 2cm con carácter general.

Considerando las modificaciones anteriores, para el procedimiento de cálculo se utilizan las ecuaciones del apartado 4.3.3.

4.4.4. Estudio morfológico mediante análisis de imagen.

En la Fase 2, el análisis de la imagen se ha visto modificado. En vistas a conseguir un valor más representativo de la variable MT (%), se ha optado por tratar las ocho piezas de cada muestra (Figura 4.16) en lugar de una solo, como ocurría en la Fase 1.



Figura 4.16. Distintos estados del procesado de imagen para la obtención del porcentaje de madera tardía, mediante conjuntos de ocho piezas. a) Fotografía original previa a la edición; b) Imagen indexado a dos colores; c) Imagen en formato binario.

El procesado de imagen y obtención de resultados de madera tardía se realiza tal como se explica en el apartado 4.3.1.

5. Resultados y discusión.

5.1. Resultados de la Fase 1.

5.1.1. Resultados obtenidos de cada variable.

5.1.1.1. Densidad

Los valores obtenidos de ρ para las 60 muestras oscilan entre [0,450-0,700] g/cm³. (Figura 5.1)

5.1.1.2. AMA.

En el caso de la AMA los valores varían entre 0,82 mm y 2,8 mm. (Figura 5.2)

5.1.1.3. % MT

El parámetro %MT oscila entre valores de 30,3% y 40,5%.

5.1.2. Estudio de normalidad de la muestra respecto de cada variable.

5.1.2.1. Prueba de normalidad para la aptitud de la muestra (N = 93), basada en la variable densidad.

Tras el cálculo de la densidad de cada probeta mediante el método anteriormente indicado, se ha determinado la distribución de la variable. Para el estudio de la pauta de variabilidad de la variable ρ en la Fase 1, se ha recurrido a las técnicas de estadística descriptiva unidimensional. En concreto, al parámetro de posición "media" y al parámetro de dispersión "desviación típica". Aunque para constatar la existencia o no de normalidad en la muestra nos conformamos con la evaluación visual del histograma de frecuencias o la de la función de distribución normal de Excel, se ha recurrido al cálculo del coeficiente de asimetría que debería ser nulo en caso de darse una distribución normal, así como el coeficiente de asimetría estandarizado para mayor seguridad, el cual deberá estar comprendido entre -2 y +2.

En la Tabla 5.1 se observa cómo el coeficiente de asimetría está muy cercano a cero con un valor positivo y el estandarizado sale ligeramente del intervalo establecido de normalidad [-2, +2] también con valor positivo. Esto da a entender que ρ se distribuye de manera prácticamente normal con una ligera asimetría positiva, tal y como se aprecia en el histograma de frecuencias (Figura 5.1).

Tabla 5.1. Resultado de la prueba de normalidad para la variable "densidad".

<i>Parámetro estadístico</i>	<i>Valor</i>
<i>Tamaño de la muestra</i>	93
<i>Media (g/cm³)</i>	0,564
<i>Desviación típica</i>	0,05
<i>Coefficiente de asimetría</i>	0,10
<i>Coefficiente de asimetría estandarizado</i>	2,12

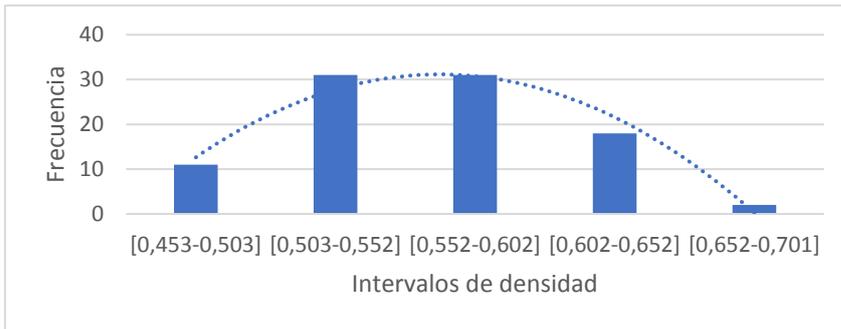


Figura 5.1. Histograma de frecuencias de aparición de los distintos intervalos de densidad.

5.1.2.2. Prueba de normalidad para la aptitud de la muestra (N=93), basada en la variable AMA.

Tras la aplicación de la misma técnica de estadística descriptiva que en el apartado 5.1.2.1, se obtiene el resultado siguiente: en la Tabla 5.2 se aprecia que el parámetro AMA no sigue una distribución normal ya que su coeficiente de asimetría estandarizado excede el intervalo establecido de normalidad [-2, +2].

Tabla 5.2. Resultado de la prueba de normalidad para la variable AMA

Parámetro estadístico	Valor
Tamaño de la muestra	93
Media (cm)	0,13
Desviación típica	0,03
Coefficiente de asimetría	0,59
Coefficiente asimetría estandarizado	16,70

En la Figura 5.2 se aprecia de forma clara la asimetría positiva en la distribución del parámetro.

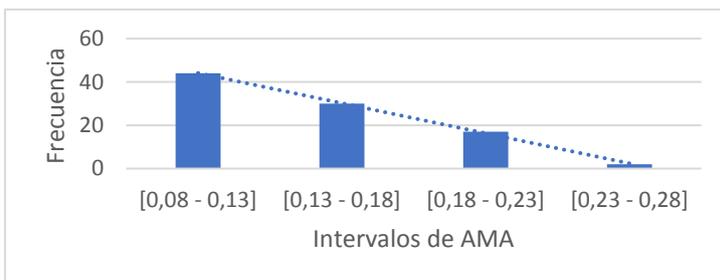


Figura 5.2. Histograma de frecuencias de aparición de los distintos intervalos de AMA.

5.1.2.3. Prueba de normalidad para la aptitud de la sub-muestra (N=60), basada en la variable *densidad*.

La prueba Kolmogorov-Smirnov (Figura 5.3) muestra que la distribución de ρ en la sub-muestra (N=60) es normal.

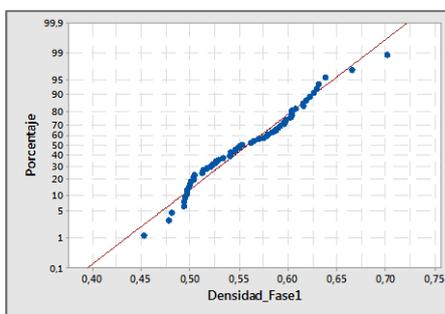


Figura 5.3. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la sub-muestra (N = 60), basada en la variable ρ .

5.1.2.4. Prueba de normalidad para la variable MT (%) obtenida mediante análisis de imagen.

A partir de los datos obtenidos sobre MT (%) se ha realizado la prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov (Figura 5.4).

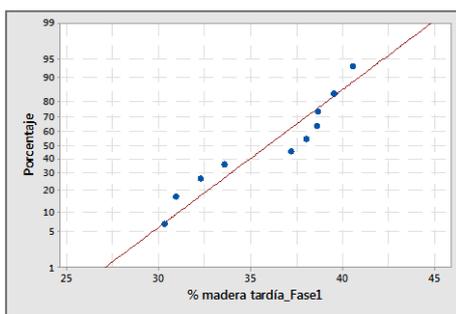


Figura 5.4. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para MT (%) (N=10).

Según esta prueba, la variable se distribuye normalmente aunque no muestra un ajuste perfecto.

5.1.3. Análisis de distribución de las variables.

5.1.3.1. Permitividad - densidad

En los resultados obtenidos para la componente real de la permitividad, estudiada a lo largo del rango de frecuencias (Figura 5.5 a), el conjunto de curvas muestra una tendencia decreciente con mayor disparidad de lecturas a frecuencias cercanas a los 500 Hz, que se van uniformando a partir de los 10 kHz.

A la hora de establecer una correlación lineal $\epsilon' - \rho$ (Figura 5.5 b) se obtiene un $r = 0,42$ ($p = 0,001$; $N = 60$; $f = 3,6$ MHz). Es decir, se aprecia una correlación positiva estadísticamente significativa según la cual ϵ' aumenta con ρ , a alta frecuencia.

Por lo que respecta a la componente imaginaria de la permitividad (Figura 5.5 c), el conjunto de curvas muestran mayor amplitud de valores a frecuencias bajas y se uniforman a partir de los 110 KHz hasta quedar todas comprendidas en un rango de ϵ'' entre 0 y -1.

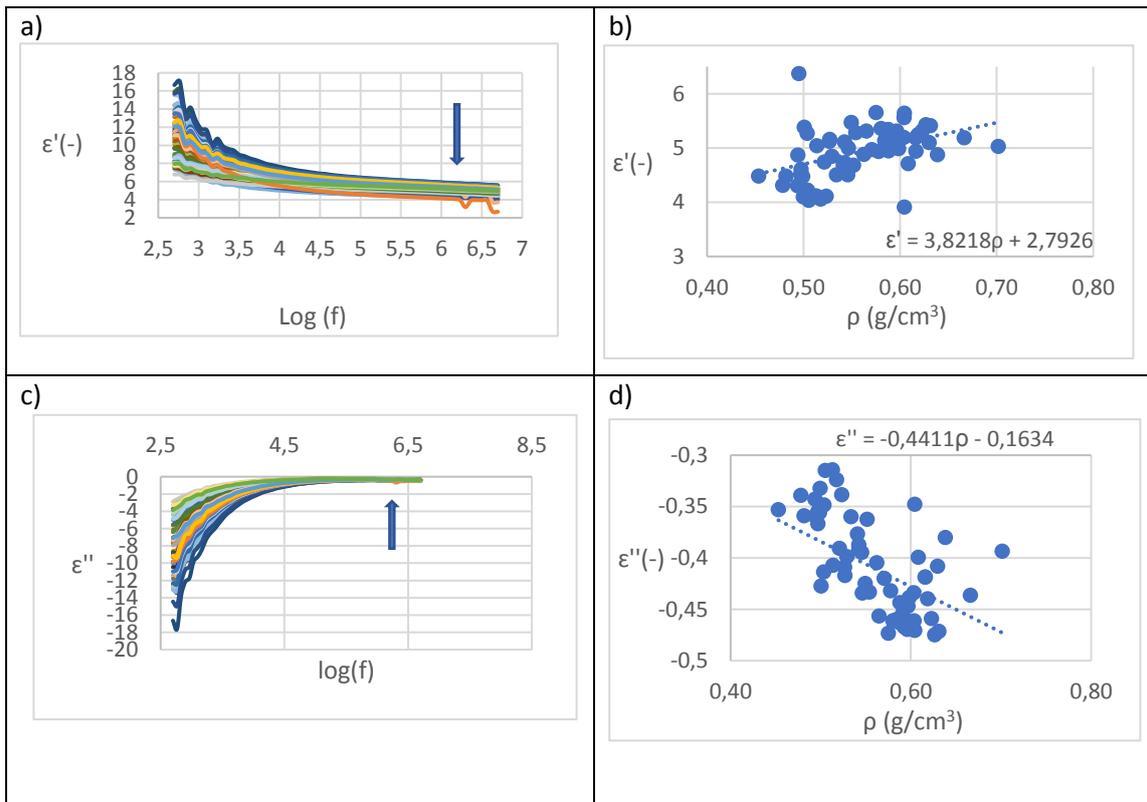


Figura 5.5. Resultados obtenidos de ϵ en la Fase 1: a) componente real de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia; b) componente real de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera; c) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia; d) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera.

El valor más elevado de correlación ϵ'' - ρ (Figura 5.5 d) es de $r = -0,41$ ($p = 0,001$; $N = 60$; $f = 5$ MHz). De nuevo, se encuentra una correlación significativa negativa entre la parte imaginaria de la permitividad y la densidad, por lo que se concluye que ϵ'' disminuye con la densidad a la frecuencia analizada.

5.1.3.2. Permitividad - AMA

En la Figura 5.6 se representa la evolución del coeficiente de correlación lineal en el rango completo de frecuencias de la relación entre ϵ' y ϵ'' , respectivamente y las variables ρ y AMA. Se observa como adquiere valores mayores a frecuencias elevadas en el caso de la ρ ; sin embargo, para la variable AMA son despreciables para cualquier frecuencia, por lo que se concluye que no influye en los valores eléctricos.

Por lo tanto, ρ se presenta como un parámetro relacionado con ϵ a altas frecuencias.

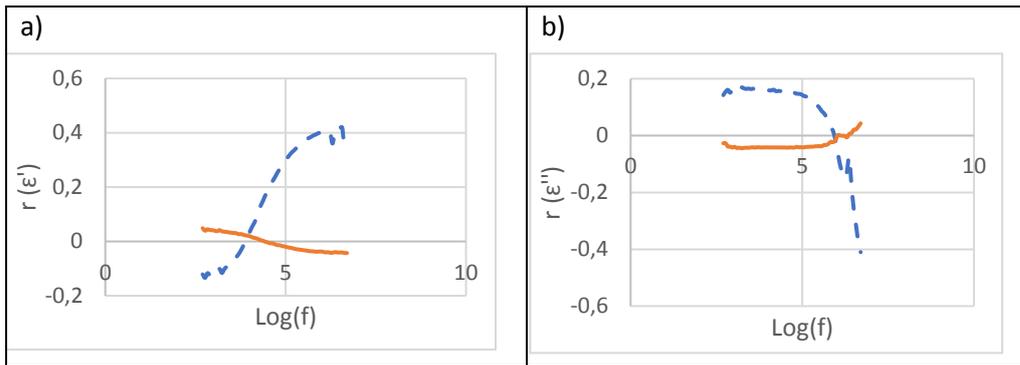


Figura 5.6. Evolución del coeficiente de correlación lineal en el rango de frecuencias. Discontinua: ρ . Continua: anchura media del anillo. a) componente real de la permitividad relativa; b) componente imaginaria de la permitividad relativa.

5.1.4. Permitividad – MT (%)

Si se busca la correlación entre la permitividad y el MT (%) de cada muestra, se obtiene un $r = -0,147$ ($p = 0,685$; $N = 10$; $f = 2$ MHz) para la parte real, mientras que para la imaginaria el resultado ha sido $r = -0,295$ ($p = 0,409$; $N = 10$; $f = 1,5$ MHz). En ambos casos, las correlaciones han sido no significativas.

5.1.5. Admitancia (Conductividad)

A partir del software LEVM se busca el circuito eléctrico equivalente (Figura 4.12) y se obtienen los parámetros R_1 , α_1 , Q_1 , R_2 , α_2 , Q_2 con los estadísticos $PDRMS < 0,005$, $SF < 0,01$ y $Res/Model < 5\%$. A partir de estos parámetros eléctricos se calcula la admitancia de cada rama del circuito Y_1 e Y_2 , según la ecuación 7.

En el presente apartado se busca una correlación entre los valores de admitancia (Y) en sus componentes real (Y') e imaginaria (Y'') y las variables ρ y MT(%), en cada una de las dos ramas del circuito equivalente. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 5.3 y están referidos a r y p -value.

Tabla 5.3. Valores de correlación obtenidos entre las componentes real e imaginaria de la admitancia y las variables densidad y % de madera tardía, para cada una de las ramas del circuito equivalente.

		% madera tardía		Densidad	
		r	p-value	r	p-value
Rama 1	Y'1	-0,34	0,36	0,54	0,13
	Y''1	0,20	0,59	0,36	0,34
Rama 2	Y'2	-0,17	0,64	0,21	0,58
	Y''2	-0,34	0,36	0,16	0,69

De los valores obtenidos en la Tabla 5.3 se deduce que no existe correlación significativa entre la admitancia y los parámetros densidad y MT (%). De estos resultados se puede deducir que el análisis pormenorizado de cada una de las ramas del circuito propuesto nos induce a replantear las medidas en lo que se denominará Fase 2.

5.1.6. Densidad – MT (%)

Del estudio de la relación entre los parámetros densidad y MT (%) se ha obtenido un $r = 0,60$ y $p = 0,08$. Es decir, se trata de una correlación muy próxima a ser significativa.

En la Figura 5.7 se aprecia la representación de MT (%) frente a ρ y cómo dicha correlación muestra una tendencia creciente, lo cual hace concluir que la madera tardía es más densa que la temprana y que, en consecuencia, cuanto mayor es MT (%) mayor es ρ .

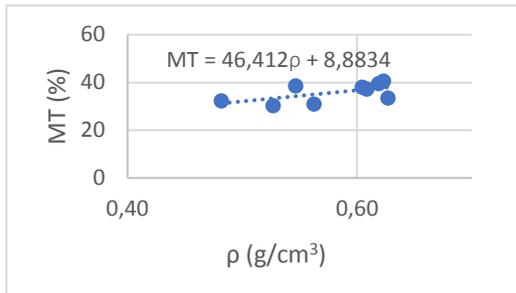


Figura 5.7. Correlación entre los parámetros ρ y MT (%).

5.2. Resultados de la Fase 2

5.2.1. Resultados obtenidos de cada variable.

5.2.1.1. Densidad

Los valores obtenidos para las nueve muestras oscilan en un rango de [0,470 - 0,610] g/cm³.

5.2.1.2. MT (%)

En el análisis morfológico del apartado 4.4.4 se han obtenido valores de MT (%) que varían entre 21,45% y 42,41%.

5.2.1.3. Humedad (H (%))

Los valores de humedad, tal y como se esperaba, se encuentran entre un 12-14%, siendo el valor promedio de las muestras de 13,56%.

5.2.2. Estudio de normalidad de la muestra respecto de cada variable.

5.2.2.1. Prueba de normalidad para la variable H (%).

Según la prueba K-S llevada a cabo sobre los valores obtenidos de humedad (Figura 5.8), la distribución de estos se aproxima a la normalidad.

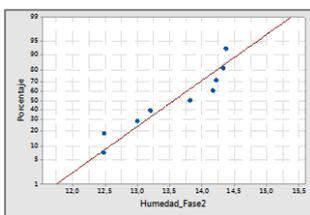


Figura 5.8. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la variable humedad (N=9).

5.2.2.2. Prueba de normalidad para la variable *densidad*.

La densidad de las N = 9 piezas se distribuyen normalmente según K-S (Figura 5.9).

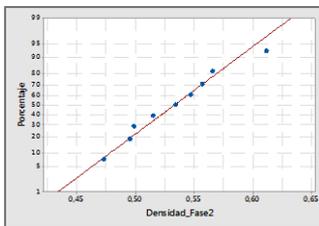


Figura 5.9. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la variable densidad(N=9).

5.2.2.3. Prueba de normalidad para la variable MT(%).

La Figura 5.10 muestra el resultado de la prueba K-S con una distribución normal de los valores obtenidos de MT (%).

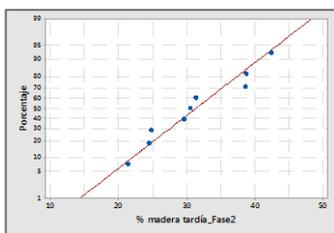


Figura 5.10. Prueba de normalidad Kolmogorov-Smirnov para la variable % superficie de madera tardía(N=9).

5.2.3. Correlaciones

5.2.3.1. Permitividad - frecuencia

La Figura 5.11 muestra los resultados obtenidos para la permitividad estudiada a lo largo del rango de frecuencias. Para la componente real el conjunto de curvas muestra una tendencia decreciente con mayor disparidad de lecturas a frecuencias cercanas a los 500 Hz, que se van uniformando a partir de los 31,5 kHz, tendiendo a un valor de 5. En la componente imaginaria de la permitividad relativa se observa una tendencia creciente con gran disparidad de valores a baja frecuencia, que tienden a uniformarse a partir de los 31,5 KHz, con valores próximos a cero. Estas tendencias y sus valores a alta frecuencia coinciden con los encontrados en bibliografía (Torgovnikov, 1993).

Los datos obtenidos de esta medida representan el rango completo de datos de la Fase 1.

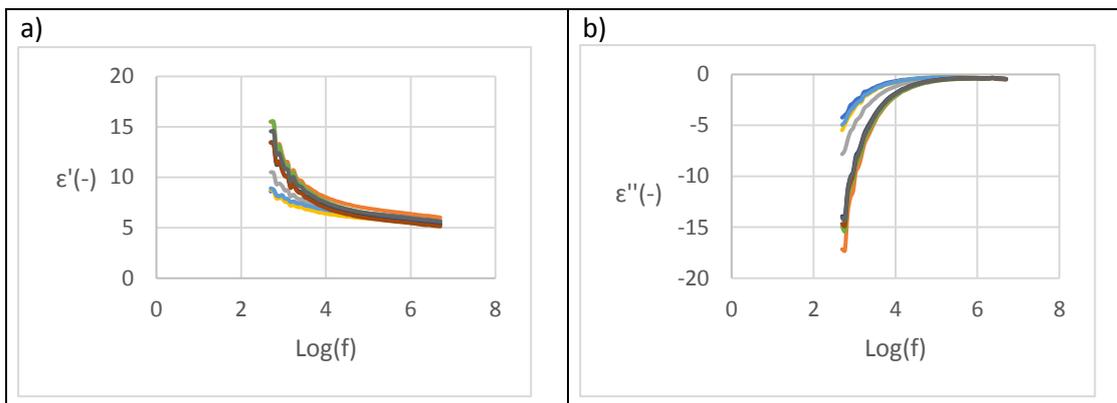


Figura 5.11. Resultados obtenidos de permitividad relativa en la Fase 2: a) componente real de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia; b) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto al logaritmo de la frecuencia.

5.2.4. Permitividad – densidad

Se ha obtenido la correlación lineal entre la permitividad relativa y la densidad a lo largo del rango completo de frecuencias. En la Figura 5.12 se representan las correlaciones más significativas.

Se aprecia una correlación significativa entre ambos parámetros, que resulta decreciente entre ϵ' y ρ (Figura 5.12 a) con un $r = -0,69$ ($p = 0,04$; $N = 9$; $f = 500$ Hz), pero creciente entre ϵ'' y ρ (Figura 5.12 b) con un $r = 0,76$ ($p = 0,017$; $N = 9$; $f = 23,2$ KHz).

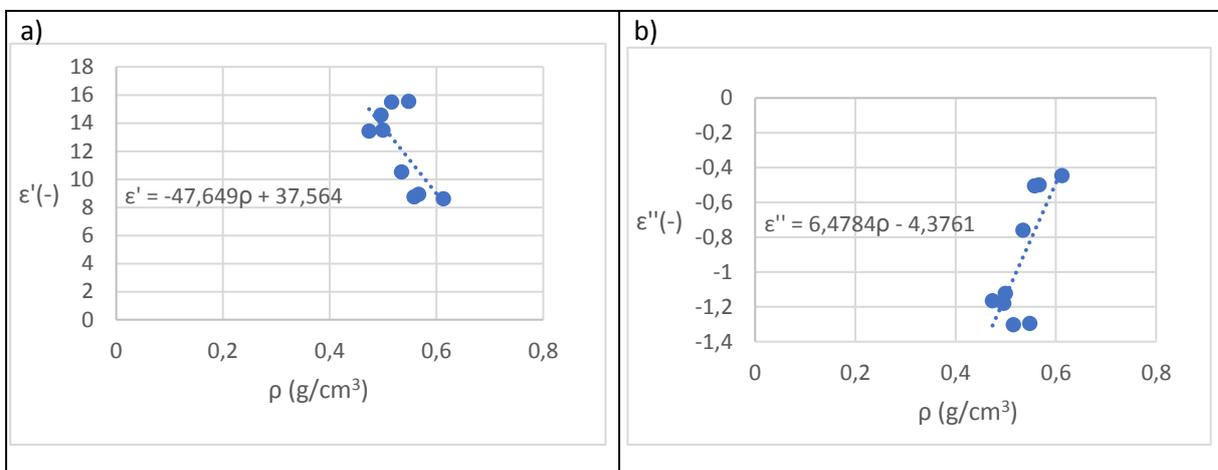


Figura 5.12. Resultados obtenidos de permitividad relativa en la Fase 2: a) componente real de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera; b) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto la densidad de la madera.

Dado que estas correlaciones significativas se han obtenido a unas frecuencias concretas (500 Hz y 23,2 KHz), se hace posible predecir la densidad de la madera a partir de un valor de permitividad midiendo en una frecuencia específica o viceversa.

5.2.5. Permitividad – MT (%)

En la Figura 5.13 se observa cierta correlación entre ϵ' y MT (%) con un $r = 0,63$ ($p = 0,069$; $N = 9$; $f = 4,28$ MHz) y una tendencia creciente. Para la correlación ϵ'' y MT (%) se ha obtenido $r = -0,52$ ($p = 0,15$; $N = 9$; $f = 5$ MHz), por lo que no se considera significativa.

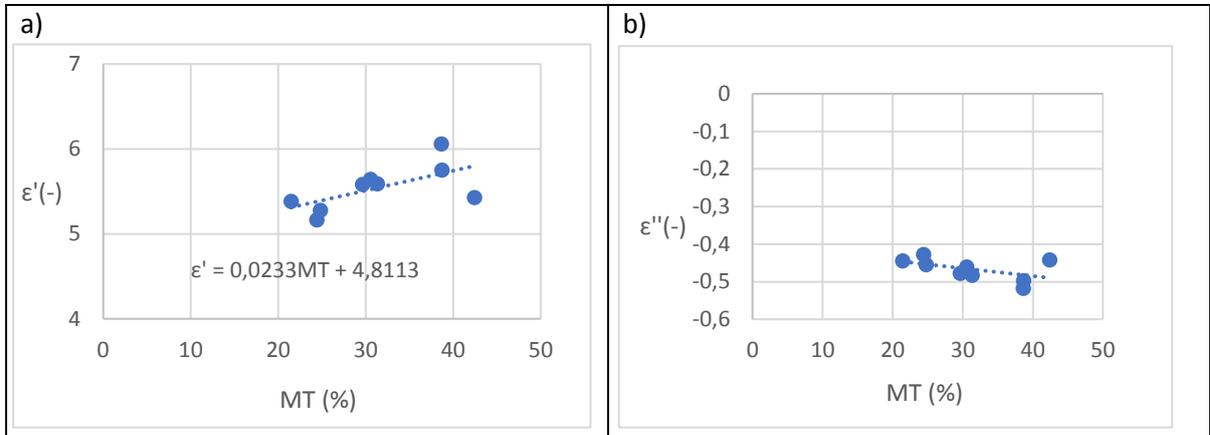


Figura 5.13. Resultados obtenidos de permitividad relativa en la Fase 2: a) componente real de la permitividad relativa respecto al % de superficie de madera tardía; b) componente imaginaria de la permitividad relativa respecto al % de superficie de madera tardía.

Por tanto, los resultados mostrados en parecen indicar que el contenido de madera tardía está directamente relacionado con el comportamiento capacitivo.

A partir de la ecuación de la recta mostradas en la Figura 5.13 es posible obtener un valor aproximado de madera tardía a partir de un valor de permitividad relativa (y viceversa) a las frecuencias indicadas anteriormente, ya que la correlación está cerca de ser significativa.

5.2.6. Densidad - MT (%)

De la regresión llevada a cabo entre los parámetros ρ y MT (%) se obtiene un $r = 0,54$ ($p = 0,13$). A pesar de no ser una correlación significativa, es interesante señalar que los datos muestran cierta tendencia lineal creciente (Figura 5.14).

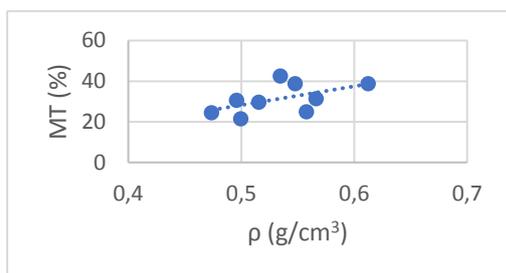


Figura 5.14. Correlación entre ρ y MT (%).

5.2.7. Correlaciones con elementos del Circuito Eléctrico Equivalente(CEE)

En la Tabla 5.4 se muestran los resultados obtenidos para cada componente del CEE. Se observa que R_1 posee valores entre 10^2 y 10^4 veces mayores que R_2 , de lo que se deduce que la rama 1 es más resistiva que la rama 2. Sin embargo, si se compara el coeficiente α en ambos CPE, se

encuentra que α_2 es más próximo a 1 indicando un carácter más capacitivo. En general, el ajuste es bastante bueno ya que el valor residual relativo al modelo teórico es inferior o igual al 8%. (Res/Mod)

Tabla 5.4. Resultados obtenidos para cada elemento del circuito equivalente a partir del análisis mediante LEVM.

Muestra	R1 (Ω)	Q1 ($\Omega^{-1}s^\alpha$)	alpha1 (-)	Q2 ($\Omega^{-1}s^\alpha$)	alpha2 (-)	R2 (Ω)	Res/Mod
2.3	1,26E+06	1,89E-08	0,251	7,81E-11	0,976	54,65	8%
3.3	5,82E+04	6,47E-08	0,260	8,89E-11	0,971	32,65	6%
5.2	3,65E+05	2,33E-08	0,297	7,88E-11	0,971	30,77	5%
6.1	7,68E+05	2,15E-08	0,260	7,73E-11	0,975	50,29	7%
8.1	2,33E+04	2,23E-08	0,231	7,60E-11	0,976	50,95	7%
9.4	3,31E+05	3,35E-08	0,344	9,02E-11	0,965	21,47	5%
12.3	1,60E+04	4,99E-08	0,267	7,76E-11	0,972	34,13	6%
14.4	5,28E+04	5,49E-08	0,263	7,89E-11	0,968	25,19	5%
16.6	4,02E+05	3,36E-08	0,338	8,82E-11	0,967	19,69	5%

Dados los buenos resultados obtenidos en la Fase 2, hemos considerado oportuno buscar también correlaciones entre algunas variables morfológicas y los valores de los distintos componentes del CEE, para el conjunto de muestras. Dichas correlaciones son independientes de la frecuencia. A continuación, se muestran los resultados más significativos:

5.2.7.1. Densidad (ρ)

La variable ρ se ha visto correlacionada con la componente R1 (Figura 5.15 a) con un $r = 0,66$ ($p = 0,052$; $N = 9$), con R2 (Figura 5.15 b) mostrando un $r = 0,84$ ($p = 0,004$; $N = 9$).

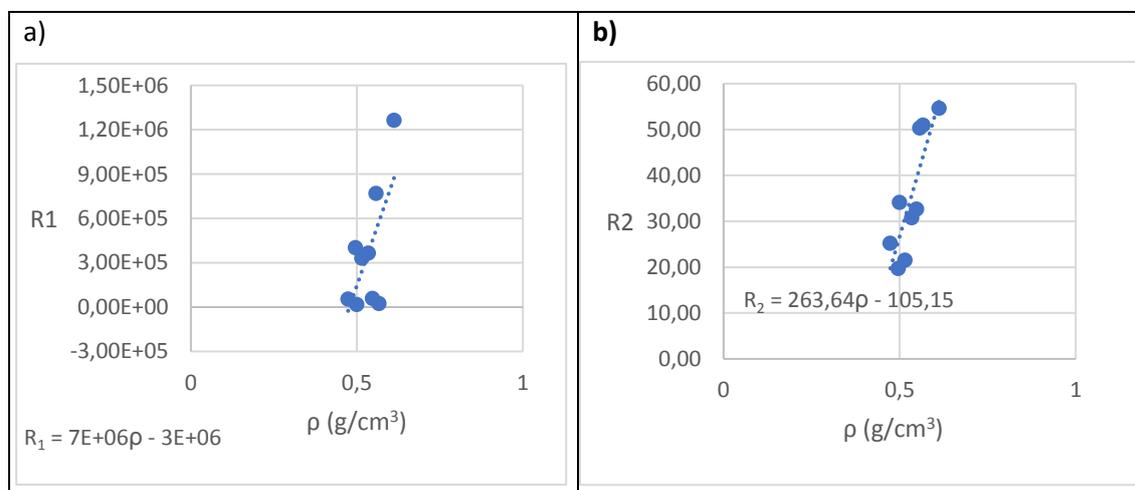


Figura 5.15. Correlación entre la variable densidad y los siguientes elementos del circuito equivalente: a) R1; b) R2.

Las correlaciones obtenidas son significativas, lo cual indica que la resistencia eléctrica de la madera aumenta con su densidad. La correlación entre ρ y R2 ha resultado particularmente significativa por lo que se podría considerar este último como un parámetro útil para determinar la ρ .

5.2.7.2. Contenido de humedad (H%)

La variable H presenta altas correlaciones con los siguientes elementos del circuito: para Q_1 (Figura 5.16 a) resulta un $r = 0,87$ ($p = 0,002$; $N = 9$) y para R_2 (Figura 5.16 b) un $r = -0,82$ ($p = 0,006$; $N = 9$).

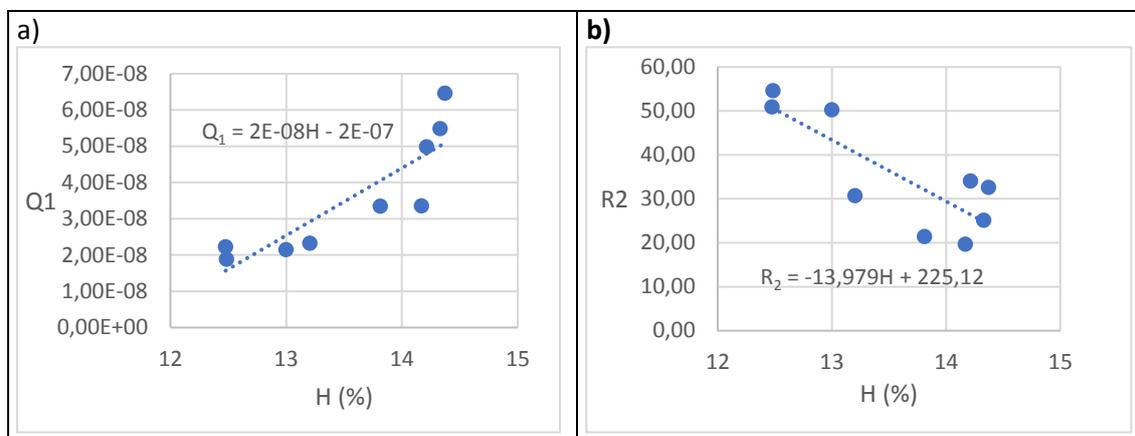


Figura 5.16. Correlación entre la variable contenido de humedad y los siguientes elementos del circuito equivalente: a) Q_1 ; b) R_2 .

Se aprecia que con el contenido de humedad disminuye la resistencia de la rama 2, que es la más conductiva, lo cual resulta lógico puesto que su conductividad se debe al agua que contiene. Así mismo, Q_1 incrementa con la humedad debido al efecto capacitivo del agua y resulta observable gracias al elevado valor de la R_1 .

5.2.7.3. % Madera tardía (MT (%))

Esta variable no ha mostrado correlaciones significativas con ningún elemento del circuito.

5.2.8. Admitancia (Conductividad)

En el presente apartado se busca una correlación entre los valores de admitancia (Y) en sus componentes real (Y') e imaginaria (Y'') y las variables ρ , MT (%) y H en cada una de las dos ramas del CEE, para una frecuencia concreta. Los resultados obtenidos de mayor correlación y las frecuencias a las que se producen se muestran en la Tabla 5.5 y están indicados r y p -value.

Tabla 5.5. Valores de correlación obtenidos entre las componentes real e imaginaria de la admitancia y las variables densidad, humedad y % de madera tardía, para cada una de las ramas del circuito equivalente.

		MT (%)			Densidad			Humedad		
		r	p-value	f (Hz)	r	p-value	f (Hz)	r	p-value	f (Hz)
Rama 1	Y'_1	-0,31	0,4	3,16E+06	-0,77	0,015	7,08E+04	0,97	$P << 0,05$	1,41E+02
	Y''_1	-0,37	0,32	3,16E+06	-0,77	0,014	4,47E+03	0,96	$P << 0,05$	8,91E+03
Rama 2	Y'_2	0,37	0,32	1,58E+06	0,93	$P << 0,05$	3,16E+06	0,72	0,029	1,58E+03
	Y''_2	0,52	0,15	3,16E+06	0,65	0,055	3,16E+06	0,4	0,28	1,00E+02

En la Tabla 5.5 se indican las correlaciones con mejor valor de r para cada parámetro en cada rama del circuito. Las más significativas se obtienen para las variables ρ y H en ambas ramas del

circuito. La variable MT (%) muestra una correlación no significativa con la admitancia en ambas ramas del circuito equivalente. En el caso del parámetro H , la correlación con las dos componentes de la admitancia en la rama 1 resulta significativa en todo el rango de frecuencias.

En la Figura 5.17 se aprecia cómo la densidad interacciona de forma opuesta con la admitancia en cada rama del circuito. En la rama 1, la relación es decreciente lo cual indica que a mayores densidades la madera muestra un comportamiento menos conductivo. Sin embargo, en la rama 2 ocurre lo contrario: a mayores densidades más conductiva se vuelve la madera.

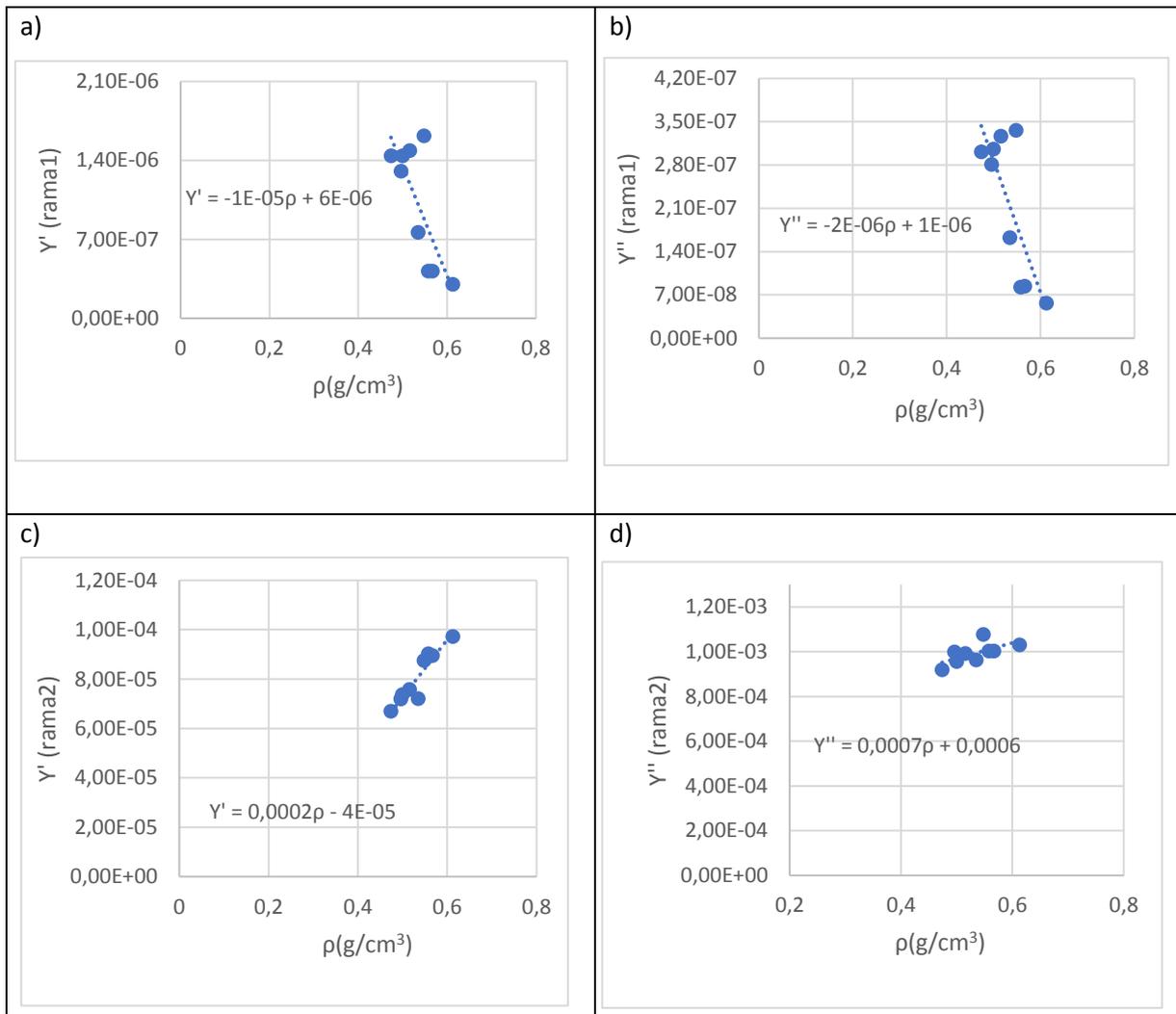


Figura 5.17. Relación entre densidad y la componente real de la admitancia en las ramas 1 (a) y 2 (c); Nube de puntos correspondiente a la relación entre densidad y la componente imaginaria de la admitancia en las ramas 1 (b) y 2 (d).

En la Figura 5.18 se muestran las relaciones significativas entre el parámetro H e Y . Se observa una tendencia creciente para ambas componentes de la admitancia en la rama 1, lo cual indica que cuanto mayor es el contenido de humedad de la madera, ésta muestra un carácter más conductivo. Dado el carácter más resistivo de esta rama los cambios de humedad se manifiestan de forma más notable. En la rama 2 únicamente se aprecia correlación significativa creciente entre H e Y'' . Dicha correlación se da a unos valores de admitancia mayores que los indicados en la rama 1.

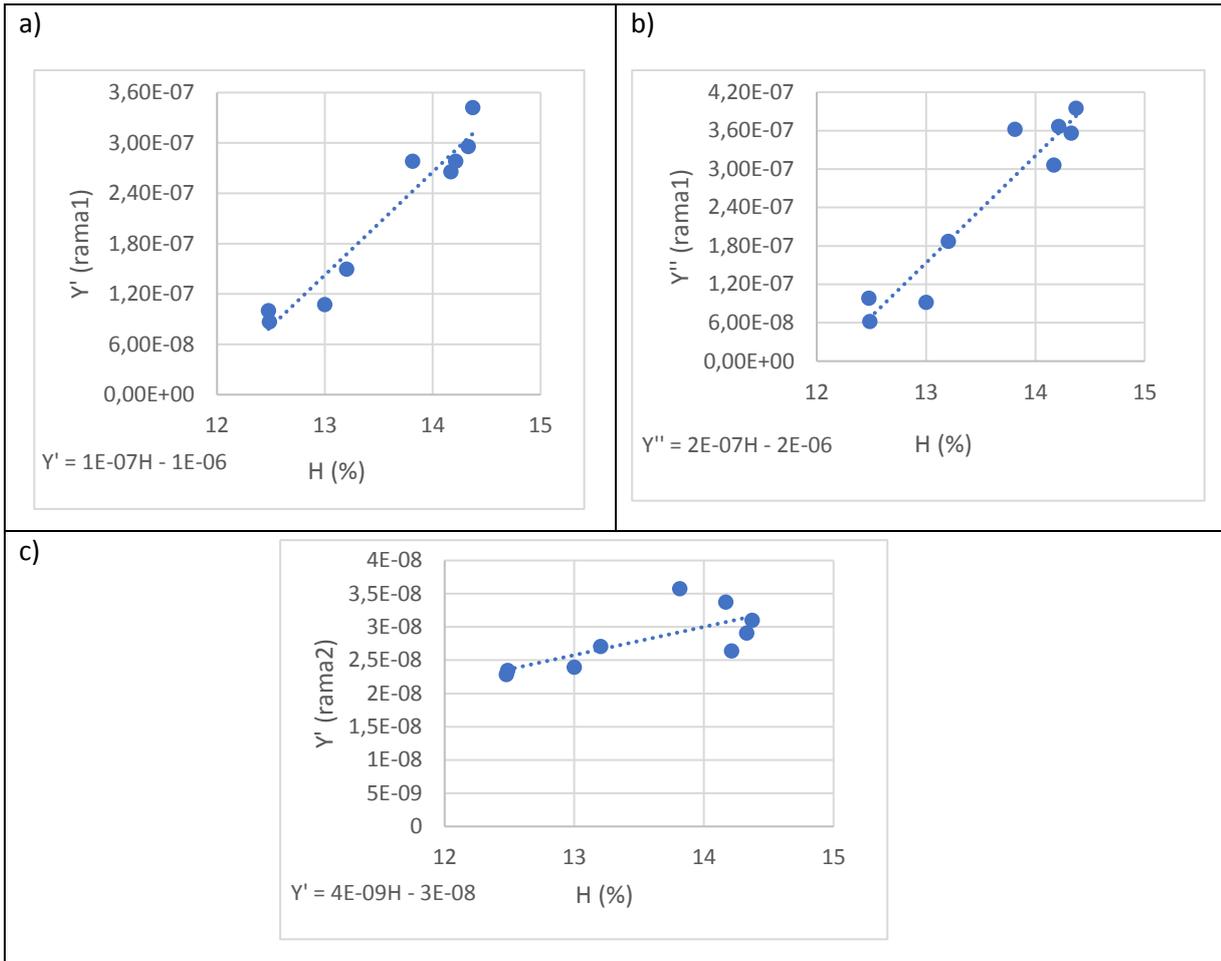


Figura 5.18. Relación entre humedad y la componente real de la admitancia en las ramas 1 (a) y 2 (c). Relación entre humedad y la componente imaginaria de la admitancia en la rama 1.

5.2.9. Tiempos de relajación, frecuencias características y capacidad equivalente.

Tal y como se indicaba en la introducción, la constante de tiempo o tiempo de relajación, es el periodo de tiempo necesario para que la polarización descienda $e^1 = 2,72$ veces respecto de su valor original. El cálculo de su valor se ha realizado a partir de la ecuación (12):

$$T_i = (R_i \cdot Q_i)^{1/\alpha_i} \quad (12)$$

Donde,

- T_i es el tiempo de relajación de la rama i , en segundos.
- R_i es el valor de la resistencia de la rama i , en ohmios.
- Q_i del elemento distribuido de la rama i .
- α_i del elemento distribuido de la rama i .

$i = 1,2$ dependiendo de la rama.

La frecuencia característica a la que se produce cada relajación se obtiene de siguiente expresión:

$$F_i = T_i^{-1} / 2\pi$$

En la Tabla 5.6 se muestran los valores del tiempo de relajación, su correspondiente frecuencia característica y la capacidad equivalente, para la rama 2. Se observa que los valores de capacidad equivalente obtenidos de cada madera son muy similares entre sí, lo cual muestra coherencia con los valores α_2 del circuito equivalente y hacen pensar que esta rama caracteriza una fase muy concreta de la madera con un comportamiento puramente capacitivo. La uniformidad en los valores de capacidad nos lleva a pensar que esta podría ser característica de la especie y en consecuencia, resultar útil a la hora de diferenciarla de otras maderas desde un punto de vista eléctrico.

Tabla 5.6. Tiempos de relajación, frecuencias características y capacidad equivalente.

Rama2			
<i>Muestra</i>	T2 (s)	F2 (MHz)	C eq2 (F)
2.3	2,66189E-09	59,7901371	4,87E-11
3.3	1,60945E-09	98,8878459	4,93E-11
5.2	1,35121E-09	117,78733	4,39E-11
6.1	2,368E-09	67,2105664	4,71E-11
8.1	2,40904E-09	66,0656965	4,73E-11
9.4	9,36264E-10	169,989455	4,36E-11
12.3	1,49424E-09	106,512239	4,38E-11
14.4	1,0353E-09	153,727623	4,11E-11
16.6	8,67702E-10	183,421103	4,41E-11

Los valores de capacidad equivalente obtenidos para la rama 1 han resultado muy dispares y de órdenes excesivamente elevados (hasta 10^{-19}), lo cual unido a los altos valores de resistencia mostrados por el CEE, hace concluir que la rama 1 caracteriza una fase de la madera de comportamiento fuertemente resistivo.

Si se calcula el valor medio de la capacidad C_{eq2} , resulta igual a 45 pF \pm 6%. A partir de esta capacidad se puede determinar la permitividad relativa correspondiente a la rama conductiva (rama 2) utilizando la expresión de la ecuación 6. El valor obtenido es $\epsilon = 16 (-) \pm 6\%$.

6. Conclusiones

Las conclusiones más importantes extraídas del presente trabajo son:

1. Se ha fabricado una celda de medida para llevar a cabo las mediciones, de sencillo manejo y con alta repetibilidad.
2. El método de medida y calibración propuestos permiten obtener valores de permitividad de un orden de magnitud y evolución con la frecuencia coherentes con las descritas en la bibliografía especializada.
3. Se han encontrado relaciones estadísticamente significativas entre la densidad y la permitividad, tanto en su parte real como en su parte imaginaria. La parte real de la permitividad muestra una correlación negativa con la densidad y la parte imaginaria de la permitividad presenta una correlación positiva. Las correlaciones más significativas se han obtenido a las frecuencias de 500 Hz y 23,2 KHz respectivamente. Esto hace posible la determinación de la densidad en madera de pino silvestre a partir medidas de impedancia.
4. Se ha obtenido un Circuito Eléctrico Equivalente (CEE) formado por dos ramas en paralelo, que demuestra la existencia de dos zonas con dos tipos de conductividad y por tanto correspondientes a dos estructuras físicas diferentes. Los parámetros estadísticos (Res/Model<8%) indican un buen ajuste.
5. Las dos ramas del CEE muestran resistencias diferenciadas, se observa que la resistencia R1 toma valores entre 10^4 y $10^6 \Omega$, y la resistencia R2 oscila entre 20 y 50 Ω , por lo tanto, hay una zona mucho menos conductiva que la otra, debido a un diferente contenido de agua en ambas regiones.
6. La rama 2 se caracteriza por una capacidad pura (α aproximadamente igual a 1) a diferencia de la rama 1. Por tanto, además de presentarse como una zona más conductiva también define una permitividad relativa de $16 \pm 6\%$, característica de la madera estudiada.
7. Las resistencias R1 y R2 se correlacionan positivamente con la densidad. Al mismo tiempo R2 se correlaciona negativamente con la humedad, por tanto, la rama2 contiene el agua de impregnación.
8. A determinadas frecuencias se han encontrado correlaciones significativas entre la conductividad real e imaginaria de la primera rama tanto con la densidad (correlación negativa, $r=-0,77$) como con la humedad (correlación positiva, $r=0,96$). También se han encontrado correlaciones significativas entre la parte real de la conductividad de la segunda rama con la densidad (correlación positiva, $r=0,93$) y la humedad (correlación positiva, $r=0,72$)
9. Del estudio morfológico mediante el análisis de imagen se ha extraído el parámetro Madera Tardía que no se correlaciona significativamente con ningún parámetro eléctrico, ni con la densidad.

6.1. Trabajos futuros

A raíz de los resultados obtenidos se observa que la presente Experiencia puede constituir un punto de partida estable hacia la caracterización de la madera mediante técnicas de EIE. Por este motivo, se recomienda repetir la Experiencia aplicando las mismas técnicas de medida e

incrementando el tamaño de la muestra con el fin de obtener una mayor variedad de resultados con significancia estadística.

7. Referencias

- AITIM, (2004). *Especies de maderas para construcción, carpintería y mobiliario* (2ª reedición). 896 pp.
- Application Note 346-3. (s.f.) Effective Impedance Measurement using OPEN/SHORT/LOAD correction. Agilent Technologies. Hewlett Packard, 1-10.
- BARADIT, E.; AEDO, R.; CORREA, J. (2006). Knots detection in wood using microwaves. *Wood Sci. Technol.*, 40(2): 118-23.
- COOPER, J.; STEELE, P.; MITCHELL, B. (2005). Detecting juvenile wood in Southern pine lumber by measuring phase shift. *AIP Conf. Proc.*, 760(1): 1507-14.
- FORRER, J.B.; FUNCK, J.W. (1998). The electric properties of defects on wood surfaces. *Holz Roh Werkst*, 56(1): 25-9.
- FORSÉN, H.; TARVARINEN, V. (2000). Accuracy and Functionality of Hand Held Wood Moisture Content Meters, VTT Building Technology, Espoo, VTT Publications 420.
- JAMES, W.L. (1975) Dielectric properties of wood and hard-board: Variation with temperature, frequency, moisture content, and grain orientation. Research Paper FPL 245. USDA Forest Prod. Lab., Madison, Wisconsin.
- KIRTLAND, G.M. (1986). Living cell impedance identification. Master's thesis, Columbia University of New York.
- KOLLMANN, F. (1959). Tecnología de la madera y sus aplicaciones. Publicaciones del Instituto Forestal de Investigaciones y Experiencias (IFIE). Madrid, 675 págs.
- LARSSON, B.; BENGTSSON, B.; GUSTAFSSON, M. (2004). Non-destructive detection of decay in living trees. *Tree Physiol*, 24(7): 853-8.
- MARTIN, T. (2009). Complex resistivity (CR) of wood and standing trees. *Proceedings of Non-Destructive Testing in Civil Engineering*. Nantes, France, June 30 – July 3.
- MARTIN, T. (2012). Complex resistivity measurements on oak. *European Journal of Wood and Wood Products*, 70: 45–53.
- MARTIN, T.; GÜNTHER, T. (2013). Complex Resistivity Tomography (CRT) for fungus detection on standing oak trees. *European Journal of Forest Research*, 132(5): 1-12.
- MARTIN, T.; NORDSIEK, S.; WELLER, A. (2014). Low-frequency impedance spectroscopy of wood. *Journal of Research in Spectroscopy*, Vol. 2015 (2015), Article ID 910447, DOI: 10.5171/2015.910447.

- MURASE, K.; SOBUE, N. (2011). Measurement of cross-sectional moisture distribution of logs and branches by impedance method using a medium electrode. *Proceedings of the 17th International Nondestructive Testing and Evaluation of Wood Symposium*. Sopron, Hungary September 14- 16 pp 55-61.
- REPO, T.; ZHANG, G.; RYYPÖ, A.; RIKALA, R. (2000). The electrical impedance spectroscopy of Scots pine (*Pinus sylvestris* L.) shoots in relation to cold acclimation. *J. Exp. Bot.*, 51(353): 2095-107.
- REPO, T.; LAUKKANEN, J.; SILVENNOINEN, R. (2005). Measurement of the tree root growth using electrical impedance spectroscopy. *Silva Fenn*, 39(2): 159-66.
- RICE, R.W.; STEELE, P.H.; KUMAR, L. (1992). Detecting knots and voids in lumber with the electric sensors. *Industrial Metrology*, 2 (3-4): 309-15
- STAMM, A.J. (1927). The electrical resistance of wood as a measure of its moisture content. *Industrial and Engineering Chemistry*, 19(9): 1021-1025.
- STAMM, A.J. (1964). *Wood and Cellulose Science*. The Ronald Press Company, New York.
- SOUBE, N.; YOKOTSUKA, M. (2003). Estimation of moisture gradient in timbers by capacity measurement in RF range while scanning electrodes. *Proceedings of the 5th International Conference on Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances*. Rotorua, New Zealand. March 23-26, pp 284-90.
- TIITA, M.; SAVOLAINEN, T.; OLKKONEN, H.; KANKO, T. (1999). Wood moisture gradient analysis by electrical impedance spectroscopy. *Holzforschung*, 53(1): 68-76.
- TIITTA, M.; OLKKONEN, H. (2002). Electrical impedance spectroscopy device for measurement of moisture gradients in wood. *Review of Scientific Instruments*, 73: 3093-3100.
- TIITTA, M.; KAINULAINEN, P.; HARJU, A.; VENÄLÄINEN, M.; MANNINEN, A.M.; VUORINEN, M.; VIITANEN, H. (2003). Comparing the Effect of Chemical and Physical Properties on Complex Electrical Impedance of Scots Pine Wood. *Holzforschung*, 57: 433-439
- TIITTA, M. (2006). Non-destructive methods for characterisation of wood material. PhD thesis, University of Kuopio, Finland. ISBN 951-27-0680-6.
- TOMPPONEN, L. (2013). Novel applications of electrical impedance and ultrasound methods for wood quality assessment. Dissertation in Forestry and Natural Science. University of Eastern Finland, Kuopio, Finland.
- TOMPPONEN, L.; TIITTA, M.; LAPPALAINEN, R. (2010). Electrical impedance measurement of green Scots pine. The future of Quality Control for Wood & Wood Products. Congreso llevado a cabo en Edimburgo, Reino Unido.
- TORGOVNIKOV, G.I. (1993). Dielectric Properties of Wood and Wood-Based Materials. Ed. Springer-Verlag. Berlin, Germany. 196 pp.
- VIGNOTE, S. (2014). Principales maderas de coníferas en España características, tecnología y aplicaciones. Monografía (Informe Técnico). E.T.S.I. Montes (UPM). Universidad Politécnica de Madrid, Madrid.

ZANETTI, C., WELLER, A., VENNETIER, M.; MERIAUX, P. (2011). Detection of Buried Tree Root Samples by Using Geoelectric Measurements: A Laboratory Experiment. *Plant and Soil*, 339: 273–283.