

***ESTABLECIMIENTO DE UN PATRÓN SECUNDARIO PARA LA DETERMINACIÓN DE DE HUMEDAD EN GRANOS**

Enrique Martines López,
Centro Nacional de Metrología, División de Termometría
Km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Qro., México.
Tel.2110500 ext. 3420, emartine@cenam.mx

Resumen

La medición y control del contenido de humedad en granos es importante porque afecta su calidad.

El manejo del grano comprende etapas como conservación, transporte, y comercialización. En cada una de ellas se determina su contenido de humedad para establecer criterios de calidad, así como los precios de su comercialización.

Uno de los problemas importantes en el manejo de granos es la falta de uniformidad entre los métodos e instrumentos existentes para determinar su contenido de humedad, lo cual genera pérdidas o ganancias al momento de su comercialización.

En el laboratorio de humedad del CENAM se seleccionó un medidor comercial que puede ser usado como un patrón de referencia para la calibración de medidores de contenido de humedad en granos.

En este artículo se describe la evaluación del medidor capacitivo y los resultados obtenidos. También se presenta una comparación contra un método primario.

1. INTRODUCCIÓN

La cantidad de agua contenida en granos, cereales y semillas, que se conoce como contenido de humedad (*MC*), es importante en estos materiales ya que de sus valores depende su calidad.

El manejo de los granos comprende etapas que van desde la cosecha hasta su procesamiento. En cada una de ellas es conveniente realizar mediciones para conocer su contenido de humedad y así definir el siguiente paso en su manejo.

En México la producción anual de granos es de aproximadamente 30 millones de toneladas [1], mientras que el consumo supera ese valor, lo cual hace necesario importar algunos tipos de granos. Debido a los grandes volúmenes que se comercializan en el país, es importante contar con un sistema de medición de contenido de humedad que dé trazabilidad a los equipos de usuarios y comercializadores de granos.

A nivel internacional un problema común en la determinación del contenido de humedad es la falta de uniformidad entre los métodos o instrumentos existentes. Por esta razón muchos países han emprendido acciones para adoptar métodos o instrumentos que permitan uniformizar sus

mediciones y así evitar ambigüedades al momento de establecer los precios de su comercialización.

Para solucionar esta problemática, en los Estados Unidos de America (EUA), la Conferencia Nacional de Pesas y Medidas (NCWM por sus siglas en inglés) propuso al Departamento de Agricultura (USDA, por sus siglas en inglés) adoptar un medidor capacitivo de contenido de humedad para todas las operaciones comerciales de granos, dentro y fuera de ese país [2].

Los criterios técnicos del medidor capacitivo están descritos en un documento conocido como Handbook 44 [3], el cual fue elaborado por el NIST(National Institute of Standards and Technology).

A su vez, la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML) emitió la recomendación OIMLR59 [4] sobre los tipos de medidores que pueden ser usados en operaciones comerciales. En esta recomendación se incluyen los métodos de verificación de los mismos. Estos métodos aplican para distintos tipos de medidores de contenido de humedad de granos, cereales y semillas oleaginosas.

Igualmente la Organización Internacional para la Estandarización (ISO, por sus siglas en inglés) en

las normas ISO 7700/1-2, [5,6] incorporó métodos de verificación así como métodos de referencia con secado en horno [7]. Estos últimos se pueden utilizar para hacer comparaciones contra medidores capacitivos y así garantizar sus resultados.

Los métodos existentes para determinar el contenido de humedad se basan sobre distintos principios de operación (tabla 1). Algunos de ellos dan información del contenido de humedad de manera absoluta (Gravimetría, Coulometría), otros se basan en tablas o curvas de calibración generadas por comparaciones contra métodos primarios.

Método	Principio de operación
Gravimetría	Pérdida de masa por secado
Microondas	Absorción de microondas
Resistividad	Cambio de resistencia eléctrica
Capacitancia	Cambio de la constante dieléctrica
Coulometría (Karl-Fisher)	Reacción química selectiva con el agua
Espectroscopia infrarroja	Absorción de radiación infrarroja.

Tabla 1. Métodos de medición de contenido de humedad.

Cada método tiene sus ventajas y desventajas. La selección de alguno de ellos depende del tipo de aplicación.

Tomando en cuenta la problemática que existe en México de dar trazabilidad y confiabilidad a las mediciones de contenido de humedad en granos y de la necesidad de uniformizar las mediciones realizadas en el país, el CENAM optó inicialmente por seleccionar un sistema comercial (marca *DICKY-john, modelo GAC2100) que opera con el principio de capacitancia eléctrica (figura 1).

* El CENAM no representa, ni recomienda la marca y modelo mencionados en este artículo. Así mismo tampoco sugiere que sea el único o el mejor para realizar este tipo de mediciones.



Figura 1. Medidor de contenido de humedad en granos basado en el principio de capacitancia eléctrica.

El equipo seleccionado cumple con los requerimientos de la OIMLR59 e ISO 7700/1-2 para medidores de contenido de humedad clase I, los cuales son de alta exactitud. Además cumple con los requerimientos establecidos en el handbook 44 [3] para determinar el MC en granos. Este equipo es de uso oficial en operaciones comerciales tanto en el mercado interno y externo de los USA.

En este artículo se describen los avances en el proceso de evaluación del medidor capacitivo adquirido por el CENAM y los resultados obtenidos.

2. DESARROLLO

El proceso de evaluación de los medidores de contenido de humedad en granos consiste en identificar y cuantificar los principales factores de influencia además de realizar una verificación contra un método de referencia [4].

Entre los principales factores de influencia se encuentran: la temperatura, la masa de la muestra, las impurezas, la uniformidad, la presencia de granos rotos, etcétera. En este trabajo se evaluó el efecto de la masa, las impurezas y la uniformidad de muestra así como el efecto de incluir granos rotos (semitriturados).

El método de referencia usado para comparar este medidor se basa en la determinación del contenido de humedad de la muestra por secado en un horno de convección, a una temperatura y tiempo establecidos.

2.1 Factores de influencia

a) Masa de la muestra

Debido a que el instrumento cuenta con un contenedor de volumen definido para la muestra, se requiere una masa mínima de grano para realizar la medición, la cual depende del tipo de grano. Cuando no se cuenta con la masa requerida para llenar el volumen establecido, el instrumento puede presentar desviaciones. Para determinar este efecto en el medidor se realizaron pruebas al cambiar la masa de la muestra desde aproximadamente 170 g a 250g.

b) Impurezas de la muestra

Las impurezas pueden generar errores en la determinación del MC. Entre las impurezas comunes se encuentran: granos germinados, granos sobre calentados, otro tipo de granos, etc. En este trabajo se realizaron mediciones de este efecto con otros tipos de granos. La cantidad de impurezas agregadas fueron porciones de 15 g hasta alcanzar un máximo de 60 g para una muestra inicial de 300 g.

c) Uniformidad de la muestra

Cuando la muestra de prueba contiene granos con diferentes contenidos de humedad, se pueden presentar errores en su determinación. Para evaluar este efecto, se preparó una muestra de 60 g de grano con 2 ml de agua, posteriormente se dejó reposar 3 h para lograr la absorción del agua. Las pruebas de uniformidad se realizaron al agregar porciones de 15 g (hasta alcanzar 60 g) del grano humectado a una muestra uniforme de 300 g.

d) Granos rotos (semitriturados)

La presencia de granos rotos afecta la medición del contenido de humedad en el medidor GAC2100. Al igual que para otros factores de influencia, este efecto se evaluó adicionando porciones de 15 g (hasta alcanzar 60 g) de grano semitriturado a una muestra de 300 g.

2.2 Comparación contra un método de referencia

Generalmente los medidores de humedad basados en capacitancia muestran directamente los valores del contenido de humedad de la muestra bajo prueba. Estos valores provienen de tablas de datos o curvas de calibración programadas en ellos para cada tipo de grano. Los parámetros son generados

al comparar su lectura en capacitancia eléctrica contra el contenido de humedad obtenido usando un método de referencia (gravimétrico).

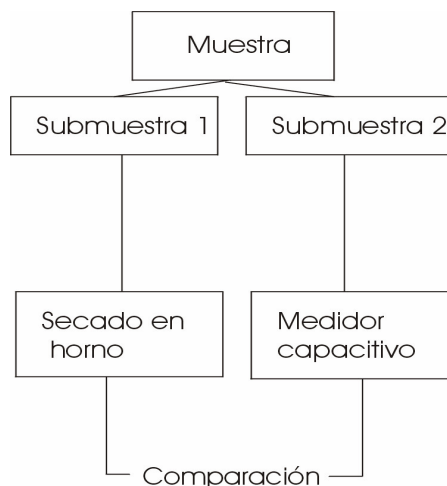


Figura 2. Esquema de comparación de un medidor de MC contra un método de referencia basado en gravimetría.

El método de referencia basado en gravimetría considera el secado de muestras molidas a una temperatura de $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ por un tiempo de 2h para todos los granos usados en esta evaluación excepto maíz, el cual se mantuvo en el horno de secado por 4 h [7,8].

2.3 Tolerancias

La OIML e ISO proponen en [4, 5 y 6] una clasificación para medidores de humedad de acuerdo a las tolerancias de los medidores (clase I y II), las cuales dependen del tipo de granos usados (grupo I y II).

La tabla 2 muestra las tolerancias para las clases I y II y los tipos de granos para cada grupo.

Medidor Clase I		
%MC	Grupo I	Grupo II
<10%	0,7% MC	0,8 %MC
>10%	0,4%MC +3/100(%MC)	0,4 %MC+4/100(%MC)
Medidor Clase II		
%MC	Grupo I	Grupo II
<10%	0,8 % MC	0,9 %MC
>10%	0,4%MC+4/100(%MC)	0,4%MC+5/100(%MC)

Tabla 2. Clases y tolerancias para medidores de MC en granos [4,5 y 6].

Grupo I: Cereales y semillas oleaginosas excepto maíz, arroz, sorgo y girasol.

Grupo II: Maíz, arroz, sorgo y girasol.

3. RESULTADOS

3.1 MC y factores de influencia

Se realizaron mediciones de contenido de humedad en granos para evaluar los principales factores de influencia.

a) Masa de la muestra

En la tabla 3 se presentan los valores medidos con el equipo GAC2100 en dos condiciones diferentes: en la primera columna se presentan los valores obtenidos en su condición normal de medición y en la segunda columna cuando se reduce la masa de la muestra hasta un mínimo antes de que el equipo muestre un error.

Tipo de grano	%MC(muestra normal)	%MC(muestra con masa reducida)
Maíz	12,98	12,82
Frijol negro	9,32	9,24
Arroz	12,00	12,22
Maíz palomero	11,94	12,02
Frijol pinto	9,14	9,10
Lentejas	10,18	10,20
Garbanzo	8,74	8,48

Tabla 3. Diferencias por efecto en la masa de la muestra en la medición del MC con el medidor GAC2100.

b) Impurezas de la muestra

El efecto de las impurezas en el medidor usado en CENAM depende del tipo de impurezas y de su masa. En la tabla 4 se muestran los valores que se obtuvieron cuando se agregaron 30 g de otro tipo de granos a los de la muestra normal.

Tipo de grano	%MC(muestra normal)	%MC(muestra con impurezas)
Maíz	13,02	13,36
Frijol negro	9,32	9,50
Arroz	12,00	11,54
Maíz palomero	10,32	10,38
Frijol pinto	9,14	9,16
Lentejas	10,18	10,16
Garbanzo	8,74	8,94

Tabla 4. Efecto de impurezas por incluir otro tipo de grano a la muestra de interés en el medidor usado en CENAM

c) Uniformidad de la muestra

Cuando la muestra de interés contiene granos con diferente contenido de humedad, la lectura del medidor dependerá tanto de la masa como del contenido de humedad de éstos.

Cuando se adiciona una porción de granos con un contenido de humedad mayor respecto a la original, el medidor debe indicar un valor más alto respecto al valor inicial.

En la figura 3 se muestran los valores medidos para una muestra de maíz palomero cuando se agregan granos humectados.

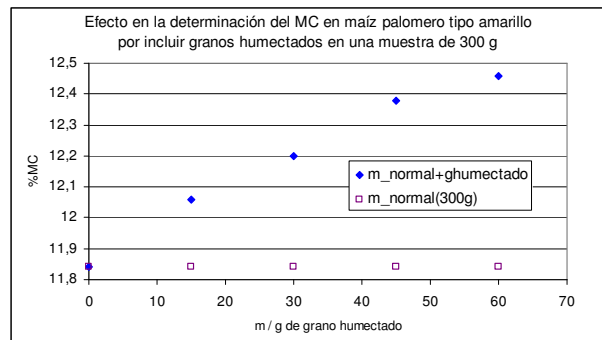


Figura 3. Efecto de agregar granos humectados a una muestra de maíz palomero.

d) Granos rotos

En la figura 4 se presenta el comportamiento de una muestra de maíz blanco cuando la muestra contiene granos semitriturados.

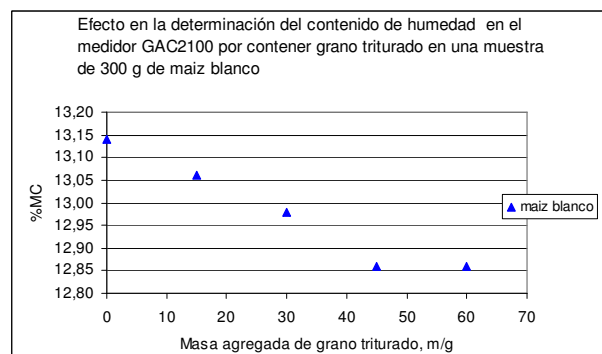


Figura 4. Efecto en el medidor de contenido de humedad usado en CENAM, por incluir grano semitriturado.

3.2 Incertidumbre

Se realizó el análisis para estimar la incertidumbre de los factores de influencia de acuerdo a la Guía para la expresión de incertidumbre [9]. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 5.

Grano	%M C	U_{rep}	U_{unif}	U_{imp}	U_{grano} triturado	U_{masa} de la muestra
Maíz	13,0	0,14	0,08	0,14	0,05	0,11
Frijol negro	9,3	0,11	0,14	0,10	0,01	0,05
Arroz	12,0	0,13	0,07	0,27	--	0,13
Maíz palomero	11,9	0,10	0,06	0,04	0,05	0,05
Frijol pinto	9,1	0,10	0,49	0,06	0,02	0,09
Lentejas	10,2	0,09	0,24	0,05	--	0,00
Garbanzo	8,7	0,24	0,17	0,12	--	0,15

Tabla 5. Incertidumbre de los principales factores de influencia en la determinación de contenido de humedad con un medidor basado en el método capacitivo.

U_{rep} : incertidumbre por repetibilidad del instrumento

U_{unif} : incertidumbre por uniformidad de la muestra

U_{imp} : incertidumbre por impurezas en la muestra

$U_{muestra}$: incertidumbre debida al efecto de la masa de la muestra.

Los valores mostrados en la tabla 5 corresponden a la incertidumbre asociada a cada uno de los factores de influencia y fueron calculados para muestras de 300 g para cada tipo de grano.

La incertidumbre de repetibilidad fue estimada de la desviación estándar de cinco mediciones en cada muestra.

3.3 Comparación contra un método primario

Se realizó una comparación de los valores obtenidos con el medidor capacitivo contra los valores obtenidos con el método primario basado en gravimetría, descrito en [7 y 8]. En la tabla 6 se muestran los resultados obtenidos.

Tipo de grano	Medidor capacitivo	Método de referencia	Diferencia
	%MC	%MC	%MC
Maíz	11,79	11,88	-0,09
Frijol negro	9,32	9,44	+0,12
Arroz	12,70	12,77	+0,07
Maíz palomero	10,32	10,62	+0,30
Frijol pinto	9,13	9,49	+0,36
Lentejas	10,18	10,11	-0,07
Garbanzo	8,70	9,30	+0,60

Tabla 6. Comparación de los valores obtenidos en el CENAM del medidor basado en capacitancia y el método de referencia descrito en [7 y 8].

Las condiciones de secado de las muestras en tiempo y temperatura fueron: de 4h para maíz y 2h para otro tipo de granos, a una temperatura de aproximadamente 130 °C respectivamente.

Las determinaciones de masa (con el método primario) se realizaron con una balanza la cual tiene resolución de 0,1 mg y una incertidumbre menor de $\pm 0,70$ mg ($k=2$).

Las mediciones de masa y temperatura en el método primario tienen trazabilidad a patrones nacionales mantenidos en CENAM.

De acuerdo a la tabla 6, las diferencias, son menores a las tolerancias establecidas para un medidor clase I (tabla 2), por lo que el medidor utilizado cumple con las especificaciones para esta clase de medidores.

Finalmente, la incertidumbre expandida en la determinación del MC de los granos descritos usando el medidor CENAM resultó ser menor que $\pm 1,0$ %MC.

4. CONCLUSIONES

Se inició la evaluación de un medidor de contenido de humedad basado en el principio de capacitancia eléctrica en granos como: maíz, arroz, frijol negro, frijol pinto, maíz palomero, lentejas y garbanzo.

Las mediciones de contenido de humedad en dichos granos se realizaron en su condición de comercialización.

El proceso de evaluación consistió en estimar el efecto de los principales factores de influencia y su incertidumbre correspondiente.

Adicionalmente se realizó una comparación contra un método primario basado en gravimetría, el cual requiere de mediciones de masa y temperatura, ambas con trazabilidad al CENAM.

De acuerdo a los resultados obtenidos, se encontró que la incertidumbre obtenida con el medidor para los granos usados fue menor a $\pm 1\%$ MC y que las diferencias de la comparación con ambos métodos fueron menores a las tolerancias establecidas para medidores clase I de acuerdo a la OIMLR59.

REFERENCIAS

- [1] Series históricas de producción de grano en México, Secretaria de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación (SAGARPA), Servicio de Información y Estadística Agroalimentaria y Pesquera. <http://www.siap.sagarpa.gob.mx/ar_comserhis.html>, 03/10/2006.
- [2] USDA Moisture Handbook-1999, United States Department of Agriculture, <<http://www.gipsa.usda.gov>>, 01/06/2006.
- [3] NIST Handbook 44 - 2006 Edition, Sec. 5.56(a), Sec. 5.56(b), Grain moisture measurements, <<http://ts.nist.gov/ts/htdocs/230/235/h44-06.htm>>, 06/06/2006.
- [4] OIML R59, Moisture meters for cereal grain and oilseeds, 1984.
- [5] ISO 7700/1, Check of the calibration of moisture meters-Part 1: moisture meters for cereals, 1984.
- [6] ISO 7700/2, Check of the calibration of moisture meters-Part 2: moisture meters for cereals, 1984.
- [7] ISO 712, cereals and cereals products-Determination of moisture content-Routine reference method, 1998.
- [8] ISO 6540, Maize-Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains), 1980.
- [9] ISO GUM, "Guide to expression of the uncertainty in Measurement". BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, IUPAC, OIML, 1995.

* Artículo es el mismo al que fue presentado en el Simposio de Metrología 2006 con el título "Evaluación de un medidor de contenido de humedad en granos basado en el principio de capacitancia eléctrica".