	<b>PROCEDIMENTOS DE ENSAIO PARA DETERMINAÇÃO DE UMIDADE – MÉTODO ESTUFA</b>	<b>NORMA N.º</b> <b>NIT-SEFIQ-004</b>	<b>REV. N.º</b> <b>01</b>
		<b>PUBLICADO EM</b> <b>AGO/2017</b>	<b>PÁGINA</b> <b>1/7</b>

## SUMÁRIO

- 1 **Objetivo**
  - 2 **Campo de Aplicação**
  - 3 **Responsabilidade**
  - 4 **Documentos de Referência**
  - 5 **Documentos Complementares**
  - 6 **Definições**
  - 7 **Instrumentos, Equipamentos e Materiais Utilizados**
  - 8 **Condições Gerais**
  - 9 **Ensaio para Soja, Milho, Café, Arroz e Feijão**
  - 10 **Histórico da Revisão e Quadro de Aprovação**
- ANEXO A – Expressão dos Resultados**  
**ANEXO B - Amostragem**

### 1 OBJETIVO

Esta Norma estabelece os procedimentos que devem ser adotados nos ensaios de método padrão da estufa para determinação de erro e demais ensaios 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 e aos demais Órgãos da RBMLQ-I.


### 3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão desta Norma é do Sefiq.

### 4 DOCUMENTOS REFERÊNCIA

Portaria Inmetro nº 402/2013	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 (2012)
Portaria Inmetro nº 150/2016	Adotar, no Brasil, o Vocabulário Internacional de Termos de Metrologia Legal (VIML)
ASAE (1982)	<i>ASAE Standard (29th Edn.), S352-1. Moisture measurement - grain and seeds. St. Joseph, MI, USA</i>
ISO 6673	<i>Green coffee: Determination of loss in mass at 105°C</i>

(continua)

	<b>NIT-SEFIQ-004</b>	<b>REV. 01</b>	<b>PÁGINA 2/7</b>
---	----------------------	--------------------	-----------------------

<b>RAS</b>	Regras para análise de sementes – Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento
Portaria Inmetro nº 617/2013	Fixa os prazos para implementação do RTM de medidores de umidade de grãos

## 5 DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

<b>FOR-Dimel-249</b>	<b>Cálculo de Umidade</b>
----------------------	---------------------------

## 6 DEFINIÇÕES

### 6.1 Siglas

As siglas das UP/UO do Inmetro podem ser acessadas em:

<http://intranet.inmetro.gov.br/tema/qualidade/docs/pdf/siglas-inmetro.pdf>.

AM	Avaliação de Modelo (tipo)
DBO	Demanda Bioquímica de Oxigênio
MUG	Medidores de umidade de grãos


### 6.2 Termos

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 2 do RTM-MUG.

## 7 INSTRUMENTOS, EQUIPAMENTOS E MATERIAIS UTILIZADOS

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

- a) Estufa com controle de variação de temperatura de 1,0 °C e ventilação forçada;
- b) Cápsulas cilíndricas (φ 60 mm) com tampa de alumínio;
- c) Balança analítica, com resolução mínima de 0,001 g;
- d) Dessecador;
- e) Alumina ativada ou outro dessecante apropriado;
- f) Luvas;
- g) Espátula;
- h) Pinça;
- i) Termômetro padrão com divisão mínima de 0,1 °C;
- j) Cronômetro;
- k) Termohigrômetro;
- l) Quarteador;
- m) Seladora para sacos plásticos; e,
- n) Incubadora tipo DBO.

 INMETRO	NIT-SEFIQ-004	REV. 01	PÁGINA 3/7
--	---------------	------------	---------------

## 8 CONDIÇÕES GERAIS

**8.1** Os ensaios devem ser executados sob as seguintes condições de temperatura entre 20 °C a 24 °C.

**8.2** Os ensaios devem ser executados com os seguintes cuidados:

- a) utilizar grãos limpos (verificar Anexo B – Amostragem)
- b) iniciar a contagem do tempo de secagem somente depois da temperatura retornar ao valor estabelecido na Tabela 01;
- 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.

## 9 ENSAIO PARA SOJA, MILHO, CAFÉ, ARROZ E FEIJÃO

**9.1** Todos os ensaios deverão ser feito em duplicata, se a diferença entre elas for maior que 0,2 % repetir procedimento.

**9.2** Determinar a massa inicial ( $m_0$ ), em duplicata, e levá-las para estufa conforme temperatura e tempo da Tabela 01;

**9.3** Durante o aquecimento as cápsulas de alumínio devem estar descobertas;

**9.4** Retirar após o tempo estabelecido, tampá-las e levá-las imediatamente ao dessecador;

**9.5** Esperar atingir o equilíbrio térmico com o ambiente (aproximadamente 45 minutos) e registrar o valor de massa da amostra ( $m_1$ );

**9.6** Calcular o valor e repetir o procedimento se a diferença entre as duplicatas forem maior que 0,2 %.

**9.7** Anotar os dados no FOR-Dimel-249.


	<b>NIT-SEFIQ-004</b>	<b>REV. 01</b>	<b>PÁGINA 4/7</b>
---	----------------------	--------------------	-----------------------

Tabela 01 – 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 $\pm 0,001\text{ g}$	Tempo (h)	Referência
Feijão (todos)	103	15	72	ASAE S352.2 (R2012)
Arroz com casca	105	10	24	RAS 2009
Café verde	105	10	16	ISO 6673:2003
Milho	103	15/100 <sup>1</sup>	72	ASAE S352.2 (R2012)
Soja	103	15	72	ASAE S352.2 (R2012)

Fonte: Adaptado de ASAE S352.2; RAS 2009 e ISO 6673:2003.


## 10 HISTÓRICO DA REVISÃO E QUADRO DE APROVAÇÃO

Revisão	Data	Itens Revisados
01	Julho/2017	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Inclusão DBO, item 7</li> <li>▪ Inclusão Anexo B – Amostragem</li> <li>▪ Correção da sigla Sefic para Sefiq</li> <li>▪ Exclusão do pré-condicionamento</li> </ul>

Quadro de Aprovação		
	Nome	Atribuição
<b>Elaborado por:</b>	Ana Gleice Santos Celso Claser	Chefe do Sefiq Metrologista – IPEM-PR
<b>Verificado por:</b>	Augusto Poças da Cunha Amsterdam J. S. Marques de Mendonça	Pesquisador-Tecnologista Coordenador da qualidade da Dimel
<b>Aprovado por:</b>	Renato Nunes Teixeira	Chefe da Dgtec

/ANEXO A

<sup>1</sup>Se o teor de umidade for maior que 25% utilizar amostra com 100g.

	<b>NIT-SEFIQ-004</b>	<b>REV. 01</b>	<b>PÁGINA 5/7</b>
---	----------------------	--------------------	-----------------------

## 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:

$$\%U = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \cdot 100 \quad (1)$$

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.

$$\%U = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0 - T} \cdot 100 \quad (2)$$

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

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

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.

/ANEXO B

	<b>NIT-SEFIQ-004</b>	<b>REV. 01</b>	<b>PÁGINA 6/7</b>
---	----------------------	--------------------	-----------------------

## 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 esteja presente 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 o 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.

Coleta-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 terá 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, e os quebrados que ali persistir 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, quantidade esta necessária 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 de adesiva de modo a impedir a troca de ar com o ambiente externo.

 INMETRO	NIT-SEFIQ-004	REV. 01	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 deteriore com a atividade biológica dos cereais/grãos. O armazenamento deve ser de preferência em incubadora tipo DBO. (nada mais é do que geladeira adaptada).

### **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 necessário 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 a temperatura ambiente, aconselha-se a realizar um tratamento com produtos 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.