



Implementación de servicios de calibración de medidores de humedad en granos en CENAM

Enrique Martines López

Contenido

- Introducción
- Instalaciones para medición contenido de humedad en sólidos
- Patrón Nacional de Contenido de Humedad en Sólidos
- Métodos de calibración
- Procedimiento de calibración
- Comentarios finales

Introducción

Introducción

En el año 2012 el CENAM organizó un foro en el que se invitó a distintos sectores involucrados en el comercio de granos para discutir la problemática relacionada con la medición de contenido de humedad en granos.

Hallazgos

- Granos comercializados en México: maíz, frijol, trigo, arroz, sorgo, avena, y cebada.
- Estados con mayor intercambio de granos: Sinaloa, Sonora, Baja California y Jalisco.
- Existen 1838 instalación activas involucradas en el comercio de granos, las cuales cuentan con 1483 medidores de contenido de humedad.
- Existe la necesidad de medir de manera confiable el contenido de humedad en las diferentes etapas del manejo de granos.
- Falta de capacitación

- Hay desconocimiento de los requerimientos metrológicos para realizar mediciones de manera confiable.
- Existe inequidad en la comercialización de granos.
- Falta de una norma oficial mexicana para medidores de contenido de humedad en granos.
- Equipos no calibrados.

Entre los tipos medidores existentes se encuentran:

- Analógicos
- Digitales
- Automáticos
- Semiautomáticos



- Tecnologías obsoletas
- Con pocas medidas de seguridad
- Manipulables a discreción
- Con cartas de calibración diferentes al grano que se desea medir
- Falta de uniformidad en las mediciones

Como resultado de los hallazgos

- El CENAM incrementó su participación en los comités técnicos de normalización relacionados con granos (maíz, frijol, café verde, etc.).
- Se agilizó el establecimiento y declaración del patrón de contenido de humedad en granos
- Se participó en la elaboración de una norma para medición de contenido de humedad en maíz (tipo NMX).

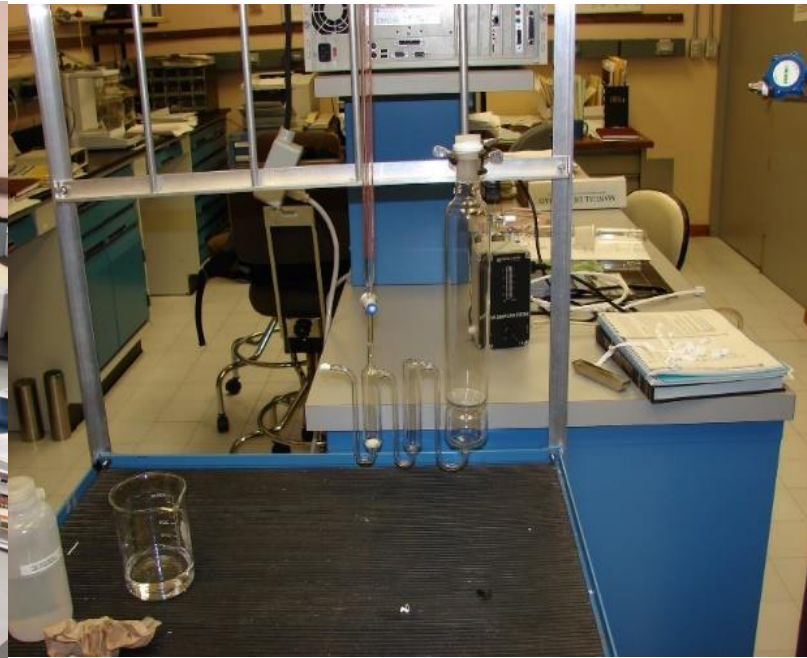
- Los medidores de contenido de humedad en granos se incluyeron en la lista de instrumentos.
- Se inició la norma tipo NOM para medidores de contenido de humedad en granos
- **Se iniciaron los servicios de calibración de medidores de contenido de humedad en granos...**

Instalaciones para medición contenido de humedad en sólidos

Laboratorio de humedad en sólidos del CENAM



Sistemas de acondicionamiento de muestras



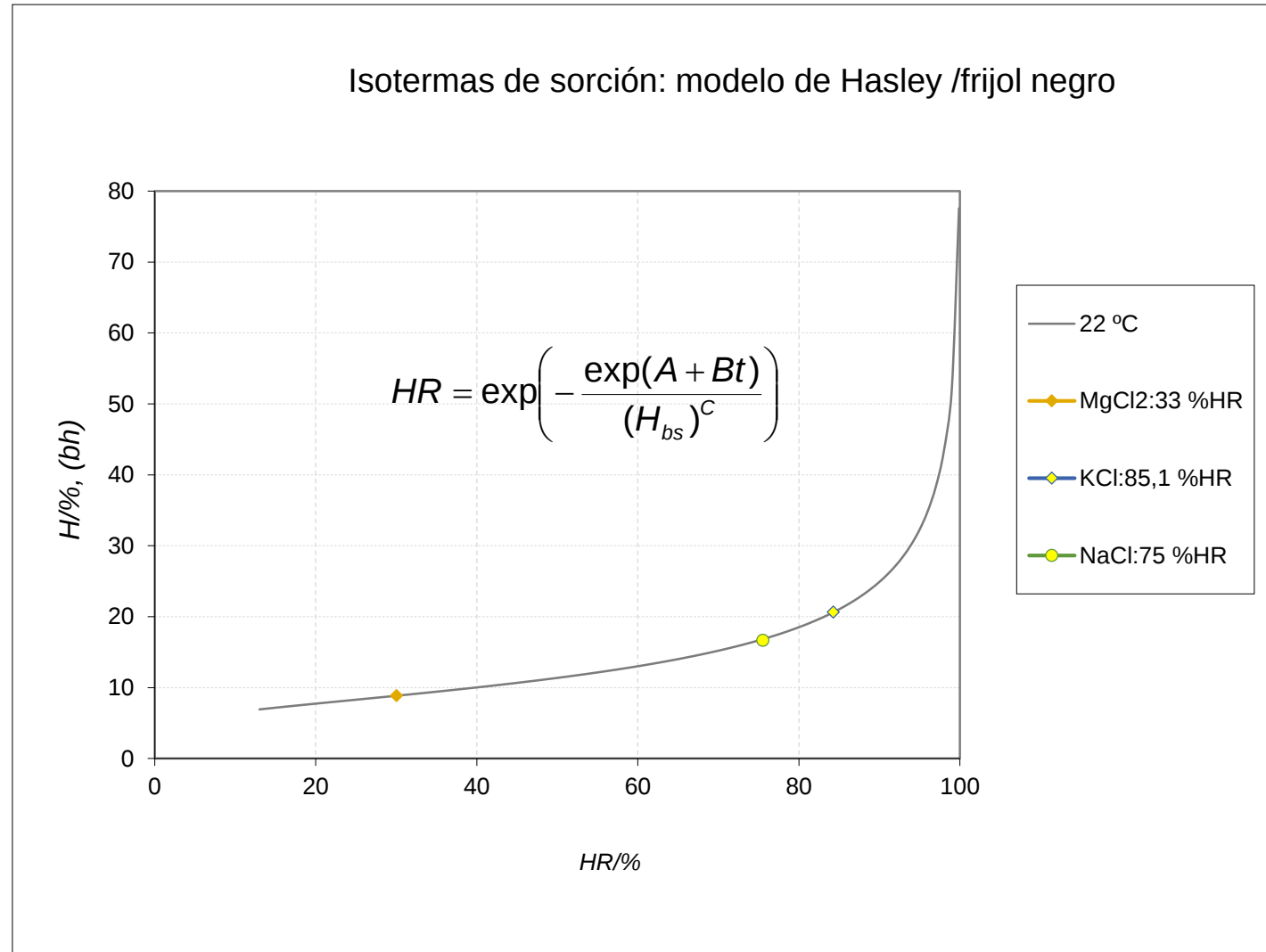
$$m_{H_2O} = m_h \cdot \left[\frac{H_2 - H_1}{100 - H_2} \right] \cdot 100$$

Acondicionamiento de muestra de maíz

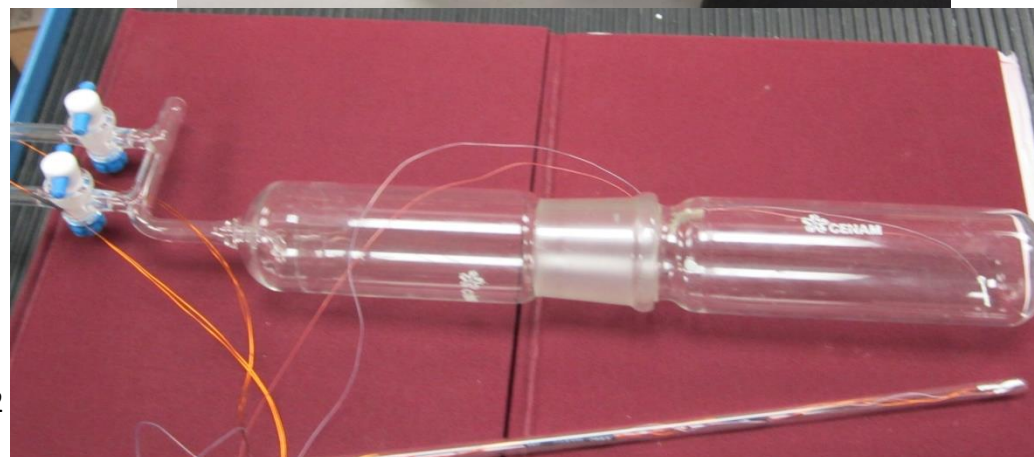
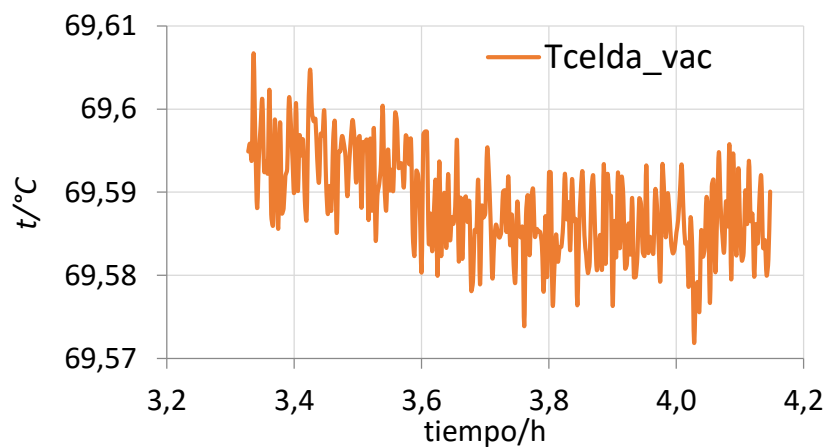
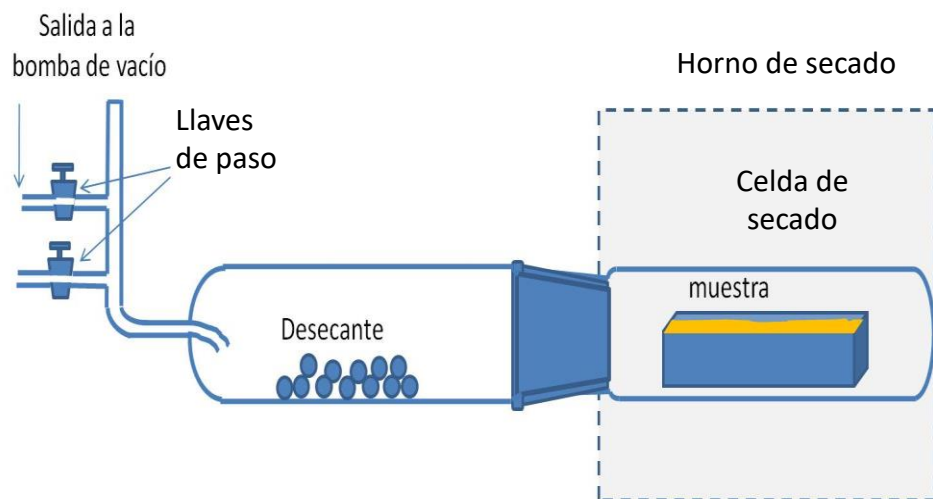


	Maíz
$mh(\text{antes})$	300.2 g
$H_1/\%$	12.2 %
m_{H_2O}	10 g
$mh(\text{después})$	309.8 g
$H_2/\%$ esperado	15.46 %
$H_2/\%$ medido	15.7 %
Diferencia/ m_{H_2O}	0.4 g
Diferencia en $H/\%$	0.34 %
$u/\%$	0.16 %

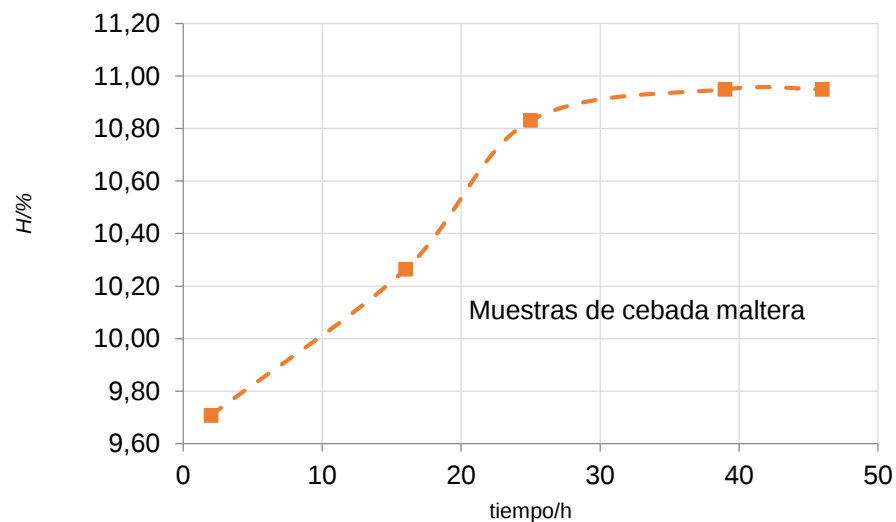
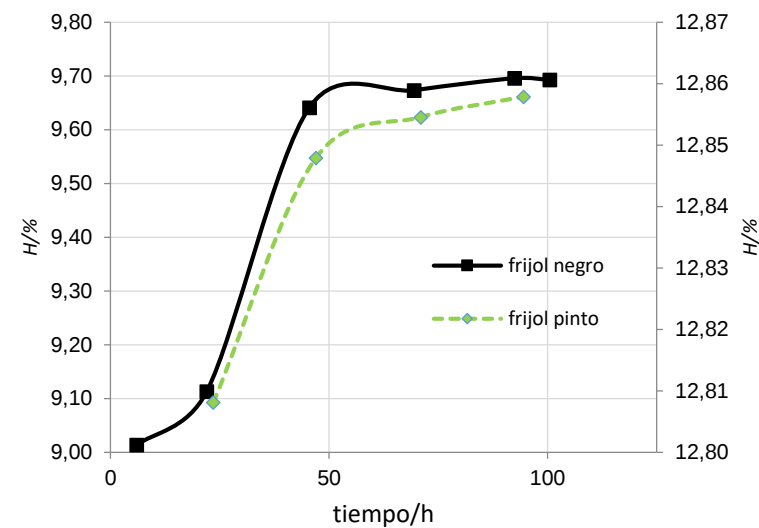
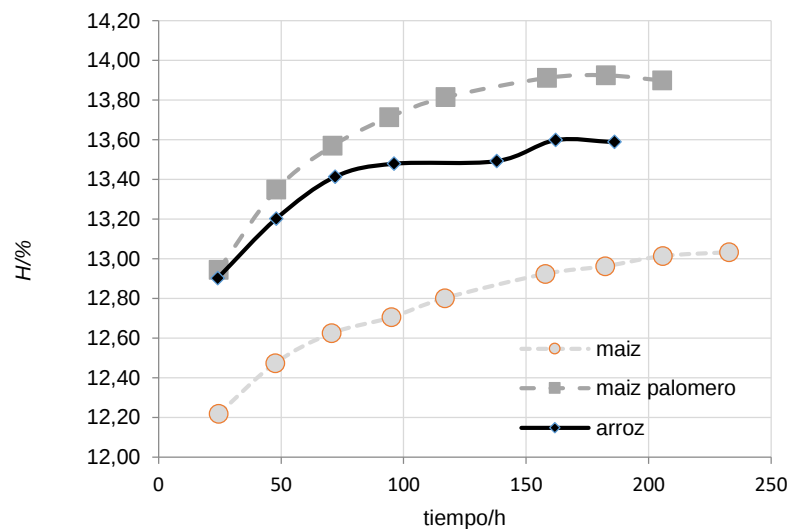
Algunos resultados



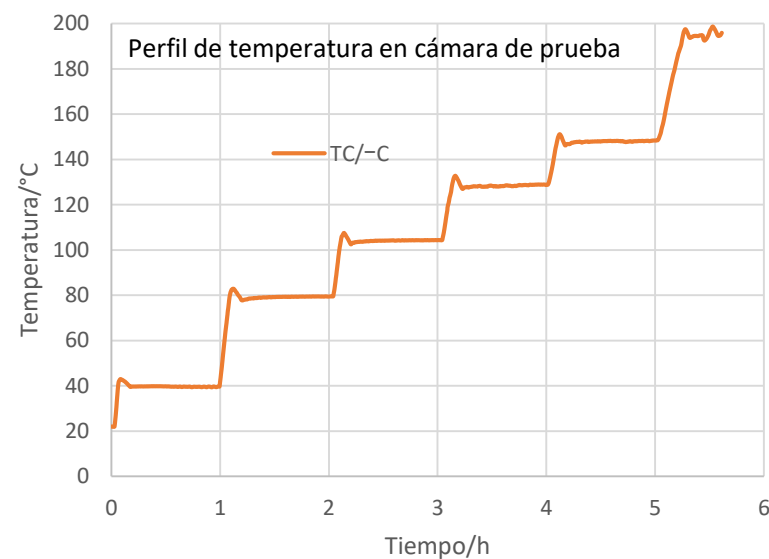
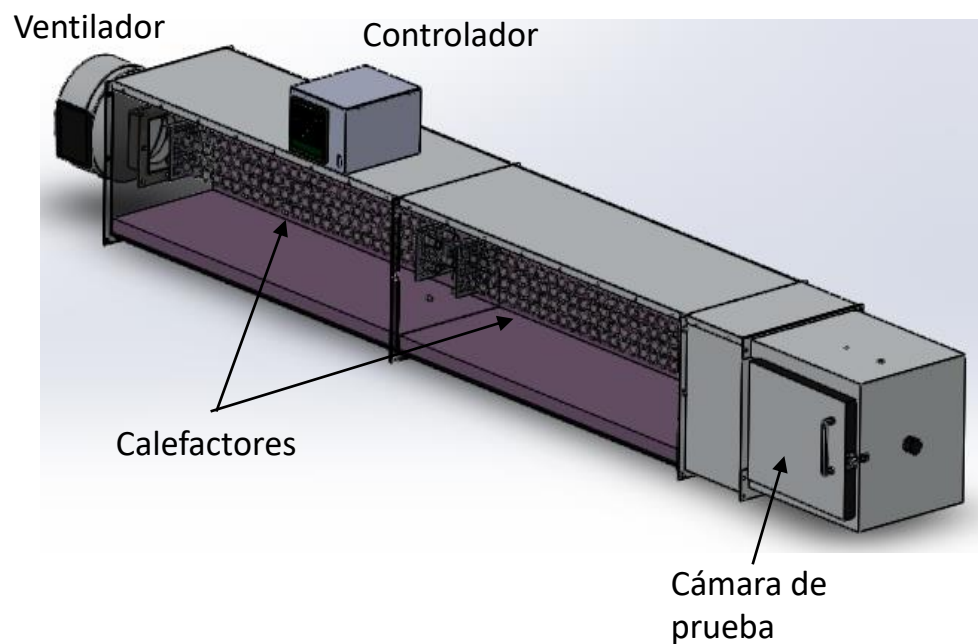
Sistema de secado al vacío



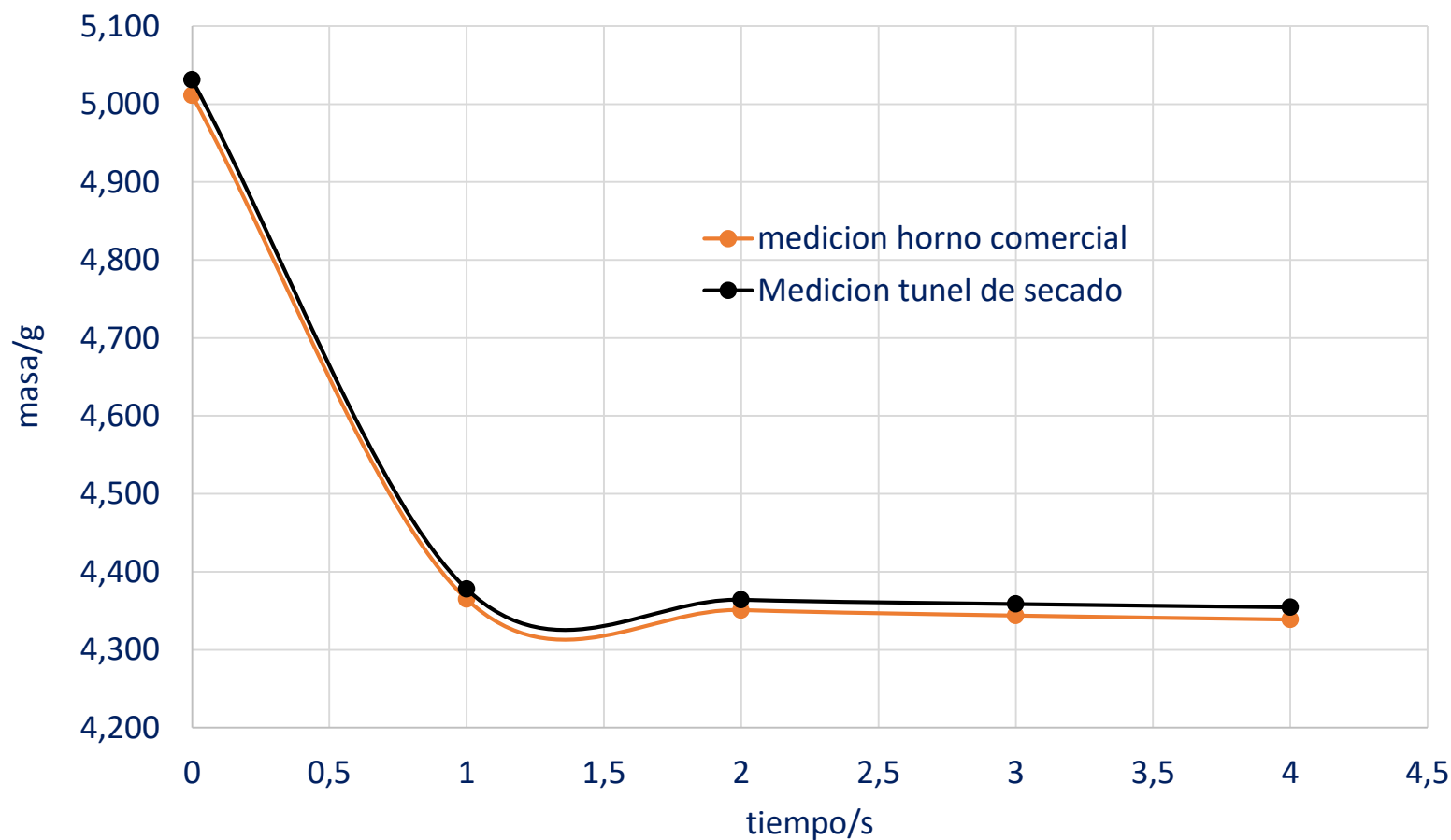
Curvas de secado al vacío



Túnel de secado



Comparación de curvas de secado en muestras de arroz



Servicios que ofrece el laboratorio

- Calibración de medidores de contenido de humedad en granos.
- Calibración de medidores de humedad en madera y papel.
- Servicios de medición de contenido de humedad en diversos materiales sólidos.
- Cursos.
- Asesorías, entre otras.

Patrón nacional de contenido de humedad en sólidos

39&fecha=06/07/2016

Patrón Nacional de Contenido Humedad en el CENAM

Declaración oficial



Que en virtud de lo anterior, he tenido a bien expedir el siguiente:

AVISO MEDIANTE EL CUAL SE DA A CONOCER AL PÚBLICO EN GENERAL LA AUTORIZACIÓN DEL PATRÓN NACIONAL DE CONTENIDO DE HUMEDAD EN SÓLIDOS, ASÍ COMO LA CÉDULA CON LA DESCRIPCIÓN, MAGNITUD, DEFINICIÓN, UNIDAD, ALCANCE, INCERTIDUMBRE, UBICACIÓN Y MEDIDAS A LAS QUE PROVEE TRAZABILIDAD

Artículo 1.- Se autoriza el Patrón Nacional de Contenido de Humedad en Sólidos, desarrollado por el Centro Nacional de Metrología, como Patrón Nacional que registrá en los Estados Unidos Mexicanos.

Artículo 2.- La cédula con la descripción, magnitud, definición, unidad, alcance, incertidumbre, ubicación y medidas a las que provee trazabilidad, del Patrón Nacional de Contenido de Humedad en Sólidos autorizado en el artículo anterior, es la siguiente:

Patrón Nacional de Contenido de Humedad en Sólidos

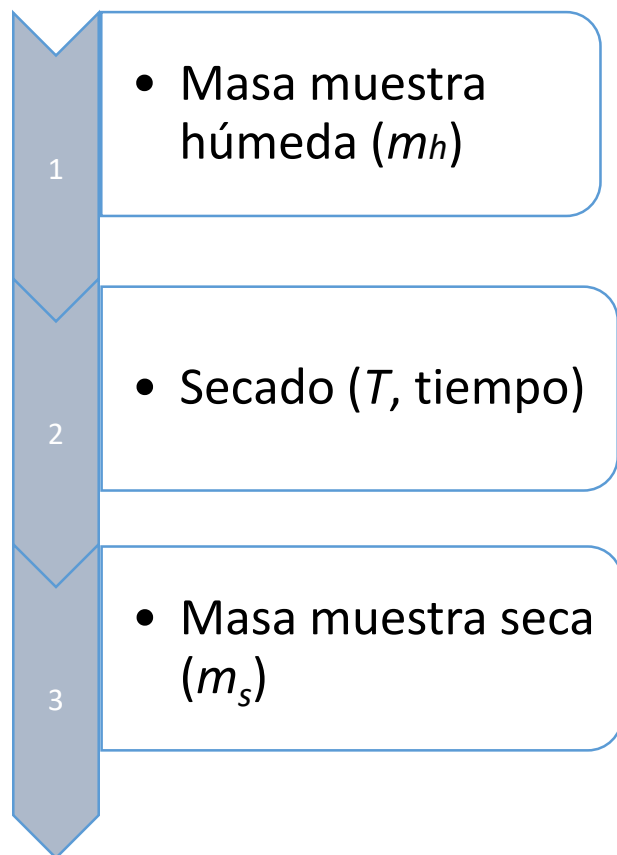
Descripción:	El patrón combina el método primario de gravimetría y métodos validados de secado. En la práctica se emplea una balanza, un horno y un protocolo de medición. El protocolo de medición se basa sobre el método gravimétrico y en procedimientos específicos de secado de materiales.
Magnitud:	Contenido de humedad, base húmeda.
Definición	El contenido porcentual de humedad de una muestra de sólido se determina vía la medida de su masa antes y después de un proceso de secado: $H_{bh} = \frac{m_h - m_s}{m_h} \times 100$ donde H_{bh}, es el contenido de humedad en base húmeda, m_h, es el valor de la masa de la muestra antes de secar y m_s, es el valor de la masa después de secar la muestra.
Unidad:	kg / kg
Intervalo:	7 % a 20 % en contenido de humedad, base húmeda.
Incertidumbre expandida:	Menor a 0.38 % del contenido de humedad en base húmeda, con un factor de cobertura $k=2$ y un nivel de confianza del 95%.
Ubicación:	El Patrón Nacional de Contenido de Humedad en Sólidos se conserva en la Dirección de Termometría del Centro Nacional de Metrología.
Medidas a las que provee trazabilidad:	Medidores de humedad en productos agrícolas (granos); de la industria alimenticia (harinas, leches, azúcar, etcétera.); de la industria farmacéutica (polvos); de la industria de la construcción (cemento, cal, etcétera); de la industria de plásticos (pelets), entre otros.

TRANSITORIO

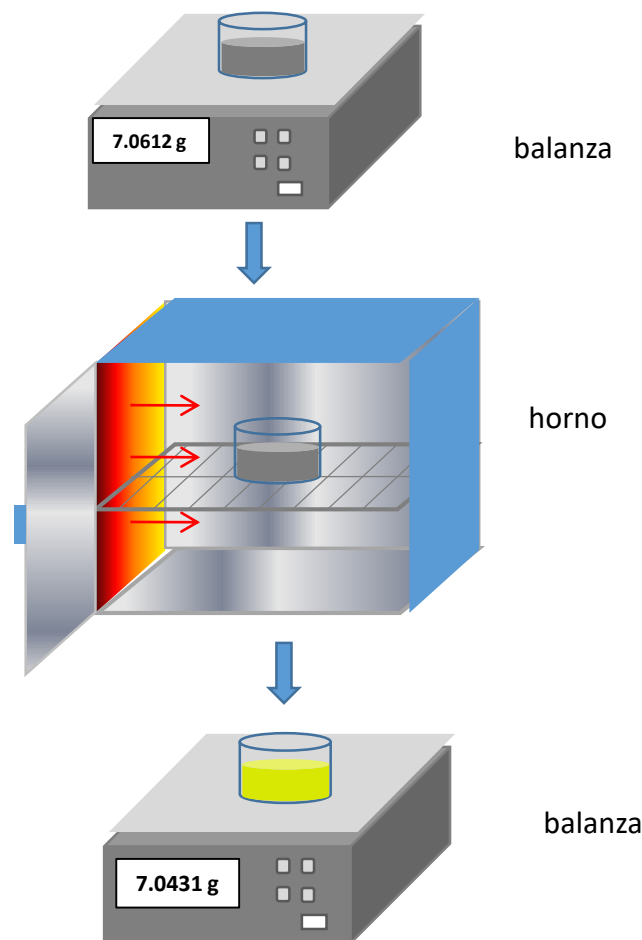
ÚNICO. El presente Aviso entrará en vigor al día siguiente al de su publicación en el Diario Oficial de la Federación.

Ciudad de México, a 8 de junio de 2016.- El Director General de Normas, **Alberto Ulises Esteban Marina**.- Rúbrica.

Método gravimétrico por secado



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



Equipos, sistemas de medición y accesorios



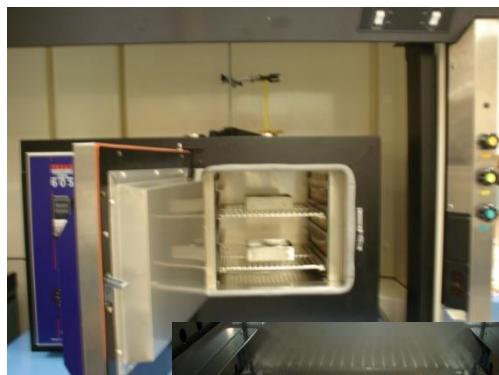
Balanza analítica

Alcance: 220 g

Resolución: 0.1 mg

Incertidumbre: ± 0.6 mg

Trazabilidad: Patrón Nacional de Masa (CENAM)



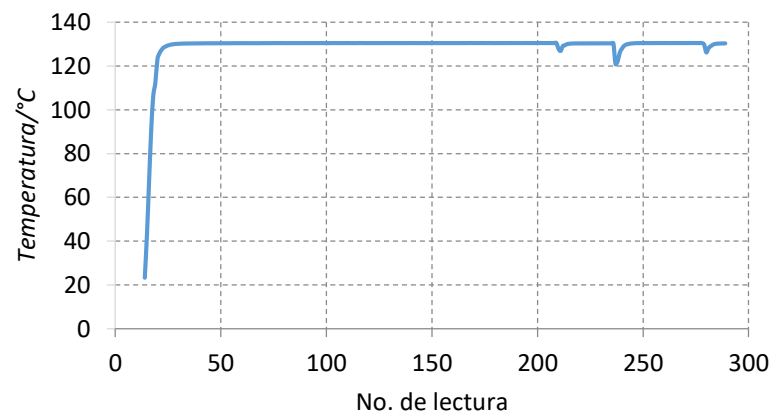
Horno de convección

Alcance: 40 °C a 315 °C

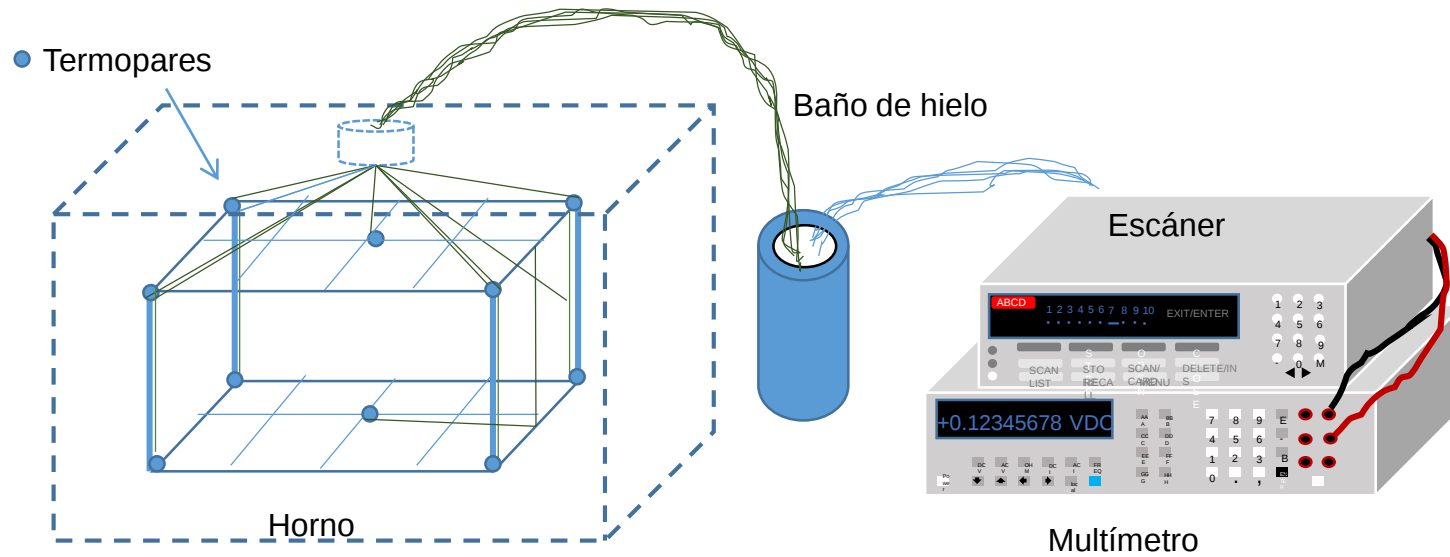
Estabilidad: 0.1 °C

Uniformidad: 0.5 °C (a 100 °C)

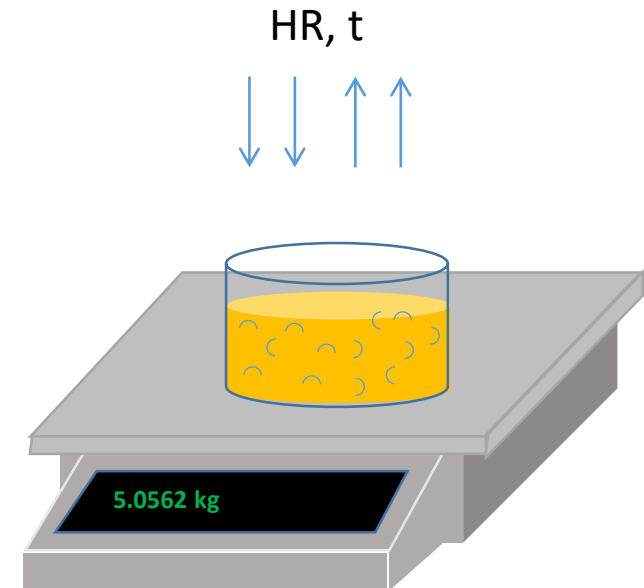
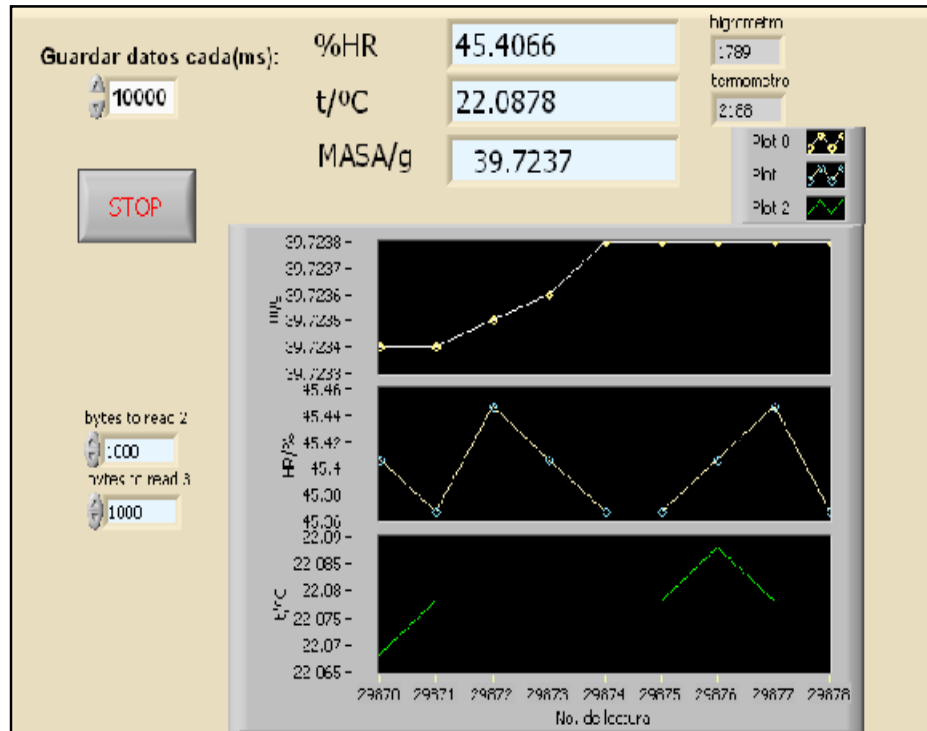
Tiempo de respuesta: 15 minutos



- Sistema de medición de temperatura



Sistema de medición de condiciones ambientales



Accesorios

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



Portamuestras



Desecador de muestras



Desecador de muestras

Principales factores de influencia

- Mediciones de masa
- Gradientes de temperatura durante el secado
- Tiempo de secado
- Tamaño de masa de las muestras
- Tamaño de partícula grano
- Condiciones ambientales

Modelo general de H_{bh} en el método de secado

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

Donde m_R es la masa del recipiente,
 m_h es la masa del material sin secar
 m_s es la masa seca del material

Propagación de incertidumbre del modelo

$$uH_{bh} = \sqrt{\left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_h}\right)^2 u^2 m_h + \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_R}\right)^2 u^2 m_R + \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_s}\right)^2 u^2 m_s + 2\left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_s}\right)\left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_R}\right) u m_s u m_R \bullet r(m_s, m_R)}$$

Donde: $\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_h} = \frac{(m_s - m_R)}{m_h^2} \bullet 100$

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

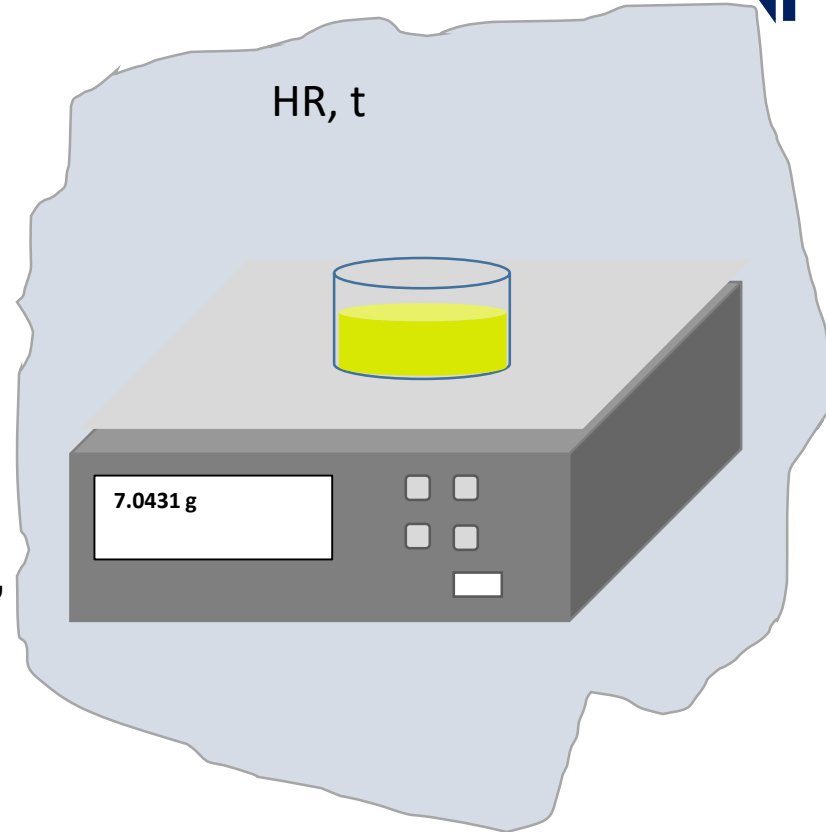
$$\frac{\partial H_{bh}}{\partial m_R} = \frac{100}{m_h}$$

$r(m_s, m_R)$ es el coeficiente de correlación entre m_s y m_R .

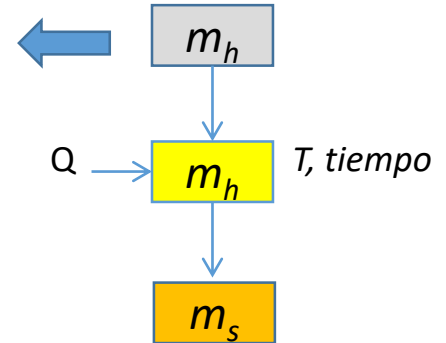
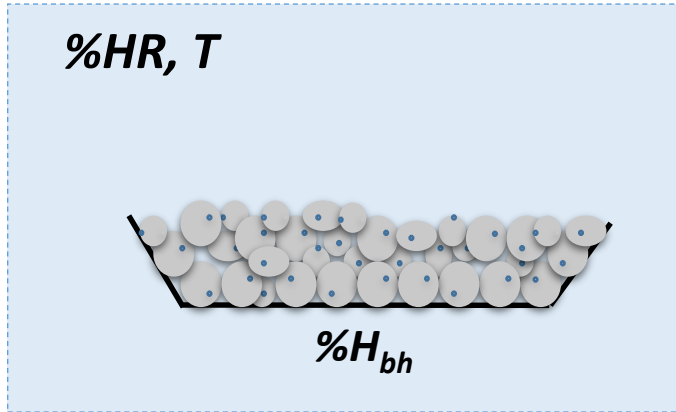
Factores de influencia

Factores de influencia en m_h

- La incertidumbre de calibración de la balanza (uf_1),
- La incertidumbre resolución de la balanza (uf_2),
- La incertidumbre por excentricidad (uf_3)
- La incertidumbre por interacción con el medio ambiente (uf_4).



f_4 , efecto de la humedad relativa en m_h



Isoterma de sorción

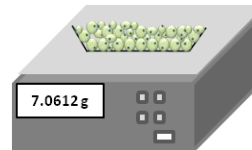
$$\text{Chung - Pfof equation}$$

$$H_{bs} = -\frac{1}{B} \ln \left[-\frac{(T+C)}{A} \ln(HR) \right]$$



Dirección del proceso de transferencia

Medición con muestra testigo



Cálculo de corrección

$$\%H_f = \frac{100 \cdot m_{H_2O} + \%H_i \cdot m_h}{m_h + m_{H_2O}}$$

f_4 en muestras de arroz sin secar

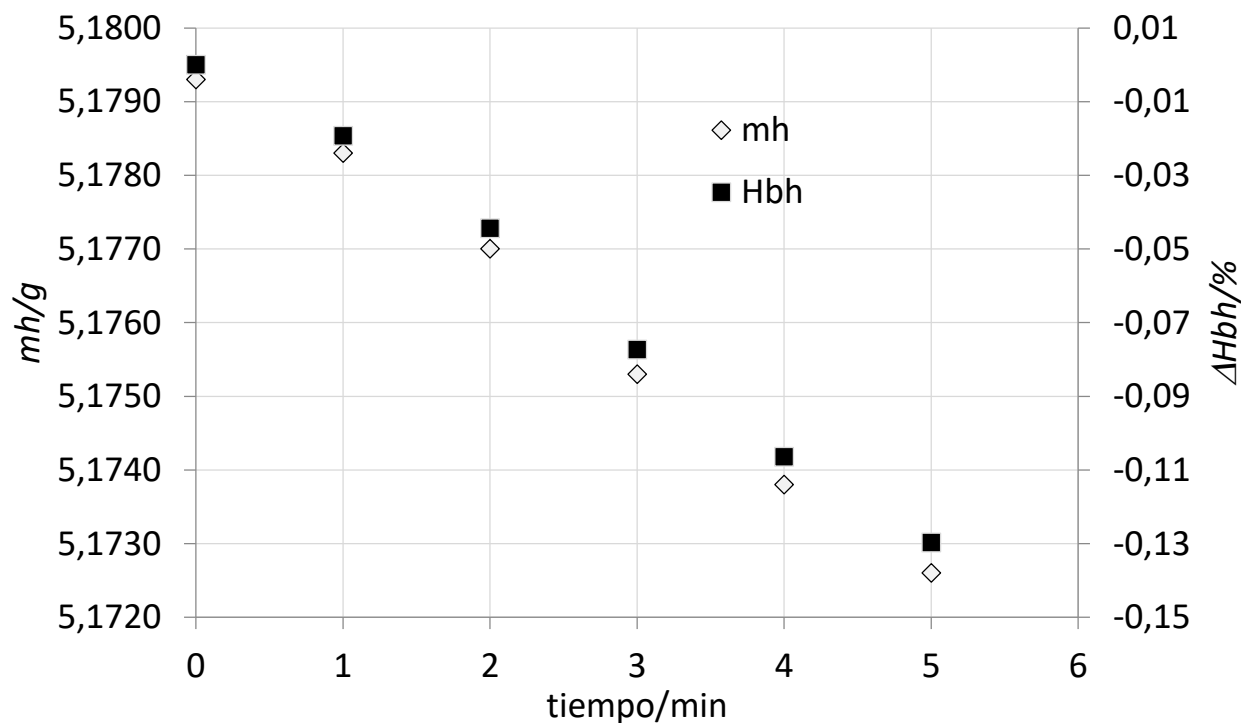
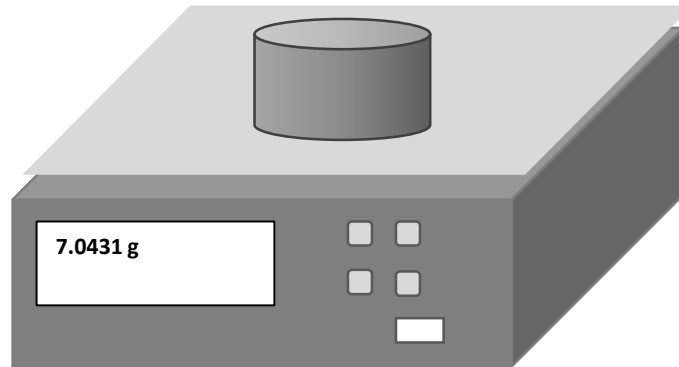


Fig. Comportamiento de una muestra de arroz sin secar, expuesta a las condiciones ambientales de laboratorio (22 %HR, 23 °C).

Factores de influencia en m_R

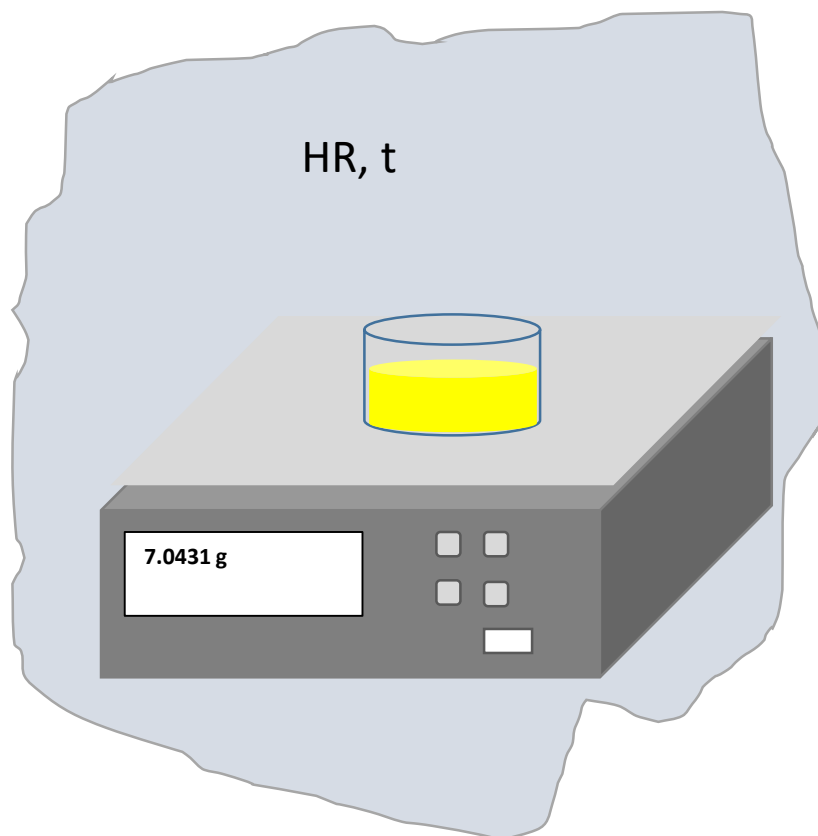
- La incertidumbre de la calibración (uf_1),
- La resolución (uf_2)
- La excentricidad (uf_3).



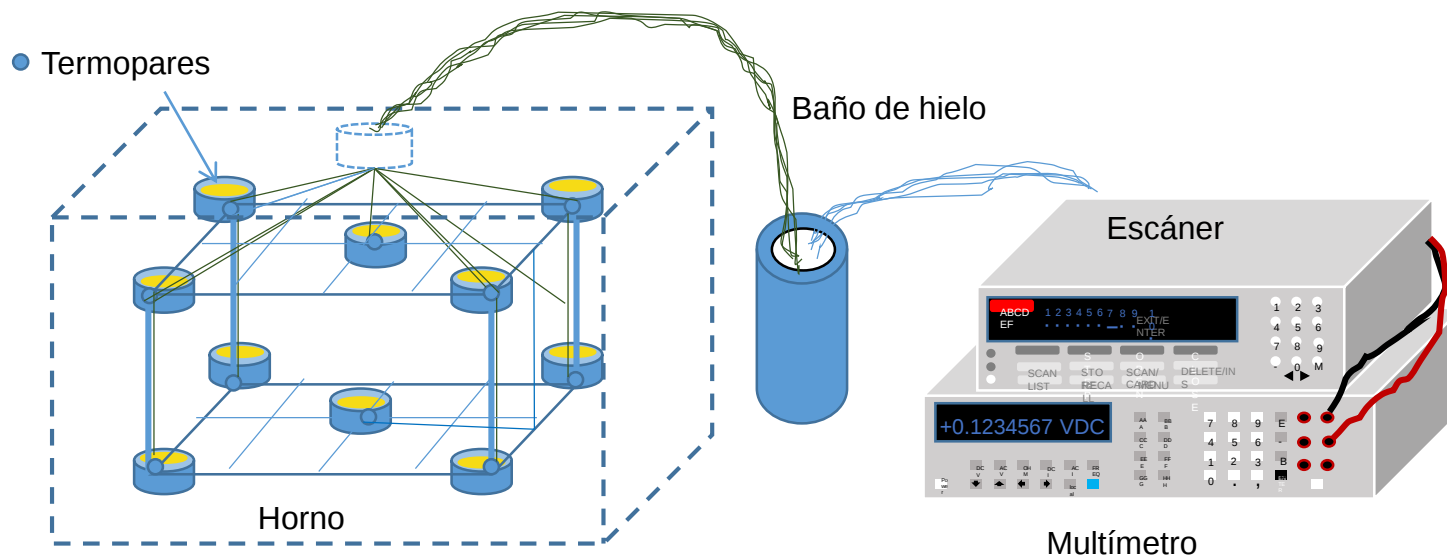
Los factores de influencia de esta medición se deben principalmente a la balanza analítica, sin embargo, con el propósito de eliminar la influencia de otros efectos, se realiza la limpieza de cada recipiente, se aplica el secado de los mismos para evitar cambios de masa durante el secado y se mantiene cerrada la ventana corta-aíres durante la medición.

Factores de influencia en m_s

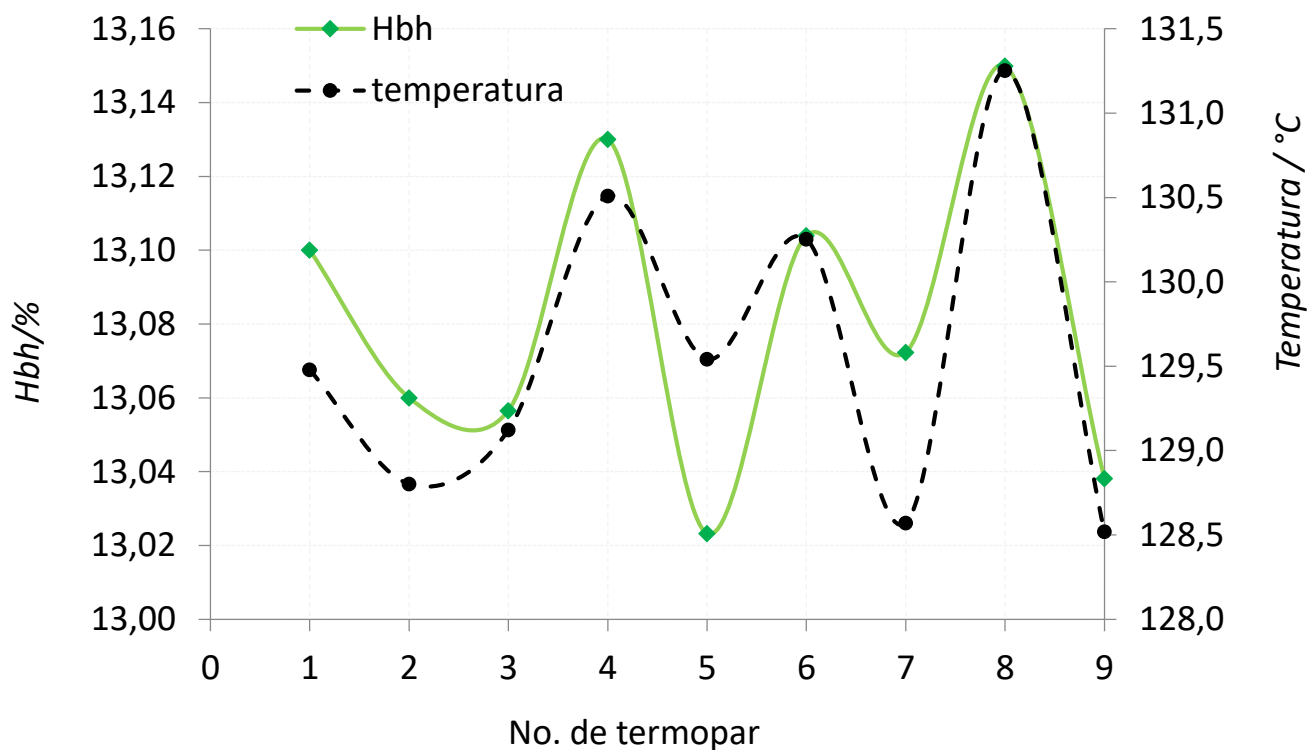
- Incertidumbre de la balanza utilizada (uf_1, uf_2, uf_3),
- Incertidumbre por gradientes de temperatura dentro de horno (uf_5),
- Incertidumbre por el tamaño de partícula de la muestra (uf_6),
- Incertidumbre por el tamaño de masa de la muestra (uf_7),
- Incertidumbre por el tiempo de secado (uf_8),
- Incertidumbre por la interacción de la muestra seca con el medio ambiente (uf_9).



f_5 , efecto de los gradientes de temperatura



Efecto de gradientes de temperatura en el secado de muestras de arroz



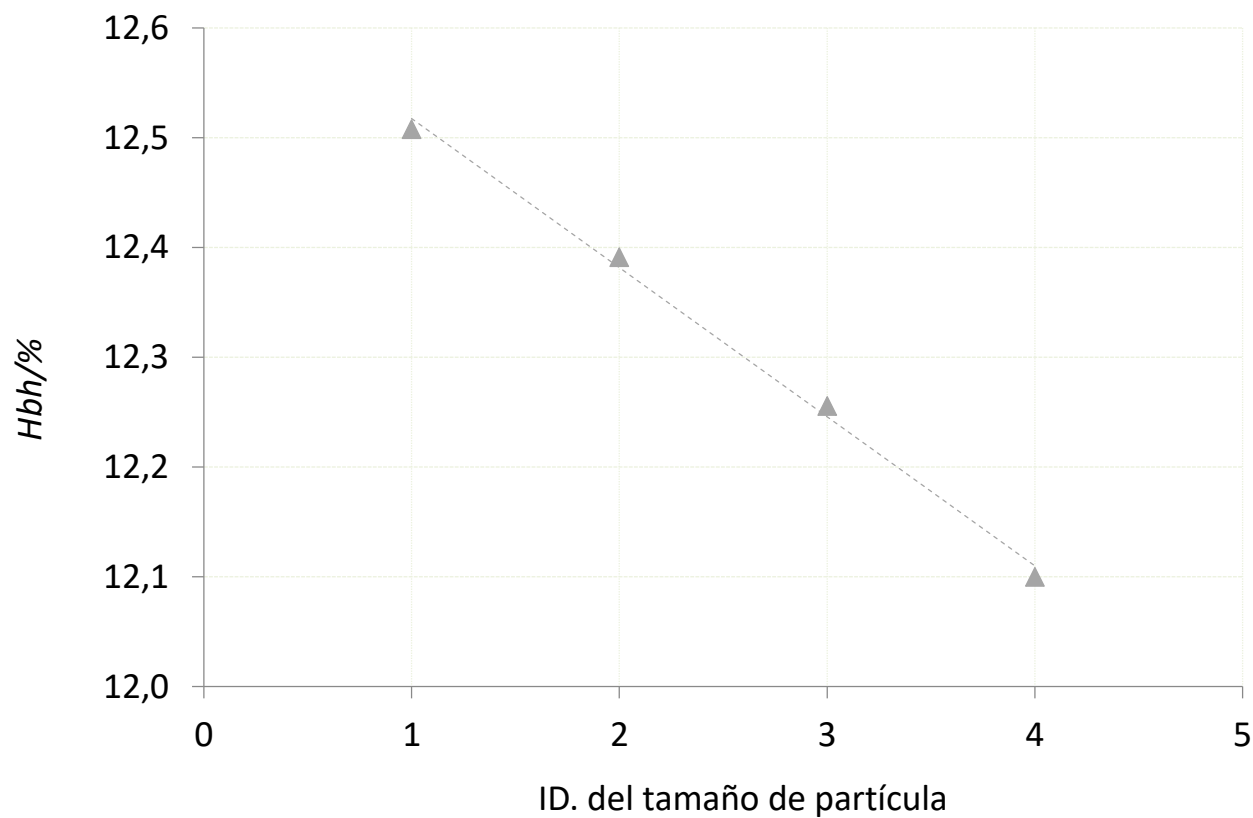
f_6 , efecto del tamaño de partícula

El tamaño de partícula tiene influencia en la determinación de contenido de humedad porque la distribución en el recipiente depende del tamaño de partícula, así como la superficie de grano expuesta al medio de secado.

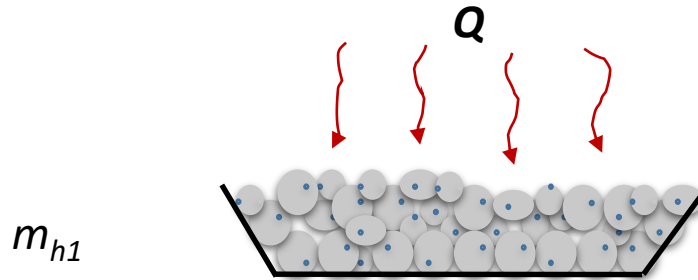


ID. Tamaño	Dimensión
1	Mayor a 1.68 mm
2	Entre 1 mm y 1.68 mm
3	Entre 0.5 mm y 1.0 mm
4	Menor a 0.5 mm

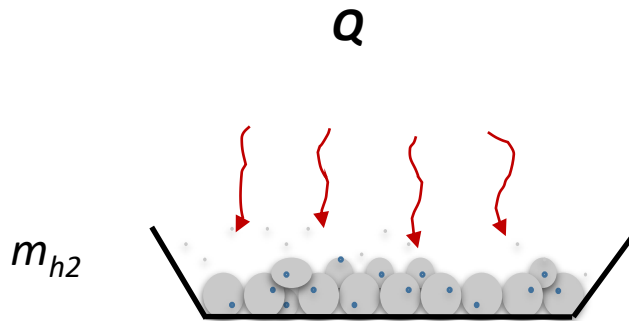
Efecto del tamaño de partícula en muestras de arroz



f_7 , efecto del tamaño de masa



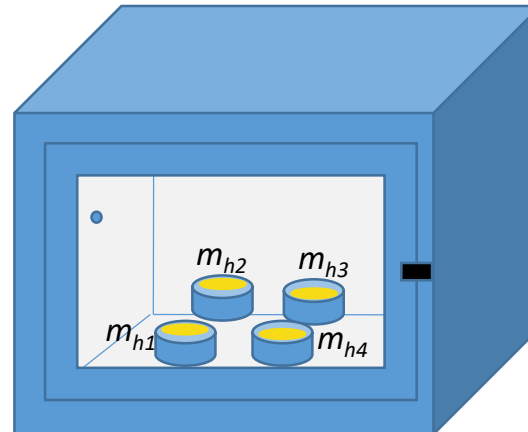
$$\Delta H = \left(\frac{ms_2}{mh_2} - \frac{ms_1}{mh_1} \right) \approx \left(\frac{ms_2 - ms_1}{mh_1} \right)$$



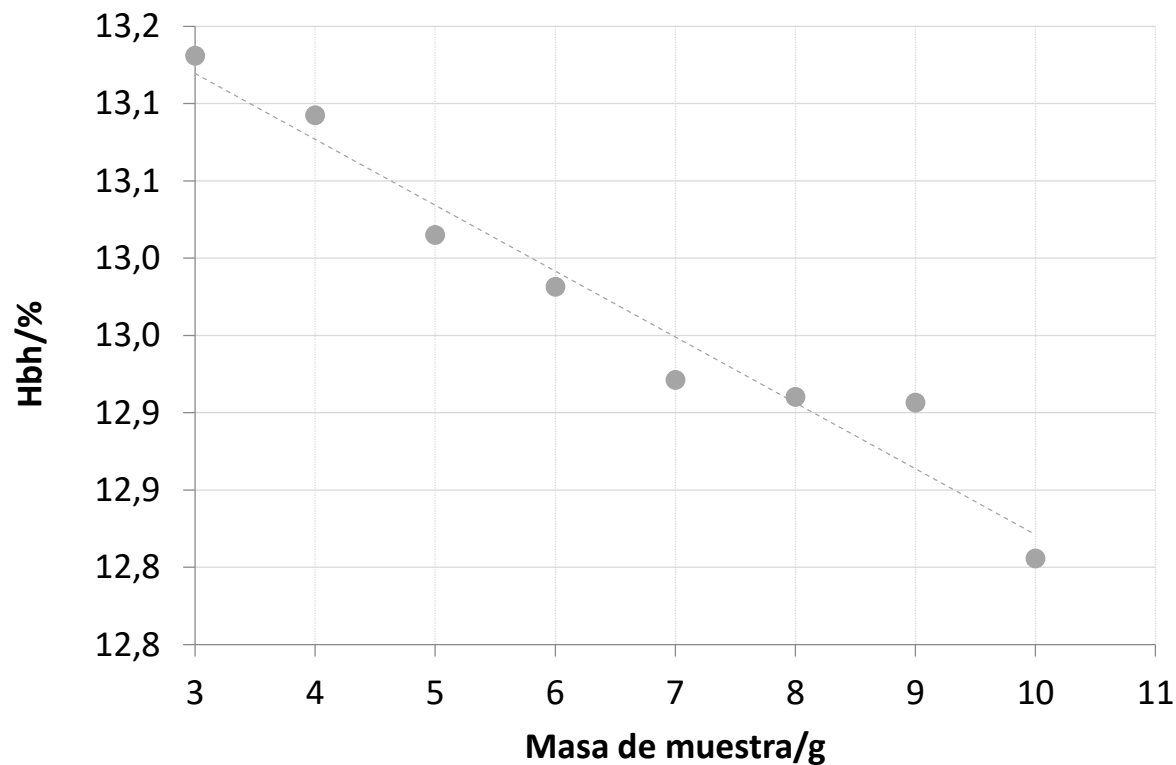
$$\Delta ms = \Delta H \bullet mh_1$$

Mejor transferencia de calor

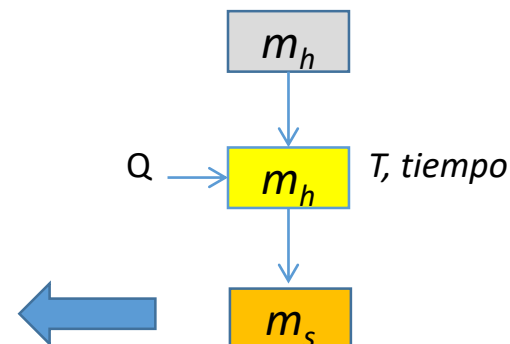
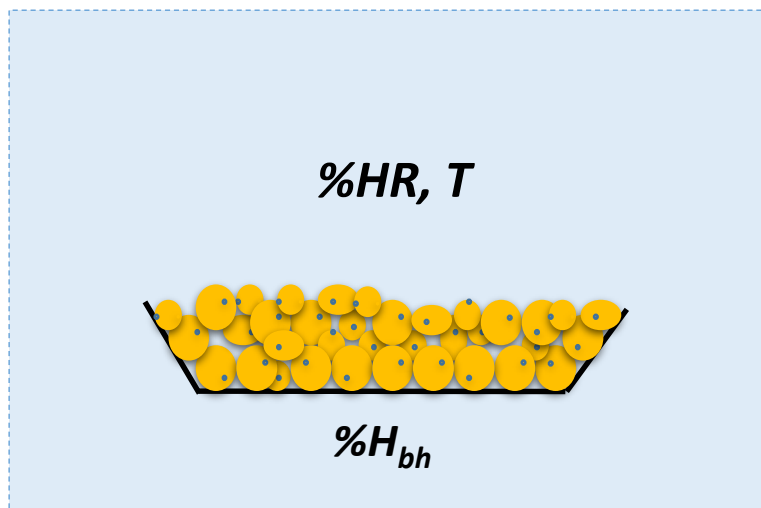
Medición →



Efecto del tamaño de masa en muestras de arroz



f_9 , efecto de la humedad relativa en m_s

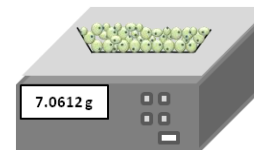


Muestra seca



La muestra absorbe agua

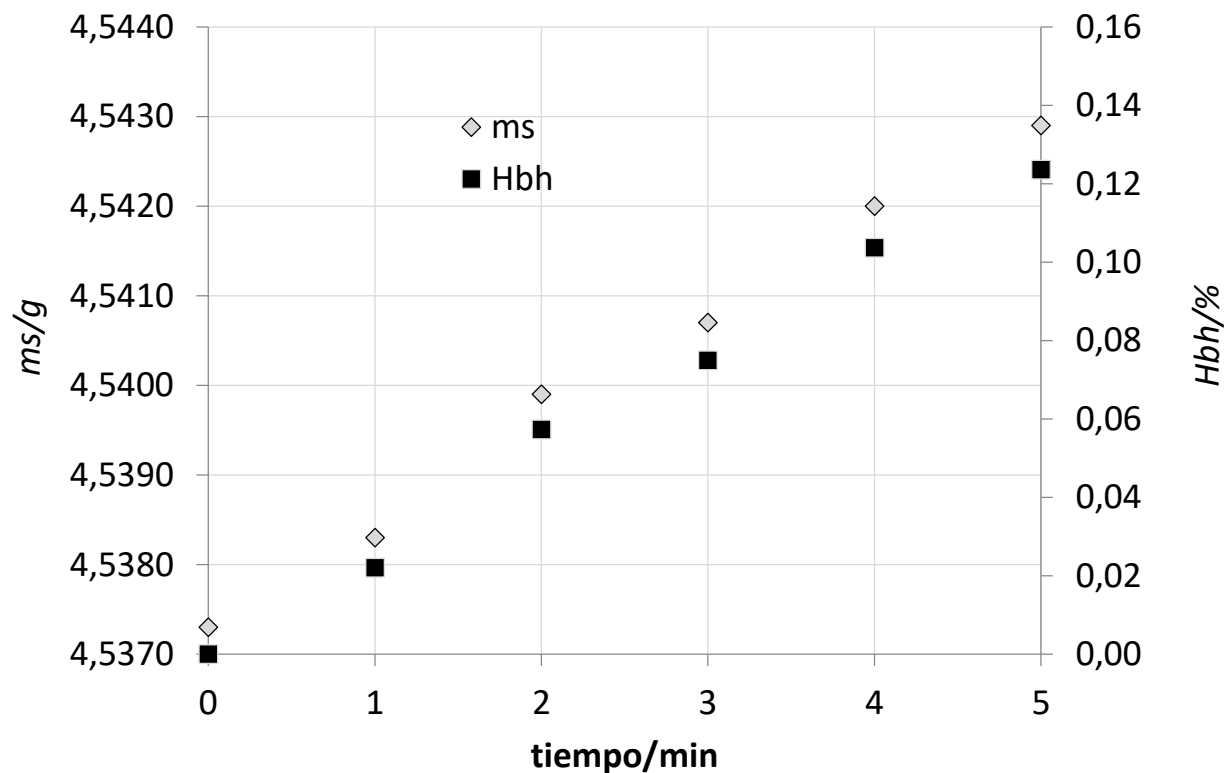
Medición con muestra testigo



Cálculo de corrección

$$\%H_f = \frac{100 \cdot m_{H_2O} + \%H_i \cdot m_h}{m_h + m_{H_2O}}$$

Efecto de HR ambiental para muestras secas de arroz



Comportamiento de la masa seca de una muestra de arroz expuesta a las condiciones ambientales del laboratorio (22 %HR, 22 °C) por cinco minutos.

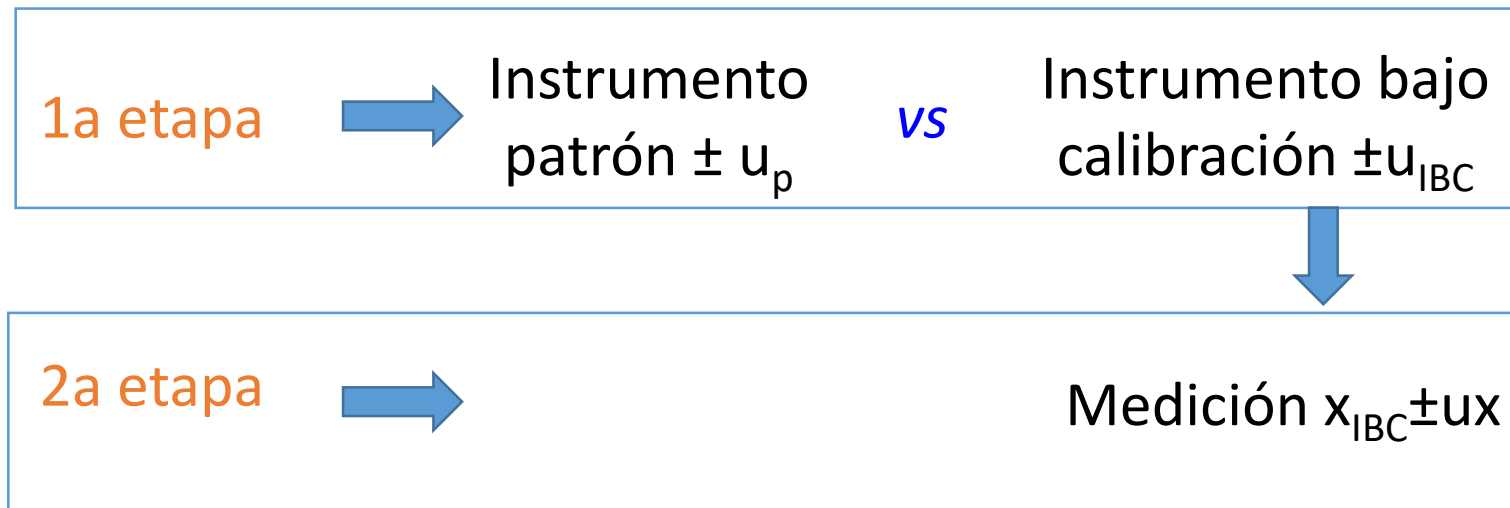
Estimación de incertidumbre del patrón de contenido de humedad mantenido en CENAM

Fuentes de incertidumbre		Maíz blanco	Maíz palomero	Arroz	Frijol negro	Frijol pinto
m_h	uf_1/mg	0.275	0.275	0.275	0.275	0.275
	uf_2/mg	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058
	uf_3/mg	0.231	0.231	0.231	0.231	0.231
	uf_4/mg	4.330	1.270	2.309	1.212	0.751
	um_H/mg	4.345	1.321	2.338	1.266	0.834
m_R	uf_1/mg	0.275	0.275	0.275	0.275	0.275
	uf_2/mg	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058
	uf_3/mg	0.231	0.231	0.231	0.231	0.231
	um_R/mg	0.364	0.364	0.364	0.364	0.364
m_s	uf_1/mg	0.275	0.275	0.275	0.275	0.275
	uf_2/mg	0.058	0.058	0.058	0.058	0.058
	uf_3/mg	0.231	0.231	0.231	0.231	0.231
	uf_5/mg	4.367	2.162	3.093	0.808	1.640
	uf_6/mg	2.260	6.650	2.290	4.090	0.610
	uf_7/mg	5.760	2.916	5.000	0.870	1.150
	uf_8/mg	9.584	2.540	4.850	2.136	2.194
	uf_9/mg	4.734	2.540	1.963	4.734	2.483
	um_s/mg	13.106	8.393	8.205	6.727	3.936
$uH_{bh}/\%$		0.17	0.11	0.17	0.13	0.08
$U/\%$		0.34	0.22	0.34	0.26	0.16

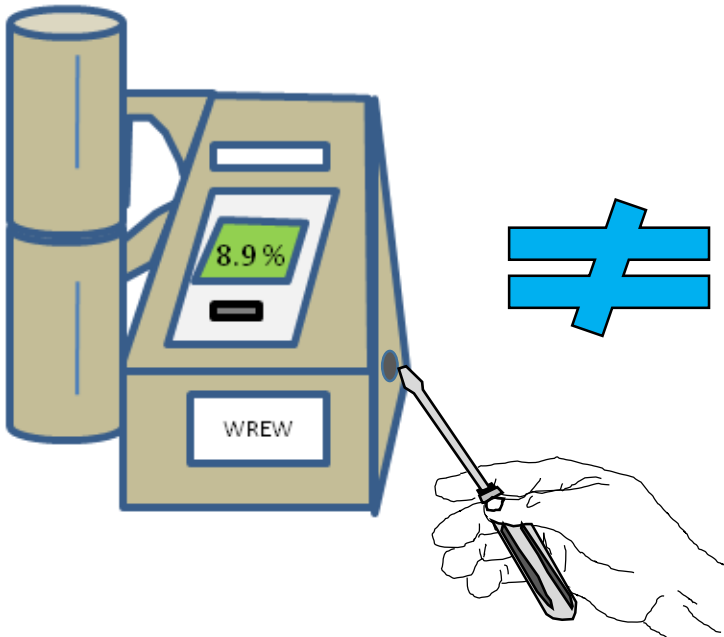
Métodos de calibración

Calibración

Operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, **una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida** asociadas, obtenidas a partir **de los patrones de medida**, y **las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas** y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación.



AJUSTE



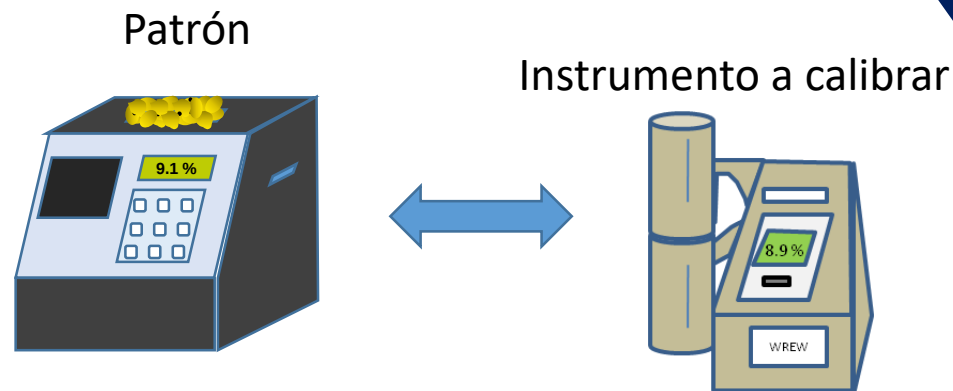
≠

CALIBRACIÓN

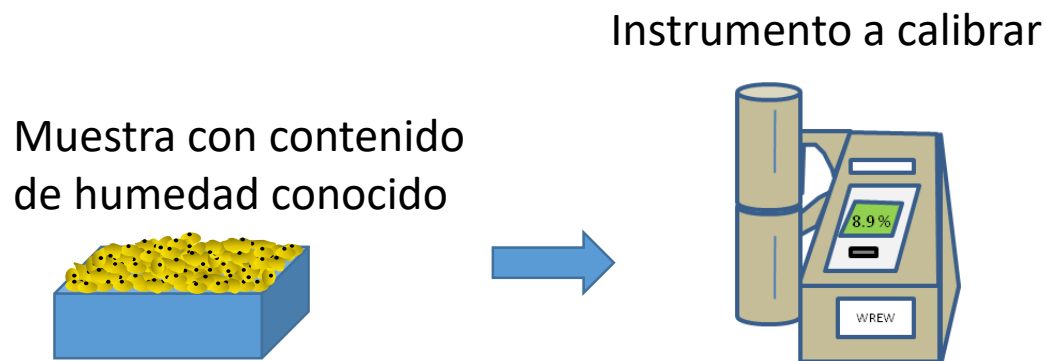
NOTA 3 Después de su ajuste, generalmente un sistema de medida debe ser calibrado nuevamente.

Métodos de calibración

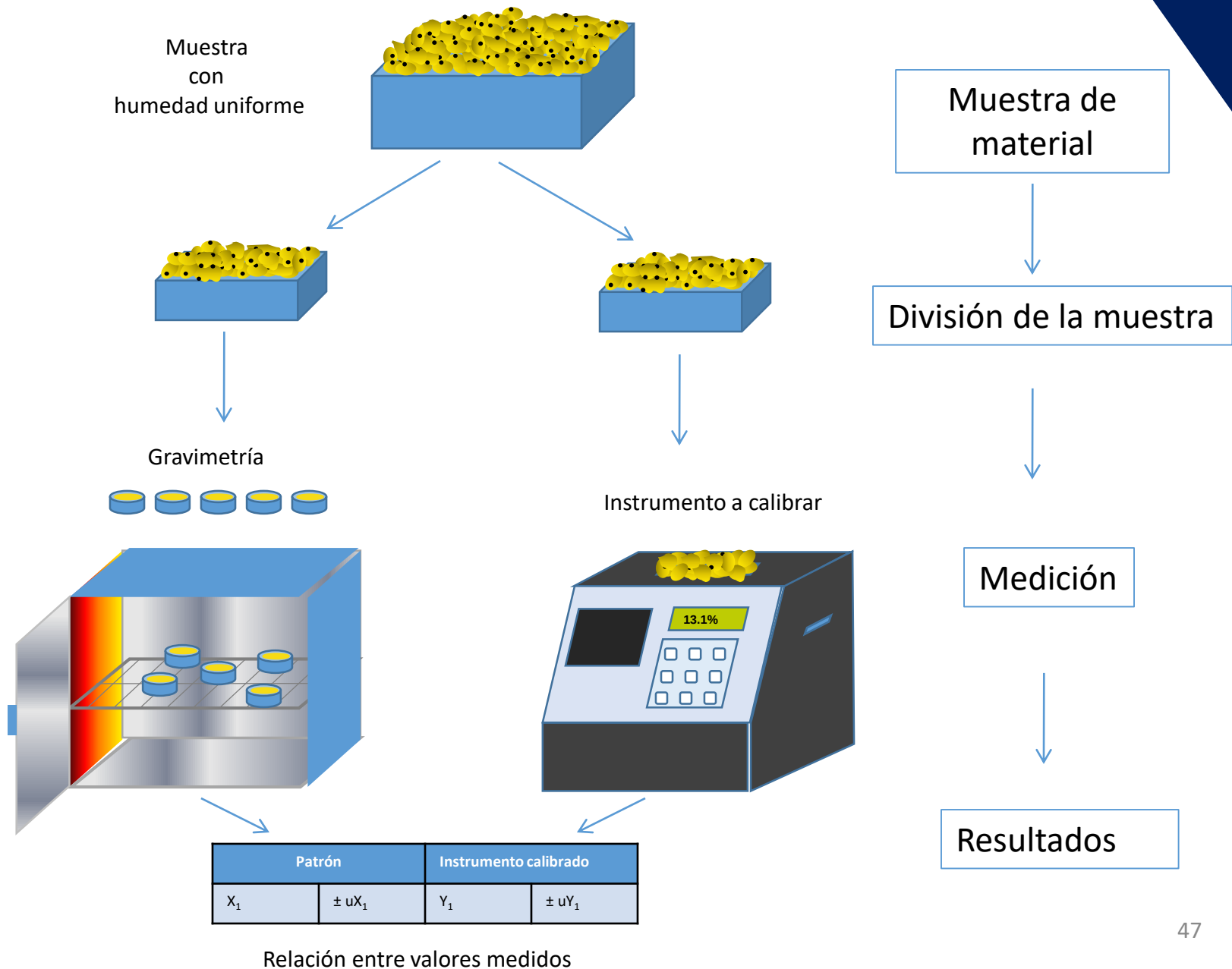
- Comparación



- Muestra de referencia

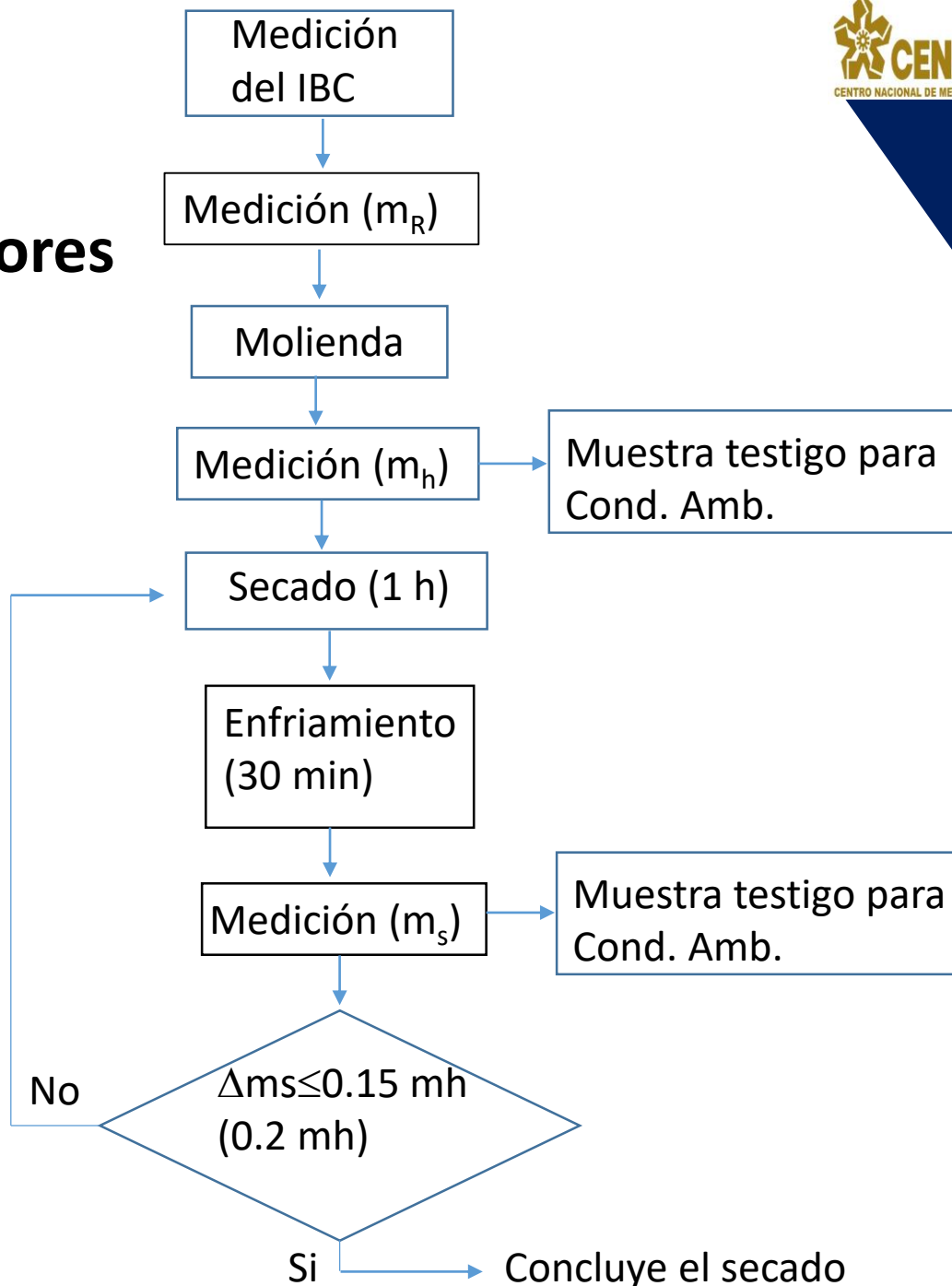


Método de comparación



Procedimiento de calibración

Procedimiento de calibración de medidores de contenido de humedad en granos

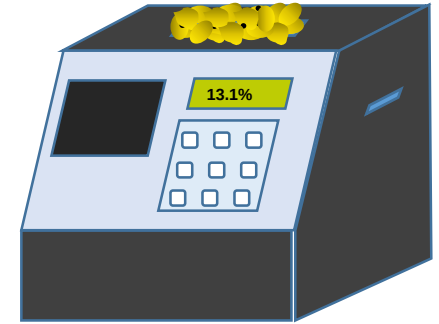
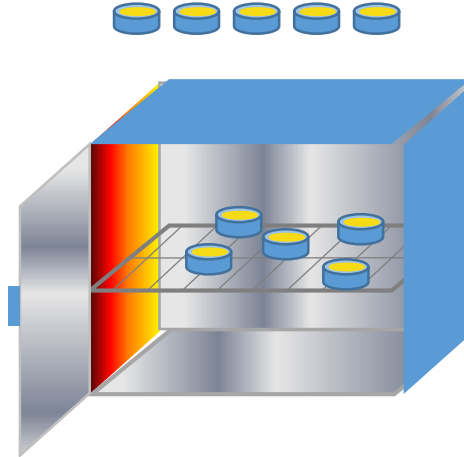


Modelo de la calibración

Patrón

IBC

$$Corr = H_{bh_patrón} - H_{bh_IBC}$$



Incertidumbre de la calibración

$$uCorr = \sqrt{\left(uH_{bh_patrón}\right)^2 + \left(uH_{bh_IBC}\right)^2}$$

Factores de influencia

Patrón

- Mediciones de masa (m_h , m_s , m_R)

IBC

- Resolución del instrumento
- Repetibilidad de las lecturas
- No homogeneidad de la muestra
- Impurezas
- Temperatura del grano

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	Corrección	Factor de cobertura	Incertidumbre expandida
	temperatura de secado / °C	tiempo de secado/h	H(%)				
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)".							

Calibración contra valores fijos de materiales de referencia



Existen diversos materiales de referencia que se pueden utilizar para calibrar (o verificar) distintos tipos de medidores de contenido de humedad, entre los que se encuentran:

- **Wheat flour (BCR-563):** 13.95% ($U=0.04\%$), Institute for Reference Materials and Measurement, Joint Research Centre, European Commission.
- **Tartrato de sodio dihidratado:** 16.64 % ($U=0.05\%$),
- **Citrato de potasio monohidratado:** 5.57 % ($U=0.05\%$)
- **Lactosa monohidratada:** 5.0 %
- **Oxalato de potasio monohidratado:** 12.33 %

Comentarios finales

Con la infraestructura que cuenta el CENAM se apoya a los distintos usuarios en la **calibración de medidores** de contenido de humedad en granos, dando de esta manera confiabilidad a las mediciones que con ellos se realizan.

Esta infraestructura también apoyará al proceso de **aprobación de modelo** para medidores de contenido de humedad en granos, actualmente en desarrollo.

También será útil en la evaluación de los métodos de prueba que se incluyen en las **normas** realizadas para distintos materiales.

¡¡Gracias por su atención!!