



# PRÁCTICA DE DETERMINACIÓN ANALÍTICA II



## LA HUMEDAD DE LOS GRANOS

Los granos cosechados de los cereales y de los oleaginosos son de naturaleza porosa, ávidos de agua, con acentuadas propiedades higroscópicas, pero en cambio, basta que contenga un leve exceso para que en combinación con la temperatura ponga en peligro su conservación.

Cuando maduran, aún contienen restos de agua del vegetal verde en cantidades cercanas al 30% que será necesario reducir a la mitad o más para asegurar la conservación. A ésta humedad propia de la planta debe agregarse el agua que ha penetrado en el grano o se ha adherido a su superficie a consecuencia de la lluvia, del rocío o del mismo ambiente absorbiendo vapor que se condensa y es retenido en las superficies interiores debido a su estructura capilar.

Los granos están constituidos por una sustancia sólida, denominada materia seca, y por cierta cantidad de agua. La materia seca está formada por las proteínas, los carbohidratos, las grasas, las vitaminas y las cenizas. El agua existente en la estructura orgánica de los granos se presenta bajo distintas formas, pero para fines prácticos se consideran dos tipos de agua: el agua libre que se retira fácilmente por medio de calor, y el agua que retiene la materia sólida y que sólo se libera por la acción de altas temperaturas, lo que puede originar la volatilización y descomposición de las sustancias orgánicas y, por lo tanto, la destrucción del producto.

El agua presente en los granos se encuentra en DOS (2) estados diferentes:

- **Agua esencial o combinada:** formando la materia orgánica, integrando sus moléculas como humedad de constitución, sólo posible de separar produciendo alteraciones en las características y constitución de los componentes del grano.



### • **Agua no esencial o absorbida:**

- Una cierta cantidad de esta puede estar como agua higroscópica o libre, simplemente condensada sobre superficie y en los poros del grano, aumentando a medida que el área sea mayor y a medida que aumenta la humedad del aire, es de fácil separación.

- Otra porción de humedad estará dada por el agua de imbibición o sorción, absorbida por las sustancias de carácter coloidal, como ser el almidón, la celulosa, y la proteína, no así la materia grasa. Es de difícil separación.

Esto acontece tanto en los cereales como en los oleaginosos pero estos no contienen tanta humedad por que la materia grasa no es higroscópica.

La determinación exacta de cada una de estas humedades se hace difícil, siendo la causa principal de la existencia de los variados métodos de determinación de humedad, con los resultados a menudo no coincidentes.

Debido a ello el contenido de humedad de los cereales y oleaginosos, conviene expresarlo en función del método empleado, definiéndolo cuando se lo determina con fines comerciales, como pérdida de peso.

El contenido de humedad influye en las propiedades físicas de una sustancia: en el peso, la densidad, la viscosidad, el índice de refracción y entre otras. Para determinar este contenido se utilizan técnicas químicas, termo gravimétricas o de desecación.

### **¿Por qué medir la humedad?**

La mayoría de los productos naturales contienen humedad. El contenido de agua por sí mismo es raramente interesante. Por el contrario, muestra si un producto que se pretende comercializar y producir tiene propiedades estándares como

- Aptitud para almacenamiento.
- Aglomeración en el caso de tratarse de un polvo.
- Estabilidad microbiológica.
- Propiedades de flujo, viscosidad.
- Peso en seco.
- Concentración o pureza.
- Grado comercial (cumplimiento de los acuerdos de calidad).
- Valor nutricional del producto.
- Conformidad legal (regulaciones normativas en cuanto a alimentación).

Si se parte de grano seco y a intervalos regulares se va incrementando la humedad, manteniendo una temperatura apropiada y constante, los fenómenos metabólicos de los hongos, bacterias e insectos no son correlativos a los incrementos. A cierta humedad se produce un aumento más brusco haciendo peligrar su conservación. Quiere decir entonces que hay un contenido de humedad apropiado para almacenar grano con la seguridad de mantener su calidad inalterable y no perder peso por excesiva merma.



El contenido de humedad ideal será el que acuse el grano inmediatamente antes del brusco ascenso, disminuido un poco por simple precaución.

En términos generales se aconseja para los cereales sanos, secos y limpios la humedad límite de seguridad del 13%, mientras que para un almacenamiento muy prolongado o cuando es para semilla y en climas cálidos deberá ser 1 ó 2 puntos menos.

Los oleaginosos, por su naturaleza, son mucho más susceptibles al exceso de agua. Si un lino tiene 40% de materia grasa y 10% de humedad, la parte que podríamos titular como "no oleaginosa" de la semilla tendrá 16.6% de humedad y su comportamiento será diferente a un cereal con sólo 10%. Este razonamiento se aplica a todos los granos oleaginosos.

De modo entonces que la humedad límite de seguridad para almacenar los granos oleaginosos está entre 7% y 12% según el oleaginoso que se trate.

Definimos como:

- **Humedad Inicial:** es la Humedad que trae la mercadería desde el lugar de origen.
- **Humedad Final:** es la Humedad a la que se lleva la mercadería.
- **Humedad de comercialización:** es la Humedad que figura en las normas de calidad.
- **Humedad de referencia:** es la Humedad sobre la cual se expresan los resultados analíticos.

### Determinación de la humedad

La medición de humedad de los granos es importante puesto que es un parámetro utilizado en la comercialización del producto, según lo establece la resolución 1075/94 de la Secretaría de Agricultura, Ganadería y Pesca. Esta propiedad puede medirse con equipos de medición rápida, basados en medición por infrarrojo, por propiedades dieléctricas u otros métodos indirectos, y también por el método gravimétrico de referencia, por secado en estufa de aire forzado (Norma IRAM 15850-1)

Los métodos analíticos se ha clasificado en 2 grupos: BASICOS O DE REFERENCIA Y PRACTICOS.

- **MÉTODOS BÁSICOS O DE REFERENCIA:** están destinados a ser ejecutados en laboratorios más complejos y por personas idóneas, servirán como patrón y ajuste de los otros métodos prácticos. El método patrón servirá de referencia, deberá dar resultados reproducibles, tener precisión y ser tan exactos como los conocimientos de la actualidad lo permitan.
- **MÉTODOS PRÁCTICOS O RÁPIDOS:** son sencillos, de fácil manipuleo, para operadores no necesariamente idóneos, deben ser accesibles para ser empleados en las transacciones comerciales.

Existen 4 principios diferentes para determinar la humedad de los cereales, oleaginosos, productos y subproductos de su industrialización.

- Secado o pérdida de peso
- Destilación



- Determinación de constante dieléctrica.
- Determinación por vía química.

Los métodos por SECADO en estufa son los más frecuentes en los laboratorios por ser muy sencillos y preciso. Todos tratan de eliminar solamente el agua absorbida o no esencial que se halla en el grano pero resulta una ardua tarea la puesta a punto de un método, determinar con exactitud el momento de eliminación total del agua interior sin llegar a liberar algo de agua combinada y materias volátiles.

## METODOS PATRONES

### • ESTUFAS DE CIRCULACION DE AIRE FORZADA:

Este método tienden a asegurar una temperatura uniforme en toda la zona de secado, ya sea produciendo una corriente continua de aire seco por medio de dispositivos de entrada y salida del aire o bien rodeando a la cámara por un líquido como ser: agua, glicerina, aceite, etc., o produciendo el vacío en la atmósfera caliente que rodea el grano.

#### **Fundamento:**

Pérdida de peso por evaporación.

#### **Determinación:**

Se homogenizan y pesan 10 gr de muestra del grano tal cual, en una cápsula de aluminio previamente tarada. Luego se los lleva a una estufa de circulación de aire forzada a una temperatura de 130°C según el tiempo indicado para cada grano:

- **Girasol:** 75 minutos.
- **Maní:** 165 minutos.
- **Lino:** 180 minutos.
- **Cártamo:** 75 minutos.
- **Colza:** 180 minutos.
- **Soja:** 180 minutos.

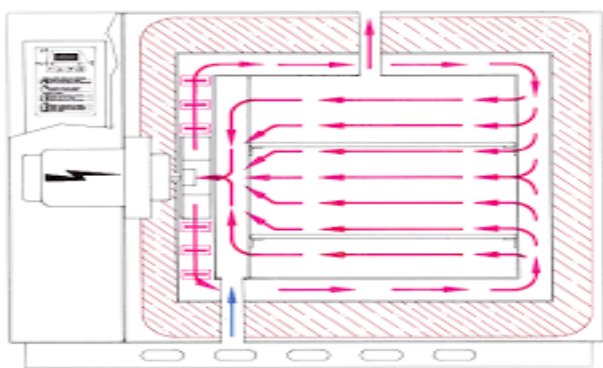
Posterior a ello, se retiran las capsulas de la estufa, se las tapa inmediatamente y se las deja enfriar en un desecador a temperatura ambiente y luego se las pesa.

#### **Cálculo:**

$$H\% = \frac{A - B}{C} \times 100$$

- **H** = Porcentaje de humedad sobre muestra tal cual.
- **A** = Tara de la cápsula más el peso de la muestra antes de secar.
- **B** = Tara de la cápsula más el peso de la muestra después de secar.
- **C** = Peso inicial de la muestra.





*Estufa de circulación de aire forzado.*

### • **BROWN-DUVEL:**

#### **Fundamento:**

Determinación de humedad por destilación sobre muestra tal cual.

#### **Determinación:**

Homogeneizar y pesar 100 gr de muestra (50gr en caso de avena) e introducir en el balón de destilación, agregar 150 ml de aceite y agitar suavemente hasta que el aceite y los granos estén bien mezclados. Colocar el tapon portador del termómetro cuidando que el bulbo quede sumergido 4/5 partes de longitud. Colocar el balón de destilación en el equipo, conectar con el tubo condensador y poner el tubo graduado a la salida de este. Tapar el compartimiento, abrir el agua de refrigeración y encender la resistencia. Cuando se alcance la temperatura deseada, interrumpir el calentamiento.

Las temperaturas de corte para los distintos granos son:

- **Trigo:** 195°C.
- **Maíz:** 190°C.
- **Avena:** 195° C.
- **Cebada:** 190°C.
- **Sorgo:** 195° C.
- **Centeno:** 185°C.
- **Arroz:** 210° C.

En todos los casos cuando la temperatura descienda a 160°C retirar el tubo graduado y leer el volumen de agua recogido.

#### **Cálculo:**

Para todos los granos, excepto avena, el número de ml de agua recogidos, representa el porcentaje de humedad de la muestra y se expresará al decimo. Para avena, multiplicar el número de ml de agua por dos para obtener el porcentaje de humedad.



**Método Brown-Duvel.**

## MÉTODOS NO DESTRUCTIVOS

Los métodos basados en CONSTANTES ELECTRICAS, miden la resistencia que ofrece la muestra examinada al paso de la corriente eléctrica. A mayor humedad del grano, mayor paso de corriente eléctrica, es decir menor resistencia y mayor conductividad.

El grano es colocado en contacto con los electrodos conectados en serie con un galvanómetro provisto de una escala especial. La operación es sumamente rápida, lo que ha hecho que se divulguen, pero son susceptibles de diversas fallas. Por ejemplo, cualquier desajuste del aparato, muy fácil de suceder o bien un mal contacto del material analizado con los electrodos, inducirá a error.

Por otra parte las muestras no deberán ser muy secas ni muy húmedas y si provienen de mercadería mezclada con distintas humedades, las determinaciones tampoco serán exactas. Lo mismo puede suceder con granos recién mojados o provenientes de secadoras, vale decir con humedades irregulares.

Para corregir en parte estos defectos de los aparatos de conductancia se los ha reemplazado por medidores que aprovechan las propiedades dieléctricas de los materiales aislantes como en este caso son los granos con reducida humedad. Dada su practicidad son universalmente usados en las operaciones de recepción y entrega de granos, denominados comúnmente HUMEDIMETROS.

Los métodos QUIMICOS utilizan muy diversas sustancias desecantes que absorben la humedad de los granos.

**Químicos:** Los métodos de determinación de humedad constante en esta categoría son: Karl Fisher, Carbonato de calcio y dicromato. El método Karl Fisher es uno de los más precisos y exactos para la determinación de humedad de granos de cereales, sin embargo es muy lento y requiere habilidades analíticas, no siendo muy usado en laboratorios de granos y semillas. El método de Dicromato a su vez, fue desarrollado para medir el contenido de humedad de productos con altos niveles de humedad, como frutas y hortalizas, pero también da buenos resultados en arroz con niveles entre 10 y 15%.

**Secado con desecantes:** Este método está basado en el hecho de que el contenido de humedad de un producto tiende a equilibrarse con la humedad relativa del aire circundante. Después de alcanzar el equilibrio, la humedad relativa del aire que está entre los granos es usada como índice



del contenido de humedad. El contenido de humedad de los granos es determinado colocando una muestra finamente molida, de peso conocido en un recipiente cerrado, conteniendo una gran cantidad de una sustancia desecante, como soluciones salinas saturadas, ácido sulfúrico y glicerol. El desecante absorbe la humedad que es gradualmente vaporizada del material. Después de que el material alcanza un peso constante, la humedad es determinada por diferencia del peso original. El tiempo requerido para que el producto alcance el equilibrio puede ser de cerca de 45 días, muy largo para la mayoría de los usos prácticos, pudiendo inclusive causar deterioro de la muestra, desde antes de que la muestra pueda ser determinada, especialmente cuando en contenido de humedad de la muestra es tan alto que bacterias y hongos se pueden desarrollar.

## **OTROS MÉTODOS**

**Método de refractancia de infra-rojo** - Este método se basa en la espectrometría, donde una muestra es irradiada, con luz de dos longitudes de onda diferentes en la región de infra-rojo. Una longitud de onda es absorbida por el agua, mientras que el otro es usado como referencia y es muy poco absorbido. La gran limitación de este método es que mide principalmente la humedad próxima a la superficie del material, como el método de resistencia eléctrica.

**Métodos Acústicos** - Los métodos acústicos determinan el contenido de humedad a través de la medición de niveles de sonidos producidos por el movimiento de los granos. Granos con diferentes contenidos de humedad producen sonidos diferentes, cuando chocan con un objeto o con una superficie. Científicos se han dedicado a investigar las características acústicas de los granos con diferentes niveles de humedad, para crear un método de determinación de humedad en tiempo real, para ser usado en equipos para agricultura de precisión.

### ***Método de refractancia de infra-rojo:***

Los métodos acústicos, una vez que sean plenamente desarrollados, pueden ser aplicados en la agricultura de precisión, con muchas ventajas sobre los métodos actuales, entre otras la de obtenerse una lectura del contenido de humedad en tiempo real, en el local en donde el grano o semillas se encuentra sin ser destructivo.

El contenido de humedad de los granos es expresado por un porcentaje considerando 100 el peso del grano. Tanto la humedad como cualquier otro componente del grano puede expresarse sobre 100 integrado con la humedad, esto es sobre sustancia húmeda (s.s.h) o 100 con la humedad cero, es decir sobre sustancia seca (s.s.s).

La humedad sobre sustancia seca se emplea para cálculos de secado y trabajos de investigación; su porcentaje siempre es mayor que el expresado sobre sustancia húmeda.

Si bien usualmente la humedad se expresa sobre base húmeda, no sucede así con los otros componentes del grano, como ser la proteína y el contenido de materia grasa. Cabe destacar que además en la expresión de resultados debe tenerse presente el destino que se le va a dar al análisis. Si es para conocer la humedad de la mercadería con propósito de su conservación o recibo, se hará sobre muestra tal cual, y si es para calcular el porcentaje de materia grasa o proteínas, se realizará sobre mercadería limpia.

Para finalizar, diremos que los porcentajes deben expresarse solamente al décimo según reglamentación vigente.