

Instituto Nacional de Metrología de Colombia

Subdirección de METROLOGÍA FÍSICA

# GUÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE CONTENIDO DE HUMEDAD EN GRANOS Y CEREALES

Bogotá - 2022



[www.inm.gov.co](http://www.inm.gov.co)



INMdeColombia



Esta guía se logró gracias al proyecto ColombiaMide “Calidad para la competitividad- Reduciendo las brechas de calidad en Micro, Pequeñas y Medianas Empresas (Mipymes) en regiones de Colombia”.

Participan:



Guía para la determinación de contenido de humedad en granos y cereales /  
Ciro Alberto Sánchez [y otros tres] -- Bogotá, (Colombia) : Instituto Nacional de Metrología, 2022.

32 páginas.

Incluye referencias bibliográficas, tablas y fotos  
ISBN e-Book: 978-958-53805-2-3

1. Métodos de determinación del contenido de humedad de una muestra 2. Método de calibración 3. Equipos y materiales 4. Condiciones ambientales 5. Operaciones Previas 6. Proceso de calibración 7. Evaluación de la incertidumbre 8. Presentación de los resulta (Colombia).

U.A.E. Instituto Nacional De Metrología (978-958-53642)

Instituto Nacional de Metrología - INM.  
Av. Carrera 50 No 26 - 55 Int. 2, Bogotá.  
Código Postal: 111321 - Colombia.

Esta guía fue elaborada en el marco del proyecto ColombiaMide “Calidad para la competitividad – Reduciendo las brechas de calidad en Micro, Pequeñas y Medianas Empresas (Mipymes) en regiones de Colombia” (ColombiaMide). Este es un proyecto de cooperación entre la Unión Europea (UE) y el Ministerio de Comercio, Industria y Turismo (Mincomercio), orientado a mejorar las capacidades metrológicas y de calidad en Mipymes de las cadenas de valor del aguacate Hass y del Cacao y sus derivados. ColombiaMide es implementado por el Instituto Alemán de Metrología (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, PTB), con el apoyo del Instituto Nacional de Metrología de Colombia (INM) y el Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (Icontec) como beneficiarios. El objetivo principal del proyecto es el de mejorar las competencias técnicas y metrológicas de entidades públicas y privadas (Mipymes), con el propósito de incrementar el nivel de cumplimiento de normas y reglamentaciones técnicas asociadas al comercio sostenible

Fecha de recepción: 28 de diciembre de 2021.  
Fecha de evaluación: 13 de diciembre de 2021.  
Fecha de aceptación: 30 de diciembre de 2021.

### **Preparación editorial**

U.A.E. Instituto Nacional De Metrología  
(978-958-53642)

### **Edición:**

Instituto Nacional de Metrología - INM.  
Proyecto ColombiaMide  
“Calidad para la competitividad – Reduciendo las brechas de calidad en Micro, Pequeñas y Medianas Empresas (Mipymes) en regiones de Colombia”

### **Corrección de estilo:**

Instituto Nacional de Metrología - INM.  
Proyecto ColombiaMide  
“Calidad para la competitividad – Reduciendo las brechas de calidad en Micro, Pequeñas y Medianas Empresas (Mipymes) en regiones de Colombia”  
Laboratorios de calibración.

### **Diagramación:**

Proyecto ColombiaMide  
“Calidad para la competitividad – Reduciendo las brechas de calidad en Micro, Pequeñas y Medianas Empresas (Mipymes) en regiones de Colombia”

Línea de atención al cliente: +57 (601) 254 2222.

Línea Nacional: 01 8000112542.

contacto@inm.gov.co

www.inm.gov.co

### **Citación sugerida:**

Sánchez, C. A., Carvajal Perdomo, S. A., Monroy Garzón, J. A. & Bohórquez Garzón, A. J. (2022). Guía para la determinación de contenido de humedad en granos y cereales. Instituto Nacional de Metrología.

Publicado en Bogotá, Colombia, julio de 2022.

## CONTENIDO

1. OBJETIVO.....	5
2. ALCANCE .....	5
3. ABREVIATURAS, SIGLAS Y SÍMBOLOS .....	5
4. DEFINICIONES .....	6
5. GENERALIDADES .....	9
5.1. Métodos de determinación del contenido de humedad de una muestra.....	9
5.1.1. Métodos directos .....	9
5.1.2. Métodos indirectos .....	10
6. DESCRIPCIÓN DE ACTIVIDADES .....	11
6.1. Método de calibración.....	11
6.2. Equipos y materiales.....	12
6.3. Condiciones ambientales.....	12
6.4. Operaciones Previas.....	13
6.5. Proceso de calibración.....	13
6.6. Evaluación de la incertidumbre .....	16
6.6.1. Fuentes de incertidumbre .....	16
6.6.1.1. Sistema Patrón .....	16
6.6.1.2. Corrección a la Indicación del IBC .....	19
6.6.2. Incertidumbre expandida .....	20
6.7. Presentación de los resultados .....	23
7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	23

## EQUIPO DE TRABAJO

Este documento fue elaborado en el espacio del Grupo Técnico por Magnitud de Temperatura de la Red Colombiana de Metrología. Para el desarrollo del documento se contó con la participación del Instituto Nacional de Metrología de Colombia - INM profesionales Andrés Jhovanny Bohórquez Garzón, Sergio Andrés Carvajal Perdomo, Ciro Alberto Sánchez Morales, Ivonne Alejandra Gonzales, Maria Camila Gonzales Basto, Jessica Lorena Smith Osorio, el Centro Nacional de Metrología (CENAM) – profesionales Dr. Enrique Martines López y Dr. Daniel Cárdenas García, el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia - ONAC y los laboratorios de calibración que han desarrollado la magnitud relacionada y que han participado en las reuniones del grupo técnico.

## REVISIÓN

Mesa de Trabajo Técnico Científico de la Subdirección de Metrología Física.

## 1. OBJETIVO

Describir los lineamientos para realizar la calibración de medidores de contenido de humedad en granos usando un patrón basado en el método gravimétrico por secado en horno.

## 2. ALCANCE

Esta guía aplica a los instrumentos de medición de contenido de humedad (en base húmeda o en base seca) en muestras de granos enteros, cereales o semillas con un valor máximo de 15 % de contenido en base húmeda.

## 3. ABREVIATURAS, SIGLAS Y SÍMBOLOS

**Tabla 1.** Abreviaturas, siglas y símbolos

Abreviatura, sigla y símbolo	Significado
<i>IBC</i>	Instrumento bajo calibración
<i>%H</i>	Contenido de humedad
<i>m</i>	Masa
<i>C</i>	Corrección

**Tabla 2:** Subíndices empleados.

Subíndice	Significado
<i>s</i>	Seca
<i>R</i>	Recipiente
<i>h</i>	Húmeda
<i>P</i>	Patrón
<i>IBC</i>	Instrumento bajo calibración
<i>calib</i>	Calibración
<i>res</i>	Resolución
<i>rep</i>	Repetibilidad
<i>exc</i>	Excentricidad
<i>amb</i>	Interacción con el ambiente
<i>grad</i>	Gradiente de temperatura
<i>tam</i>	Tamaño de muestra
<i>mas</i>	Tamaño de masa de la muestra
<i>sec</i>	Tiempo de secado

#### 4. DEFINICIONES

Para los propósitos de este documento se aplican las siguientes definiciones tomadas de la referencia [1], además de otras específicas.

**EXACTITUD DE MEDIDA.** Proximidad entre un valor medido y un valor verdadero de un mensurando (VIM 2.13) [1].

El concepto “exactitud de medida” no es una magnitud y no se expresa numéricamente. Se dice que una medición es más exacta cuanto más pequeño es el error de medida.

**ERROR DE MEDIDA.** Diferencia entre un valor medido de una magnitud y un valor de referencia (VIM 2.16) [1].

**INCERTIDUMBRE DE MEDIDA.** Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza (VIM 2.26) [1].

**INTERVALO DE COBERTURA.** Intervalo que contiene el conjunto de valores verdaderos de un mensurando con una probabilidad determinada, basada en la información disponible (VIM 2.36) [1].

**PROBABILIDAD DE COBERTURA.** Probabilidad de que el conjunto de los valores verdaderos de un mensurando esté contenido en un intervalo de cobertura especificado (VIM 2.37) [1].

**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 (VIM 2.39) [1].

**TRAZABILIDAD METROLÓGICA.** Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida (VIM 2.41) [1].

NOTA: La trazabilidad debe indicarse al sistema internacional de unidades y no a una institución particular como un instituto nacional de metrología.

**SENSOR.** Elemento de un sistema de medición directamente afectado por la acción del fenómeno, cuerpo o sustancia portador de la magnitud a medir (VIM 3.8) [1].

**RESOLUCIÓN DE UN DISPOSITIVO VISUALIZADOR.** Mínima diferencia entre indicaciones visualizadas, que puede percibirse de forma significativa (VIM 4.15) [1].

NOTA: Para un dispositivo visualizador digital, corresponde al mínimo cambio de la cifra menos significativa.

**INCERTIDUMBRE INSTRUMENTAL.** Componente de la incertidumbre de medida que procede del instrumento o sistema de medida utilizado (VIM 4.24) [1].

**PATRÓN DE MEDICIÓN.** Realización de la definición de una magnitud dada con un valor determinado y una incertidumbre de medición asociada, tomada como referencia (VIM 5.1) [1].

**TERMÓMETRO:** Conjunto indicador más sensor o termómetro digital. Instrumento de medición dedicado a mediciones de temperatura con una indicación digital en unidades de temperatura: °C, °F, K. Constituido por un indicador y un sensor.

**MATERIAL HIGROSCÓPICO:** Material que tiene la capacidad de absorber y evaporar agua de acuerdo a las condiciones ambientales donde se encuentre.

**CONTENIDO DE HUMEDAD EN BASE HÚMEDA<sup>1</sup>:** Hace referencia a una medida porcentual de masa de agua que contiene una muestra, respecto de su masa total. La expresión matemática para calcular el contenido de humedad en base húmeda se presenta en la ecuación (1).

$$\%H_{bh} = \frac{m_h - m_s}{m_h} \times 100 \quad (1)$$

Donde

$m_h$  es la masa de la muestra húmeda, y  $m_s$  es la masa de la muestra seca (es decir, extrayendo el agua libre que tenga en su estructura)

---

<sup>1</sup> El contenido de humedad de una muestra sólida en un conjunto de granos o semillas está relacionado con la cantidad (masa) de agua presente en el material, la masa es una propiedad extensiva, es decir que su valor depende del “tamaño” de la muestra. Una propiedad extensiva se convierte en intensiva si se expresa por unidad de masa. Por lo tanto si la masa de agua se expresa por unidad de otra masa, la nueva propiedad (contenido de humedad H) es independiente del “tamaño” del material. En base a esto se derivan dos formulaciones para expresar el contenido de humedad. La primera de ellas hace referencia al contenido de humedad en base húmeda, la cual se representa con el símbolo  $H_{bh}$ . Un valor de  $H_{bh} = 50 \%$  significa que la masa de agua es la mitad de la masa total del material.

**CONTENIDO DE HUMEDAD EN BASE SECA<sup>2</sup>:** Hace referencia a una medida porcentual de la masa de una muestra, respecto de su masa total, luego de haber sido sometida a un proceso de secado (extracción de agua). La expresión matemática para calcular este parámetro se presenta en la ecuación (2).

$$\%H_{bh} = \frac{m_h - m_s}{m_s} \times 100 \quad (2)$$

En las secciones restantes de la presente guía el término “Contenido de Humedad” hará referencia al contenido de humedad en base húmeda de una muestra de grano o cereal, a menos que se especifique lo contrario.

**MASA HÚMEDA:** Hace referencia a la masa de una muestra sólida previa a ser sometida a un proceso de extracción de agua mediante un secado, en el contexto de contenido de humedad en granos la masa húmeda representa la medida de masa del sólido junto con la masa total de agua en su estructura.

**MASA SECA:** Hace referencia a la masa de una muestra sólida luego de ser sometida a un proceso de extracción de agua mediante secado.

<sup>2</sup> Esta propiedad física “compara” la masa de agua que contiene un material sólido respecto de su masa seca, se representa con el símbolo  $H_{bs}$  y es típicamente menos empleado en el ámbito científico e industrial que el contenido de humedad en base húmeda. Existen relaciones matemáticas para realizar conversiones entre valores de contenido de humedad en base húmeda a contenido de humedad en base seca, y viceversa, dichas relaciones se citan a continuación:

	$H_{bh}$	$H_{bs}$	$H_{bh}, m_h, m_s$
$H_{bh}$	1	$\frac{100 \times \%H_{bs}}{100 + \%H_{bs}}$	
$H_{bs}$	$\frac{100 \times \%H_{bh}}{100 - \%H_{bh}}$	1	$\frac{m_h}{m_s} \times \%H_{bh}$

A modo de ejemplo, a continuación, se presenta el cálculo a realizar si se desea convertir un valor de  $H_{bh}$  de 15% a su valor equivalente en  $H_{bs}$ .

$$\%H_{bs} = \frac{100 \times 15}{100 - 15} = 17.64 \%$$

## 5. GENERALIDADES

La calibración de medidores de contenido de humedad en granos es importante en el ámbito científico, industrial y económico debido a que la correcta determinación de este parámetro físico es crítica en el establecimiento de tasas de degradación de un grano al ser manipulado o almacenado, lo cual a su vez influye directamente sobre el precio fijo de compra y venta en transacciones comerciales. En este sentido, la medición de contenido del contenido de humedad sirve como base para mantener un intercambio económico sostenible entre un proveedor y un cliente, de aquí que estos instrumentos se encuentren regulados por entidades metrológicamente competentes, tales como los organismos gestores de la metrología legal.

Los granos son alimentos higroscópicos y en su estado fresco y húmedo son susceptibles a deteriorarse. Para mantener la calidad y propiedades de estos productos es necesario conocer y controlar la cantidad de agua presente en estos.

La presente sección describe los principales métodos para la determinación del contenido de humedad de una muestra sólida, sus ventajas y desventajas, así como sus principios de operación.

### 5.1. Métodos de determinación del contenido de humedad de una muestra

En general existen en el ámbito científico e industrial dos métodos principales para determinar el contenido de humedad de una muestra sólida, a saber: Métodos directos y métodos indirectos, en las siguientes secciones se profundiza en estos tipos de medición y sus generalidades.

#### 5.1.1. Métodos directos

Corresponden a aquellos métodos capaces de determinar la cantidad de agua removiendo la humedad de una muestra sólida, los ejemplos más representativos son el secado en horno (también conocido como el método gravimétrico), el método por titulación de Karl-Fischer (el cual es un método químico basado en el consumo de agua en una reacción química [2]), el método por destilación, el método de secado por radiación microondas y el método de secado por radiación infrarroja.

Algunas ventajas de los métodos directos de medición de contenido de humedad son:

- ✓ Se obtienen los mejores niveles de incertidumbre.
- ✓ Mayor exactitud en las mediciones.
- ✓ Permite calibrar múltiples dispositivos de manera simultánea.
- ✓ Se puede aplicar para múltiples tipos de granos y semillas.
- ✓ La reproducibilidad del método hace que pueda ser aplicado de manera generalizada en laboratorios nacionales y acreditados.

Algunas desventajas de este tipo de métodos se listan a continuación:

- ✓ Costo elevado de implementación.
- ✓ Requiere personal especializado.
- ✓ Las mediciones tienden a tomar períodos prolongados de tiempo.
- ✓ Los métodos son de tipo destructivo.
- ✓ En el secado por horno se puede llegar a evaporar material volátil en la muestra en adición al agua.
- ✓ La Titulación de Karl-Fischer se reserva únicamente para muestras que puedan ser disueltas con el solvente del reactivo Karl-Fischer.

### 5.1.2. Métodos indirectos

Son los encontrados en medidores que relacionan el contenido de humedad con el cambio en una propiedad higrométrica que bien puede ser óptica, eléctrica, entre otras. En esta categoría se encuentran principalmente los métodos eléctricos (capacitivos o resistivos), espectroscópicos y aquellos basados en la humedad relativa ambiental (mediante el uso de isotermas de sorción).

Se recomienda que los medidores basados en métodos indirectos sean calibrados respecto de un patrón de medición directa. Así mismo, estos instrumentos generalmente cuentan con una curva de medición para cada tipo de material, las cuales son generadas con patrones de medición. En este sentido es importante que los medidores se calibren según el material que se desea medir, por ejemplo, no sería correcto calibrar un medidor de humedad empleando una muestra de cacao si el instrumento se emplea típicamente para medir muestras de fríjol.

Algunas ventajas de los métodos indirectos de medición de contenido de humedad son:

- ✓ Algunos se encuentran diseñados para trabajar con granos enteros, prescindiendo de la actividad de molienda.
- ✓ Los tiempos de medición son cortos.
- ✓ Versatilidad de uso.
- ✓ Algunos se pueden emplear en ambientes corrosivos o contaminantes (espectroscopia IR).
- ✓ Son de menor costo, relativo a los métodos directos.

Algunas desventajas de este tipo de métodos son:

- ✓ Las incertidumbres de medición reportadas son mayores a las encontradas con métodos directos.
- ✓ Tienden a presentar un mayor número de factores de influencia en su medición (uniformidad de la muestra, efectos de temperatura, densidad volumétrica, impurezas, composición química, orientación del grano, etc).

- ✓ En el caso de medidores que emplean espectroscopia IR sus mediciones no aplican para materiales con valores elevados de reflectividad. No se pueden emplear con materiales como grafito, carbón y polvos metálicos. Tienen poco poder de penetración.
- ✓ La determinación de contenido de humedad por isotermas de sorción requiere condiciones finamente controladas de temperatura y humedad relativa ambientales.

## 6. DESCRIPCIÓN DE ACTIVIDADES

### 6.1. Método de calibración

De manera general, en el ámbito metrológico se identifican dos métodos principales para realizar la calibración de instrumentos que determinan el contenido de humedad de una muestra de granos o cereales, el primero de ellos se refiere a la calibración por comparación, en donde se comparan las indicaciones de un medidor de contenido de humedad bajo calibración (IBC), respecto de un valor de contenido de humedad patrón (obtenido mediante algún método directo o indirecto), este método es similar y análogo al empleado en otras áreas de la metrología como la Termometría.

El segundo método consiste en la calibración empleando un Material de Referencia Certificado (MRC), en este método el laboratorio cuenta con una muestra de un material cuyo contenido de humedad ha sido determinado por un proveedor de MRCs.

La determinación del método de calibración apropiado para un equipo dependerá en gran parte del principio de funcionamiento del IBC (ver sección 5.1). La presente guía concierne únicamente al método de calibración por comparación. El patrón empleado para este proceso será el método gravimétrico (secado en horno de aire), lo anterior debido a que este método permite dar trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades a los instrumentos comúnmente usados en el ámbito industrial y adicionalmente permite calibrar múltiples equipos de manera simultánea. A continuación, se detalla a grandes rasgos las generalidades de este método.

#### **Determinación de contenido de humedad por secado en horno:**

En la metrología de humedad en granos, el método que quizá se emplea de manera más generalizada en laboratorios nacionales y acreditados es el de secado por horno, también conocido como método gravimétrico por secado. En términos simples el proceso consiste en tomar una muestra con un contenido de humedad desconocido (muestra húmeda), someterla a un proceso de extracción de agua en un horno de convección (secado) y luego medir la masa resultante, posteriormente la aplicación de la ecuación (1) arrojará un valor de contenido de humedad en cantidades porcentuales.

El método de secado en horno permite calibrar un medidor de contenido de humedad a través de la comparación de sus indicaciones respecto del valor patrón dado por la ecuación (1). Algunas

características propias de este proceso involucran el uso de balanzas analíticas para determinar mensurandos de interés, tales como la masa de la muestra húmeda, la masa de los recipientes que contienen el material y la masa seca. Así mismo, se requiere la implementación de un sistema de medición y monitoreo de temperatura dentro del horno de secado, ya que uno de los principales factores de influencia es la temperatura de secado del material.

Por otra parte, dependiendo del tipo de grano que se requiera someter al proceso de secado, se requerirá un macerador o molino mecánico con el propósito de facilitar la extracción de agua ya que una mayor área superficial de la muestra estará expuesta al ambiente del horno, las siguientes secciones presentan en detalle las consideraciones a tener en cuenta para implementar este proceso como actividad de laboratorio.

## 6.2. Equipos y materiales

Para el tipo de calibraciones tratadas en la presente guía es necesario contar con el siguiente equipamiento:

- Balanza analítica con resolución de  $1\text{ mg}$  o mejor.
- Recipientes de secado de distintos tamaños para depositar las muestras durante el proceso.
- Molino mecánico y/o macerador mecánico, dependiendo de la naturaleza de la muestra es necesario macerar o moler.
- Horno de convección con uniformidades espaciales y temporales que no excedan  $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- Desecadores.
- Porta muestras.
- Termómetros de contacto con sus respectivos indicadores. Se recomienda emplear sensores con incertidumbres instrumentales de  $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  o mejores.
- Computador.
- Termohigrómetro para determinar condiciones ambientales. Se recomienda que estos sensores presenten incertidumbres instrumentales de  $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $\pm 2\text{ \%HR}$  en Temperatura y Humedad Relativa, respectivamente.
- Pinzas largas con aislantes para alta temperatura.
- Guantes de nitrilo.
- Cribas.

## 6.3. Condiciones ambientales

Las condiciones ambientales del laboratorio deben cumplir con las especificaciones de operación dadas en los manuales de los equipos empleados. En el momento de ejecución de la calibración, la temperatura se debe encontrar en el intervalo entre  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  y  $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ , mientras que la Humedad Relativa debe estar entre  $30\text{ \%HR}$  y  $70\text{ \%HR}$ , durante cada prueba de medición se recomienda que la

temperatura y la humedad relativa ambiental se mantengan en los intervalos entre  $\pm 2$  °C y  $\pm 10$  %HR respectivamente [3].

#### 6.4. Operaciones Previas

Al momento de recibir el equipo en el Laboratorio éste debe mantenerse en condiciones controladas de temperatura y humedad relativa, así mismo se deben seguir las indicaciones pertinentes del manual del fabricante.

Para la preparación de la muestra de granos que servirá para obtener los valores de contenido de humedad tanto en el equipo patrón como en el equipo IBC se debe inicialmente asegurar su almacenamiento en condiciones controladas de manera que al momento de realizar la medición se tengan al menos 2 kg de grano con contenido de humedad uniforme. A medida que una muestra de grano o cereal es expuesta al ambiente ésta empezará a absorber o evaporar agua alterando su contenido de humedad, por esta razón la muestra debe estar en un recipiente sellado de manera que se minimice este proceso de absorción. En el caso de las semillas, se recomienda únicamente realizar una limpieza de la muestra antes de medirla, no se requiere realizar el proceso de molienda.

Es recomendable que el cliente especifique el (los) tipo(s) de grano(s) a los que típicamente determina el contenido de humedad con su instrumento, lo anterior para que el laboratorio pueda anticipar el tipo de muestra a preparar para la medición.

Una vez se tenga identificado el tipo de grano a medir, el laboratorio debe preparar la muestra realizando un proceso de macerado o molienda, el tamaño indicado para cada grano debe ser consultado por el laboratorio en normativas como la ISO 6540:2021, ISO 712:2009 o la ISO 2451:2017.

Los instrumentos que se deseen calibrar en contenido de humedad deben ser calibrados por lo menos en tres puntos distintos para obtener una idea clara del comportamiento del equipo, estos puntos deben escogerse dependiendo del uso intencionado y en virtud del valor de contenido de humedad al cual se comercializa el grano, por ejemplo en el caso de un instrumento que se emplea mayoritariamente en la medición de contenido de humedad de granos de cacao, la calibración debería realizarse alrededor de un valor de 7 % de contenido de humedad.

#### 6.5. Proceso de calibración

En el método de comparación el mensurando es la corrección del instrumento bajo calibración, la cual está representada en la ecuación (3).

$$C = H_{bh\_patrón} - H_{bh\_IBC} \quad (3)$$

Donde

$C$  representa la corrección a la indicación.

$H_{bh\_patrón}$  es la indicación de contenido de humedad en base húmeda del instrumento patrón.

$H_{bh\_IBC}$  es la indicación de contenido de humedad en base húmeda del instrumento bajo calibración.

La mayoría de los medidores de contenido de humedad digitales indican esta magnitud en la modalidad de base húmeda, en este sentido, el valor de contenido de humedad del patrón debe expresarse en la misma base de masa. En caso de que el laboratorio reciba un instrumento que arroje la indicación de contenido de humedad en base seca el mensurando será análogo al presentado en la ecuación (3), cambiando únicamente el miembro derecho de la ecuación por contenido de humedad en base seca.

Habiendo realizado las operaciones previas se puede proceder con el proceso de calibración, es recomendable seguir los pasos detallados a continuación:

1. De la muestra principal del grano extraer dos muestras (muestra A y muestra B).
2. Determinar el contenido de humedad de la muestra B empleando el Instrumento bajo Calibración.
3. Medir la masa de cinco recipientes vacíos en donde se dispondrán cinco muestras provenientes de la muestra A ( $A_1, A_2, A_3, A_4, A_5$ ).
4. Realizar la molienda o trituración de las muestras
5. Medir la masa húmeda de las muestras  $A_1, A_2, A_3, A_4$  y  $A_5$  (aplicando previamente la tara de la balanza). Este valor de masa de las muestras dependerá del tipo de grano.
6. Introducir las muestras  $A_1, A_2, A_3, A_4$  y  $A_5$  al horno de convección a una temperatura de 103 °C por una hora.<sup>3</sup> Las muestras deben colocarse en el horno abiertas (Su tapa debe colocarse al lado)
7. Al terminar el tiempo de secado, las muestras deben taparse y colocarse en un desecador. Luego se dejan enfriar las muestras  $A_1, A_2, A_3, A_4, A_5$  por 30 minutos en el desecador [4].
8. Medir la masa seca de las muestras  $A_1, A_2, A_3, A_4, A_5$ .
9. Evaluar el criterio de variación de masa para detener el secado (condición de masa constante). Este criterio también depende del tipo de grano, de la incertidumbre esperada del IBC y de la experiencia del Metrólogo [4], [5]. Para granos de arroz, frijol negro y frijol pinto, cuyo tamaño de masa sea de 5 g puede considerarse que el cambio en la masa seca ( $\Delta m_s$ ) debe ser inferior a 7.5 mg (equivalente a un cambio en  $H_{bh}$  inferior a 0.15%) en dos mediciones consecutivas de 1 hora [4], para información sobre otros tipos de granos se invita al lector a consultar el trabajo de Martines y Lira [4]. En caso de que no se cumpla este criterio, se recomienda repetir los pasos 6 y 7 realizando el secado por un tiempo de una hora.

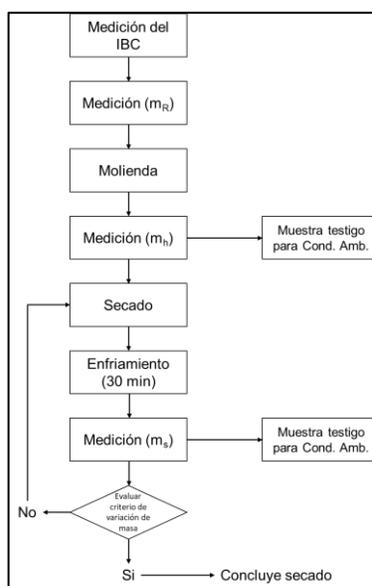
<sup>3</sup> Si bien este tiempo de secado puede ser suficiente para algunos granos, pueden encontrarse casos donde sea necesario aumentar bien sea el tiempo o la temperatura de secado para poder extraer toda la humedad de la muestra [5]. Por ejemplo, existen granos cuyo secado requiere realizarse a temperatura de 130 °C.

10. Una vez obtenido un proceso de secado satisfactorio, se procede con el siguiente punto de calibración, acondicionando la muestra al siguiente valor de contenido humedad, ya sea mediante un proceso de secado o humidificación, según corresponda.

La Figura 1 ilustra de manera esquemática el proceso de calibración descrito anteriormente. Como se puede observar, es una buena práctica apartar una muestra adicional de grano al momento de medir su masa húmeda y dejarla expuesta al ambiente del laboratorio, de esta manera se puede tener una idea de la cantidad de agua que absorbe o pierde la muestra original mientras su contraparte está siendo sujeta al proceso de secado. Así mismo se puede extraer una muestra luego del proceso de secado y, análogamente, exponerla al ambiente para analizar la absorción de agua a medida que transcurre el tiempo.

Es recomendable realizar el proceso descrito de calibración en el menor tiempo posible para cada uno de los puntos de medición de manera que se puedan evitar pérdidas o ganancias de humedad durante el tratamiento.

En el caso que se requiera medir una muestra de grano con contenido de humedad superior al 15 % es recomendable realizar un proceso de pre-secado para facilitar su maceración o molienda, este proceso puede realizarse a temperaturas que no excedan los 80 °C por un período de una hora; si luego del secado y posterior enfriamiento se cumple el criterio de la Figura 1, se puede proceder a realizar la calibración del instrumento, en caso contrario se procede a prolongar el tiempo de pre-secado hasta que se tenga un contenido de humedad inferior al 15 %.



**Figura 1:** Diagrama esquemático de la calibración de un medidor de contenido de humedad por comparación.

Al momento de realizar la calibración se deben registrar el contenido de humedad en base húmeda determinado a partir del proceso de secado, la indicación del instrumento bajo calibración, las condiciones ambientales, la fecha y hora de la medición.

## 6.6. Evaluación de la incertidumbre

La incertidumbre de medición se estima de acuerdo con el documento JCGM 100:2008 [6] aplicada al modelo de medición presentado en la ecuación (3).

En un ejercicio típico de calibración de medidores de contenido de humedad se considerarán dos procesos de evaluación de incertidumbre: Uno para el sistema patrón y otro para la Corrección a la indicación.

### ✓ Evaluación de incertidumbre del Sistema patrón:

Los factores de influencia en la evaluación de la incertidumbre del valor patrón de contenido de humedad provendrán de las mediciones de masa realizadas con una balanza analítica. La determinación del valor patrón se debe realizar de acuerdo a la ecuación (4).

$$\%H_{bh} = \frac{m'_h - (m'_s - m'_R)}{m'_h} \times 100 \quad (4)$$

Donde

$m'_h$  es la masa corregida del material sin secar,

$m'_s$  es la masa seca corregida del material, y

$m'_R$  es la masa corregida del recipiente.

### ✓ Evaluación de incertidumbre de la Corrección a la Indicación:

Por su parte los factores de influencia presentes en la evaluación de incertidumbre de la corrección a la indicación del instrumento bajo calibración provendrán principalmente de su resolución, la repetibilidad de sus lecturas, la no homogeneidad de la muestra, la presencia de impurezas y la temperatura del grano, en las siguientes secciones se explica cómo estimar cada una de estas fuentes de incertidumbre.

#### 6.6.1. Fuentes de incertidumbre

##### 6.6.1.1. Sistema Patrón

Para el sistema patrón se consideran las siguientes fuentes de incertidumbre:

**Fuentes de incertidumbre en la determinación de  $m'_h$ :**

- ✓ Incertidumbre de calibración de la balanza ( $\delta m'_{h,calib}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida a la calibración de la balanza patrón. Se toma del certificado de calibración.
- ✓ Incertidumbre por resolución de la balanza ( $\delta m'_{h,res}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida a la resolución de la balanza patrón. Se calcula como la resolución de la balanza dividida en 2.
- ✓ Incertidumbre por excentricidad ( $\delta m'_{h,exc}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida a la diferencia de indicación de la balanza patrón por disposiciones de la carga en posiciones periféricas del instrumento, puede obtenerse del certificado de calibración.
- ✓ Incertidumbre por interacción con el medio ambiente ( $\delta m'_{h,amb}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida al intercambio de masa (absorción o evaporación) de las muestras con el ambiente durante la medición de  $m_h$ .

**Fuentes de incertidumbre en la determinación de  $m'_R$ :**

- ✓ Incertidumbre de calibración de la balanza ( $\delta m'_{R,calib}$ ): <sup>4</sup>Igual a la incertidumbre determinada para  $m'_h$ .
- ✓ Incertidumbre por resolución de la balanza ( $\delta m'_{R,res}$ ): <sup>4</sup>Igual a la incertidumbre determinada para  $m'_h$ .
- ✓ Incertidumbre por excentricidad ( $\delta m'_{R,exc}$ ): <sup>4</sup>Igual a la incertidumbre determinada para  $m'_h$ .

**Fuentes de incertidumbre en la determinación de  $m'_s$ :**

- ✓ Incertidumbre de calibración de la balanza ( $\delta m'_{s,calib}$ ): <sup>4</sup>Igual a la incertidumbre determinada para  $m'_h$ .
- ✓ Incertidumbre por resolución de la balanza ( $\delta m'_{s,res}$ ): <sup>4</sup>Igual a la incertidumbre determinada para  $m'_h$ .
- ✓ Incertidumbre por excentricidad ( $\delta m'_{s,exc}$ ): <sup>4</sup>Igual a la incertidumbre determinada para  $m'_h$ .

<sup>4</sup> Esta fuente de incertidumbre solo será igual a la determinada para  $m'_h$  si se emplea la misma balanza que se usó para medir  $m_h$ , en caso de que se emplee una balanza diferente, se deberán estimar estas fuentes de incertidumbre con el certificado correspondiente a la balanza usada.

- ✓ Incertidumbre por gradientes de temperatura dentro de horno ( $\delta m'_{s,grad}$ ): Corresponde a la incertidumbre de medida debida a los gradientes de temperatura presentes en el horno de secado, los cuales pueden ser monitoreados empleando sensores de temperatura tales como termopares o termistores calibrados, se puede estimar como la diferencia de masa entre los recipientes que tienen asociados un gradiente de temperatura.
- ✓ Incertidumbre por el tamaño de partícula de la muestra ( $\delta m'_{s,tam}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida a las diferencias en los tamaños del grano luego de que la muestra ha sido sometida al proceso de macerado o molienda, lo anterior dado que la distribución de la muestra en el recipiente puede ser diferente dependiendo de estos tamaños, así como la superficie de grano expuesta al medio de secado. Se puede evaluar como la máxima diferencia de masa seca medida luego de moler y tamizar la muestra para obtener 4 distintos tamaños (más de 1.68 mm, entre 1 y 1.68 mm, entre 0.5 y 1 mm e inferior a 0.5 mm).
- ✓ Incertidumbre por el tamaño de masa de la muestra ( $\delta m'_{s,mas}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida a la diferencia de masas de muestra dispuestas en los distintos recipientes que se hayan empleado para el proceso de secado, es decir, en algunos recipientes la muestra presentará una distribución de varias capas de grano dispuestas una sobre otra, mientras que en otros se pueden tener una distribución diferente permitiendo que la transferencia de calor al ambiente del horno sea mayor. Esta fuente de incertidumbre depende mucho del tipo de grano y su determinación en un ejercicio de calibración puede llegar a tomar un tiempo prolongado, en ese sentido se puede emplear la aproximación citada en la ecuación (5) asumiendo que la masa húmeda es aproximadamente igual en dos recipientes distintos.

$$\Delta H = \left( \frac{ms_2}{mh_2} - \frac{ms_1}{mh_1} \right) \approx \left( \frac{ms_2 - ms_1}{mh_1} \right) \quad (5)$$

Donde

$ms_1$  es la masa seca en el recipiente 1.

$ms_2$  es la masa seca en el recipiente 2.

$mh_1$  es la masa húmeda en el recipiente 1.

$mh_2$  es la masa húmeda en el recipiente 2.

Resolviendo para la diferencia de masas secas se obtiene el resultado de la ecuación (6).

$$\Delta ms = \Delta H \cdot mh_1 \quad (6)$$

Donde  $\Delta ms$  corresponde a la diferencia de masas secas,  $\Delta H$  es el cambio en contenido de humedad y  $mh_1$  es la masa húmeda en el recipiente 1

De esta manera se puede estimar la incertidumbre por esta contribución.

- ✓ Incertidumbre por el tiempo de secado ( $\delta m'_{t,sec}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida a las diferencias de masas secas medidas en una muestra de grano cuando estas se miden con 1

hora de tiempo de secado de diferencia. Se puede evaluar midiendo la masa seca de la muestra después de un primer secado, para luego someterla a un proceso adicional de secado por 1 hora y, finalmente, medir de nuevo la masa seca.

- ✓ Incertidumbre por la interacción de la muestra seca con el medio ambiente ( $\delta m'_{s,amb}$ ): Corresponde a la incertidumbre debida a la absorción de humedad del ambiente por parte de las muestras de grano que han sido secadas en el horno. La corrección por este efecto se puede calcular de acuerdo a la ecuación (7) teniendo en cuenta que la masa de agua que absorbió la muestra del grano seco puede llegar a conocerse usando una muestra testigo como la presentada en la Figura 1.

$$\%H_f = \frac{100 \cdot m_{H_2O} + \%H_i m_h}{m_h + m_{H_2O}} \quad (7)$$

Una opción adicional para estimar esta fuente de incertidumbre es disponiendo la muestra seca en la balanza (con las ventanas ligeramente abiertas) y medir el cambio de masa por el tiempo que el metrólogo considere que esta estuvo expuesta al ambiente. A la diferencia de masa obtenida se le puede estimar la incertidumbre por esta corrección.

#### 6.6.1.2. Corrección a la Indicación del IBC

Para la corrección a la indicación del IBC se consideran las siguientes fuentes de incertidumbre

##### **Incertidumbre por resolución del IBC**

Corresponde a la incertidumbre debida a la resolución del instrumento bajo calibración. Se calcula como la resolución del equipo dividida en 2.

##### **Incertidumbre por repetibilidad de las lecturas**

Corresponde a la incertidumbre debida a la variación en las indicaciones del IBC. Se calcula a partir de la desviación estándar de un número de repeticiones  $n$ .

##### **Incertidumbre por falta de uniformidad de la muestra**

Corresponde a la incertidumbre debida a la falta de uniformidad de las muestras respecto a su contenido de humedad. Puede llegar a omitirse si la muestra utilizada es suficientemente uniforme.

##### **Incertidumbre por presencia de impurezas**

Corresponde a la incertidumbre debida a la presencia de aditivos, impurezas o contaminantes en la muestra producto de su manipulación, macerado o molienda, puede omitirse si a la muestra utilizada se le extraen las impurezas antes de su uso (granos marchitos, granos de otro producto, granos parcialmente macerados, contaminantes macroscópicos, etc.).

### Incertidumbre por temperatura del grano

Corresponde a la incertidumbre debida a la variación en las indicaciones del IBC por diferencias en la temperatura del grano que se está midiendo. Puede estimarse como la máxima variación en dichas indicaciones al medir la muestra a una temperatura de referencia ( $t_{ref}$ ) y a una temperatura que exceda al menos 10 °C el valor de  $t_{ref}$  [7].

#### 6.6.2. Incertidumbre expandida

La incertidumbre combinada de medición para el sistema patrón está dada por la ecuación (8).

$$u^2 H_{bh} = \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m'_h}\right)^2 u^2 m'_h + \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m'_R}\right)^2 u^2 m'_R + \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m'_s}\right)^2 u^2 m'_s + 2 \cdot \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m'_R}\right) \left(\frac{\partial H_{bh}}{\partial m'_s}\right) r(m'_R m'_s) \quad (8)$$

Donde las incertidumbres típicas en la determinación de  $m'_h$ ,  $m'_s$  y  $m'_sR$  están dadas por las ecuaciones (9), (10) y (11).

$$u^2 m'_h = u^2(\delta m'_{h,calib}) + u^2(\delta m'_{h,res}) + u^2(\delta m'_{h,exc}) + u^2(\delta m'_{h,amb}) \quad (9)$$

$$u^2 m'_R = u^2(\delta m'_{R,calib}) + u^2(\delta m'_{R,res}) + u^2(\delta m'_{R,exc}) \quad (10)$$

$$u^2 m'_s = u^2(\delta m'_{s,calib}) + u^2(\delta m'_{s,res}) + u^2(\delta m'_{s,exc}) + u^2(\delta m'_{s,grad}) + u^2(\delta m'_{s,tam}) + u^2(\delta m'_{s,mas}) + u^2(\delta m'_{s,sec}) + u^2(\delta m'_{s,amb}) \quad (11)$$

Los términos de las ecuaciones (9) a (11), así como las fuentes de incertidumbre correspondientes al IBC se describen en la Tabla 3.

**Tabla 3:** Presupuesto de incertidumbre de medición.

Fuente de Incertidumbre	Símbolo	Tipo	Distribución	Incertidumbre	Factor	Coefficiente de sensibilidad
<b>Incertidumbre en la determinación de Masas</b>						
<b>Incertidumbre de medición para <math>m'_h</math></b>						
Calibración de la balanza	$\delta m'_{h,calib}$	B	*N	Incertidumbre estándar del certificado	2	1

GUÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE CONTENIDO DE HUMEDAD EN GRANOS Y CEREALES

Fuente de Incertidumbre	Símbolo	Tipo	Distribución	Incertidumbre	Factor	Coefficiente de sensibilidad
Resolución de la balanza	$\delta m'_{h,res}$	B	**R	Resolución dividida entre 2	$\sqrt{3}$	1
Excentricidad de la balanza	$\delta m'_{h,exc}$	B	R	Excentricidad reportada en certificado dividida entre 2	$\sqrt{3}$	1
Interacción con el ambiente	$\delta m'_{h,amb}$	B	R	Máxima diferencia de masa húmeda medida entre la muestra $A_x$ y la muestra testigo (Figura 1)	$\sqrt{3}$	1
<b>Incertidumbre de medición para <math>m'_R</math></b>						
Calibración de la balanza	$\delta m'_{R,calib}$	B	N	Incertidumbre estándar del certificado	2	1
Resolución de la balanza	$\delta m'_{R,res}$	B	R	Resolución dividida entre 2	$\sqrt{3}$	1
Excentricidad de la balanza	$\delta m'_{R,exc}$	B	R	Excentricidad reportada en certificado dividida entre 2	$\sqrt{3}$	1
<b>Incertidumbre de medición para <math>m'_s</math></b>						
Calibración de la balanza	$\delta m'_{s,calib}$	B	N	Incertidumbre estándar del certificado	2	1
Resolución de la balanza	$\delta m'_{s,res}$	B	R	Resolución dividida entre 2	$\sqrt{3}$	1
Excentricidad de la balanza	$\delta m'_{s,exc}$	B	R	Excentricidad reportada en certificado dividida entre 2	$\sqrt{3}$	1
Gradiente de temperatura	$\delta m'_{s,grad}$	B	R	Máxima diferencia de masa seca debido a gradientes de temperatura en el horno de secado.	$\sqrt{3}$	1
Tamaño de partícula	$\delta m'_{s,tam}$	B	R	Máxima diferencia de masa seca debido al tamaño de partículas	$\sqrt{3}$	1

GUÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE CONTENIDO DE HUMEDAD EN GRANOS Y CEREALES

Fuente de Incertidumbre	Símbolo	Tipo	Distribución	Incertidumbre	Factor	Coefficiente de sensibilidad
				molidas.		
Tamaño de masa	$\delta m'_{s,mas}$	B	R	Ecuación (6)	$\sqrt{3}$	1
Tiempo de secado	$\delta m'_{s,sec}$	B	R	Máxima diferencia de masa seca debido a tiempos distintos de secado.	$\sqrt{3}$	1
Interacción con el ambiente	$\delta m'_{s,amb}$	B	R	Máxima diferencia de masa seca medida entre la muestra $A_x$ y la muestra testigo (Figura 1)	$\sqrt{3}$	1
<b>Incertidumbre en la determinación del Contenido de Humedad Patrón</b>						
Masa del recipiente ( $m'_R$ )	$\delta \% H_{bh,m'R}$	B	R	Ecuación (10)	$\sqrt{3}$	$\frac{100}{m'_h}$
Masa húmeda de la muestra ( $m'_h$ )	$\delta \% H_{bh,m'h}$	B	R	Ecuación (9)	$\sqrt{3}$	$\frac{m'_s - m'_R}{(m'_h)^2} \times 100$
Masa seca corregida ( $m'_s$ )	$\delta \% H_{bh,m's}$	B	R	Ecuación (11)	$\sqrt{3}$	$-\frac{100}{m'_h}$
<b>Incertidumbre de la Corrección a la Indicación del IBC</b>						
Resolución del IBC	$\delta \% H_{bh,IBC,res}$	B	R	Resolución dividida entre 2	$\sqrt{3}$	-1
Repetibilidad del IBC	$\delta \% H_{bh,IBC,rep}$	A	N	Desviación estándar de las indicaciones del IBC	$\sqrt{n}$	-1
No homogeneidad de la muestra	$\delta \% H_{bh,IBC,hom}$	B	R	Máxima diferencia en contenido de humedad medido por Inhomogeneidad en la muestra	$\sqrt{3}$	-1
Impurezas	$\delta \% H_{bh,IBC,imp}$	B	R	Máxima diferencia en contenido de humedad medido en la muestra sin limpiar.	$\sqrt{3}$	-1
Temperatura del grano	$\delta \% H_{bh,IBC,tem}$	B	R	Máxima diferencia en contenido de humedad	$\sqrt{3}$	-1

Fuente de Incertidumbre	Símbolo	Tipo	Distribución	Incertidumbre	Factor	Coefficiente de sensibilidad
				medido a $t$ mayor o igual a 10 °C de $t_{ref}$ .		

\*N: Distribución normal

\*\* R: Distribución uniforme

La incertidumbre expandida puede estimarse según la ecuación (12).

$$U = k \cdot u_c(\%) \quad (12)$$

Donde  $k$  es el factor de cobertura, el cual debe estimarse considerando los grados efectivos de libertad de acuerdo al Anexo G del documento JCGM 100:2008 [6].

## 6.7. Presentación de los resultados

El certificado o informe de calibración debe cumplir con los requisitos indicados en ISO/IEC 17025. Los resultados se deben presentar de manera exacta, clara, inequívoca y objetiva. Se debe incluir toda información necesaria para la interpretación de los resultados de medición y una descripción del método utilizado [8].

El certificado o informe de calibración adicionalmente debe contener:

- **Descripción del medidor de contenido de humedad**

Describir el tipo de medidor calibrado, y, cuando sea pertinente, la aplicación específica hacia la cual está orientado el uso del equipo (ejemplo: Medición de café liofilizado, Medición de cacao deshidratado, etc.)

- **Descripción del método de calibración**

Describir el método de calibración, el tipo de horno, tiempo y temperaturas empleadas en los distintos procesos de secado, al igual que el tipo de muestra con la cual se realizaron las mediciones. Así mismo se debe especificar la masa de las muestras empleadas.

## 7. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BIPM, *JCGM 200:2012 Vocabulario Internacional de Metrología - Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM)*, 3 ed., 2012.
- [2] D. G. Lee, «A New Generation of Grain Moisture Meters,» *Weights and Measures Connection*, vol. 3, nº 1, pp. 1-5, 2012.
- [3] INTERNATIONAL ORGANIZATION OF LEGAL METROLOGY, *OIML R59 Moisture Meters for Cereal Grain and Oilseeds*, 2016.
- [4] E. Martines López y L. Lira Cortés, «Establecimiento del patrón de medición para contenido de humedad en sólidos,» *Simposio de Metrología*, 2014.
- [5] E. Martines Lopez y L. Lira Cortes, «Evaluación de la Incertidumbre de Algunos Factores de Influencia en la Determinación del Contenido de Humedad en Granos,» *Simposio de Metrología*, 2008.
- [6] JCGM 100:2008, Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement: GUM 1995 with minor corrections, First ed., BIPM, 1995.
- [7] INTERNATIONAL ORGANIZATION OF LEGAL METROLOGY, *INTERNATIONAL RECOMMENDATION OIML R 59-2: Moisture meters for cereal grains and oilseeds Part 2.*, 2016, pp. 15-16.
- [8] ISO/IEC, NTC 17025:2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo, 2017.

## ANEXO 1. CALIBRACIÓN DE UN MEDIDOR DE CONTENIDO DE HUMEDAD EN BASE HÚMEDA A 11%

Se requiere hacer la calibración de un medidor de contenido de humedad de tipo capacitivo (medición directa) con dispositivo indicador de tipo digital a un valor de 11% de contenido de humedad en base húmeda.

Para la determinación del contenido de humedad de referencia se empleó el método gravimétrico realizando la medición de  $%H_{bh}$  de una muestra de grano tipo maíz blanco. La información preliminar del proceso de calibración se cita a continuación:

- ✓ Tipo de grano: Maíz Blanco
- ✓ Tiempo de secado: 3 horas
- ✓ Temperatura de secado: 130 °C
- ✓ Tipo de horno empleado en el secado: Horno de convección forzada.

Se realizaron nueve mediciones con el IBC obteniendo los siguientes resultados:

**Tabla A 1:** Registros de medición.

n	$%H_{bh}$
1	11.32
2	11.34
3	11.31
4	11.34
5	11.33
6	11.32
7	11.33
8	11.34
9	11.35
<b>Promedio</b>	<b>11.33</b>
<b>Desviación estándar</b>	<b>0.01</b>

El certificado de calibración de la balanza patrón contiene la siguiente información:

**Tabla A 2:** Datos del certificado de calibración de la balanza patrón.

Masa, g	Corrección, g	Factor de Cobertura	Incertidumbre de medición, g
500.000	0.012	2.0	0.001

Adicionalmente el certificado de calibración cita que la balanza presenta un valor de no linealidad de 0.000231 g.

El contenido de humedad patrón se determina a través del promedio de 4 ciclos de medición realizados con 4 muestras ( $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$  y  $A_4$ ) con masa húmeda nominal de 8 g cada una extraídas de una muestra principal de 2 kg de grano. Los resultados obtenidos para las mediciones de masa húmeda corregida ( $m'_h$ ) se presentan en la Tabla A 3.

**Tabla A 3:** Resultados de medición de masa húmeda corregida en los 4 recipientes.

n	$m'_{h1}$	$m'_{h2}$	$m'_{h3}$	$m'_{h4}$
1	8.095	8.016	7.989	8.070
2	7.977	7.953	8.035	8.040
3	7.995	8.056	7.965	8.057
4	8.095	8.078	7.977	7.968
5	8.036	8.040	8.091	7.994
<b>Promedio</b>	8.0396	8.0286	8.0114	8.0258
<b>Desviación std.</b>	0.0549	0.0479	0.0518	0.0432

Los resultados obtenidos para las mediciones de masa seca corregida ( $m'_s$ ) más la masa del recipiente ( $m'_R$ ) se presentan en la Tabla A 4.

**Tabla A 4:** Resultados de medición de masa húmeda corregida en los 4 recipientes.

n	$m'_{s1}$	$m'_{s2}$	$m'_{s3}$	$m'_{s4}$
1	39.917	39.786	39.530	39.852
2	39.807	39.725	39.566	39.847
3	39.833	39.826	39.513	39.872
4	39.925	39.849	39.528	39.797
5	39.868	39.811	39.623	39.815
<b>Promedio</b>	39.87	39.7994	39.552	39.8366
<b>Desviación std.</b>	0.0514	0.0475	0.0442	0.0301

La masa de los recipientes empleados fueron: 32.746 g para la muestra  $A_1$ , 32.695 g para la muestra  $A_2$ , 32.478 g para la muestra  $A_3$  y 32.731 g para la muestra  $A_4$ .

Los resultados obtenidos luego de aplicar la ecuación (4) a las diferentes mediciones de  $m'_s$ ,  $m'_R$  y  $m'_h$  se presentan en la Tabla A 5.

**Tabla A 5:** Contenido de humedad patrón determinado con 4 muestras separadas.

n	% $H_{bh,A1}$	% $H_{bh,A2}$	% $H_{bh,A3}$	% $H_{bh,A4}$
1	11.4210	11.5357	11.7264	11.7514
2	11.4856	11.6003	11.7910	11.4856
3	11.3621	11.4768	11.6676	11.3621
4	11.3191	11.4338	11.6245	11.3191
5	11.3778	11.4925	11.6832	11.3778
<b>Promedio</b>	11.3931	11.5078	11.6986	11.4592
<b>Desviación std.</b>	0.0633	0.0633	0.0633	0.1745

Los valores del IBC se toman del promedio de lecturas de la Tabla A 1. La corrección del IBC se calcula a partir de la ecuación (3):

$$C = \%H_{bh,P} - \%H_{bh,IBC} = 11.5147 \% - 11.33 \% = 0.18 \%$$

La incertidumbre por calibración de la balanza patrón se toma del certificado de calibración en la Tabla A 2.

$$u(\delta m'_{h,calib}) = u(\delta m'_{R,calib}) = u(\delta m'_{s,calib}) = 0.001 \text{ g}$$

La resolución de la balanza patrón es 0.0002 g por tanto su aporte al cálculo de la incertidumbre del es de 0.0001 g de acuerdo con la Tabla 3

$$u(\delta m'_{h,res}) = u(\delta m'_{R,res}) = u(\delta m'_{s,res}) = 0.0001 \text{ g}$$

La incertidumbre por excentricidad de la balanza patrón reportada en el certificado de calibración es de 0.0008 g por lo que la contribución a la incertidumbre del cálculo de las masas es de 0.0004 g de acuerdo con la Tabla 3.

$$u(\delta m'_{h,exc}) = u(\delta m'_{R,exc}) = u(\delta m'_{s,exc}) = 0.0004 \text{ g}$$

La incertidumbre debida a la interacción del medio ambiente con la muestra de masa  $m'_h$  y  $m'_s$  se estimó en 0.0012 g para  $m'_h$  y 0.011 g para  $m'_s$ , por lo que la contribución a la incertidumbre del cálculo de las masas es de 0.0006 g y 0.0057 g respectivamente de acuerdo con la Tabla 3.

$$u(\delta m'_{h,amb}) = 0.0006 \text{ g} ; u(\delta m'_{s,amb}) = 0.0057 \text{ g}$$

La incertidumbre debida a los gradientes de temperatura en el horno de secado se estimó en  $0.0009$  g por lo que la contribución a la incertidumbre del cálculo de masa seca es de  $0.0005$  g de acuerdo con la Tabla 3.

$$u(\delta m'_{s,grad}) = 0.0005 \text{ g}$$

La incertidumbre debida al tamaño de partícula se estimó en  $0.022$  g por lo que la contribución a la incertidumbre del cálculo de masa seca es de  $0.011$  g de acuerdo con la Tabla 3.

$$u(\delta m'_{s,tam}) = 0.011 \text{ g}$$

La incertidumbre debida al tamaño de masa de la muestra se estimó en  $0.020$  g por lo que la contribución a la incertidumbre del cálculo de masa seca es de  $0.010$  g de acuerdo con la Tabla 3.

$$u(\delta m'_{s,mas}) = 0.010 \text{ g}$$

La incertidumbre debida al tiempo de secado de las muestras se estimó en  $0.016$  g por lo que la contribución a la incertidumbre del cálculo de masa seca es de  $0.008$  g de acuerdo con la Tabla 3.

$$u(\delta m'_{s,sec}) = 0.008 \text{ g}$$

La resolución del IBC es  $0.01$  % por lo que la contribución a la incertidumbre es de  $0.005$  % de acuerdo con la Tabla 3

$$u(\delta \% H_{bh,IBC,res}) = 0.005 \%$$

La incertidumbre por repetibilidad del IBC se toma como la desviación estándar de la Tabla A 1.

$$u(\delta \% H_{bh,IBC,rep}) = 0.01 \%$$

Las variaciones por falta de uniformidad de la muestra, presencia de impurezas y temperatura de grano se estimaron de acuerdo a lo citado en el apartado 6.6.1.2. Se obtuvieron valores de  $0.04$  %,  $0.05$  % y  $0.04$  % respectivamente.

$$u(\delta \% H_{bh,IBC,hom}) = 0.04 \%$$

$$u(\delta \% H_{bh,IBC,imp}) = 0.05 \%$$

$$u(\delta \% H_{bh,IBC,temp}) = 0.04 \%$$

La Tabla A 6 muestra las componentes de incertidumbre en la medición de las masas  $m'_s$ ,  $m'_R$  y  $m'_h$ .

**Tabla A 6:** Ejemplo de presupuesto de incertidumbre de medición para determinación de las masas  $m'_s$ ,  $m'_R$  y  $m'_h$ .

Fuente de incertidumbre	Incertidumbre		Factor	Incertidumbre estándar		Coeficiente de sensibilidad		Contribución		
<b>Estimación de Incertidumbre para <math>m'_h</math></b>										
Calibración de la balanza	0.001	g	2.00	0.0005	g	1	-	0.0005	g	
Resolución de la balanza	0.0001	g	1.73	5.77E-05	g	1	-	5.77E-05	g	
Excentricidad de la balanza	0.0004	g	1.73	0.0002	g	1	-	0.0002	g	
Interacción con el ambiente	0.0006	g	1.73	0.00035	g	1	-	0.00035	g	
<b>Estimación de Incertidumbre para <math>m'_R</math></b>										
Calibración de la balanza	0.001	g	2.00	0.0005	g	1	-	0.0005	g	
Resolución de la balanza	0.0001	g	1.73	5.77E-05	G	1	-	5.77E-05	g	
Excentricidad de la balanza	0.0004	g	1.73	0.0002	g	1	-	0.0002	g	
<b>Estimación de Incertidumbre para <math>m'_s</math></b>										
Calibración de la balanza	0.001	g	2.00	0.0005	g	1	-	0.0005	g	
Resolución de la balanza	0.0001	g	1.73	5.77E-05	g	1	-	5.77E-05	g	
Excentricidad de la balanza	0.0004	g	1.73	0.0002	g	1	-	0.0002	g	
Gradiente de temperatura	0.0005	g	1.73	0.0003	g	1	-	0.0003	g	
Tamaño de partícula	0.011	g	1.73	0.006	g	1	-	0.006	g	
Tamaño de masa	0.010	g	1.73	0.006	g	1	-	0.006	g	
Tiempo de secado	0.008	g	1.73	0.0047	g	1	-	0.0047	g	
Interacción con el ambiente	0.0057	g	1.73	0.0033	g	1	-	0.0033	g	

La incertidumbre combinada se obtiene a partir de las ecuaciones (9), (10) y (11) para  $m'_h$ ,  $m'_R$  y  $m'_s$  respectivamente.

$$u(m'_h) = 0.00065 \text{ g}$$

$$u(m'_R) = 0.00055 \text{ g}$$

$$u(m'_s) = 0.01032 \text{ g}$$

La Tabla A 7 muestra las componentes de incertidumbre en la determinación del contenido de Humedad Patrón.

**Tabla A 7:** Ejemplo de presupuesto de incertidumbre de medición para la determinación del contenido de humedad patrón.

Fuente de incertidumbre	Incertidumbre		Factor	Incertidumbre estándar		Coeficiente de sensibilidad		Contribución	
Determinación de $m'_h$	0.0013	g	1.97	6.54.E-04	g	19.88	$g^{-1}$	0.013	-
Determinación de $m'_R$	0.0011	g	1.97	5.54.E-04	g	17.61	$g^{-1}$	0.010	-
Determinación de $m'_s$	0.0203	g	1.96	1.03.E-02	g	-19.88	$g^{-1}$	-0.205	-

La incertidumbre combinada se obtiene a partir de la ecuación (8).

$$u(\%H_{bh,P}) = 0.206 \%$$

La Tabla A 8 muestra las componentes de incertidumbre en la determinación de la corrección a la indicación del IBC.

**Tabla A 8:** Ejemplo de presupuesto de incertidumbre de medición para la determinación de la corrección a la indicación del IBC.

Fuente de incertidumbre	Incertidumbre		Factor	Incertidumbre estándar		Coeficiente de sensibilidad		Contribución	
Resolución del IBC	0.005	%	1.73	0.003	%	-1	%	- 0.003	%
Repetibilidad del IBC	0.01	%	3	0.003	%	-1	%	- 0.003	%
Falta de uniformidad de la muestra	0.04	%	1.73	0.023	%	-1	%	- 0.023	%
Impurezas	0.05	%	1.73	0.029	%	-1	%	- 0.029	%
Temperatura del grano	0.04	%	1.73	0.023	%	-1	%	- 0.023	%
Contenido de humedad patrón	0.404	%	1.96	0.206	%	1	%	0.206	%

La incertidumbre combinada se obtiene aplicando la ley de propagación de incertidumbre a la ecuación (3), es decir que se debe determinar según la ecuación (13).

$$u^2 C = u^2(\delta\%H_{bh,P}) + u^2(\delta\%H_{bh,IBC}) \quad (13)$$

Realizando el cálculo se obtiene la incertidumbre combinada.

$$u(C) = 0.206 \%$$

La incertidumbre expandida se obtiene a partir de la ecuación (12).

$$U = 1.96 \cdot 0.206 \% = 0.413 \%$$

Los resultados se pueden presentar como ilustra la Tabla A 9.

**Tabla A 9:** Resultado de calibración.

Contenido de Humedad, %	Corrección, %	<i>k</i>	Incertidumbre de medición, %
11.51	0.18	2.0	0.42



**MINISTERIO DE COMERCIO,  
INDUSTRIA Y TURISMO**

**Subdirección de  
METROLOGÍA FÍSICA**

## **GUÍA PARA LA DETERMINACIÓN DE CONTENIDO DE HUMEDAD EN GRANOS Y CEREALES**

ISBN e-Book: 978-958-53805-2-3

### **Instituto Nacional de Metrología de Colombia - INM**

Subdirección de Metrología Física  
Red Colombiana de Metrología  
Av. Cra 50 No 26-55 Int. 2 CAN - Bogotá, D.C. Colombia  
Conmutador: (57 601) 254 22 22  
E-mail: [contacto@inm.gov.co](mailto:contacto@inm.gov.co)  
[www.inm.gov.co](http://www.inm.gov.co)

### **Organismo Nacional de Acreditación de Colombia - ONAC**

Av. Calle 26 # 57 – 83, Torre 8, Oficina 1001 - Bogotá, D.C. Colombia  
PBX: (57 601) 742 7592  
E-mail: [onac@onac.org.co](mailto:onac@onac.org.co)  
[www.onac.org.co](http://www.onac.org.co)

