

Evaluación de la Incertidumbre de Algunos Factores de Influencia en la Determinación del Contenido de Humedad en Granos

Enrique Martines L, Leonel Lira C.

Centro Nacional de Metrología
km 4,5 Carretera a Los Cués, 76246, Querétaro, México.
emartine@cenam.mx

RESUMEN

Uno de los métodos que se usan para determinar el contenido de humedad en materiales sólidos se basa sobre el secado de las muestras en hornos o muflas. Este método se puede usar en la implementación de sistemas de medición que permitan caracterizar muestras y con ellas calibrar medidores de contenido de humedad en granos. Entre los factores que afectan la incertidumbre de la determinación del contenido de humedad por secado se encuentran: la temperatura de secado, el tiempo de secado, la masa de las muestras y el modelo para calcular la humedad, entre otros. En este trabajo, se presenta la evaluación de la incertidumbre de algunos factores de influencia en la medición del contenido de humedad en granos de arroz, maíz y sorgo.

1. INTRODUCCIÓN

Actualmente el contenido de humedad en granos se mide con medidores de tipo capacitivos, de tipo resistivos, de infrarrojo y de microondas, entre otros. Estos son instrumentos de mediana exactitud que tienen la ventaja de tener una respuesta rápida así como la facilidad de hacer mediciones *in-situ*, pero requieren calibrarse para garantizar la confiabilidad de sus mediciones.

El método de secado se usa para medir el contenido de humedad en materiales sólidos, tales como granos, madera, harinas, plásticos, entre otros. Este método es reconocido por la OIML como un método confiable para medir el contenido de humedad en granos y semillas; es además un método de referencia para calibrar o verificar medidores de humedad en granos [1].

El método se puede resumir en los siguientes pasos: pesar la muestra húmeda, secar la muestra, pesar la muestra seca y, con estos datos, calcular el contenido de humedad.

La aplicación del método requiere especificar las condiciones de medición, ya que si éstas cambian, entonces los resultados también cambian. Algunas condiciones que pueden afectar el resultado son: la temperatura de secado, el tiempo de secado, y la masa de la muestra, entre otras.

En este trabajo se presenta la evaluación de algunos factores de influencia en la medición del contenido de humedad en granos y se estima su contribución en la incertidumbre de la medición. Los

granos utilizados para esta evaluación fueron arroz, maíz y sorgo.

2. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

2.1. Procedimiento para Determinar el Contenido de Humedad (H) en Granos por Secado en Horno

El procedimiento consta de seis etapas que se muestran en la Fig. 1.

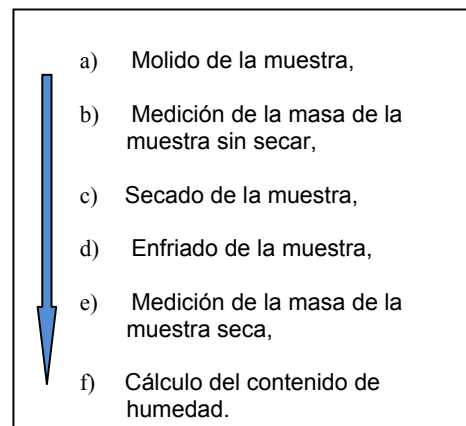


Fig.1. Etapas para determinar el contenido de humedad en granos. Las etapas se realizan en el sentido indicado por la flecha.

Las etapas y condiciones requeridas para medir el contenido de humedad en granos son descritas en las normas ISO 712 e ISO 6540 [2, 3].

El proceso de medición inicia con la medición de la masa de los recipientes portamuestras. La balanza usada para pesar la muestra y los recipientes es una balanza con resolución de 0,1 mg.

Posteriormente, las muestras se muelen en un molino manual, con el que se obtiene un tamaño de partícula menor a 2,4 mm para aproximadamente el 90 % de masa molida y un tamaño menor a 1 mm para el 50 %; el control del tamaño del grano se realiza de manera manual en el molino. Las mediciones del tamaño de grano se realizan con cribas de 2,38 mm y 1 mm, respectivamente.

A continuación se determina la masa de las muestras, las cuales se colocan en recipientes cilíndricos de aluminio (con tapa) de 7,1 cm de diámetro y 3,2 cm de altura.

La masa de las muestras fue de 5 g, con lo cual se obtiene una distribución de grano de 0,13 g/cm²; el criterio establecido en [2, 3], es menor que 0,30 g/cm².

Después las muestras se colocan en un horno de convección forzada para su secado, en este tiempo los recipientes se colocan sin tapa. La temperatura de secado para granos molidos es 130 °C ± 3 °C, de acuerdo a [2, 3]. El horno utilizado tiene una variabilidad menor que ±0,1 °C a una temperatura de 130 °C.

El tiempo de secado se selecciona según el tipo de grano. Para maíz el tiempo de secado de acuerdo a la ISO 6540 es de 4 h. Experimentalmente se encontró que con 5 h se obtienen resultados más reproducibles. Para granos de arroz y sorgo el tiempo de secado es de 2 h según la ISO 712.

Una vez concluido el secado, las muestras se retiran rápidamente del horno, se tapan los recipientes y se colocan en desecadores rellenos con desecante (drierita u otro). Las muestras se dejan enfriar hasta que alcanzan la temperatura ambiente, proceso que dura entre 30 min y 45 min.

Por último las muestras secas se pesan.

Es conveniente realizar la molienda y el pesado de las muestras tan rápido como sea posible para evitar que la muestra gane o pierda humedad del ambiente. El tiempo entre la molienda y el pesado para una muestra fue menor a 2 min, en este tiempo el cambio de la masa en la muestra seca es menor a 2,8 mg/min, cuando el laboratorio tiene una humedad relativa de 50 %HR ± 5%HR. En este trabajo no se consideró el efecto de las condiciones ambientales en la determinación de la incertidumbre del contenido de humedad.

2.2. Cálculo del Contenido de Humedad (H)

El contenido de humedad (H) de granos se expresa como una fracción porcentual de la masa original de la muestra [1], es decir:

$$\%H = \frac{m_h - m_s}{m_h} \cdot 100, \quad (1)$$

donde m_h es la masa de la muestra sin secar, m_s es la masa de la muestra seca. También H se le conoce como contenido de humedad en base húmeda.

Existe una definición alternativa que se usa en el campo de la humedad en sólidos, la cual se conoce como contenido de humedad en base seca. La ecuación para calcular el contenido de humedad en base seca, difiere de la Ec. (1) en el denominador, el cual reemplaza m_h por m_s [4].

Para este trabajo se usó la definición de H en base húmeda, ya que la mayoría de los higrómetros expresan sus resultados con esta definición [1-4].

3. EVALUACIÓN DE ALGUNOS FACTORES QUE AFECTAN EL RESULTADO DE LA MEDICIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD

Se evaluó el efecto que tiene la temperatura, el tiempo de secado y el tamaño de la muestra sobre el valor del contenido de humedad en granos de maíz blanco, arroz y sorgo.

3.1. Temperatura de Secado

La temperatura de secado depende del grano (especie o variedad) y si el grano está entero o molido. En la Tabla 1 se indica la temperatura de secado propuesta por dos normas ISO para algunos granos molidos.

Tabla 1. Temperatura de secado en muestras maíz, arroz y sorgo.

Grano	$t/^\circ\text{C}$	Referencia
Maíz molido	130 ± 3	ISO 6540 [3]
Arroz molido	130 ± 3	ISO 712 [2]
Sorgo molido	130 ± 3	ISO 712 [2]

La evaluación de este efecto se realizó con granos del mismo lote. Se tomó una porción y se dividió en dos partes, de la primera parte se tomaron cinco muestras y se secó a un valor de temperatura; la parte restante se secó a otro valor de temperatura.

De acuerdo con la Tabla 1, la temperatura de secado puede variar desde 127 °C hasta 133 °C, por esta razón, para evaluar su efecto en la incertidumbre, se realizaron mediciones a dos valores de temperatura comprendidos en el alcance mencionado.

Para granos de arroz (tamaño mediano), se realizaron mediciones a 127 °C y a 133 °C, para maíz blanco a 130 °C y 133 °C y para sorgo a 130 °C y a 133 °C. Los resultados de las mediciones se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Efecto de la temperatura de secado en la medición de H.

Tipo de grano	H / %		ΔH / %	ΔH / Δt, %/°C
	t ₁ /°C	t ₂ /°C		
Arroz	11,51	11,68	0,17	0,03
Maíz	12,64	12,93	0,29	0,10
Sorgo	11,57	11,65	0,08	0,03

De los resultados obtenidos para los tres tipos de granos se observa un incremento en el contenido de humedad cuando la temperatura de secado es mayor. Esto se debe a que el aumento temperatura de secado provoca mayor evaporación del agua o de material volátil. Esto incrementa la diferencia m_h-m_s y como consecuencia el valor de H aumenta, Ec. (1). En la Tabla 2 se muestran los coeficientes de sensibilidad por este efecto para cada grano medido

3.2. Tiempo de Secado

El efecto del tiempo de secado se evaluó en muestras de grano molido. La medición de contenido de humedad se realizó para dos tiempos. Para arroz y sorgo las mediciones se realizaron a 110 min y 130 min, para maíz las mediciones se realizaron a 300 min y a 330 min.

En la Tabla 3 se muestran los resultados obtenidos para la medición de H en dos condiciones de tiempo de secado para los granos probados.

Tabla 3. Resultados de la medición del contenido de humedad en dos condiciones de tiempo. ΔH=H(tiempo2)-H(tiempo1).

Tipo de grano	H / %		ΔH / %	ΔH / ΔTiempo, %/h
	Tiempo 1	Tiempo 2		
Arroz	11,50	11,58	0,08	0,24
Maíz	11,24	11,44	0,20	0,40
Sorgo	11,47	11,57	0,10	0,30

3.3. Masa de la Muestra

La evaluación del efecto de la masa en la medición de H se realizó con muestras de dos valores de masa (5 g y 8 g). Se calculó la diferencia de ambas determinaciones, en la Tabla 4 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 4. Efecto de la masa en la medición de H.

Tipo de grano	H / %H		ΔH / %	ΔH / Δm, %/g
	m=5g	m=8 g		
Arroz	11,67	11,56	0,11	0,04
Maíz	11,60	11,24	0,36	0,12
Sorgo	11,41	11,32	0,09	0,03

Se observó que cuando la masa de la muestra aumenta el contenido de humedad disminuye, esto se debe a que, a mayor masa, menor es la circulación de aire en las capas inferiores de grano, lo cual disminuye la eficiencia de secado. Además la humedad se transfiere de una a otra capa de granos y no logra evaporarse completamente.

4. ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

La estimación de la incertidumbre en la medición de H en granos incluye, entre otras, las siguientes fuentes de incertidumbre: el modelo de H, la temperatura de secado, el tiempo de secado, la masa de la muestra.

4.1. Incertidumbre del Modelo

La incertidumbre del modelo se estima en base a la Guía para la expresión de la incertidumbre [5]. La incertidumbre de H se calcula como:

$$u_{\text{modelo}}(\%H) = \sqrt{\left(\frac{\partial H}{\partial m_h}\right)^2 u^2 m_h + \left(\frac{\partial H}{\partial m_s}\right)^2 u^2 m_s + 2 \cdot \left(\frac{\partial H}{\partial m_s}\right) \left(\frac{\partial H}{\partial m_h}\right) u(m_h) u(m_s) \cdot r(m_h, m_s)}$$

donde ∂H/∂m_h es el coeficiente de sensibilidad de H respecto a m_h, ∂H/∂m_s es el coeficiente de sensibilidad de H respecto a m_s, u(m_h) es la incertidumbre de la masa húmeda, u(m_s) es la masa de la muestra seca y r(m_h, m_s) es el coeficiente de correlación entre m_h y m_s.

Al desarrollar la Ec. (2) se obtiene:

$$u_{modelo}(\%H) = 100 \cdot \sqrt{\left(\frac{m_s}{m_h}\right)^2 u^2 m_h + \left(-\frac{1}{m_h}\right)^2 u^2 m_s + 2 \cdot \left(\frac{m_s}{m_h}\right) \left(-\frac{1}{m_h}\right) u(m_h) u(m_s) r(m_h, m_s)} \quad (3)$$

$u(m_h)$ es la incertidumbre en la determinación de la masa húmeda y $u(m_s)$ es la incertidumbre de la masa seca.

Los valores de m_h y m_s están correlacionados porque ambos valores dependen del valor de masa de la muestra. Para los casos evaluados en este trabajo, el factor de correlación (r) fue de aproximadamente 1.

4.2. Incertidumbre de Otros Factores de Influencia

En la Tabla 5 se muestran los valores de la fuentes de incertidumbre debidas a: la temperatura de secado (u_{temp_secado}), el tiempo de secado (u_{tiempo_secado}) y la masa de la muestra (u_{masa}). Para estos casos, el valor de incertidumbre se calculó asumiendo una distribución rectangular.

El contenido de humedad de los granos probados fue de 10,8 % a 11,7 % para arroz, de 11% a 13% para maíz blanco y de 9,8 % a 11,7 % para sorgo.

Tabla 5. Incertidumbre de factores de influencia en %H.

Fuente de incertidumbre	Arroz	Maíz	Sorgo
	H(%)		
U_{modelo}	0,01	0,01	0,01
u_{temp_secado}	0,06	0,11	0,04
u_{tiempo_secado}	0,02	0,06	0,03
u_{masa}	0,03	0,10	0,03

La incertidumbre del modelo se obtuvo al evaluar la Ec. (3).

4.3. Incertidumbre Combinada

La incertidumbre combinada para la medición del contenido de humedad se obtiene al evaluar la siguiente ecuación:

$$u(\%H) = \sqrt{u_{modelo}^2 + u_{temp_secado}^2 + u_{tiempo_secado}^2 + u_{masa}^2} \quad (4)$$

En la Tabla 6 se muestran los valores de incertidumbre combinada para arroz, maíz y sorgo.

Tabla 6. Incertidumbre combinada en la determinación de H.

Tipo de grano	H /%	$uH / \%$
Arroz	11,57	0,06
Maíz	12,64	0,16
Sorgo	11,38	0,06

5. DISCUSIÓN

La evaluación de la incertidumbre realizada en este trabajo se llevó a cabo para tres tipos de granos en un intervalo pequeño de H . Los valores de H corresponden a las condiciones en las que estos granos se comercializan, razón por la cual los valores de incertidumbre obtenidos pueden incrementarse cuando el contenido de humedad sea mayor o incluso menor.

Adicionalmente en la evaluación no se incluyeron algunos otros factores de influencia como son: el efecto de las condiciones ambientales, el efecto de la uniformidad en el tamaño de los granos molidos, la pérdida o ganancia de humedad por la interacción de las partes del molino con el grano, entre otros.

La evaluación de estos factores de influencia forma parte del trabajo a desarrollar en el futuro inmediato en el laboratorio de humedad del CENAM.

6. CONCLUSIONES

Se presentó la evaluación de la incertidumbre de algunos factores de influencia en la medición del contenido de humedad en granos de arroz, maíz y sorgo. Los factores evaluados fueron: la temperatura de secado, el tiempo de secado y la masa de la muestra.

Para la evaluación de los factores, cada muestra se midió en dos condiciones diferentes para cada muestra, posteriormente se calculó la incertidumbre.

La evaluación de los factores influencia no considerados en este trabajo como son el efecto de las condiciones ambientales, el tamaño de grano molido, la interacción molino-grano, entre otros, forma parte de las tareas futuras que se realizarán en el laboratorio de humedad del CENAM.

REFERENCIAS

[1] OIML R 59, *Moisture Meters for Cereal Grain and Oilseeds*, (1984).

- [2] ISO 712, *Cereals and Cereal Products-Determination of Moisture Content-Routine Reference Method*, (1998).
- [3] ISO 6540, *Maize-Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains)*, (1980).
- [4] Brooker D. B., Bakker-Arkema F. W., Hall C. W., *Drying and Storage of Grains and Cereals*, Nostrand Reinhold, (1992).
- [5] ISO GUM, *Guide to expression of the uncertainty in Measurement*, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, IUPAC, OIML, (1996).