

	ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DE UMIDADE – MÉTODO ESTUFA	NORMA Nº NIT-SEFIQ-004	REV. Nº 02
		PUBLICADO EM FEV/2023	PÁGINA 1/7

SUMÁRIO

- 1 Objetivo**
- 2 Campo de aplicação**
- 3 Responsabilidade**
- 4 Documentos de referência**
- 5 Documentos complementares**
- 6 Siglas**
- 7 Termos e definições**
- 8 Instrumentos, equipamentos e materiais utilizados**
- 9 Condições gerais**
- 10 Ensaio para soja, milho, café, arroz e feijão**
- 11 Histórico da revisão e quadro de aprovação**
- ANEXO A – Expressão dos resultados**
- ANEXO B - Amostragem**

1 OBJETIVO

Esta norma estabelece os procedimentos para determinação de teor de umidade dos grãos soja, milho, arroz, feijão e café, pelo método padrão da estufa, pertinentes à avaliação de modelo e a verificações dos medidores de umidade de grãos - MUG.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

Esta norma se aplica à Dimel/Dgtec/Sefiq, à Rede Brasileira de Metrologia Legal e Qualidade – Inmetro (RBMLQ-I), às Oficinas Permissionárias e aos importadores e aos fabricantes de instrumentos de medição com autorização para emitir declaração de conformidade em substituição à verificação inicial.

3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão, aprovação e cancelamento desta norma é do Sefiq.

4 DOCUMENTOS DE REFERÊNCIA

Portaria Inmetro nº 47/2022	Aprovar o Regulamento Técnico Metrológico - RTM e seu Anexo que estabelecem os requisitos a que devem atender os medidores de umidade de grãos utilizados na determinação da umidade de grãos
Portaria Inmetro nº 232/2012	Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos Fundamentais e Gerais e Termos Associados - 1a. Edição Luso-brasileira.
Portaria Inmetro nº 150/2016	Adotar, no Brasil, o Vocabulário Internacional de Termos de Metrologia Legal (VIML)
ASAE	ASAE Standard, S352-1. Moisture measurement - grain and seeds. St. Joseph, MI, USA

(continua)

	NIT-SEFIQ-004	REV. 02	PÁGINA 2/7
---	----------------------	--------------------	-----------------------

ISO 6673	<i>Green coffee: Determination of loss in mass at 105°C</i>
RAS	Regras para análise de sementes – Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento
DOQ-Cgcre-028	Orientação para a calibração de câmaras térmicas sem carga

5 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Não aplicável

6 SIGLAS

As siglas das UP/UO do Inmetro podem ser acessadas em: <http://www.inmetro.gov.br/inmetro/pdf/regimento-interno.pdf>.

AM	Avaliação de Modelo (tipo)
DBO	Demanda Bioquímica de Oxigênio
MUG	Medidores de Umidade de Grãos
RTM	Regulamento Técnico Metrológico
RBMLQ-I	Rede Brasileira de Metrologia Legal e Qualidade - Inmetro

7 TERMOS E DEFINIÇÕES

7.1 Para fins desta norma, são aplicáveis as definições estabelecidas pelas Portarias Inmetro n.º 150/2016 e n.º 232/2012 assim como as constantes no item 1 do RTM-MUG

8 INSTRUMENTOS, EQUIPAMENTOS E MATERIAIS UTILIZADOS

8.1 Os instrumentos, equipamentos e materiais utilizados para realização do procedimento de ensaio para determinação de umidade – método estufa – são:

a) estufa calibrada com controle de variação de temperatura de 1,0 °C e ventilação forçada;

Nota - Em substituição à calibração, a estufa poderá ser qualificada conforme DOQ-Cgcre-028, com os registros e documentos disponíveis para comprovação.

b) cápsulas cilíndricas (aproximadamente ϕ 60 mm) com tampa de alumínio, devidamente identificadas;

c) balança analítica calibrada, com resolução mínima de 0,001 g (Classe II);

d) dessecador;

e) alumina ativada ou outro dessecante apropriado;

f) luvas;

g) espátula;

h) pinça;

 INMETRO	NIT-SEFIQ-004	REV. 02	PÁGINA 3/7
---	----------------------	--------------------	-----------------------

- i) termômetro padrão calibrado, com resolução mínima de 0,1 °C, para checagem periódica da estufa;
- j) quarteador;
- l) frascos ou sacos de polietileno antiestático, para armazenamento e transporte dos grãos;
- m) seladora para sacos plásticos; e,
- n) incubadora tipo DBO ou geladeira.

9 CONDIÇÕES GERAIS

9.1 Os ensaios devem ser executados sob condições de temperatura entre 20 °C a 24 °C e umidade relativa 40% a 70%.

9.2 Os ensaios devem ser executados com os seguintes cuidados:

- a) utilizar grãos limpos (verificar Anexo B – Amostragem);
- b) as cápsulas e tampas devem estar limpas e serem previamente secas em estufa por 1 hora a 130 °C e esfriadas no dessecador;
- b) iniciar a contagem do tempo de secagem somente depois da temperatura retornar ao valor estabelecido na Tabela 1;
- c) utilizar termômetro calibrado para leitura da temperatura;
- d) utilizar como dessecante alumina ativada ou outro apropriado;
- e) durante a determinação da umidade em certas espécies, se houver risco de alguns grãos serem arremetidos para fora da cápsula, devido ao aumento da temperatura, deve-se cobrir o mesmo com uma tela de material não corrosível;
- f) considerar o erro declarado no certificado de calibração da balança para subtrair o resultado;
- g) nunca colocar cápsulas umas sobre as outras; e,
- h) o instrumento deve estar limpo para ser efetuado o ensaio.

10 ENSAIO PARA SOJA, MILHO, CAFÉ, ARROZ E FEIJÃO

10.1 Todos os ensaios deverão ser feitos em duplicata ou triplicata, se a diferença entre elas for maior que 0,2 % repetir procedimento.

10.2 Determinar a massa inicial (m_0), em duplicata, e levá-las para estufa conforme temperatura e tempo da Tabela 1.

10.3 Durante o aquecimento as cápsulas de alumínio devem estar descobertas, colocar as tampas debaixo das cápsulas, de acordo com suas identificações.

10.4 Retirar após o tempo estabelecido, tampá-las e levá-las imediatamente ao dessecador.

10.5 Esperar atingir o equilíbrio térmico com o ambiente (entre 45 e 60 minutos) e registrar o valor de massa da amostra (m_1).

10.6 Calcular conforme equação 1 do Anexo A. Repetir o procedimento se a diferença entre as duplicatas for maior que 0,2 %.

 INMETRO	NIT-SEFIQ-004	REV. 02	PÁGINA 4/7
--	----------------------	--------------------	-----------------------

Tabela 1 – Valores de temperatura, massa (m_0) e tempo de secagem em função do tipo de grão

Tipo de grão	Temperatura $\pm 1^\circ\text{C}$	Massa $\pm 0,001$ g	Tempo (h)	Referência
Feijão (todos)	103	15	72	ASAE S352.2
Arroz com casca	105	10	24	Regras para Análise de Sementes (RAS) - MAPA
Café verde	105	10	16	ISO 6673
Milho	103	15/100*	72	ASAE S352.2
Soja	103	15	72	ASAE S352.2

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq * Use 100 g se a umidade exceder 25 %.

Nota – Para determinação de umidade de outras espécies, informar a metodologia utilizada para fins de comparação, com preferência de uso das normas citadas na Tabela 1.

11 HISTÓRICO DA REVISÃO E QUADRO DE APROVAÇÃO

Revisão	Data	Itens Revisados
02	Fev/2023	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Alteração no título da norma; ▪ Revisão geral; ▪ Adequação à NIG-Gabin-040, Rev02; e ▪ Exclusão do FOR-Dimel-249 do item Documentos Complementares.

Quadro de Aprovação		
	Nome	Atribuição
Elaborado por:	Ana Gleice Santos Celso Claser	Pesquisadora- Tecnologista Metrologista – IPEM-PR
Verificado por:	Célio Fraga	Pesquisador-Tecnologista
Aprovado por:	Flávio Willian Sant'Ana	Chefe do Sefiq

	NIT-SEFIQ-004	REV. 02	PÁGINA 5/7
---	----------------------	--------------------	-----------------------

ANEXO A - EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

A-1 MÉTODOS DE CÁLCULOS E FÓRMULAS

A-1.1 A umidade (%U) deve ser expressa em porcentagem de massa, de acordo com a equação 1:

$$(1) \quad \% \textit{ umidade} = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 100$$

Em que:

m_0 é a massa inicial da amostra

m_1 é a massa final da amostra

A-1.2 A equação 1 poderá ser adaptada conforme a conveniência da planilha de cálculo de cada Órgão Delegado, por exemplo, subtraindo a tara (T) somente no denominador, conforme equação 2.

$$(2) \quad \% \textit{ umidade} = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0 - T} \times 100$$

Em que:

T = tara (cápsula);

m_0 = massa inicial (úmida) + cápsula

m_1 = massa final (seca) + cápsula

A-1.3 Estimativa de incerteza para a determinação do teor de umidade

$$(3) \quad U^2 (\% \textit{ umidade}) = \left(\frac{100 \cdot m_1}{m_0^2} \right) \cdot u^2(m_0) + \left(\frac{100}{m_0} \right) \cdot u^2(m_1)$$

Em que: $u(m_0)$ e $u(m_1)$ são as incertezas da determinação de m_0 e m_1 (combinação quadrática da incerteza de calibração da balança, resolução da balança e desvio padrão das leituras), respectivamente.

	NIT-SEFIQ-004	REV. 02	PÁGINA 6/7
---	---------------	------------	---------------

ANEXO B - AMOSTRAGEM

B-1 COLETA DE GRÃOS NO CAMPO (AMOSTRAGEM)

B-1.1 Definição de amostragem

A finalidade da coleta é obter uma amostra adequada para o ensaio na estufa na qual estejam presentes os mesmos componentes do lote de grãos. A quantidade de material analisado é geralmente muito pequena em relação ao lote principal, portanto a coleta deve ser a mais representativa possível quando a atividade de verificação do teor de umidade de um lote. Para que não ocorra decomposição do material coletado com alto teor de umidade é conveniente que tenha em mãos saco ou caixa plástica, caixa de isopor ou um cooler, para acondicionamento das sementes. Coletam-se grãos diretamente na lavoura, carrocerias de caminhão ou ainda na unidade armazenadora (cooperativas antes de ir à secagem), a quantidade necessária é em função do volume de trabalho, mas nunca se esquecer que terão medidores de umidade para verificar o ano todo principalmente na entre safra, período em que não há grãos úmidos.

B-1.2 Na unidade armazenadora

A coleta pode ser tanto na moega de recepção quanto na carroceria, dos caminhões enquanto esperam seu descarregamento (grão com alto teor de impureza), ou ainda logo após a passagem destes pelas máquinas de limpeza, processo este que retira grande quantidade de impureza, mas mesmo assim não isentando de uma limpeza em laboratório.

B-2 LIMPEZA DOS PRODUTOS COLETADOS

Após a entrada do material coletado no laboratório antes de serem utilizados ou acondicionados para o armazenamento, devem ser limpos. Esta etapa é realizada com auxílio de peneiras próprias (peneiras de classificação), conforme o tipo de grão, a fim de retirar as impurezas que aí são encontradas, como restos de cultura, restos de insetos, grãos quebrados, entre outros, detritos estes que vem juntamente com o produto no momento da colheita, ou seja, separar tudo o que não é grão. Colocar pequenas quantidades de material sobre peneira agitá-las até o momento que fique sobre elas apenas grãos inteiros. Os quebrados que ali persistirem devem ser retirados manualmente (processo de catação).

B-3 ACONDICIONAMENTO

O acondicionamento deve ser de preferência em sacos plásticos de alta densidade (grossos), potes de plástico ou de vidro, evitar sacos de papel de tecido, pois retiram umidade contida no produto. O armazenamento deve ser realizado em pequenas quantidades necessárias para a realização de um único trabalho, contudo nada impede que o material seja utilizado por diversas vezes desde que não seja danificado. A pequena quantidade está relacionada, principalmente quanto se utiliza material com alto teor de umidade, e mantida sob resfriamento, a retirada e colocação deste material por diversas vezes de seu local de armazenamento pode causar deterioração antecipada do produto, assim tornando inviável para outros trabalhos. Utilizar seladora para vedação dos sacos plásticos, não havendo, poderá ser vedado com fitas adesivas de modo a impedir a troca de ar com o ambiente externo.

	NIT-SEFIQ-004	REV. 02	PÁGINA 7/7
---	----------------------	--------------------	-----------------------

B-4 ARMAZENAMENTO

B-4.1 Sob refrigeração

Esta metodologia é utilizada e realizada com grãos com alto teor de umidade, a fim de que não se deteriorem com a atividade biológica dos cereais/grãos. O armazenamento deve ser de preferência em incubadora tipo DBO.

B-4.2 Sob condições ambiente

Após o acondicionado colocar os sacos plásticos em locais adequados para que sejam utilizados quando necessários (armário, prateleiras). Normalmente este tipo de armazenamento é para grão praticamente secos numa faixa de umidade inferior a 12 % de umidade.

B-5 HOMOGENEIZAÇÃO/QUARTEADOR

A utilização do quarteador tem por finalidade homogeneizar e dividir uma amostra maior em partes menores. A amostra deve ser descarregada uniformemente ao longo da cuba e conforme a capacidade do quarteador. Retirar as porções da gaveta e armazenar as amostras. Se for necessária uma amostra menor, repetir o procedimento.

B-6 TRATAMENTO CONTRA PRAGAS

Por ser um material altamente suscetível ao ataque de pragas ao longo do armazenamento principalmente à temperatura ambiente, aconselha-se a realizar um tratamento com produto químico inibidor do nascimento destas pragas, principalmente o caruncho no milho, café, etc.

B-7 ROTULAGEM

A amostra deve ser identificada com as seguintes informações: tipo de grão, data da coleta, local de coleta, valor de umidade (aproximada) e numeração única.

Nota - Quando uma amostra maior for dividida em várias partes poderá numerar sequencialmente as amostras, por exemplo: 0714-1; 0714-2; 0714-3, etc.