



Instalación correcta
Manejo sin errores
Medición rápida
Resultados precisos

Procedimientos
Generalidades

Determinación de la humedad mediante el analizador halógeno de humedad

METTLER TOLEDO

Contenido

1. Introducción	3
2. Estructura y contenido	4
3. Determinación de la humedad con el analizador halógeno de humedad	
3.1. Principio de medición	5
3.2. Instalación	8
3.2.1. Emplazamiento del analizador de humedad	8
3.2.2. Puesta en marcha	11
3.2.3. Uso rutinario	13
3.2.4. Manipulación de muestras	14
3.3. Desarrollo del método y muestras especiales	18
3.3.1. Desarrollo del método	19
3.3.2. Muestras especiales	25
3.4. Validación de un método	30
3.5. Ejemplos de aplicación	32
4. Comparación de tecnologías de métodos de medida típicos para la determinación de la humedad	36
5. Términos técnicos	38
6. Índice alfabético	42
7. Bibliografía	44

1. Introducción

La humedad influye en la elaboración, durabilidad, aplicabilidad y calidad de muchos productos, como sustancias farmacéuticas, plásticos o alimentos. Por esta razón, es especialmente importante conocer y controlar el contenido de humedad. La mayoría de las sustancias tienen un contenido de humedad óptimo para poder elaborarlas de la mejor manera posible y alcanzar la máxima calidad. El contenido de humedad es también un factor que determina el precio y, para algunos productos, existe una legislación que regula la cantidad de humedad máxima permitida (p. ej., la Ordenanza sobre productos alimenticios de Suiza).

Para el comercio y la industria, esto se traduce en la necesidad de determinar el contenido de humedad. La determinación de la humedad debe realizarse con fiabilidad y rapidez, de forma que sea posible intervenir inmediatamente en el proceso de producción para evitar interrupciones en éste. Un método rápido y preciso de determinación de la humedad es la medición termogravimétrica mediante el analizador halógeno de humedad: la muestra se pesa y se calienta con radiación infrarroja (lámpara halógena). La pérdida de peso se registra continuamente y el secado finaliza cuando se cumple un criterio definido. El contenido de humedad se calcula automáticamente a partir de la diferencia de peso (ver también 3.1 "Principio de medición").

En una medición termogravimétrica, la pérdida de masa no puede atribuirse selectivamente sólo a la pérdida de agua porque durante el calentamiento pueden evaporarse también otras sustancias además del agua. Por tanto, en los métodos termogravimétricos se habla de contenido de humedad (ver 5. "Términos técnicos").

2. Estructura y contenido de este folleto

Esta guía tiene por objeto familiarizarle con la determinación de la humedad mediante el analizador halógeno de humedad. Contiene indicaciones a los puntos esenciales que deben tenerse en cuenta a la hora de utilizar este instrumento y ayuda a realizar una determinación rápida, fiable y cómoda del contenido de humedad.

Además de información sobre la instalación, el emplazamiento, la conservación y la manipulación de las muestras, el folleto describe la forma de encontrar los ajustes óptimos para cada muestra (3.3.1 "Desarrollo del método") a fin de poder trazar de forma rápida y sencilla con el analizador halógeno de humedad los valores de medición de humedad determinados mediante un método de referencia (p. ej., estufa de desecación). Asimismo encontrará consejos útiles sobre cómo conseguir resultados extraordinarios con muestras especiales como, p. ej., líquidos o sustancias formadoras de películas.

La guía se completa con indicaciones sobre la validación de los métodos, algunos ejemplos de aplicación y una breve comparación de diferentes tecnologías que permiten determinar la humedad de las sustancias.

3. Determinación de la humedad con el analizador halógeno de humedad

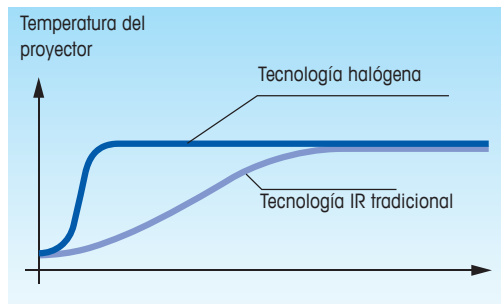
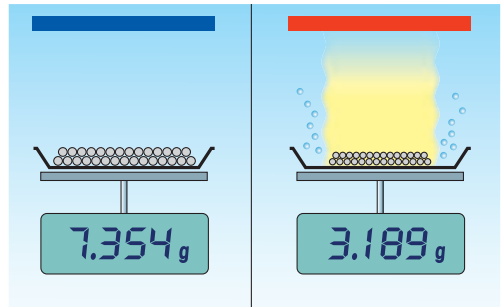
3.1. Principio de medición

A continuación, se describe el funcionamiento exacto de la determinación de humedad mediante el analizador halógeno de humedad. Engloba básicamente el método del secado (calentamiento de la muestra mediante radiación de calor) y el principio del criterio de desconexión.

El analizador halógeno de humedad

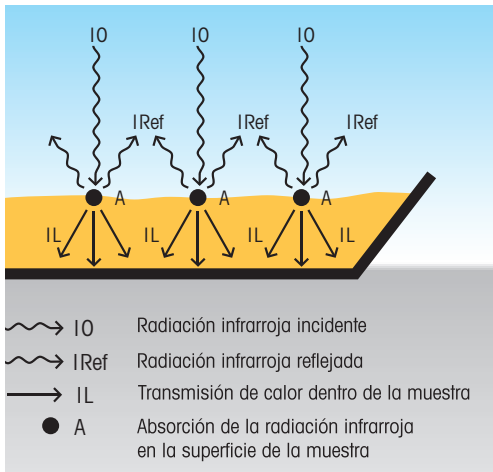
El analizador halógeno de humedad funciona según el principio termogravimétrico, es decir, registra el peso inicial de la muestra y una lámpara halógena seca la muestra mientras una balanza integrada mide continuamente su peso. La pérdida de peso total se interpreta como contenido de humedad.

El secado mediante la lámpara halógena es una evolución del método de secado por infrarrojos. El elemento calefactor se compone de un tubo de vidrio lleno de gas halógeno, razón por la cual la masa de la lámpara halógena es muy pequeña comparada con la de un proyector infrarrojo convencional. Esto permite alcanzar en poco tiempo la potencia calorífica máxima y favorece una capacidad de regulación extraordinaria. Junto con el reflector chapado en oro, se garantiza una distribución uniforme óptima de la radiación de calor en toda la superficie de la muestra. Uno de los requisitos para obtener resultados de medición repetibles.

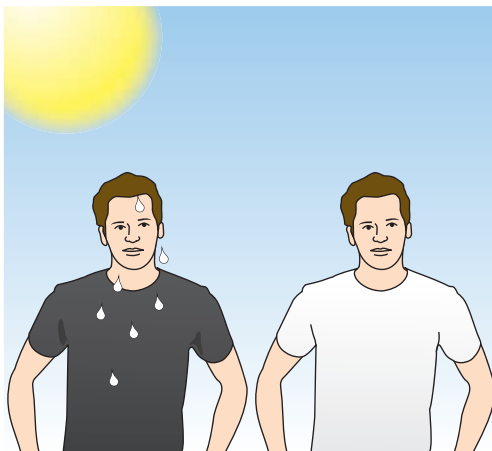


El proceso de secado

A diferencia de la estufa de desecación tradicional, en la que la muestra se calienta por convección y se seca durante un periodo largo, la muestra absorbe en el analizador halógeno de humedad la radiación infrarroja (radiación de calor) de la lámpara halógena. Como resultado, la muestra se calienta muy rápidamente.



Las propiedades de absorción de cada sustancia son diferentes y dependen principalmente del color y del material. Por tanto, compruebe que la muestra sea homogénea y tenga una granulación uniforme. Las superficies lisas y claras suelen reflejar más radiación infrarroja; se absorbe menos energía y la muestra no se calienta tanto. Por tanto, las propiedades de absorción de la muestra influyen en la temperatura efectiva de ésta.

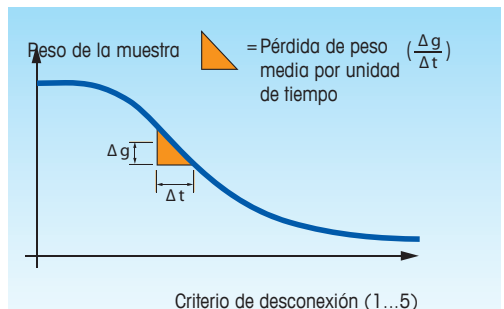


Todos conocemos este efecto de absorción: si nos exponemos al sol con una camiseta negra, tendremos mucho más calor que con una camiseta blanca. En consecuencia, elija una temperatura ligeramente más baja para una muestra oscura que para una sustancia clara.

El criterio de desconexión

El criterio de desconexión (AK) determina cuándo finaliza automáticamente la medición con el analizador halógeno de humedad y se visualiza el resultado. El analizador halógeno de humedad permite elegir entre dos tipos de criterios de desconexión: una desconexión controlada por tiempo o la pérdida de peso por unidad de tiempo. La balanza integrada determina continuamente la pérdida de peso de la muestra durante el secado. Si no se ha alcanzado la pérdida de peso (Δg) en un tiempo determinado (Δt), el secado finaliza con un grado de secado constante y se visualiza el resultado. Puede elegirse entre 5 criterios de desconexión predefinidos. El analizador halógeno de humedad HR83 ofrece además otro criterio que permite elegir libremente el tiempo y peso: el criterio de desconexión libre.

- AK 1 (1 mg/10 s): adecuado para mediciones de tendencia rápidas
- AK 2 (1 mg/20 s): nivel intermedio
- AK 3 (1 mg/50 s): ajuste estándar, adecuado para la mayoría de tipos de muestra
- AK 4 (1 mg/90 s): nivel intermedio
- AK 5 (1 mg/140 s): adecuado para muestras de secado lento con un contenido de humedad bajo (p. ej., plásticos)

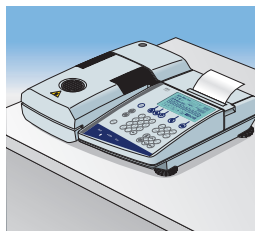


La selección del criterio de desconexión influye en la duración y exactitud de la medición. El tiempo de secado más corto se da con la selección de AK 1, aunque a menudo el secado no es completo y se reduce la repetibilidad. Mediante la selección del criterio de desconexión se optimiza la brevedad de la medición en relación con la exactitud exigida al resultado de medición.

3.2. Instalación

3.2.1. Emplazamiento del analizador halógeno de humedad

Puesto que la medición de humedad con el analizador de humedad se basa en un pesaje de alta precisión, la exactitud y repetibilidad de los resultados de humedad está estrechamente vinculada con el emplazamiento del instrumento. Respete los siguientes puntos para que su analizador de humedad pueda trabajar en las mejores condiciones posibles:



Mesa de pesaje

- Estable (mesa de laboratorio, mueble de laboratorio, mesa de piedra)
La mesa de pesaje no debe ceder al apoyarse ni transmitir vibraciones.

Consejo: el adaptador de vibraciones permite adaptar el instrumento a las condiciones ambientales del emplazamiento. Sitúe, p. ej., el adaptador de vibraciones en un valor alto para un uso en condiciones inestables.

Menu 3
VIBRA HIGH

- Antimagnética (sin placa de acero)
- Fijación única

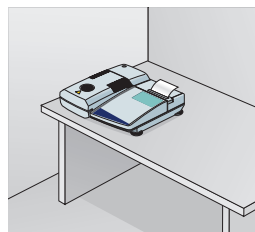
La mesa debe estar apoyada en el suelo o fijarse a la pared, pero no ambas cosas al mismo tiempo, ya que se transmitirían vibraciones desde los dos lados.

La mesa de pesaje ha de tener estabilidad suficiente como para no modificar la indicación del peso si alguien se apoya en la mesa o accede al puesto de trabajo.

Zona de trabajo

- Baja en vibraciones
- Libre de corrientes de aire

Sitúe la mesa en un rincón de la sala. Es la zona con menos vibraciones de los edificios.

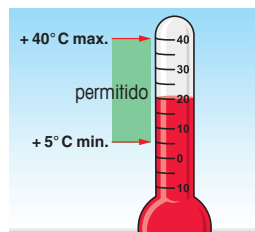


Espacio libre

- Dejar suficiente espacio libre alrededor del instrumento para evitar que se acumule el calor y se sobrecaliente (aprox. 1 m de espacio libre por encima del analizador de humedad).
- Distancia suficiente respecto a materiales inflamables.
- Dejar suficiente espacio libre respecto a otros instrumentos de medida sensibles.

Temperatura

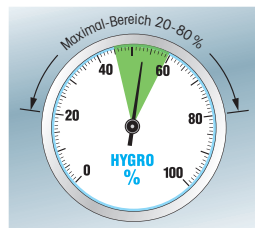
- Procure mantener una temperatura ambiente constante.
¡Los resultados del pesaje dependen de la temperatura!
- Aleje el analizador de humedad de radiadores o ventanas (radiación de calor).

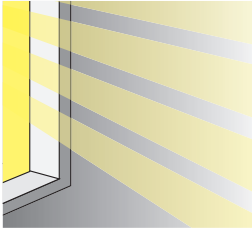


Humedad relativa

- La humedad relativa del aire (%rF) idónea está entre 45 y 60%.
No debe superarse ni alcanzarse el rango de medida de 20 a 80% rF.

Algunas muestras son muy higroscópicas, es decir, absorben la humedad del aire ambiental. Por consiguiente, procure mantener constante la humedad relativa del aire para conseguir una buena repetibilidad de los resultados.

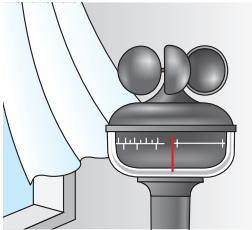




Luz

- Sitúe el analizador de humedad junto a una pared sin ventanas.
La radiación solar directa (= calor) influye en el resultado del pesaje.

Indicación: una refrigeración activa aísla eficazmente la célula de pesada del calor emitido por el proyector halógeno que calienta el espacio para la muestra. Por el contrario, la célula de pesada no está protegida contra la radiación de calor en los laterales y, por tanto, la radiación solar directa puede influir en el resultado del pesaje.



Corrientes de aire

- Aleje el analizador de humedad de las corrientes de aire de instalaciones de aire acondicionado o aparatos con ventiladores, como ordenadores o equipos de laboratorio grandes.
- Sitúe el analizador de humedad a suficiente distancia de radiadores de calefacción. Además de la radiación térmica, las fuertes corrientes de aire que se generan son también factores perturbadores.
- No sitúe el instrumento junto a una puerta.
- Evite lugares muy transitados (corrientes de aire).
- Las ventanas deben estar cerradas para evitar corrientes de aire.

3.2.2. Puesta en marcha

Los analizadores halógenos de humedad son instrumentos de medida de alta precisión. Si se respetan los siguientes consejos, se sentarán las bases para conseguir resultados fiables.

Conexión

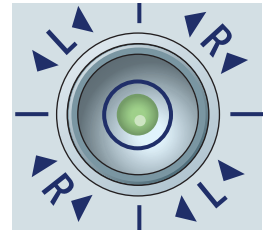
- No desenchufe el analizador de humedad de la red eléctrica, de modo que se establezca un equilibrio térmico en el instrumento.
- Para desconectar el instrumento, accione el botón de encendido/apagado. El analizador de humedad pasará a modo de espera y la electrónica continuará recibiendo corriente.



Consejo: la primera vez que se enchufe a la red eléctrica, recomendamos un tiempo de aclimatación de por lo menos 30 minutos.

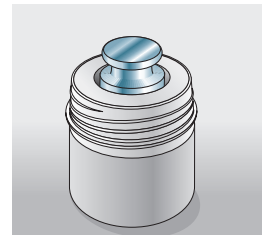
Nivelado

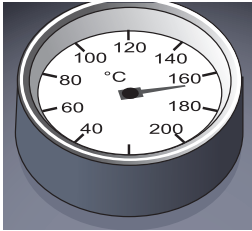
- Nivele el analizador de humedad.
Para un nivelado exacto, el instrumento dispone de tornillos niveladores y un control de nivelado (burbuja). Si la burbuja está en el centro, significa que el instrumento está en posición horizontal.
- Compruebe la estabilidad del instrumento.



Ajuste

- Ajuste periódicamente la balanza y el módulo calefactor, sobre todo,
 - si el analizador de humedad se pone en marcha por primera vez,
 - después de cambiar de emplazamiento,
 - después de cambios importantes de la temperatura ambiente,
 - después del nivelado (sólo balanza).





- Ajuste el instrumento en condiciones de trabajo.
- La frecuencia de los ajustes depende de los requisitos de calidad y los riesgos de seguridad.

Indicación: el analizador de humedad ha de ajustarse siempre en frío después del tiempo de aclimatación (instrumento y kit de ajuste de temperatura), p. ej., por la mañana, antes de efectuar la primera medición. De esta forma, se asegura que el instrumento se ajustará siempre en las mismas condiciones.

Consejo: utilice pesas y termómetros con certificado de calibración. Solamente así, se garantiza la trazabilidad de los medios de comprobación.



IPac Moisture

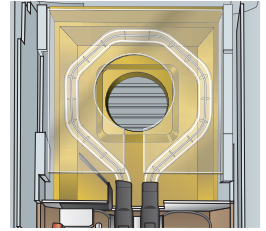
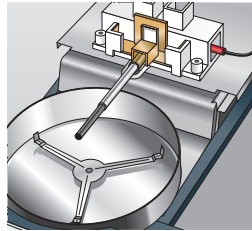
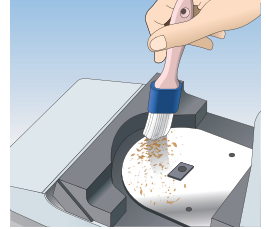
El personal del servicio técnico de METTLER TOLEDO le asesora con IPac Moisture en la instalación, cualificación y configuración óptima de los instrumentos. IPac Moisture incluye un certificado de calibración, la familiarización del usuario y la definición de las pruebas de rutina, garantizando de este modo, la aplicación inmediata del analizador de humedad y un uso rutinario seguro.

3.2.3. Uso rutinario

Para conseguir resultados de medición precisos deben respetarse las siguientes indicaciones relativas a la conservación, los intervalos de calibración y el mantenimiento:

Conservación del analizador de humedad

- Mantenga limpio el espacio para los platos de muestras (p. ej., con un pincel).
- Limpie el sensor de temperatura y el vidrio protector del módulo calefactor si están sucios (ver instrucciones de manejo para más detalles).
- Utilice un detergente suave (p. ej., limpiacristales) para limpiar el instrumento y el espacio para los platos de muestras.
- Cambie el reflector del proyector halógeno si la capa reflectora está dañada.



Intervalos de calibración y mantenimiento

- Mediante una calibración periódica (pruebas) y, en su caso, el ajuste del módulo calefactor se asegura una potencia calorífica constante y reproducible a lo largo de la vida útil del instrumento. Asimismo, podrán compararse los resultados con los de otros instrumentos del mismo tipo. Por esta razón, recomendamos definir intervalos de comprobación para la unidad de pesaje y el módulo calefactor (en función del riesgo).
- Un mantenimiento anual a cargo del servicio de mantenimiento de METTLER TOLEDO asegura la calidad, exactitud de medición y conservación del valor del analizador halógeno de humedad.

Consejo: el analizador halógeno de humedad HR83 permite elegir libremente la temperatura de la prueba entre 50 °C y 180 °C. De este modo, puede comprobarse la potencia calorífica a tenor de la temperatura de secado específica (p. ej., 130 °C).



www.mt.com/smartcal

3.2.4. Manipulación de muestras



Indicaciones de seguridad

- Determinadas muestras exigen precauciones especiales porque pueden representar un peligro para las personas o los objetos. Por ejemplo, sustancias inflamables, explosivas, tóxicas o corrosivas y muestras que liberan este tipo de sustancias al secarse/calentarse.
- En principio, no deben secarse sustancias inflamables o explosivas. En caso de duda, utilizar cantidades de muestra pequeñas (máx. 1 gramo) y temperaturas bajas.
- Realice un análisis de riesgos (p. ej., en relación con el peligro de explosión, inflamabilidad, toxicidad y corrosividad de la muestra y de los vapores liberados al calentarla).
- Trabaje en el extractor si es necesario (y realizar el ajuste en éste).

Atención: la temperatura en la superficie del proyector es mayor que la temperatura de medición. Los vapores inflamables circulan junto al proyector y pueden inflamarse.

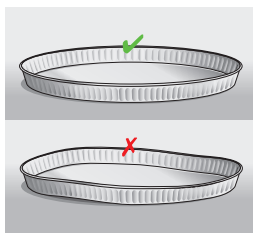
Indicación: tenga en cuenta que la responsabilidad de los daños derivados de la utilización de los tipos de muestra descritos arriba recae siempre en el usuario.

Platos de muestras

- Utilice exclusivamente platos de muestras limpios para la determinación de la humedad.
- No utilizar platos de muestras deformados.

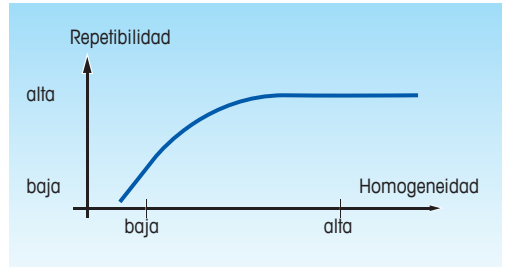
Consejo: el uso del plato de muestras de aluminio desechable garantiza una medición fiable sin la posible influencia de restos de muestras anteriores o detergentes. Existe también una versión reforzada de los platos de muestras de aluminio. Son adecuados para muestras que se contraen al secarse y que pueden deformar el plato en el proceso.

Elimine adecuadamente los platos usados.



Muestreo

El muestreo influye de manera crucial en la reproducibilidad de los resultados de medición:



- Representativo de la cantidad total
- Prestar atención a que sea homogénea (buena mezcla), p. ej., mezclar o agitar previamente la cantidad total, etc.
- Muestreo suficiente
- Evitar la absorción o cesión de humedad durante el muestreo (agilizar al máximo el trabajo)
- Si no se mide inmediatamente: guardar en un recipiente hermético sin cámara de aire (completamente lleno)

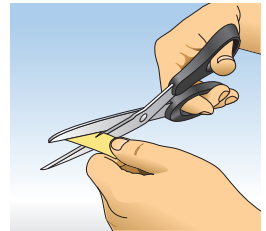


Preparación de la muestra

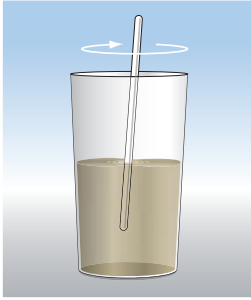
La preparación correcta de la muestra después del muestreo es importante para obtener resultados repetibles y fiables.

- Asegure una granulación (tamaño de las partículas) uniforme.
- Si es preciso, desmenuce la muestra para aumentar su superficie; esto mejora y acelera la cesión de humedad durante el secado (difusión más rápida de la humedad a la superficie).
- La muestra no debe calentarse porque provocaría una pérdida de humedad durante la preparación.

El desmenuzamiento mecánico puede realizarse, p. ej., con un mortero, un molino (refrigerado por agua) o mediante corte.



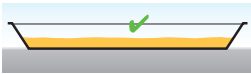
Consejo: utilizando el filtro de fibra de vidrio se consigue aumentar la superficie y, por consiguiente, acelerar el secado de líquidos.



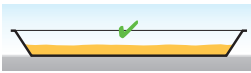
Transferencia de la muestra

Una transferencia uniforme favorece una distribución homogénea del calor en el material para medir y la humedad puede difundirse de modo más uniforme desde la muestra. La consecuencia son resultados de medición más reproducibles.

- Vuelva a mezclar con cuidado la cantidad parcial antes de distribuirla en el plato de muestras.
- Utilice siempre la misma cantidad de muestra para conseguir un alto grado de repetibilidad.

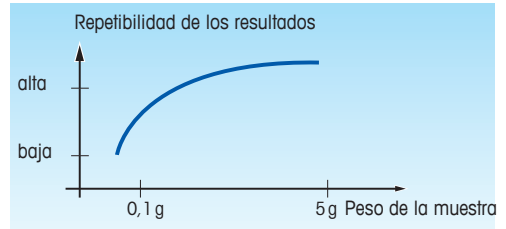
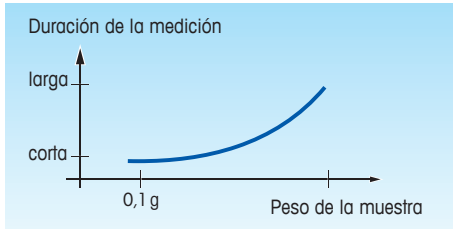


- Utilice la cantidad de muestra adecuada. La muestra ha de ser apenas suficiente para cubrir uniformemente toda la superficie del plato.



- Distribuya la muestra uniformemente en el plato (sin que se formen montones).

Influencia del peso de la muestra en la repetibilidad y la duración de la medición:



A mayor peso de la muestra, se evapora más agua y la determinación de la humedad tarda más tiempo. Además, una muestra demasiado grande puede favorecer una distribución irregular del calor y, en consecuencia, resultados menos precisos. Por otra parte, la repetibilidad (desviación estándar) se reduce también conforme disminuye el peso de la muestra:

desviación estándar para 2 g de muestra¹: 0,05%

desviación estándar para 10g de muestra¹: 0,01%

¹Suponiendo una muestra ideal cuya humedad puede separarse siempre completamente sin descomposición (p. ej., arena húmeda). Las diferencias se componen siempre de la incertidumbre dependiente de la sustancia y la repetibilidad que garantiza el instrumento (en este caso: HR83). Por tanto, las diferencias de medición registradas en la práctica durante una serie de mediciones (no una muestra ideal) pueden ser mayores que los valores reflejados en la tabla.

3.3. Métodos y muestras especiales

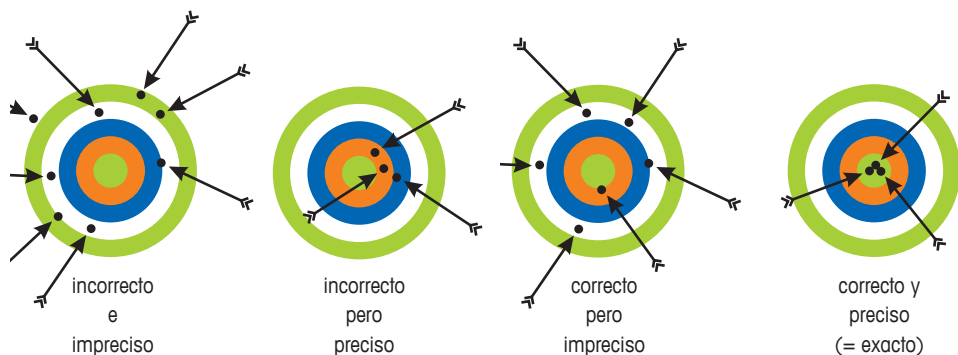
El analizador halógeno de humedad es un instrumento de medida intuitivo que permite determinar el contenido de humedad de las muestras de manera rápida y sencilla. Muchas veces existen normativas legales, normas habituales del sector o directrices internas de la empresa que definen el método de determinación del contenido de humedad de las sustancias. Como procedimiento de referencia se utiliza generalmente el método de estufa de desecación o la valoración Karl Fischer.

En este caso se busca conseguir con el analizador halógeno de humedad los mismos resultados que con el método de referencia (o que la diferencia respecto al valor de referencia sea conocida y reproducible). Para esto hay que adaptar los parámetros de ajuste, como la temperatura de secado, el programa de secado (ver 3.1 "Principio de medición"), el peso de la muestra y la manipulación de la muestra. Esto se conoce como desarrollo del método, en donde los parámetros anteriores describen un método. El método depende de la sustancia. Sin embargo, es muy posible que pueda utilizarse el mismo método para muchas sustancias diferentes.

En el capítulo siguiente, se describe el procedimiento general para desarrollar un método. A continuación, se facilita información sobre cómo manipular muestras especiales para conseguir resultados de medición exactos.

Por otra parte, puede ser que no utilice ningún método de referencia y, por tanto, no tenga valores de referencia. En este caso, el objetivo del desarrollo del método consiste en hallar los parámetros que le permitan obtener resultados de medición repetibles (precisos) con los que pueda evaluar la calidad de la muestra.

Las mediciones pueden optimizarse en tres sentidos: corrección, precisión (repetibilidad) y rapidez. El gráfico adyacente ilustra los términos corrección, exactitud y precisión.



3.3.1. Desarrollo del método

- Respete los requisitos básicos del capítulo 3.2 "Instalación".
- Se recomienda asimismo desarrollar el método en poco tiempo. De este modo, se asegura que la muestra no se alterará en este intervalo y no influirá en el resultado de medición.
- Desarrolle el método preferiblemente en las condiciones de trabajo del emplazamiento del analizador de humedad.
- Oriéntese en el método de referencia (normalmente estufa de desecación) en cuanto al muestreo y a la preparación de la muestra.
- Respete el procedimiento de manipulación de la muestra (ver 3.2.4 "Manipulación de muestras").

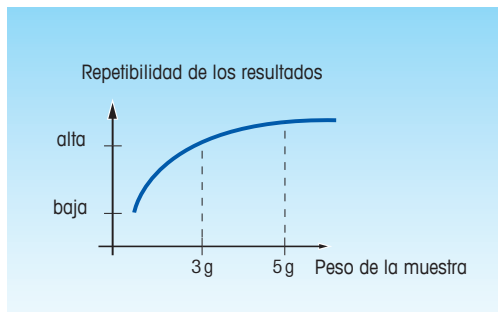
1. Primera medición: obtención del valor de referencia

Busque métodos existentes que se hayan desarrollado específicamente para los analizadores de humedad de METTLER TOLEDO. Éstos orientan sobre los posibles ajustes adecuados para la primera medición.

- ¿Dispone ya de un método para una muestra comparable?
- Utilice la base de datos de aplicaciones de METTLER TOLEDO, que contiene numerosos métodos actuales.

► www.mt.com/moisture-methods

Si ha encontrado una muestra similar, utilice los parámetros de este método para realizar la primera medición con su sustancia. Si no ha encontrado un método similar, aplique los siguientes ajustes básicos:

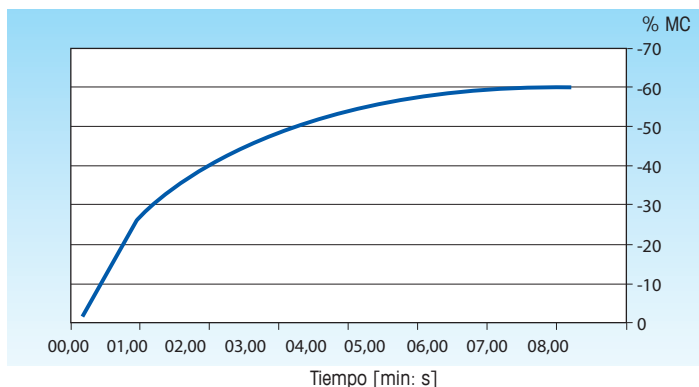


- Secado estándar
- Temperatura:
 - 1) temperatura del método de estufa de desecación
 - 2) si no existe ningún método de estufa de desecación: muestra orgánica (sensible a la temp.): 105 °C, muestra inorgánica (insensible a la temp.): 150 °C
- Criterio de desconexión 3 (1 mg/50 s)
- 3-5 g de muestra (distribuida uniformemente en el plato)

Realice la primera medición y registre la secuencia de medición.

Consejo: respete las indicaciones para muestras especiales como, por ejemplo, muestras líquidas, del apartado 3.3.2 "Muestras especiales" y las indicaciones de seguridad del apartado 3.2.4 "Manipulación de muestras".

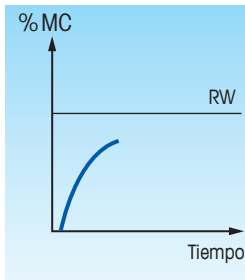
Consejo: en lugar de escribir laboriosamente los resultados en una tabla para representar la curva de secado, los valores de humedad pueden transferirse también directamente al PC durante la medición mediante un software como LabX direct moisture. Los datos se representan inmediatamente en forma de curva de secado.



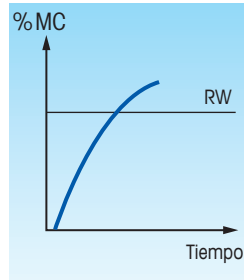
2. Análisis de la curva de secado

- Examine la muestra y evalúela: un color intenso o material fundido son señales de que la temperatura elegida es demasiado alta.
- Lea el resultado y examine la curva de secado para evaluar el comportamiento de secado.

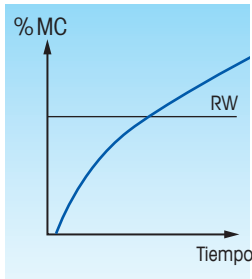
RW = valor de referencia



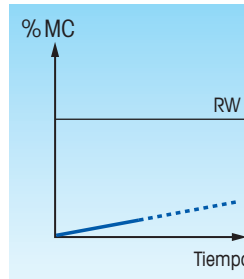
No se alcanza el valor de referencia:
aumente la temperatura.



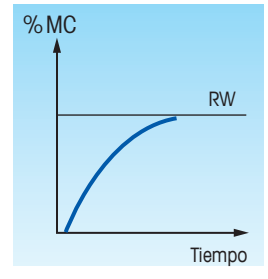
Se supera el valor de referencia:
reduzca la temperatura.



El analizador de humedad no se desconecta. No se cumple el criterio de desconexión porque están teniendo lugar reacciones de descomposición: reduzca la temperatura.



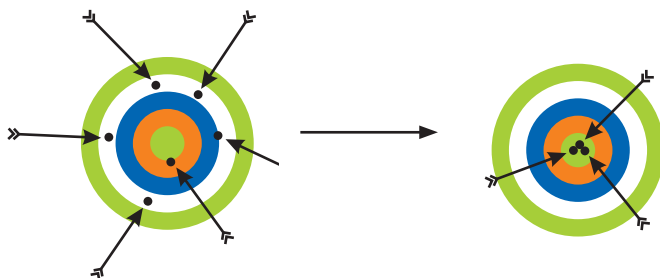
No se cumple el criterio de desconexión. La medición se ha detenido porque no se desprende humedad o sólo se desprende poca y muy lentamente: aumente la temperatura.



Ajuste la temperatura hasta alcanzar el valor de referencia (corrección).

Verifique la repetibilidad realizando, p. ej., tres mediciones y determinando la media y la desviación estándar.

3. Optimización de la precisión



- Aumente la cantidad, especialmente si las muestras contienen poca humedad.
- Optimice el muestreo y la preparación de la muestra y vele por una buena homogeneidad y una distribución uniforme de la muestra.
- Aplique el criterio de desconexión 4 (1 mg/90 s) o 5 (1 mg/140 s), más exacto

4. Optimización de la velocidad

Las indicaciones siguientes le ayudarán a obtener resultados de medición más rápidos.

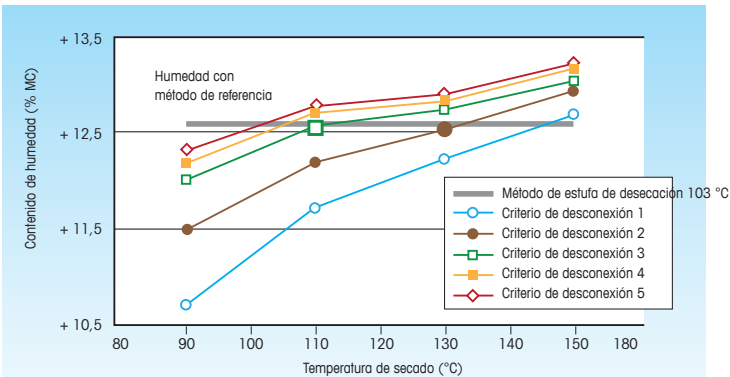
No obstante, los factores señalados pueden influir también en la precisión de sus resultados:

- Reduzca el peso de la muestra.
- Aumente la superficie de la muestra.
- Utilice el secado rápido si el contenido de humedad es mayor del 30%.
- El secado escalonado del HR83 se utiliza de forma similar al secado rápido. Tiene la ventaja de que permite elegir libremente la temperatura y la duración del aumento.

Medición de prueba

Los modelos de gama alta HG63 y HR83 incluyen las funciones de medición de prueba y AutoMet (sólo HR83). Estas funciones auxiliares facilitan la

determinación del criterio de desconexión más adecuado. Seleccione una temperatura y una cantidad de muestra para el secado y realice una medición de prueba. El informe impreso muestra cuándo y con qué resultado de medición se ha alcanzado cada criterio de desconexión. Si la medición de prueba se realiza con diferentes temperaturas, puede determinarse un criterio de desconexión adecuado para una temperatura determinada, con la que se alcanzará el valor de referencia (ver gráfico).



En este caso se realizaron mediciones de prueba con harina blanca a 4 temperaturas diferentes y los resultados de los criterios de desconexión se compararon con la temperatura de secado. El objetivo es alcanzar el valor de referencia de la determinación con la estufa de desecación a 103°C. Puede observarse fácilmente que 90°C es una temperatura demasiado baja y 150 °C una temperatura demasiado alta. Los puntos de intersección de las cinco curvas con la recta de referencia muestran posibles ajustes de la combinación de temperatura y criterio de desconexión. Los posibles ajustes son, p. ej., 110 °C con criterio de desconexión 3 ó 130 °C con criterio de desconexión 2. Normalmente, los criterios de desconexión 3 y 4 producen buenos resultados repetibles, mientras que el criterio de desconexión 2 debería utilizarse solamente si el factor tiempo es más importante que la repetibilidad.



Medición de prueba AutoMet (sólo HR83)

La medición de prueba AutoMet es una evolución de la medición de prueba. En ella puede introducirse el valor de referencia mediante la tecla "Target" y el instrumento calcula automáticamente un criterio de desconexión adecuado para la temperatura seleccionada de forma que el valor de medición se acerque al máximo al valor de referencia. Este es el criterio de desconexión libre "F". La medición de prueba AutoMet propone un criterio de desconexión "F" solamente si la curva de secado permite esperar una determinación de humedad precisa; por esta razón, el rango del criterio de desconexión "F" está limitado de 1 mg/20 segundos a 1 mg/180 segundos.

Consejo: puesto que las curvas de secado pueden diferir ligeramente aunque la temperatura sea la misma (distribución de la muestra, peso de la muestra), se recomienda repetir la medición de prueba AutoMet para el desarrollo del método. La media de estas pasadas puede guardarse como criterio de desconexión "F" específico del método.

Indicación: cuando se alcanza el valor destino y el criterio de desconexión está fuera del intervalo 1 mg/20-180 segundos, significa que no se ha seleccionado la temperatura óptima. Si "F" es menor que 1 mg/20 segundos, se recomienda reducir la temperatura. Si "F" es mayor que 1 mg/180 segundos, constituye una buena aproximación el criterio de desconexión 5 o puede ser útil aumentar la temperatura de secado. En caso de que no se alcance el valor destino, el objetivo puede alcanzarse aumentando la temperatura de secado.

3.3.2. Muestras especiales

Determinadas muestras requieren un procedimiento especial para realizar una determinación rápida y correcta de la humedad. A continuación proporcionamos algunas indicaciones relativas a la manipulación de estas muestras con miras a optimizar la determinación de la humedad.

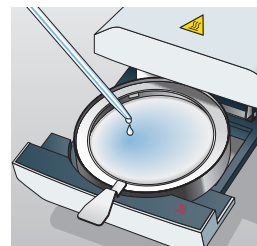
Muestras pastosas, oleaginosas y fundibles

- Utilice el filtro de fibra de vidrio para aumentar la superficie de la muestra.
- Tare el filtro junto con el plato de muestras y transfiera la muestra al plato.

El líquido que contiene la sustancia se distribuirá uniformemente por toda la superficie del filtro a través de sus capilares. De este modo, aumenta la superficie y se favorece una evaporación más directa, rápida y completa de la humedad.

Muestras líquidas y muy húmedas

- Utilice el filtro de fibra de vidrio.
- Tare el filtro junto con el plato de muestras y transfiera la muestra al plato.
- En el caso de muestras con un contenido de humedad muy alto ($> 30\%$) es idóneo el secado rápido. En este proceso se supera la temperatura final un 40% durante 3 minutos para acelerar el proceso de medición.
- Como alternativa al secado rápido puede utilizarse también el secado escalonado (sólo HR83). En este proceso puede elegirse libremente la duración del aumento y el valor de la temperatura.



MC <1%

Debido a la tensión superficial, las muestras líquidas forman a menudo gotas en el plato de muestras. Esto retrasa el proceso de secado porque la evaporación tiene lugar solamente en una superficie limitada del líquido. Gracias al filtro de fibra de vidrio, la muestra se distribuye por toda la superficie. Como consecuencia, la duración de la medición se reduce muchas veces a menos de la mitad y además aumenta la repetibilidad.

Muestras con contenido de humedad muy bajo

- Utilizar muestras con peso suficiente (p. ej., 20-30 g).
- Si la humedad se desprende muy lentamente, utilizar el criterio de desconexión 5 (1 mg/140 s).
- Utilizar resolución alta (0,1 mg) (sólo HR83).
- Utilizar temperatura de reserva (sólo HR83).
- Calentar el plato de muestras 1 minuto a temperatura de reserva antes de tararlo. Esto aumenta la repetibilidad de los resultados.

Sustancias formadoras de películas y sensibles al calor

- Seleccione el programa de secado suave
- Utilice el filtro de fibra de vidrio (tare el filtro junto con el plato de muestras y cubra la muestra por arriba con el filtro).



La muestra para secar se cubre con el filtro de fibra de vidrio para protegerla contra la radiación infrarroja y evitar que se queme. El resultado es un calentamiento más suave de la muestra. La aplicación del secado suave (calentamiento lento hasta la temperatura final) acentúa este efecto.

Recomendamos este procedimiento también para sustancias formadoras de películas o costras, pues la película o costra obstaculiza la evaporación de la humedad. La cobertura de la muestra con el filtro de fibra de vidrio y el secado suave evitan que se forme costra.

Muestras que contienen azúcar

- Seleccionar una temperatura moderada; las muestras que contienen elevados niveles de azúcar caramelizan (a partir de aproximadamente 110 °C) en la superficie e impiden que se evapore la humedad.
- Aplicar el secado suave.
- Transferir una capa delgada de muestra.

Muestras con componentes muy volátiles

- Trabajar con el inicio manual.
- Aplicar en su caso el secado suave.
- Si los vapores son tóxicos, realizar un análisis de riesgos y trabajar bajo un extractor.
- Si las muestras o los vapores son muy inflamables, realizar un análisis de riesgos y descartar, en su caso, el secado mediante el analizador halógeno de humedad.
- Unificar la transferencia de las muestras (el periodo de pesaje hasta iniciar la medición debe ser siempre el mismo) para mejorar la repetibilidad.

Las muestras muy volátiles que contienen disolventes (respetar las indicaciones de seguridad, ver apartado 3.2.4 "Manipulación de muestras") pueden perder peso incluso antes de iniciar el secado y, en consecuencia, falsear el resultado. Por consiguiente, procurar que el tiempo de transferencia de la muestra sea siempre el mismo para minimizar la diferencia derivada de la transferencia.

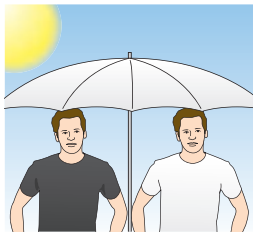
Por otra parte, el calentamiento rápido y la consiguiente evaporación acelerada de la muestra puede favorecer la condensación debajo del plato de muestras. Mediante el inicio manual y el secado suave puede reducirse la condensación y una concentración alta de vapores muy volátiles.



Muestras voluminosas

- Utilice el plato de pesaje con estructura de rejilla (HA-CAGE)

Las muestras voluminosas como, por ejemplo, tejidos, pueden golpear las piezas adyacentes del analizador halógeno y falsear los resultados de medición. Recomendamos utilizar el plato de pesaje con estructura de rejilla para poder realizar el secado de este tipo de muestras.



Muestras con distribución irregular de colores

- Cubra la muestra con el filtro de fibra de vidrio

Las diferentes propiedades de absorción provocan un calentamiento diferencial de la muestra y el filtro de fibra de vidrio favorece un calentamiento uniforme.

Granulado de plástico

- Resolución alta (0,1 mg, sólo HR83)
- Temperatura de reserva (100 °C)
- Secado escalonado (1.ª etapa: 5 min, 2.ª etapa: 0 min)
- Criterio de desconexión 5
- Pesada de 30 g
- Precaliente el plato de muestras de aluminio durante 1 minuto a la temperatura de reserva y tárelo.

Para el procesamiento (p. ej., fundición inyectada), el granulado de plástico necesita generalmente un contenido en humedad muy bajo (p. ej., 0,1%). Por esta razón, se necesita una pesada alta de 30 g para conseguir una buena repetibilidad. Se utiliza el secado por etapas porque la humedad del plástico se evapora muy lentamente. Durante los primeros 5 minutos de la primera etapa se calienta la muestra sin que se active el criterio de desconexión.

La segunda etapa no se necesita y se ha fijado, por tanto, en 0 minutos. El criterio de desconexión no se activa hasta completarse las pasadas de las dos primeras etapas. Mediante el uso del secado escalonado se evita de esta forma la interrupción prematura de la medición.

3.4. Validación de un método

En caso de tener que demostrar que el analizador halógeno de humedad proporciona los mismos resultados que el método de referencia, pueden servir de ayuda las siguientes instrucciones. A continuación, se describe un posible procedimiento tomando como ejemplo la etilcelulosa. Los requisitos de una validación varían según el sector industrial.

1.) Se desarrolla un método y se determinan los parámetros que permitirán medir el contenido de humedad correcto de la muestra. Es decir, se obtienen resultados correctos y precisos en relación con el método de referencia (en este caso: estufa de desecación).

	Método de estufa de desecación según USP/Farm. Eur	Analizador halógeno de humedad HR83
Peso de la muestra	1 g	1 g
Temperatura	105 °C	105 °C
Programa de secado	-	Estándar
Criterio de desconexión	-	5
Contenido de humedad (media, n = 6)	1,68%	1,68%
Desviación estándar	0,01%	0,03%

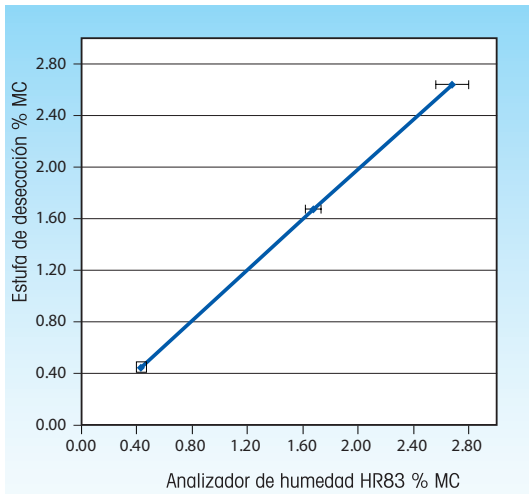
2.) A continuación, se comprueba la linealidad para un rango determinado.

Quiere demostrar que el analizador halógeno de humedad proporciona los mismos valores que el método de referencia aunque la sustancia tenga un contenido de humedad diferente que al desarrollar el método.

Para esto deberá acondicionar, p. ej., otros dos contenidos de humedad de la muestra en cuestión. Seque la etilcelulosa del ejemplo hasta que cuente con un 0,4% de contenido de humedad y humedézcala hasta que alcance el 2,6%.

Acto seguido, mida el contenido de humedad de las dos muestras acondicionadas utilizando el método de referencia y el método desarrollado para el analizador halógeno de humedad. Calcule las medias y las desviaciones estándar de los resultados de ambos métodos y evalúe si los resultados quedan dentro de las tolerancias definidas. Puede generar un diagrama como el que se muestra más abajo.

El gráfico de validación muestra claramente que los resultados de la medición de humedad con el HR83 coinciden extraordinariamente con los valores obtenidos mediante una estufa de desecación. Sin embargo, los resultados se obtienen hasta 10 veces antes.



3.5. Ejemplos de aplicación

La tabla (explicaciones en las páginas siguientes) contiene una selección de métodos de campos de aplicación característicos del analizador halógeno de humedad, como la industria farmacéutica, alimentaria o de los plásticos.

Encontrará más métodos desarrollados por METTLER TOLEDO en la base de datos de aplicaciones de Internet: [▶ www.mt.com/moisture-methods](http://www.mt.com/moisture-methods)

Referencia

	Método de referencia	Preparación de la muestra	Secuencia	Peso de la muestra [g]	Temperatura [°C]	Media [% humedad]	Desviación estándar	Duración de la medición [min]
Sustancias farmacéuticas								
Etilcelulosa	TS	8	a	1	105	1,68	0,01	120
Almidón de maíz	TS	8	b	1	130	11,47	0,05	90
Gelatina	TS	8	b	1	105	11,57	0,03	120
Gelatina, optimizar tiempo	TS	8	b	1	105	11,57	0,03	120
Alimentos								
Zumo de manzana	TS	9	a	10	103	88,94	0,05	180
Mantequilla	TS	10	a	2	102	15,13	0,07	240
Carne de vacuno	TS	11	a	5	102	74,95	0,02	240
Arroz	TS	12	a	5	131	11,29	0,10	90
Cacao en polvo	TS	13	a	5	102	3,02	0,01	240
Patatas chips	TS	14	a	5	102	1,03	0,01	240
Requesón magro	TS	15	a	2,5	102	84,17	0,22	240
Plásticos								
PA66	KF	16	c	1	190	0,2024	0,007	40
PET	KF	16	c	2	180	0,0501	0,001	40
ABS	KF	16	c	1	170	0,2416	0,001	40

TS: Estufa de desecación KF: Valoración coulométrica Karl Fischer

Verificar que la información señalada es adecuada para la finalidad prevista. La utilización de ejemplos de aplicación escapa al control de METTLER TOLEDO. Por consiguiente, se declina toda responsabilidad en relación con la aplicación del método. Deben respetarse las indicaciones de seguridad y las advertencias.

Analizador halógeno de humedad

Analizador halógeno de humedad	Preparación de la muestra	Peso de la muestra [g]	Programa de secado	Temperatura [°C]	Criterio de desconexión	Media [% humedad]	Desviación estándar	Duración de la medición [min]
HR83	1	1	STD	105	5	1,68	0,03	6
HR83	1	3	STD	130	5	11,81	0,05	8
HR83	1	4	STD	105	5	11,37	0,06	30
HR83	1	4	R	130	3	11,63	0,07	8
HB43-S	2	2	R	130	3	88,86	0,05	5
HB43-S	3	3	STD	110	3	15,11	0,09	5
HB43-S	4	3	STD	150	3	75,04	0,10	15
HB43-S	5	5	STD	150	3	11,34	0,08	15
HB43-S	1	1	STD	100	3	3,05	0,06	4
HB43-S	6	5	STD	135	3	1,06	0,03	6
HB43-S	1	2,5	R	130	3	84,17	0,05	15
HR83	7	30	ST	160	5	0,204	0,002	20
HR83	7	30	ST	160	5	0,048	0,002	9
HR83	7	30	ST	130	5	0,243	0,003	19

R: Secado rápido STD: Secado estándar ST: Secado escalonado

Explicaciones relativas a la tabla anterior

Preparación de las muestras Analizador de humedad

- 1 Mezclar la muestra y distribuirla uniformemente en el plato con ayuda de una espátula.
- 2 Mezclar la muestra y distribuirla uniformemente con la pipeta en el filtro de fibra de vidrio.
- 3 Dejar que la muestra se caliente hasta alcanzar la temperatura ambiente y distribuirla uniformemente en el plato.
- 4 Homogeneizar la muestra, mezclarla y distribuirla uniformemente con la espátula en un filtro de fibra de vidrio. Cubrirla con otro filtro y presionar ligeramente.
- 5 Moler la muestra, mezclarla y distribuirla uniformemente con la espátula en el plato.
- 6 Triturar la muestra en el mortero y distribuirla uniformemente con la espátula en el plato.
- 7 Mezclar la muestra y distribuirla uniformemente en el plato. Secado escalonado 5 minutos a temperatura de secado, 0 minutos a temperatura de secado, temperatura final (temperatura de secado).

Preparación de las muestras Método de referencia

- 8 Pesar el recipiente de vidrio (secado durante 1 h a temperatura de estufa y enfriado). Distribuir uniformemente la muestra en el recipiente, pesarla e introducirla en la estufa de desecación.
- 9 Secar el plato metálico (aproximadamente 8 cm) con 10 g de arena, varilla de vidrio y tapa en la estufa de desecación (103 °C, 30 min), dejar enfriar en el desecador y pesar. Mezclar la muestra, añadirla con la pipeta, pesarla, mezclarla con arena y evaporar al baño maría durante 30 min.

-
- 10** Secar el plato metálico (aproximadamente 5 cm) con la tapa en la estufa de desecación (102 °C, 1 h), dejar enfriar en el desecador y pesar. Dejar que la muestra se caliente hasta alcanzar la temperatura ambiente, mezclarla, añadirla y pesarla.
 - 11** Secar el recipiente de pesaje con aproximadamente 20 g de arena, una varilla de vidrio y la tapa en la estufa de desecación (102 °C, 1 h), dejar enfriar en el desecador y pesar. Homogeneizar la muestra, mezclar, añadir, pesar y mezclar con arena.
 - 12** Secar el recipiente de pesaje con la tapa en la estufa de desecación (131 °C, 1 h), dejar enfriar en el desecador y pesar. Moler la muestra, mezclar, añadir, pesar.
 - 13** Secar el recipiente de pesaje con la tapa en la estufa de desecación (103°C, 1 h), dejar enfriar en el desecador y pesar. Mezclar la muestra, añadir, pesar.
 - 14** Secar el recipiente de pesaje con la tapa en la estufa de desecación (102°C, 1 h), dejar enfriar en el desecador y pesar. Desmenuzar la muestra en el mortero, mezclar, añadir, pesar.
 - 15** Secar el recipiente de pesaje con aproximadamente 10g de arena, una varilla de vidrio y la tapa en la estufa de desecación (102 °C, 1 h), dejar enfriar en el desecador y pesar. Mezclar la muestra, añadir, pesar, triturar con arena.
 - 16** Secar el tubo de ensayo en la estufa de desecación (100 °C, 1h), dejar enfriar en el desecador y pesar (tarar). Añadir la muestra y cerrar el tubo de ensayo.

Secuencia

- a** Secar la muestra en la estufa durante el tiempo especificado, dejar enfriar el recipiente de vidrio en el desecador hasta alcanzar la temperatura ambiental y pesar.
- b** Secar la muestra en la estufa durante el tiempo especificado, dejar enfriar en el desecador y pesar. Repetir el proceso hasta alcanzar una masa constante.
- c** El agua de la muestra se expulsa en una estufa a la temperatura especificada y se transfiere a la celda de valoración mediante una corriente de nitrógeno.

4. Comparación de tecnologías de métodos de medición típicos para la determinación de la humedad

Se han desarrollado diferentes métodos de medición para determinar el contenido de humedad. La siguiente tabla contiene una selección de técnicas de medición típicas y describe las ventajas y los inconvenientes de cada procedimiento.

	Estufa de desecación*	Secado por infrarrojos	Secado halógeno*	Secado por microondas
Método	Termogravimetría	Termogravimetría	Termogravimetría	Termogravimetría
Principio de medición	Calentamiento de la muestra mediante convección. Determinación de la masa antes y después del secado.	Calentamiento por absorción de la radiación infrarroja de un proyector de halogenuro metálico. Determinación continua de la masa durante el secado.	Calentamiento por absorción de la radiación infrarroja de una lámpara halógena. Determinación continua de la masa durante el secado.	Calentamiento mediante absorción de microondas. Determinación de la masa antes y después del secado.
Ventajas	<ul style="list-style-type: none"> • A menudo método de referencia • Distribución uniforme del calor en la muestra • Posibilidad de determinar simultáneamente varias muestras • Permite grandes cantidades de muestras 	<ul style="list-style-type: none"> • Medición rápida (típicamente 5 - 15 min.) • Permite grandes cantidades de muestras • Manipulación sencilla • Instrumento compacto 	<ul style="list-style-type: none"> • Buena regulación de la temperatura • Distribución uniforme del calor en la muestra • Excelente comportamiento de arranque en frío/caliente • Medición rápida (típicamente 3 – 10 min.) • Permite grandes cantidades de muestras • Manipulación sencilla • Instrumento compacto 	<ul style="list-style-type: none"> • Muy rápido (típicamente 2 – 5 min.) • Permite grandes cantidades de muestras
Inconvenientes	<ul style="list-style-type: none"> • Determinación muy lenta (horas) • Pueden evaporarse otras sustancias además del agua • Susceptible a errores debido a manipulación laboriosa 	<ul style="list-style-type: none"> • Pueden evaporarse otras sustancias además del agua • Regulación mala 	<ul style="list-style-type: none"> • Pueden evaporarse otras sustancias además del agua 	<ul style="list-style-type: none"> • No apto para sustancias con un grado de humedad bajo • Control de temperatura regular • Pueden evaporarse otras sustancias además del agua

Valoración Karl Fischer*	Hidruro de calcio	Espectroscopia de microondas	Espectroscopia de infrarrojos	Refractometría*
Químico	Químico	Espectroscopia	Espectroscopia	Óptico
Se basa en la valoración del yodo que se consume en presencia de agua. El consumo de yodo es proporcional al contenido de agua de la muestra.	En presencia de agua se libera hidrógeno. La cantidad de hidrógeno es proporcional a la cantidad de agua y puede medirse como cambio de presión o mediante un electrodo de hidrógeno.	Medición de la absorción/ reflexión de una radiación de microondas	Medición de la absorción/ reflexión de una radiación infrarroja	Medición del índice de refracción
<ul style="list-style-type: none"> • Método de referencia • Selectivo para agua • Adecuado para grados de humedad extremadamente bajos 	<ul style="list-style-type: none"> • Selectivo para agua • Relativamente rápido (15 – 30 min.) 	<ul style="list-style-type: none"> • Tiempo de medición muy corto (menos de 1 min.) • Posibilidad de realizar mediciones en línea 	<ul style="list-style-type: none"> • Tiempo de medición muy corto (menos de 1 min.) • Posibilidad de realizar mediciones en línea 	<ul style="list-style-type: none"> • Método rápido • Poco laborioso • Móvil
<ul style="list-style-type: none"> • Requiere reactivos y laboratorio • Método químico húmedo (requiere personal cualificado) 	<ul style="list-style-type: none"> • Susceptible a modos de proceder inadecuados • Necesita reactivos 	<ul style="list-style-type: none"> • Requiere calibración específica para cada sustancia • Perturbaciones: densidad aparente y granulación 	<ul style="list-style-type: none"> • Requiere calibración específica para cada sustancia • Mide sólo la humedad superficial • Depende de la temperatura y la granulación 	<ul style="list-style-type: none"> • Adecuado sólo para unas pocas sustancias (p. ej., soluciones azucaradas)

* METTLER TOLEDO suministra instrumentos adecuados para estos métodos.

5. Términos técnicos

Humedad (contenido de humedad): en los procedimientos termogravimétricos, la humedad de un material engloba todas las sustancias que se evaporan al calentar y que, por tanto, contribuyen a la pérdida de masa del material. Además de agua, pueden ser alcoholes o productos de descomposición. Los métodos de medición termogravimétricos (estufa de desecación, secado por infrarrojos, halógenos o microondas) no diferencian entre agua y componentes volátiles.

Contenido seco: proporción del componente sólido de una mezcla de sustancias sólidas y líquidas en la masa total de la mezcla.

Termogravimetría/determinación termogravimétrica de la humedad: los procedimientos termogravimétricos son métodos de pesaje y secado en los que las muestras se secan hasta que se alcanza una masa constante (o un tiempo definido). La variación de la masa se interpreta como humedad desprendida.

Indicación: si las sustancias contienen otros componentes volátiles además de agua, el resultado de medición no debe denominarse contenido de agua. Sin embargo, si se conoce el contenido de agua de una muestra de este tipo (p. ej., mediante una valoración Karl Fischer selectiva para agua), el valor puede calcularse mediante un método termogravimétrico (p. ej., secado halógeno) con la selección de los parámetros de secado adecuados.

Método de referencia: procedimientos de medición para determinar el contenido de humedad que posibilitan la trazabilidad a los estándares normas (legales). Según el método de referencia, pueden medirse diferentes componentes (agua, otras sustancias volátiles).

Método de estufa de desecación: método termogravimétrico para determinar el contenido de humedad de una muestra. La muestra se seca a temperatura constante en la estufa de desecación durante un tiempo definido. El contenido de humedad porcentual se determina a partir de la diferencia de peso antes y después del secado. Por razones históricas, este método forma parte a menudo de la legislación (Ordenanza sobre productos alimenticios de Suiza, USP¹⁾, etc.)

Grado de desecación: el grado de desecación de una muestra es la pérdida de peso definida (Δg) durante una unidad de tiempo determinada (criterios de desconexión) para un peso inicial que es siempre el mismo.

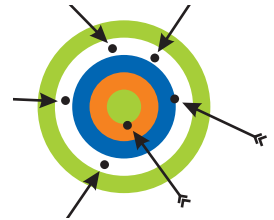
¹⁾ USP United States Pharmacopeia (Farmacopea de Estados Unidos): Pérdida durante el secado [USP<731>]

Método: un método describe la forma de llegar al resultado correcto. Comprende todos los pasos necesarios, como el ajuste del instrumento, la elección de los parámetros de medición y la preparación y transferencia de la muestra.

Radiación infrarroja: los rayos infrarrojos son ondas electromagnéticas (780 Nm a 1 mm) situadas inmediatamente después de la luz visible (380-780 Nm) en el espectro. Las personas no pueden ver estos rayos, aunque los perciben como calor.

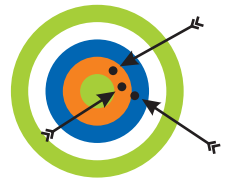
Corrección: concepto cualitativo que valora la diferencia sistemática de las mediciones. Grado de coincidencia entre el valor esperado (media) de una serie de valores de medición y el valor real del objeto medido ([ISO²⁾ 5725] 3.7).

Observación: la corrección puede evaluarse solamente si se dispone de varios valores de medición y de un valor de referencia correcto reconocido.



Precisión: concepto cualitativo que valora la dispersión sistemática de las mediciones. Grado de coincidencia de los valores de medición independientes en condiciones definidas ([ISO 5725] 3.12).

La precisión depende solamente de la distribución de las diferencias casuales, no del valor real de la magnitud medida.



Ejemplo: capacidad de un instrumento de medida para proporcionar valores de medición con poca dispersión.

Observación: la precisión puede evaluarse solamente si se dispone de varios valores de medición.

Repetibilidad: grado de coincidencia entre los resultados de mediciones sucesivas de la misma magnitud, realizadas en las mismas condiciones de medición.

La serie de medición ha de ser realizada por el mismo operador con el mismo método, con la misma posición en el soporte (plato de muestras), en el mismo emplazamiento, en condiciones ambientales constantes y sin interrupciones. La desviación estándar de la serie de medición es una medida adecuada para

²⁾ ISO International Standards Organization

indicar el valor de la repetibilidad. La medida de la repetibilidad no es solamente una propiedad reflejada por el analizador de humedad. La repetibilidad depende también de las condiciones ambientales (corrientes de aire, cambios de temperatura, vibraciones), de la muestra y de una preparación uniforme de la muestra.

Media:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

x_i = resultado n.º "i" de la serie de medición

n: número de mediciones, generalmente 10

Como medida de la repetibilidad se utiliza la desviación estándar "s".

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$



Exactitud: denominación cualitativa del grado de aproximación de los resultados determinados al valor de referencia, que puede ser el valor real, el correcto o el esperado, según lo especificado o acordado [DIN³⁾ 55350-13].

La corrección y la precisión son los requisitos para la exactitud de mediciones repetidas. Esto no es estrictamente necesario para una medición aislada.

Reproducibilidad: grado de aproximación entre los valores de medición de la misma magnitud cuando las mediciones aisladas se realizan en condiciones diferentes (que deben especificarse), por ejemplo, en relación con

- el procedimiento de medición
- el observador
- el dispositivo de medición
- el lugar de medición
- las condiciones de aplicación
- el instante

³⁾ DIN Deutsches Institut für Normung (Instituto Alemán de Normalización)

Cualificación (cualificación del instrumento): comprobación y documentación de si el instrumento y la técnica utilizada son adecuados para la tarea prevista. El concepto Equipment Qualification (EQ) engloba los siguientes pasos: Design Qualification (DQ), Installation Qualification (IQ), Operational Qualification (OQ), Performance Qualification (PQ) y Maintenance Qualification (MQ).

DQ: definición de los requisitos a la especificación del instrumento y la documentación del proceso de decisión.

IQ: verificación y documentación de que el instrumento suministrado cumple las especificaciones solicitadas, que se instala correctamente y que el entorno es adecuado para el funcionamiento.

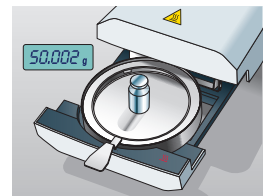
OQ: documentación de la capacidad de funcionamiento del instrumento conforme a lo especificado.

PQ: documentación de que el instrumento cumple los requisitos y las especificaciones en condiciones de uso rutinario.

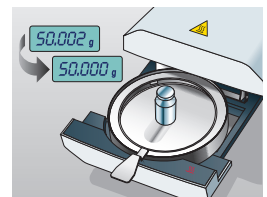
MQ: descripción y documentación de las medidas necesarias para el mantenimiento planificado, la calibración y conservación periódica del instrumento y la formación de los usuarios.

Validación: provisión del certificado y su documentación que acredita que un instrumento (o un método) realiza las prestaciones esperadas.

Calibración (pruebas): determinación de la diferencia entre el valor de medición y el valor real de la magnitud medida en condiciones de medición definidas sin realizar cambios (ajustes).



Ajuste: ajuste del instrumento de medida de forma que el valor de medición sea correcto; primero se determina la diferencia entre el valor de medición y el real (calibración) y después se realiza la corrección pertinente.



6. Índice alfabético

- A**
Absorción 6, 36
Ajuste 11, 13, 41
AutoMet 24
- C**
Calibración 12, 13, 41
Cantidad de muestras 7, 14, 16, 17, 22
Combustión 26
Conservación 13, 41
Contenido de humedad 3, 5, 16, 26, 38
Contenido seco 38
Corrección 18, 39, 40
Criterio de desconexión 7, 22, 24
Cualificación 12, 41
Curva de secado 20, 21
- D**
Desarrollo del método 18, 19, 24, 30
Descomposición 21, 38
- E**
Ejemplos de aplicación 32
Espectroscopia de infrarrojos 37
Espectroscopia de microondas 37
Estufa de desecación 4, 6, 18, 19, 20, 30, 32, 36, 38
- F**
Filtro de fibra de vidrio 15, 25, 26, 28
- G**
Grado de desecación 7, 38
- H**
Hidruro de calcio 37
Humedad relativa 9
- I**
Indicaciones de seguridad 14, 20, 27
Instalación 8, 19, 41
IPac 12
- L**
LabX 20
Líquidos 15, 25
Luz 10
- M**
Manipulación de muestras 14, 18, 19
Mantenimiento 13, 41
Medición de prueba 22
Mesa de pesaje 8
Método 18, 19, 30, 32, 39
Método de referencia 4, 18, 19, 36, 38
Muestreo 15, 19, 22
- N**
Nivelado 11

P

Plato de muestras 14

Precisión 18, 22, 39

R

Radiación halógena 3, 5

Radiación infrarroja 5, 6, 39

Refractometría 37

S

Secado halógeno 36

Secado por infrarrojos 5, 36

Secado por microondas 36

T

Temperatura 6, 9, 14, 18, 20, 23, 24

Termogravimetría 3, 5, 36, 38

Transferencia de la muestra 16, 27, 39

V

Validación 30, 41

Validación del método 30

Valoración Karl Fischer 32, 37, 38

Z

Zona de trabajo 9

7. Bibliografía

Berliner M. A., Feuchtemessung, VEB Verlag Berlin, 1980

Krahl T., Schnellbestimmer für Materialfeuchte und Wassergehalt, Goltze, Göttingen, 1994

Lück W., Feuchtigkeit. Grundlagen, Messung, Regelung, Oldenbourg Verlag, München, 1964

Nater R., Reichmuth A., Schwartz R., Borys M., Zervos P., Wägelexikon, Springer Verlag 2008

Schubnell M., Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 1,
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

Schubnell M., Methodenentwicklung in der thermischen Analyse: Teil 2,
UserCom 2/2005, METTLER TOLEDO, 2005

Wagner M., Bestimmung der Adsorption/Desorption von Feuchtigkeit und pharmazeutischen Substanzen,
UserCom 1/2005, METTLER TOLEDO, 2005

Wernecke R., Industrielle Feuchtemessung, Wiley, Weinheim, 2003

Schweizerisches Lebensmittelbuch, Bundesamt für Gesundheit, Abteilung Lebensmittelsicherheit, Bern

Wägefibel, Richtiges Wägen mit Laborwaagen, METTLER TOLEDO, 2008

Methoden der Feuchtegehaltsbestimmung, METTLER TOLEDO, 2002

Validation of Titration Methods, METTLER TOLEDO, 1997

Guidelines for Result Check, Method Validation and Instrument Certification, METTLER TOLEDO, 1997

8. Accesorios



HB43-S / HS153 / HX204	Referencia MT	Observaciones
Manipulación de muestras (Ø 90 mm)		
Plato de muestras de aluminio, HA-D90	13865	Juego de 80
Plato de muestras de aluminio prof. (extrafuerte)	11113863	Juego de 80
Plato portamuestras textil para muestras voluminosas, HA-CAGE (dorado)	214695	1 unidad
Discos de fibra de vidrio, HA-F1	214464	Juego de 100
Impresora		
Impresora RS-P42 con interfaz RS232	229265	
Impresora RS-P25 con interfaz RS232	11124300	
Papel de impresora	72456	5 rollos por juego
Papel de impresora (autoadhesivo)	11600388	3 rollos por juego
Cinta de color para impresora, negra	65975	Juego de 2
Gestión de calidad		
HA-ETTC, Juego de ajuste de temperatura certificado (para HX/HS)	30020851	
HA-TTC, Juego de ajuste de temperatura certificado (para HB/MJ/HR/HG)	214528	
cSmartCal (certificado, conjunto de 24)	30005791	
cSmartCal (certificado, conjunto de 12)	30005793	
SmartCal (conjunto de 24)	30005790	
SmartCal (conjunto de 12)	30005792	
StarterPac cSmartCal (todos los accesorios, los protocolos, 12 bolsitas cSmartCal)	30005918	
Pesa de calibración certificada 200 g (HX)	11119532	
Pesa de calibración certificada 100 g (HS)	11119531	
Pesa de calibración certificada 20 g (HB/MJ)	11119529	
Accesorios		
Cubierta protectora HX/HS para terminal	30003957	1 unidad
Cubierta protectora resistente a los productos químicos HB43-S	11113363	Juego de 2
Soporte HX/HS para terminal	30018474	1 unidad
Filtro para polvo HX/HS	30020838	Juego de 50
Soporte para impresora HX/HS	30066692	1 unidad

Mettler-Toledo AG

Laboratory & Weighing Technologies
CH-8606 Greifensee, Suiza
Teléfono +41-44-944 22 11
Fax +41-44-944 30 60

Reservado el derecho de modificaciones técnicas
© 06/2015 Mettler-Toledo AG
Impreso en Suiza 11796098A

www.mt.com/moisture

Para más información



* 1 1 7 9 6 0 9 8 *