

Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 1 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	--	---

LEMAT

PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO

PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS

Fecha de Edición: 1 de Diciembre del 2012

EDICIÓN	FECHA	HOJA/S	CAUSA DEL CAMBIO

	Elaborado:	Revisado por:	Aprobado/Autorizado por:
Nombre			
Firma			
Fecha			

Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 2 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
--	--	---

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
1. OBJETIVO	3
2. ALCANCE	3
3. REFERENCIAS	4
3.1 Documentos utilizados en la elaboración.	4
4. GENERAL	4
4.1 Definiciones.....	4
4.2 Nivel de riesgo y calificación.	5
4.2.1 Con respecto al analista.....	5
4.2.2 Con respecto al patrón.	5
4.2.3 Con respecto al equipo.	6
4.2.4 Durante el ensayo.	7
5. DESCRIPCIÓN	8
5.1 Materiales.....	8
5.2 Preparación de la Muestra	8
5.3 Realización.....	12
5.4 Experimentación	13
6. ANÁLISIS DEL TERMOGRAMA.....	20
7. RECOMENDACIONES	26

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 3 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	--

1. OBJETIVO

El procedimiento que se describe establece las actividades a realizar durante la experimentación en muestras de harina de arroz para obtener las propiedades térmicas que ocurren durante la gelatinización.

2. ALCANCE

El Calorímetro Diferencial de Barrido (o sus siglas en inglés, DSC) permite determinar las propiedades térmicas durante la fase de gelatinización en muestras de harina de arroz. Este equipo determina la cantidad de flujo de calor que fue necesaria para que se produzca una reacción endotérmica en la que la muestra alimenticia absorbe calor, lo que ocasiona un desorden molecular dentro de ésta, cambiando totalmente su estructura. El calor es medido en valores de energía y se representa como un diferencial de entalpía.

El DSC muestra al final de la corrida un termograma donde se observa el pico endotérmico; el software del programa facilita el cálculo de las características térmicas de la muestra que se analiza, entre éstas están la temperatura inicial y final gelatinización, la temperatura del pico endotérmico de gelatinización y el diferencial de entalpía.

El presente procedimiento que será descrito, no sólo es aplicable a muestras de harina de arroz, sino también a otros tipos de harina que usen como medio plastificante agua.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 4 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	--

3. REFERENCIAS

3.1 Documentos utilizados en la elaboración.

Para la elaboración de éste procedimiento se tomó de referencia los siguientes documentos:

- Manual del equipo DSC Q200, marca TA instruments.
- Información acerca del equipo DSC Q200 (www.tainstruments.com).

4. GENERAL

4.1 Definiciones

Gelatinización: Es la disrupción del orden molecular dentro del gránulo de almidón cuando es expuesto a calor en presencia de agua. www.aulavirtual.com

Flujo de calor: Paso de energía térmica desde un cuerpo de mayor temperatura a otro de menor temperatura. www.wikipedia.com

Entalpía: Es la cantidad de energía calorífica que se intercambia entre un sistema y sus alrededores. www.quimicaexplicada.com

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 5 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---

Pan: Cápsula o contenedor donde se colocan las muestras a analizar y que también puede servir de referencia.
www.dictionary.reference.com

4.2 Nivel de riesgo y calificación.

Instrucciones de seguridad

4.2.1 Con respecto al analista.

- ✓ Usar mandil para las tareas de laboratorio.
- ✓ Mantener los dedos y otros objetos lejos del horno cuando se esté realizando la experimentación, o cuando se abra o cierre el mismo.
- ✓ Los usuarios deben usar guantes en todo momento cuando se preparan muestras y cuando el DSC está abierto con el fin de evitar la contaminación

4.2.2 Con respecto al patrón.

- ✓ Manejar los pans con pinzas, evitar el contacto físico.
- ✓ Desechar los pans que ya han sido utilizados para portar muestras.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 6 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---

NOTA: Se detallará más adelante la preparación de la muestra.

4.2.3 Con respecto al equipo.

- ✓ Evitar los golpes bruscos sobre el equipo durante la experimentación.
- ✓ Dejar el equipo y el área de trabajo limpios una vez finalizada la actividad.
- ✓ No abrir la celda cuando la temperatura del ambiente es mayor a la del interior de la celda ya que podría ganar humedad la celda.

Limpieza del equipo

- ✓ Limpiar la pantalla táctil del equipo y sus superficies utilizando un líquido limpiador de vidrios en un paño.

PRECAUCIÓN: No utilizar productos químicos abrasivos, limpiadores abrasivos, lana de acero o cualquier material áspero que pueda alterar o dañar la superficie.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 7 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---

4.2.4 Durante el ensayo.

- ✓ Mantener el área de trabajo a temperaturas alrededor de 22°C.
- ✓ Mantener la purga de gas abierta y prendido el sistema de enfriamiento mientras se esté ejecutando el ensayo.
- ✓ Asegurar que la tapa de las celdas esté cerrada cuando se ejecute el ensayo.
- ✓ Durante la ejecución del ensayo, evitar mover el equipo ya que podría afectar la experimentación.
- ✓ Una vez finalizada la experimentación se deberá esperar que la temperatura de la celda se estabilice y no sea menor a la del ambiente para proceder a retirar los pans de referencia y muestra ya analizadas.
- ✓ No apagar el equipo si se tiene los pans de referencia y muestra dentro de la celda del equipo.
- ✓ Apagar siempre primero el equipo y luego el computador que conecta con el DSC.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 8 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	--

5. DESCRIPCIÓN

5.1 Materiales

Muestras de Harina

Balanza Analítica

Micropipeta

Agua desionizada

Espátula

Prensa para la muestra

Pan Tzero Herméticos

Tapas Tzero Herméticas

Moldes Tzero para el sellado



5.2 Preparación de la Muestra

1. Escoger el tipo de Pan a utilizar

- **Tzero estándar Pan** (Bandejas de muestra estándares): Se usa bandejas estándares si la muestra es un sólido o un material no volátil.

- **Tzero Pan** (Bandejas de muestra): Se usan este tipo de bandejas si la muestra es un líquido o tiene componentes volátiles y debe ser herméticamente sellada con respectiva tapa que es **Tzero Hermetic Lid** (Tapa hermética Tzero).

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 9 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
--	---	--

- **Tzero Low-Mass Pan** (Bandejas de muestra para bajas cantidades de masa): Estas bandejas están diseñadas para una alta sensibilidad cuando las muestras son limitadas.

Cada Pan tiene su respectivo **Lid** (tapa). Tzero pan ha sido diseñado para tener un fondo perfectamente plano y no se deforme durante el sellado del pan con la tapa. Esto asegura el contacto óptimo entre el pan y el sensor.

NOTA: En este caso la muestra a utilizar es harina de arroz con agua desionizada, por ende se utilizarán **Tzero hermetic pan** para que la muestra no gane ni pierda peso.

2. Preparación de la Muestra

1. Pesar la cantidad adecuada de muestra para la experimentación, que debe estar entre 10 y 30 mg.



NOTA: Si se va a mezclar la muestra con una solución acuosa el peso total deberá incluir ambas masas. Este procedimiento busca identificar las propiedades térmicas durante gelatinización, por ello

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 10 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---

es necesario que la muestra se hidrate con agua desionizada para que se logre ver la reacción endotérmica. Para este caso se pesa 3 mg de muestra en base seca (debido a que la muestra presenta cierto porcentaje de humedad) y se mezcla con agua desionizada en una relación 1:3 (Harina: Agua).

2. Esparcir la muestra de forma uniforme con la finalidad de lograr la mayor superficie de contacto entre la muestra y el pan.
3. Colocar la tapa sobre el pan.
4. Dependiendo del tipo de pan a usar, escoger el correcto molde para el **Sample Press** (Prensa de Muestra).



NOTA: En este caso se utiliza Pan herméticos Tzero y tapas herméticas Tzero, por ende se usarán los moldes correspondientes a estos.

5. Dentro del molde que va en el fondo del Sample Press, colocar el pan cerrado con la tapa y en la parte de arriba del Sample Press se coloca el otro molde.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 11 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---



6. Sellar el pan mediante el movimiento del brazo del Sample Press, y luego estará listo el pan con la muestra para realizar la respectiva corrida.



7. Dejar reposar al menos una hora para que el almidón pueda hidratarse completamente con el agua, que es el medio plastificante.

NOTA: Usar como material de referencia un pan vacío sellado herméticamente con los mismos moldes usados para el sello de la muestra.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 12 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---



5.3 Realización

Para conectar el equipo con el computador se debe abrir el ícono de TA Instruments Explorer que se encuentra en el escritorio del computador, hacer click en el ícono del equipo con el botón derecho y escoger **Connect to the Instruments** (conectar al Instrumento) y así se accederá a la página del software del DSC Q200.

La experimentación se puede realizar mediante el software que se encuentra instalado en el computador conectado al equipo DSC con la opción de **Wizard Experiment** (Asistente para Experimentación) que se encuentra como un ícono en la parte superior de la pantalla.

Es importante antes de cada corrida hacer click en **Append** (Añadir) en la ventana de **Experiment View** (Ventada de Experimentación) que es la primera que aparecerá con el fin de programar una nueva corrida. En la columna del lado de izquierdo aparecerá una nueva corrida que se programará con el **Wizard Experiment** y eliminar las corridas anteriores. Una vez ejecutado este paso, proceder con el punto 5.4 de “Experimentación”.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 13 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---

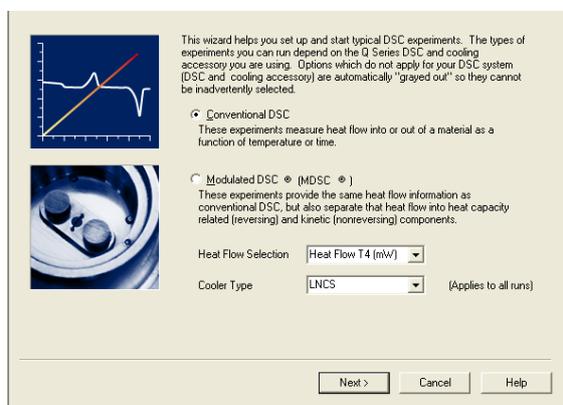
5.4 Experimentación

1. Para empezar la experimentación, iniciar haciendo click en el ícono **Wizard Experiment** que se encuentra en la parte superior derecha de la ventana principal del programa.



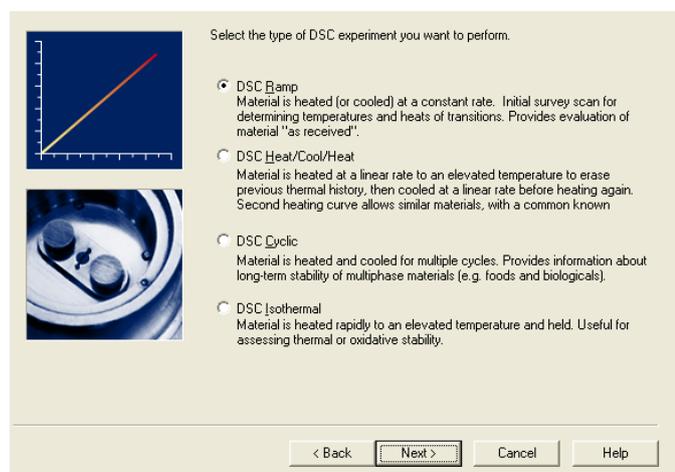
2. Aparecerá una ventana del **Wizard Experiment** que permite escoger el tipo de ensayo que se desea en función de la variable que se busca medir presentándose las opciones: **Conventional DSC** (DSC Convencional) y **Modulated DSC** (DSC modulado). Se escoge además las opciones siguientes y luego se hace click en el botón **Next** (Siguiente).
 - **Heat Flow Selection** (Selección del tipo de flujo de calor): Como este equipo es DSC Q200 se debe escoger **Heat Flow T4** (Flujo de Calor T4) que indica que el flujo de calor podrá ser medido en cuatro períodos de tiempo.
 - **Cooler Type** (Tipo de Enfriador): Dependerá del tipo de enfriador conectado al equipo, en este caso **LNCS**.

Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 14 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	--	--



3. Una vez seleccionado las opciones anteriores, seleccionar el tipo de corrida que se desea de las opciones que se presentan a continuación, y luego hacer click en el botón **Next**.

- **DSC Ramp** (Rampa de DSC)
- **DSC Heat/Cool/Heat**
(Calentamiento/Enfriamiento/Calentamiento por DSC)
- **DSC Cyclic** (Ciclos del DSC)
- **DSC Isothermal** (Isotermas del DSC)



<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 15 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
--	---	--

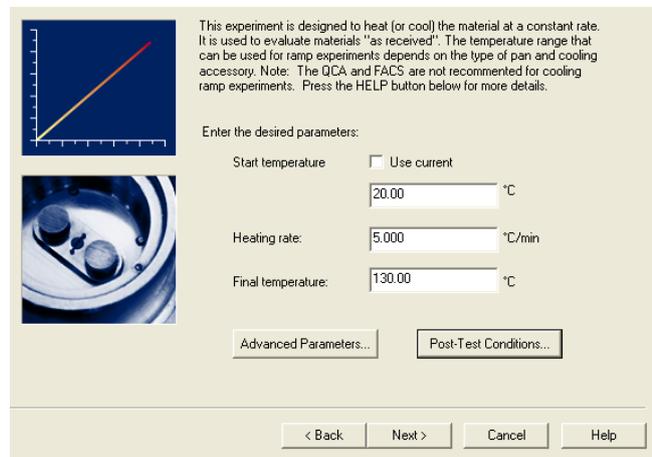
NOTA: Cada opción describe de forma general el procedimiento que se desea realizar, el cual estará basado en los resultados que se buscan obtener según el tipo de muestra que se analiza.

4. En la siguiente ventana que aparece, se ingresan los parámetros según el ensayo que se quiere ejecutar:

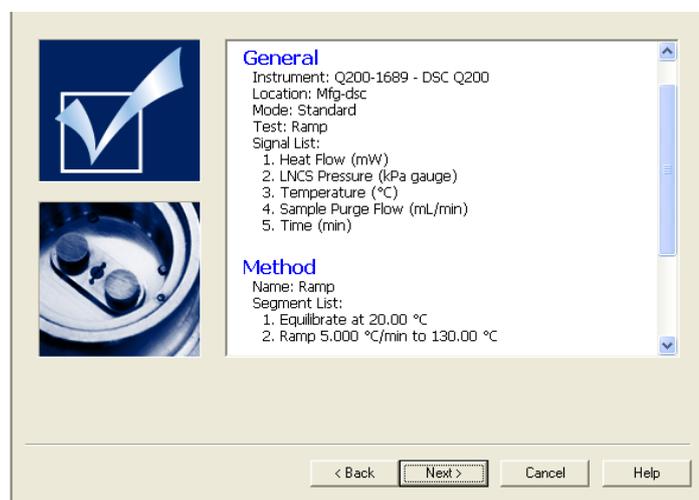
- **Start Temperature** (Temperatura de Inicio): 20°C
- **Heating Rate** (Velocidad de Calentamiento): 5°C/min
- **Final Temperature** (Temperatura Final): 130°C

En la opción de **Advanced Parameters** (Parámetros Avanzados) se selecciona de forma numérica los puntos que se desean por segundo en la gráfica del termograma, y en **Post-Test Conditions** (Condiciones después de la Prueba) se coloca un intervalo de temperatura entre 35 y 50°C que es el rango correcto a la que se acondiciona la celda después de una corrida y es el rango de temperatura recomendado para poder abrir la celda. Hacer click en el botón **Next** para continuar.

Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 16 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	--	--



5. Se presenta una ventana que resume las condiciones de la experimentación en función de los parámetros que se ingresó. Esto permite confirmar los valores que se desea, en caso de existir algún error se puede regresar a las ventanas anteriores haciendo click en el botón **Back** (Atrás).



6. En la ventana que aparece, colocar en las opciones de **Sample Information** (Información de la Muestra) para ingresar los siguientes datos, y hacer click en **Next**.

Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 17 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	--	--

- **Sample Name** (Nombre de la Muestra)
- **Sample Size** (Tamaño de la muestra): 12,7 mg. Se colocan los miligramos de muestra (agua y harina) que están dentro del pan de muestra cuyo rango está entre 10 y 30 mg.
- **Comments** (Comentarios): Comentarios u anotaciones referentes a la experimentación.
- **Data File** (Carpeta de Datos): Permite acceder a una ventana que facilita guardar el archivo en una carpeta.

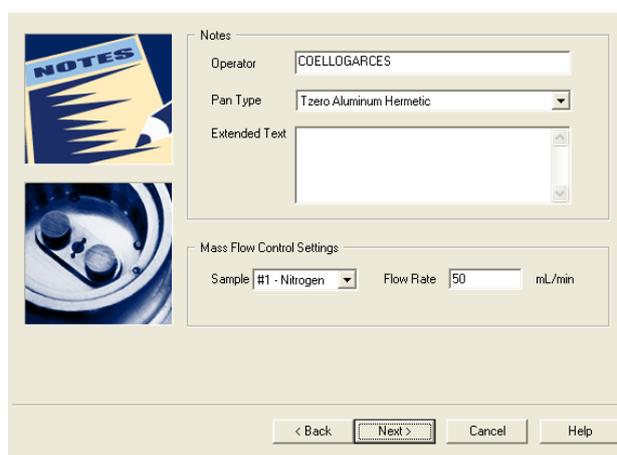
7. La ventana que aparece permite ingresar Notas sobre la experimentación en la sección **Notes** y se ingresa la siguiente información:

- **Operator** (Operador): Nombre de la persona que ejecuta la calibración.
- **Pan Type** (Tipo de Pan): Tzero Aluminum Hermetic.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 18 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

- **Extended Text** (Texto Adicional): Se coloca más información que se quiera tener presente de la experimentación.

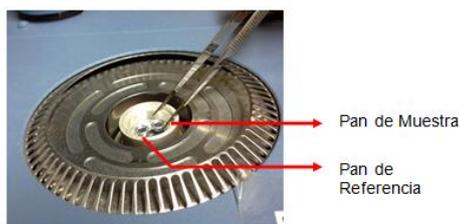
En la sección **Mass Flow Control Settings** (Configuración de Control de Flujo de Masa) y se coloca el tipo de gas en **Sample** (muestra): #1- Nitrogeno y en **Flow Rate** (Velocidad de Flujo): 50 mL/min.



The screenshot shows a software window with two main sections. The top section is titled 'Notes' and contains fields for 'Operator' (COELLOGARCES), 'Pan Type' (Tzero Aluminum Hermetic), and 'Extended Text'. The bottom section is titled 'Mass Flow Control Settings' and contains a 'Sample' dropdown menu set to '#1 - Nitrogen' and a 'Flow Rate' input field set to '50 mL/min'. At the bottom of the window are buttons for '< Back', 'Next >', 'Cancel', and 'Help'.

NOTA: Todas estas condiciones dependen del tipo de experimentación, tipo de gas y velocidad de flujo que se desee, 50 mL/min es la que generalmente se recomienda.

8. Hacer click en **Control** (Control)/ **Lid** (tapa) y **Open** (Abrir) para abrir la celda y poder ingresar los pans de muestra y referencia.

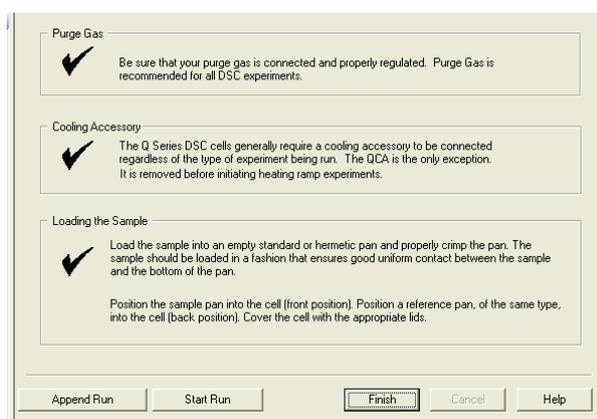


<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 19 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---

NOTA: El pan de referencia está vacío y herméticamente sellado y se coloca en el sensor del fondo de la celda, el pan que contiene la muestra también está herméticamente sellado y es colocado en el sensor de adelante. Manipular los pans con pinzas.

9. Hacer click en **Control** (Control)/ **Lid** (tapa) y **Close** (Cerrar) para cerrar la celda.

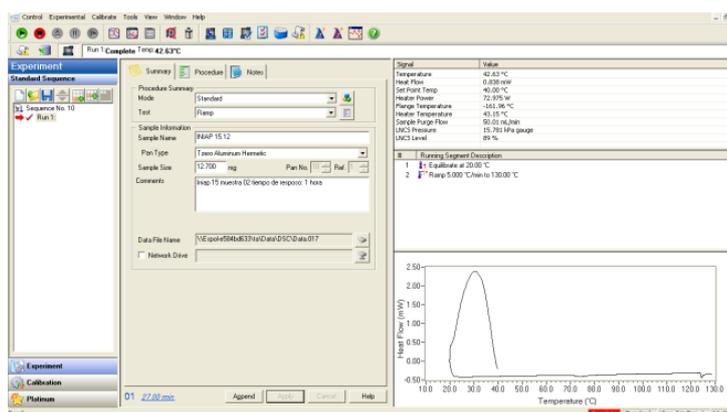
10. La ventana que aparece permite recordar las condiciones claves para que la experimentación se realice con éxito. Hacer click en **Star Run** (Inicio de Corrida) para empezar la corrida.



NOTA: Recordar ingresar los pans de muestra y referencia según se especifica en el punto 9.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 20 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

11. Aparecerá la venta principal del software mostrando el tiempo de la corrida. Para los parámetros aquí especificados, la corrida tiene un tiempo de duración de 27 minutos y en la parte inferior derecha se muestra cómo se va realizando el termograma a medida que ocurre la corrida. Cuando la corrida se complete se guardará automáticamente y se podrá analizar en el programa **TA Universal Analysis**.



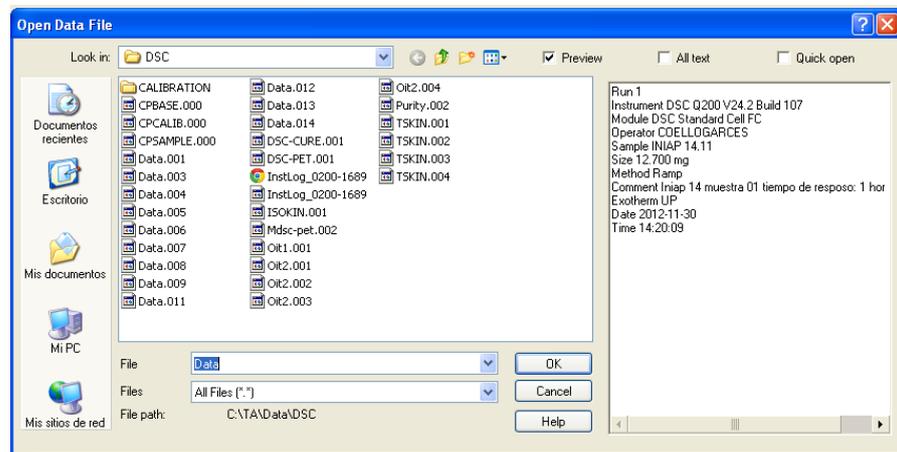
6. ANÁLISIS DEL TERMOGRAMA

Una vez finalizada la corrida del experimento la gráfica puede ser analizada mediante el programa **TA Universal Analysis**.

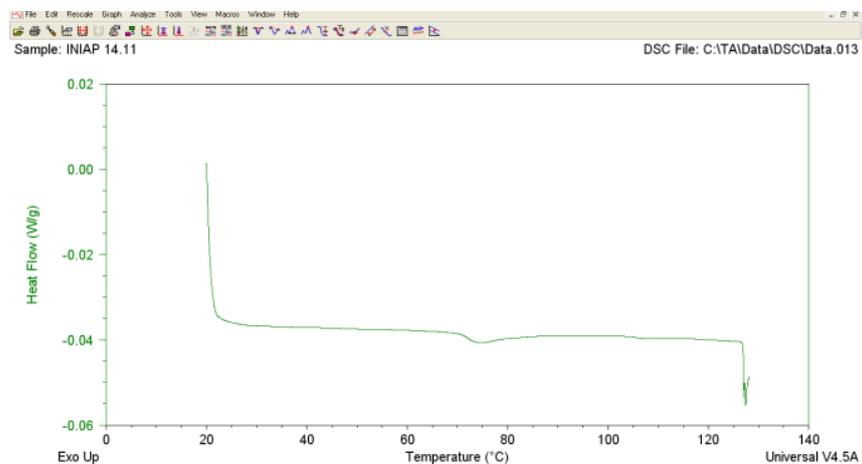
1. Ingresar al programa **TA Universal Analysis** que está en el escritorio del computador.

Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 21 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	--	--

- Hacer click en el ícono de **Open** (Abrir), y aparecerá la carpeta con los archivos guardados y escoger el archivo del termograma que se desea analizar, en éste caso se presentará un termograma que presenta una curva de gelatinización de harina de arroz.

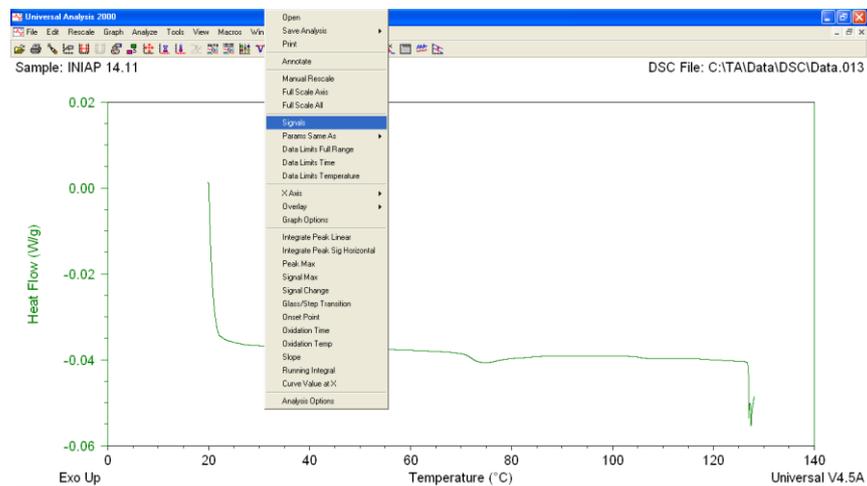


- Se abrirá la gráfica y se la podrá analizar.

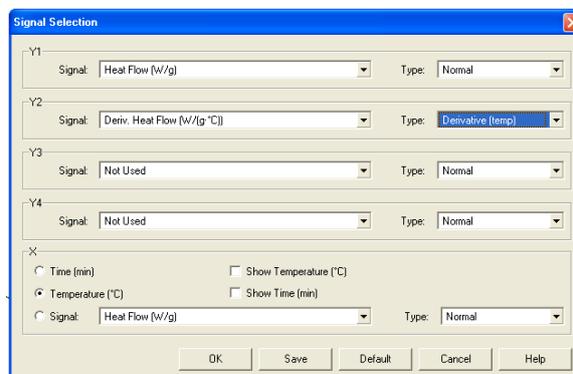


Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 22 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	--	--

4. Para poder visualizar bien los eventos que ocurrieron durante la fase de transición de gelatinización, es recomendable calcular con este programa la derivada del flujo de calor con respecto a la temperatura, para ello ir a **Signals** (Señales) con el click derecho y aparecerá una ventana.

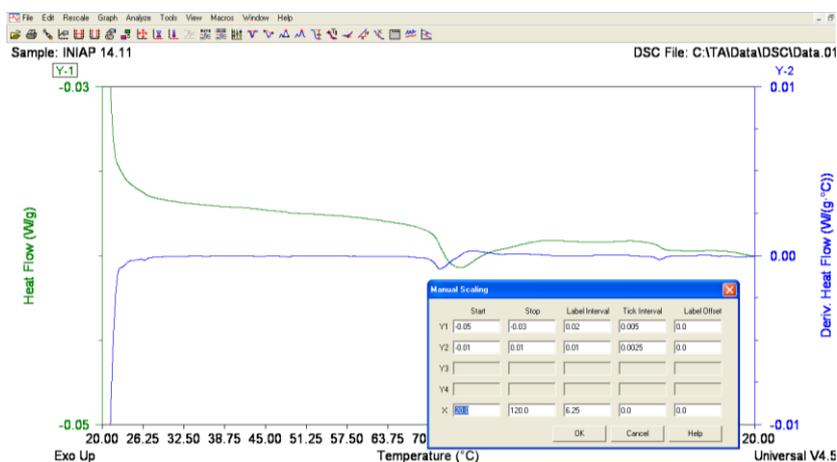


Para que aparezca la derivada de la temperatura con respecto al calor escoger en la coordenada **Y2** la opción **Deriv Heat Flow** y el **Type** (tipo) la opción **Derivate (temp)** y hacer click en **Ok**.



<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 23 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

5. Se pueden editar también los rangos de la gráfica para poder visualizar mejor las curvas. Hacer click derecho en los rangos y aparecerá una ventana en la que uno puede escoger los rangos tanto para flujo de calor, temperatura y la derivada del flujo de calor con respecto a la temperatura.



6. Para poder establecer los límites de los picos que se formen ya sean endotérmicos o exotérmicos se pueden escoger dos opciones:



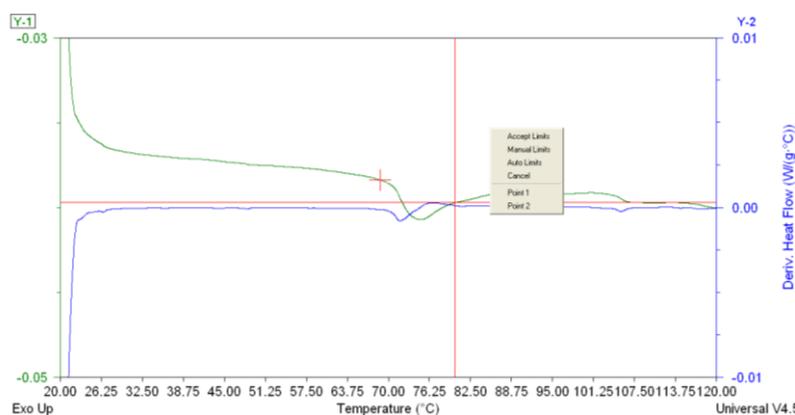
Quando el pico presenta una simetría uniforme.



Quando el pico no presenta una simetría uniforme.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 24 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	---	---

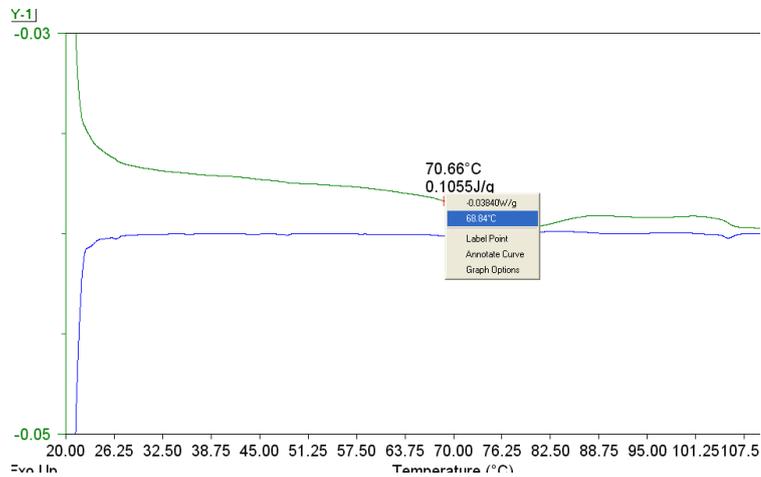
- Una vez seleccionada la opción antes mencionada según sea el caso de la gráfica, se procede a escoger los límites desplazando las líneas de color rojo hasta el inicio y fin del pico. Después de seleccionar los límites, hacer click derecho y seleccionar **Accept Limits** (Aceptar Límites) y aparecerán los valores del pico endotérmico y el diferencial de entalpía.



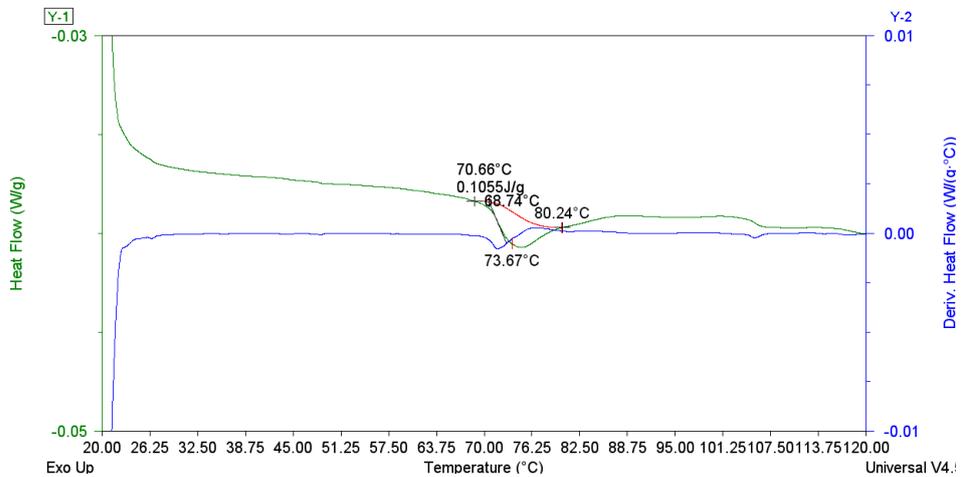
NOTA: El objetivo de sacar la derivada del flujo de calor con respecto a la temperatura es ayudar a determinar en qué punto empezó el evento, en este caso la gelatinización y hasta que parte de la curva duró.

- Para obtener las temperaturas a la que inicia la fase de transición, hacer click derecho donde inicia a bajar la curva para la temperatura de inicio y escoger el valor de la temperatura y automáticamente aparecerá, lo mismo para la temperatura final, se hace click donde termina de subir la curva.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 25 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---



Así se aprecia la gráfica una vez definido y aceptado los límites que se han mencionado.



<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA LA EXPERIMENTACIÓN EN MUESTRAS DE HARINA USANDO EL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 26 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
--	---	--

7. RECOMENDACIONES

- Tener en cuenta que este procedimiento descrito presenta parámetros de una experimentación en particular, los parámetros al momento de programar las corridas están basados en el tipo de muestra que se desee analizar y el tipo de resultados que se quiera obtener.
- Es recomendable que no se apague el LNCS entre corridas.
- Escoger correctamente el tipo de pan usado dependiendo del tipo de muestra como ya se lo ha explicado anteriormente.
- Abrir la tapa de celda únicamente para colocar los pans y luego de la experimentación para retirarlos, el objetivo es que las celdas no ganen humedad cuando la tapa se haya abierto.
- Desactivar el **Autosampler** (Automuestrador) desde el menú **Control** en el caso que los pans de muestra y referencia se coloquen directamente.
- Para el análisis del termograma se debe tener en cuenta las unidades con las que está la gráfica, ya que es posible variarlas si se desea.
- Para mejor resolución de la gráfica es mejor si se acortan los límites para amplificar la imagen y poder analizarla mejor.