



Calibración de medidores de contenido de humedad en granos

Enrique Martines López

Laboratorio de humedad en sólidos, División Termometría

Centro Nacional de Metrología

Contenido

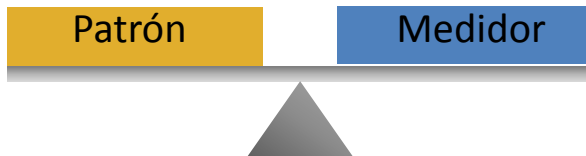
- Introducción
- Métodos de calibración
- Instalaciones y equipo
- Procedimiento de calibración
- Evaluación de factores de influencia
- Estimación de incertidumbre
- Conclusiones

Introducción

La calibración establece una relación entre un patrón de medida (valor +incertidumbre) y la indicación un instrumento de medición (valor +incertidumbre)

La calibración requiere:

1. Procedimientos
 - Definición del mensurando
 - Calibración
 - Medición
2. Experimentación
 - Caracterización del sistema de medición
 - Identificación de variables de influencia
3. Análisis
 - Estimación de la incertidumbre
4. Certificado o informe de calibración



Métodos de calibración

- **Por comparación**

Compara los valores de un instrumento patrón con los valores del instrumento de calibración

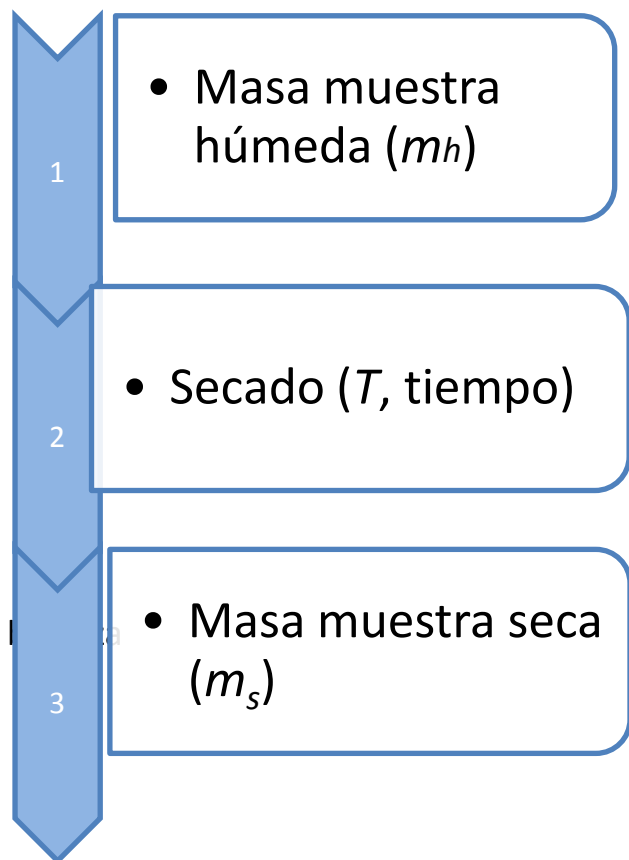
- **Materiales de referencia**

Se usan materiales de referencia cuyo contenido de humedad es conocido. El material de referencia se mide con el instrumento de medición que se requiere calibrar.

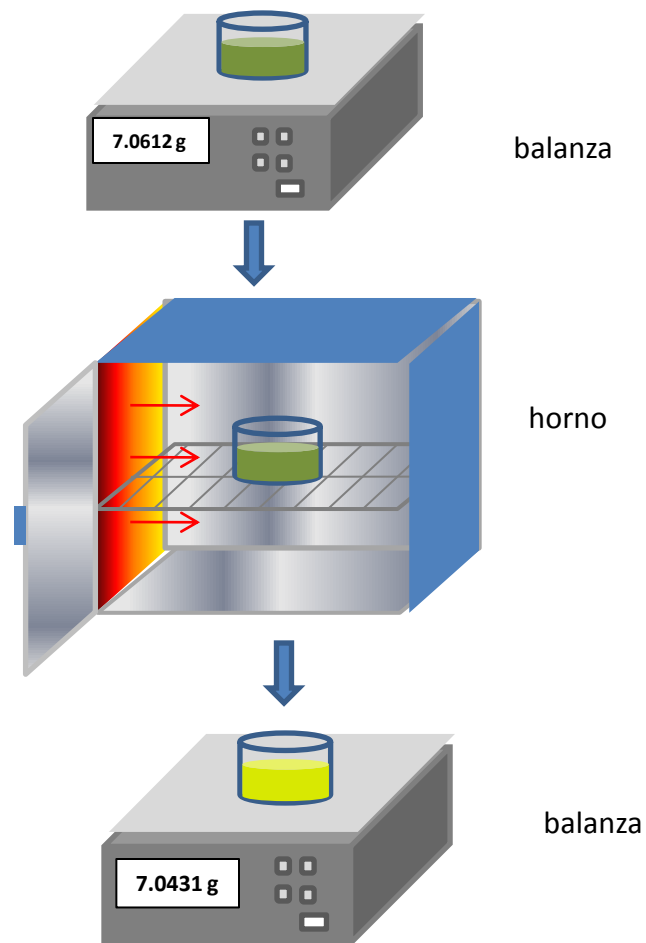
Existen materiales de referencia comerciales para granos de arroz y trigo.

En CENAM se emplea el método de comparación del valor indicado del instrumento de medición contra el valor obtenido mediante un proceso de secado

Método gravimétrico: secado en horno



$$\% H_{bh} = \frac{m_h - m_s}{m_h} \bullet 100$$



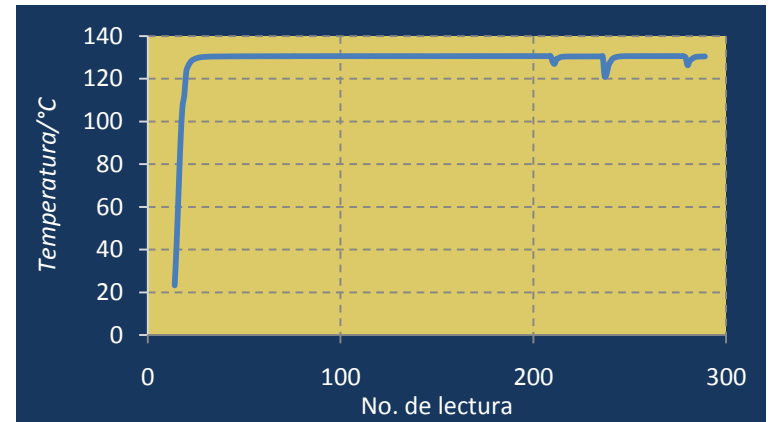
Instalaciones y equipo

- Laboratorio con condiciones ambientales controladas
- Horno de secado
- Sistema de medición de temperatura
- Balanza analítica
- Sistema de condiciones ambientales
- Sistema de acondicionamiento de muestras.
- Desecadores
- Instrumentos testigos para contenido de humedad
- Molino
- Cribas

Horno de secado y sistema de medición de temperatura

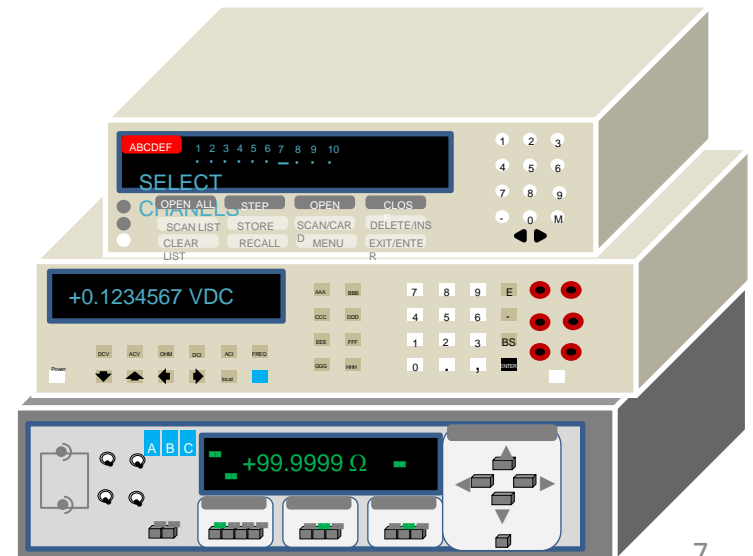


← Horno de convección Forzada



Sistema de medición de temperatura

- 10 termopares tipo T
- 1 termómetro de resistencia de platino
- Multiplexor
- Multímetro digital
- Puente termométrico



Balanza analítica y sistema de condiciones ambientales

Balanza analítica

Alcance: 220 g

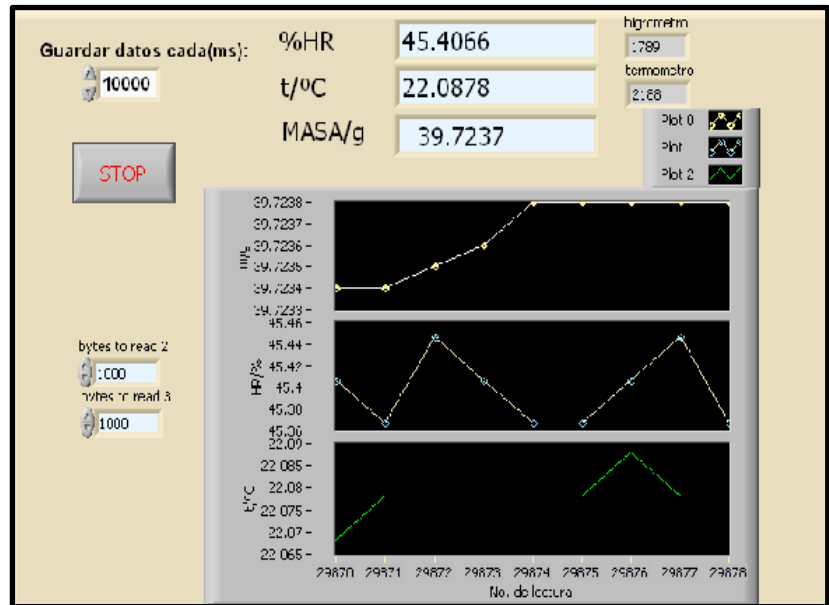
Resolución: 0.1 mg

Incertidumbre: 0.3 mg
(k=2)



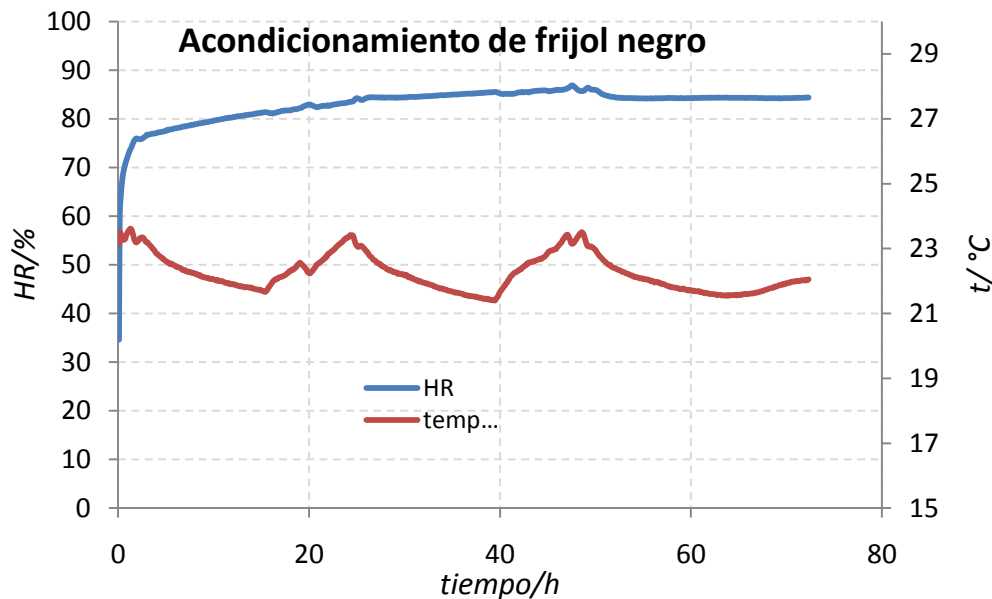
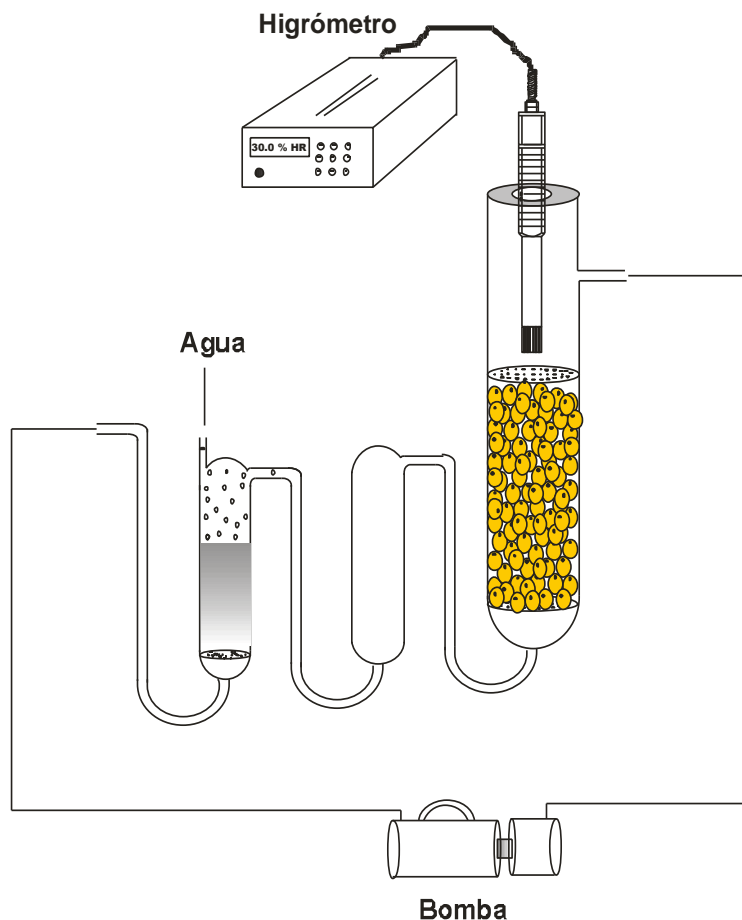
Sistema de condiciones ambientales

- Termómetro de resistencia de platino tipo industrial
- Higrómetro capacitivo



Se desarrolló un programa en plataforma LabView para medir simultáneamente la humedad relativa, la temperatura y la masa de una muestra expuesta al ambiente

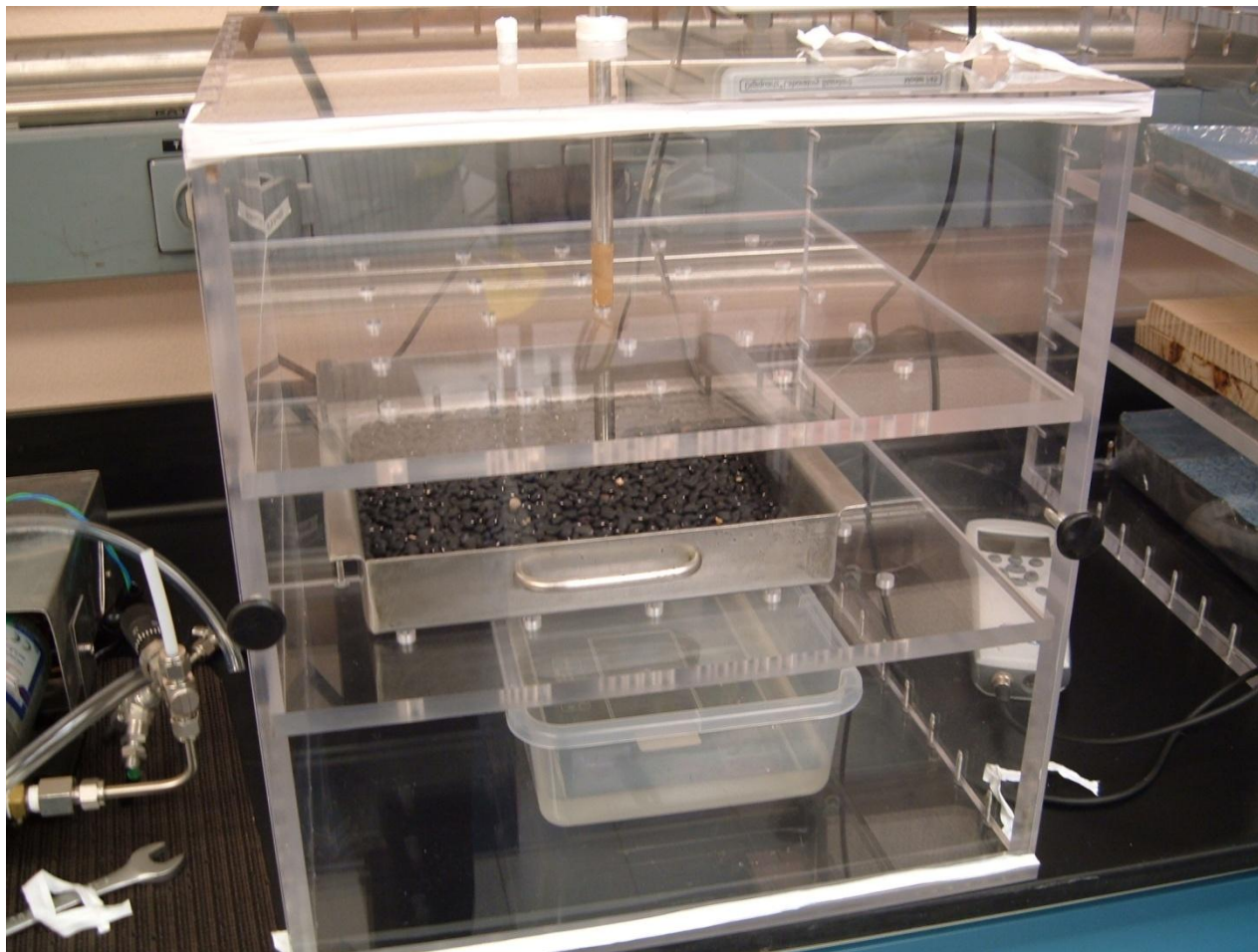
Sistema de acondicionamiento de muestras



Se cuenta con un sistema similar para el acondicionamiento de muestras con bajo contenido de humedad

$$m_{H_2O} = m_h \cdot \left[\frac{H_2 - H_1}{100 - H_2} \right] \cdot 100$$

Sistema de acondicionamiento en soluciones glicerol-agua



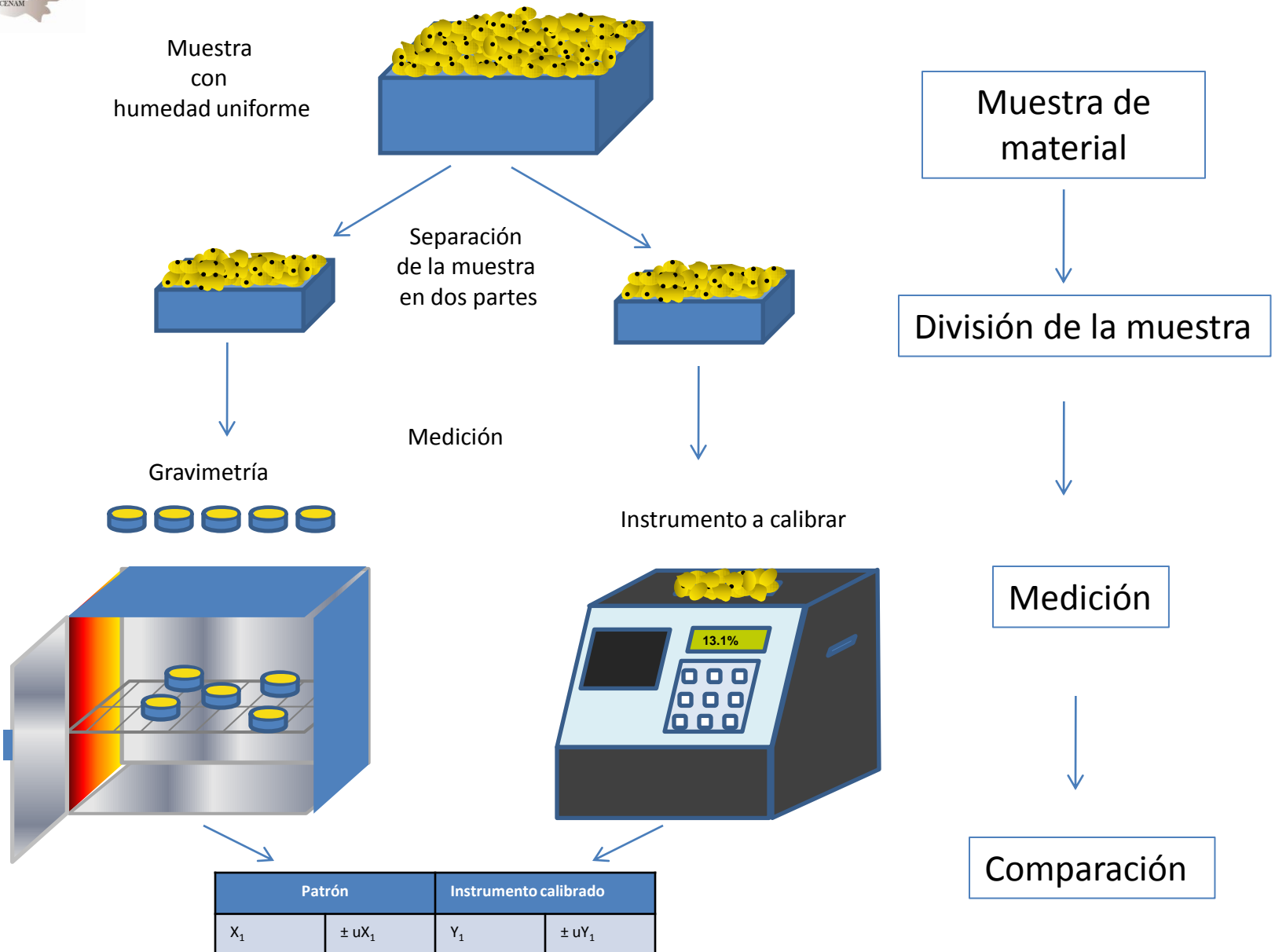
El sistema se puede usar para acondicionar muestras de granos con soluciones sal-agua

Accesorios

- Molino
- Desecadores
- Portamuestras
- Pinzas largas con aislante para alta temperatura
- Cribas



Calibración: método de comparación



Relación entre valores medidos

Modelo general para H_{bh} para el método de secado: Patrón

$$\% H_{bh} = \frac{m_h - (m_s^* - m_R)}{m_h} \bullet 100 + \sum_{i=1}^n C_i$$

Donde m_R es la masa del recipiente,
 m_s^* es la masa seca e incluye la masa del recipiente
 C_i es la i -ésima corrección debida a diversos factores

Análisis de la incertidumbre

Principales factores de influencia

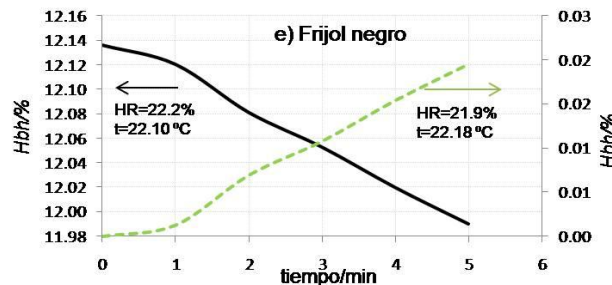
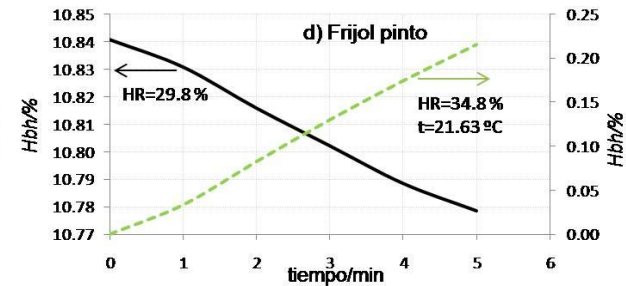
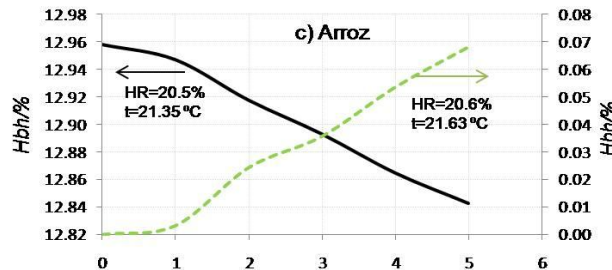
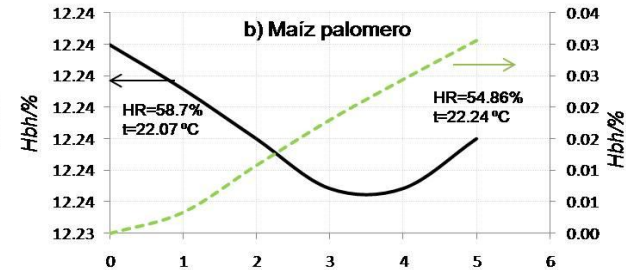
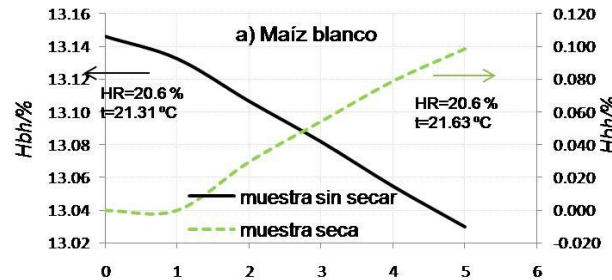
- Condiciones ambientales ($C_1, 2$)
- Gradientes de temperatura dentro del horno secado (C_3)
- Tiempo de secado (C_4)
- Tamaño de grano (C_5)

Efecto de las condiciones ambientales (C1, C2)

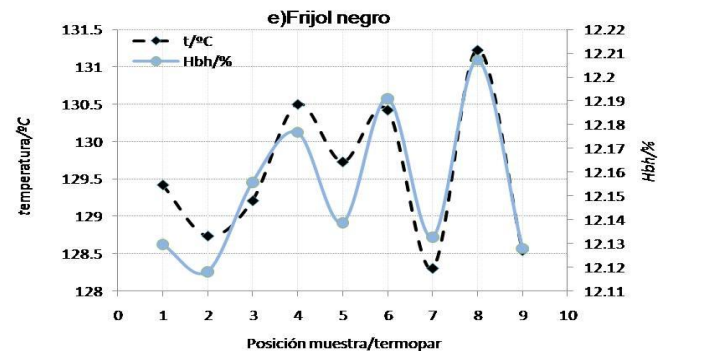
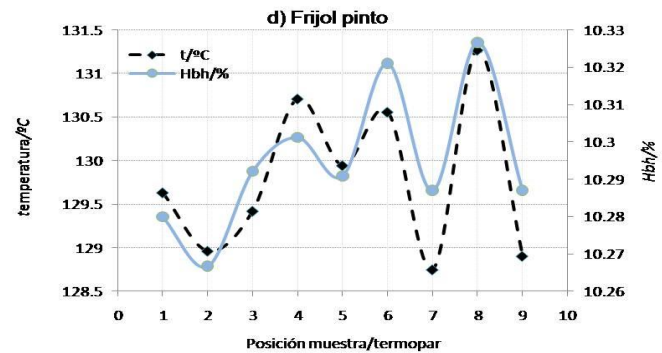
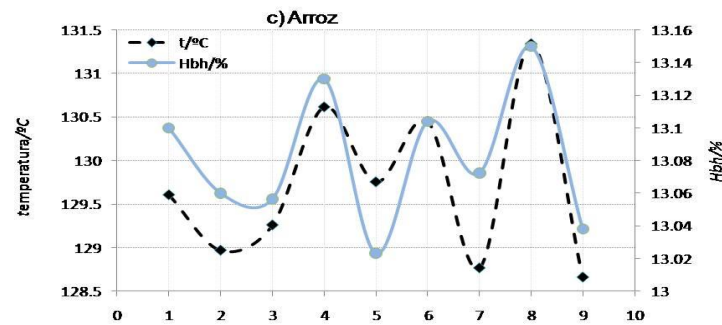
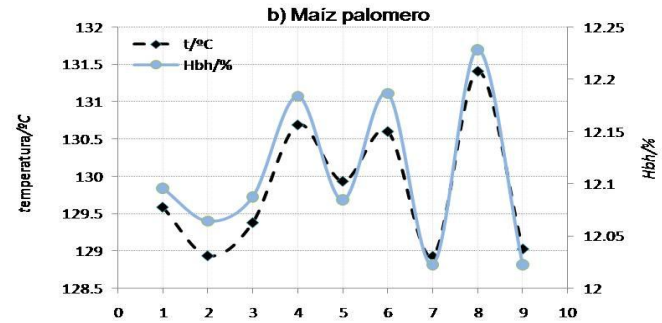
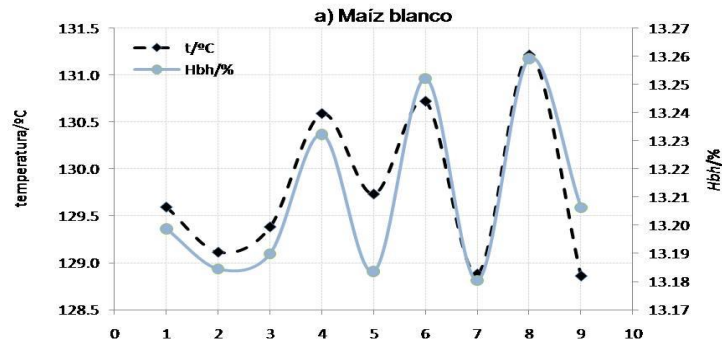
Experimentos realizados:

1. Muestra sin secar expuesta a las condiciones ambientales del laboratorio.
2. Muestra seca expuesta a las condiciones ambientales del laboratorio

$$H = \frac{100 \cdot \delta m_{H_2O}}{m_h + \delta m_{H_2O}}$$



Efecto de gradientes de temperatura en el horno (C3)



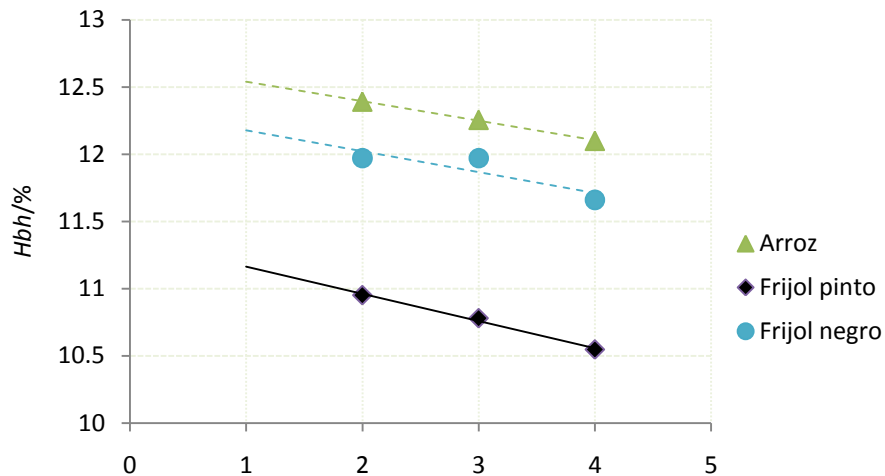
Efecto del tiempo de secado (C4)

El efecto del tiempo de secado de las muestras se obtuvo al exponer las muestras 1 h adicional respecto al tiempo especificado

Muestra	Tipo de grano				
	Maíz	Maíz palomero	Arroz	Frijol pinto	Frijol negro
	$\Delta H/\%$	$\Delta H/\%$	$\Delta H/\%$	$\Delta H/\%$	$\Delta H/\%$
1	0.07	0.10	0.17	0.04	0.09
2	0.10	0.14	0.16	0.05	0.08
3	0.08	0.12	0.19	0.04	0.09
4	0.11	0.13	0.18	0.04	0.10
5	0.11	0.12	0.16	0.04	0.10

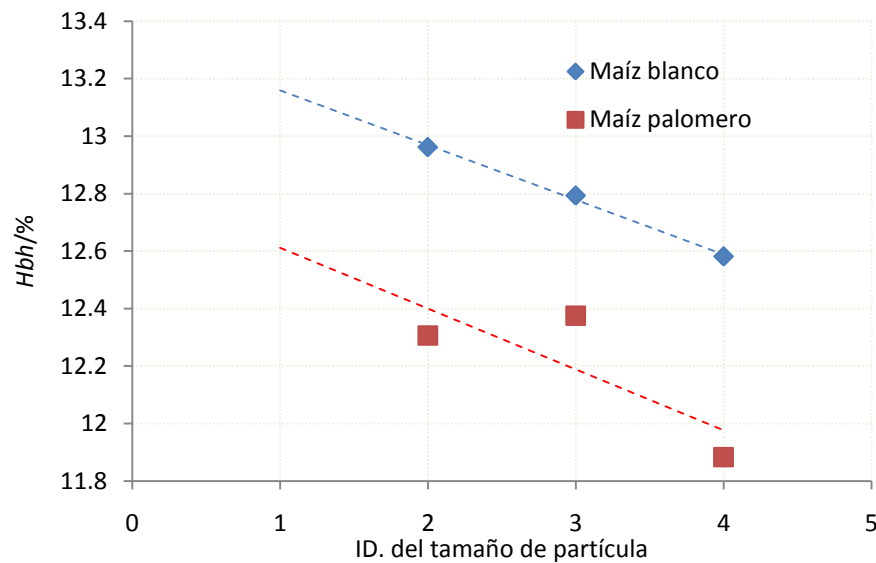
La estimación de la incertidumbre se realizó al suponer una distribución rectangular en las diferencias obtenidas

Efecto del tamaño de grano de las muestras (C5)



ID. Tamaño	Dimensión
1	Mayor a 1.68 mm
2	Entre 1 mm y 1.68 mm
3	Entre 0.5 mm y 1.0 mm
4	Menor a 0.5 mm

tamaño de partícula



Estimación de la incertidumbre del patrón

$$uH_p = \sqrt{\left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_h}\right)^2 u^2 m_h + \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_R}\right)^2 u^2 m_R + \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_s}\right)^2 u^2 m_s + \sum_{i=1}^n u^2 C_i}$$

Símbolo	Fuente de incertidumbre	Coefficiente de sensibilidad	Tipo de distribución
u_{mod}	Incertidumbre m_h	$\partial H / \partial m_h$	Normal
	Incertidumbre m_s	$\partial H / \partial m_s$	Normal
	Incertidumbre m_R	$\partial H / \partial m_R$	Normal
uC_1	Incertidumbre de las condiciones ambientales en muestra sin secar	1	Rectangular
uC_2	Incertidumbre de las condiciones ambientales en muestra seca	1	Rectangular
uC_3	Incertidumbre por gradientes de temperatura	1	Rectangular
uC_4	Incertidumbre por tiempo de secado	1	Rectangular
uC_5	Incertidumbre por tamaño de partícula	1	Rectangular

Selección de la balanza de acuerdo a sus coeficientes de sensibilidad

Coefficientes de sensibilidad

$$\left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_R} \right)$$

$$\left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_h} \right)$$

$$\left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_s} \right)$$

$\partial H/\partial mh$ y $\partial H/\partial mR$ crecen cuando la masa de la muestra se reduce



En muestras de masa pequeña se requiere una balanza de alta resolución y baja incertidumbre

<i>mh/g</i>	<i>H/%</i>	<i>uH/%</i>
1.00	15.60	0.04
2.00	15.60	0.02
5.00	15.60	0.01
1.00	5.60	0.04
2.00	5.60	0.02
5.00	5.60	0.01

Para reducir *uH* se requiere una mejor balanza

Mensurando

Mensurando de la calibración de un medidor de contenido de humedad

$$C = H_p - H_{IBC}$$

C es la corrección

H_p es el valor de contenido de humedad del patrón

H_{IBC} es la incertidumbre del instrumento bajo calibración

Estimación de la incertidumbre del IBC

Fuentes de incertidumbre del IBC

- Resolución del instrumento
- La repetibilidad de las lecturas
- El tamaño de masa de las lecturas
- La homogeneidad de las muestras
- Las impurezas de las muestras
- Entre otros

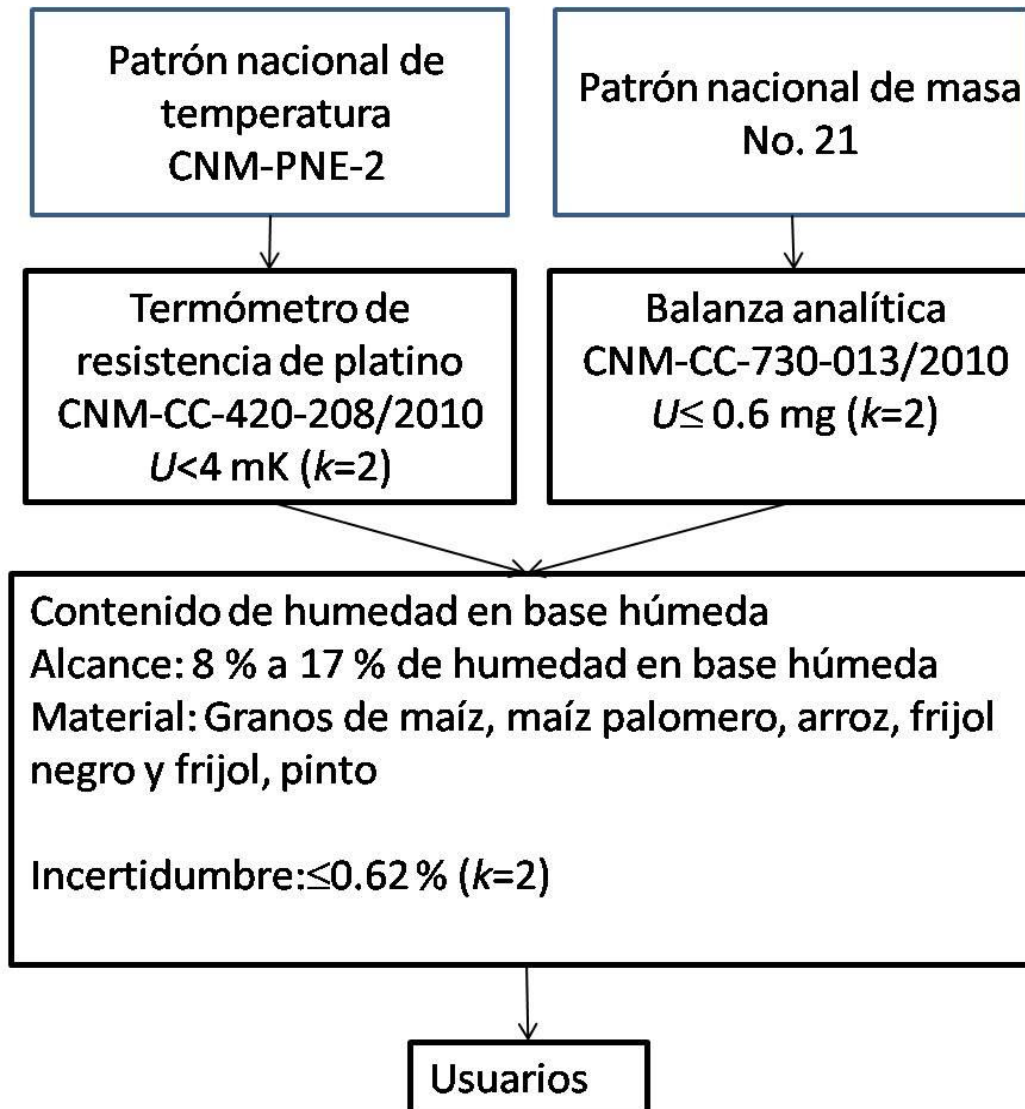
$$u_C = \sqrt{u^2 H_p + u^2 H_{IBC}}$$

Resultados de la calibración

En el cuadro de abajo se muestra parte de los resultados que se incluyen en un certificado de calibración de un instrumento.

Método							
Las muestras se dividen en dos porciones, una se usó para la medición del contenido de humedad con el IBC y la otra con el método gravimétrico.							
El método gravimétrico consistió en triturar la muestra de grano y determinar su masa. Posteriormente ésta se colocó en un horno de secado a una temperatura y tiempo determinados (ver tabla 2) y finalmente se determinó la masa de la muestra seca y se calculó el contenido de humedad							
Tabla 2. Resultados							
Tipo de grano	Método gravimétrico			IBC <i>H</i> (%)	Corrección <i>H</i> (%)	Factor de cobertura <i>k</i>	Incertidumbre expandida <i>H</i> (%)
	temperatura de secado / °C	tiempo de secado/h	<i>H</i> (%)				
Maiz Palomero	129.8	4	12.9	12.9	0.0	2	0.4
	129.9	4	13.6	13.5	0.1	2	0.5
	129.8	4	14.4	14.3	0.1	2	0.5
H: contenido de humedad en base húmeda							
Incertidumbre							
La incertidumbre se obtuvo al multiplicar la incertidumbre estándar combinada por un factor de cobertura ($k=2$) que asegura un nivel de confianza de al menos 95 %. La incertidumbre de la medición fue estimada de acuerdo a la norma NMX-CH-140-IMNC 2002 Guía para la expresión de la Incertidumbre en las Mediciones, equivalente a la "Guide to the expression of Uncertainty in Measurement, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, OIML (1995)".							

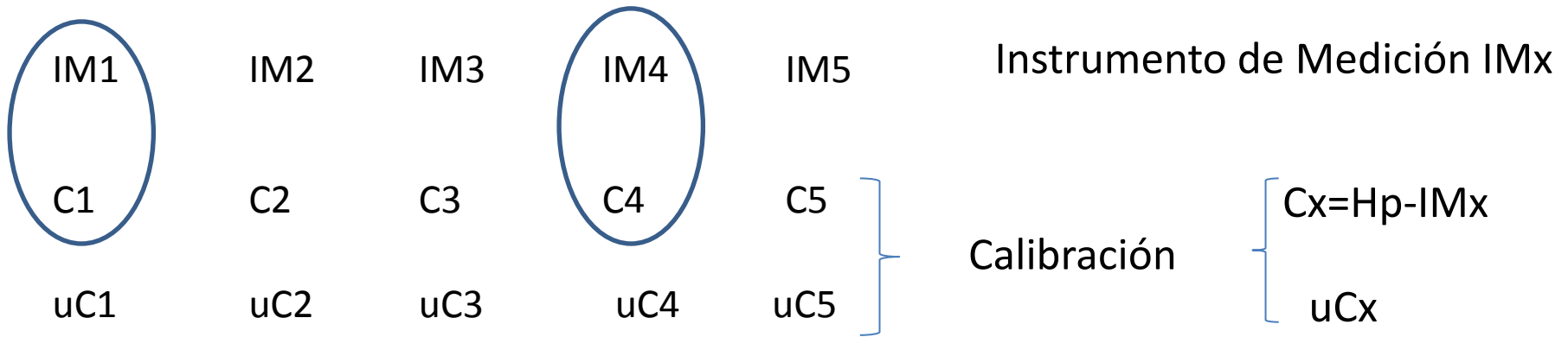
Trazabilidad de las mediciones



Importancia de la calibración en la uniformidad de las mediciones de contenido de humedad

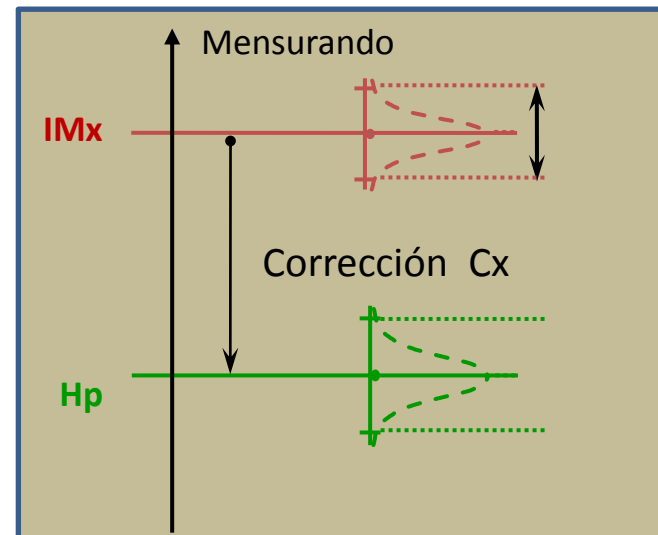
Sistema de referencia (Hp)

Patrón (CENAM)



Comparación entre M1 y M4

$$Hp = (IM1 + C1) = (IM4 + C4) = Hp$$



Error normalizado para comparación de mediciones

IM1	IM2	IM3	IM4	IM5
C1	C2	C3	C4	C5
uC1	uC2	uC3	uC4	uC5

$$En = \frac{|C_1 - C_4|}{\sqrt{u^2 C_1 + u^2 C_4}}$$

Si $En \leq 1$, los resultados son comparables

Si $En > 1$, Los resultados no son comparables

Conclusiones

- En CENAM se cuenta con la infraestructura, equipamiento y personal que permite realizar mediciones de contenido de humedad en granos.
- Se tiene implementado un sistema de referencia para calibrar medidores de contenido de humedad para distintos granos.
- La capacidad del sistema actual permite calibrar los medidores en el intervalo en el que se comercializan la mayoría de los granos.
- El sistema permite dar trazabilidad a las mediciones de contenido de humedad en granos que se realizan en el país.
- La calibración de los instrumentos podría evitar las diferencias encontradas en la actualidad.