

	VERIFICAÇÃO INICIAL DE MEDIDORES DE UMIDADE DE GRÃOS	NORMA Nº NIE-DIMEL-125	REV. Nº 01
		PUBLICADO EM FEV/2023	PÁGINA 1/10

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 **Documentos**
 - 11 **Ensaios**
 - 12 **Histórico da revisão e quadro de aprovação**
- ANEXO A – Registro de medição**

1 OBJETIVO

Esta norma estabelece os procedimentos que devem ser adotados nos ensaios verificação inicial de medidores de umidade de grãos - MUG. Os procedimentos aqui descritos foram divididos em dois métodos que poderão ser usando conforme as condições dos Órgãos Delegados.

2 CAMPO DE APLICAÇÃO

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


3 RESPONSABILIDADE

A responsabilidade pela revisão, aprovação ou cancelamento desta norma é da Dimel/Dgtec/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)

	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 2/10
---	----------------------	--------------------	------------------------

<i>ISO 6673</i>	<i>Green coffee: Determination of loss in mass at 105°C</i>
<i>NIST Handbook 159 - 2016 Part 1 and Part 2</i>	<i>Examination of Grain Moisture Meters Using Air-Oven Reference Method Transfer Standards</i>
RAS	Regras para análise de sementes – Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento
NIT-Sefiq-004	Ensaio para Determinação de Umidade – Método Estufa
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)
EMA	Erros Máximos Admissíveis
MUG	Medidores de Umidade de Grãos
RBMLQ-I	Rede Brasileira de Metrologia Legal e Qualidade – Inmetro
RTM	Regulamento Técnico Metrológico
GRU	Guia de Recolhimento da União
DBO	Demanda Bioquímica de Oxigênio

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.

7.2 Método de referência

O método da estufa é o método de referência rápido mais comum para a determinação de umidade de grãos, baseia-se no aquecimento de uma amostra de massa conhecida, por um período de tempo e temperatura prescritos.

7.3 Instrumento de referência

Medidor de umidade de grão utilizado como padrão secundário nos ensaios de verificação inicial e subsequente (no laboratório ou no campo). O instrumento de referência deve ter modelo aprovado, ter valores comparados com os resultados de umidade obtidos utilizando o método da estufa e devidamente protegido contra ajustes (lacrado). Devem ser utilizados quando para testar o mesmo tipo de medidor de umidade no campo ou laboratório.

 INMETRO	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 3/10
---	----------------------	--------------------	------------------------

7.4 Amostra oficial

São grãos utilizados para os ensaios de verificação em laboratório e em campo, cujo teor de umidade foi determinado pelo método da estufa.

Nota - As amostras oficiais de grãos podem ser reutilizadas se forem devolvidas ao laboratório em boas condições. Coloque a amostra em refrigeração e após 72 horas, a amostra pode ser testada quanto à umidade de referência da estufa e depois reeditada como amostras oficiais de grãos.

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-Cgre-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;

i) termômetro padrão calibrado com divisão 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 Quando os ensaios forem realizados em laboratório (método da estufa) observar as seguintes condições:

a) temperatura ambiente: 20 °C a 24 °C;


b) variação máxima de temperatura: 1°C/h; e,

c) umidade relativa: 40% a 70%.

9.2 Os ensaios devem ser executados com os seguintes cuidados:

9.2.1 Para ensaios na estufa:

a) utilizar grãos limpos (verificar Anexo B da NIT-Sefiq-004);

 INMETRO	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 4/10
---	----------------------	--------------------	------------------------

- b) as cápsulas e tampas devem estar limpas e serem previamente secas em estufa por 1 hora a 130 °C e esfriadas no dessecador;
- c) iniciar a contagem do tempo de secagem somente depois da temperatura retornar ao valor estabelecido na Tabela 1;
- d) utilizar termômetro calibrado para leitura da temperatura;
- e) utilizar como dessecante alumina ativada ou outro apropriado;
- f) 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;
- g) considerar o erro declarado no certificado de calibração da balança para subtrair o resultado;
- h) nunca colocar cápsulas umas sobre as outras; e,
- i) o instrumento deve estar limpo para ser efetuado o ensaio.

9.2.2 Para ensaios de comparação instrumento de referência por instrumento em teste:

- a) os instrumentos de referência devem checados com os resultados da estufa em um período mínimo de 06 meses ou a cada nova safra de grãos, o que for menor;
- b) usar o mesmo modelo de medidor de umidade;
- c) as amostras deverão ser ensaiadas em ordem decrescente de umidade;
- d) o erro do instrumento de referência com a estufa não poderá ser maior que $\pm 0,4\%$; e,
- e) aguardar o equilíbrio térmico entre o medidor e as amostras, pelo menos quatro horas, se as amostras e os instrumentos não estiverem previamente no mesmo ambiente.

9.2.3 Para as amostras:

- a) devem ser identificadas com: o número de identificação atribuído, a data de recebimento, origem, tipo de grão, umidade e outras informações pertinentes;
- b) armazenagem entre 2 °C a 5 °C antes da utilização;
- c) quando transportadas, armazenar em recipientes hermeticamente fechados e sob refrigeração;
- d) antes de realizar os ensaios as amostras devem ser removidas do armazenamento a frio e equilibradas até à temperatura ambiente; e,
- e) devem estar visivelmente livre de insetos, grãos estranhos e qualquer outro material estranho.

10 DOCUMENTOS

10.1 Os seguintes documentos são necessários para atividades da RBMLQ-I:

- a) certificados e marcas de verificação;
- b) etiqueta de Inventário, Termo de Ocorrência, Relatório de Verificação Metrológica; e
- c) GRU – Guia de Recolhimento da União.

10.2 Os seguintes documentos são necessários para atividades das Empresas Autorizadas:

- a) relatório de ensaio;
- b) marcas de verificação; e
- c) declaração de conformidade.

	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 5/10
---	----------------------	--------------------	------------------------

11 ENSAIOS

11.1 Exame geral

11.1.1 O instrumento deve estar limpo para ser efetuada a verificação.

11.1.2 O técnico deve observar:

- a) o estado de conservação, abrangendo: estrutura e componentes mecânicos (originais) íntegros; e,
- b) verificar se as inscrições obrigatórias estão indicadas, conforme o constante na portaria de aprovação de modelo. As inscrições descritivas devem ser indelévels e possuir dimensões, forma e clareza que permitam uma leitura fácil. Elas devem ser agrupadas em uma placa de identificação, fixada ao instrumento ou sobre seu próprio corpo, em um local de fácil visibilidade, que são:
 - b.1) marca ou identificação do requerente;
 - b.2) designação de seu modelo;
 - b.3) número de série e ano de fabricação.
 - b.4) país de origem;
 - b.5) a faixa de temperatura para a qual o medidor de umidade foi construído; e,
 - b.6) as espécies de grãos para as quais o medidor de umidade foi construído e a faixa de medição para cada espécie.

Nota - Caso não estejam claramente definidas no dispositivo indicador, ou quando o número de inscrições for excessivo, a plaqueta de identificação deve possuir a inscrição, “As espécies e as faixas de medição para as quais este medidor foi aprovado são apresentadas no manual e na portaria de aprovação de modelo”.

11.2 Determinação de erro - estufa X medidor de umidade

11.2.1 O ensaio consiste em comparar os resultados obtidos na estufa com a indicação dada pelo medidor de umidade em teste.

Nota – O Anexo A ilustra modelo que pode ser utilizado pela RBMLQ-I, a fim de reportar os resultados da verificação.

11.2.2 Utilizar pelo menos 3 tipos de grãos.

11.2.3 Realizar três leituras no medidor de umidade, anotar os valores, em seguida retirar três porções da amostra para análise na estufa, guardar imediatamente as amostras em recipiente (sacos plásticos ou frascos de vidro).

11.2.4 Repetir o procedimento 11.2.3 no seguinte medidor de umidade.

11.2.5 Para cada medidor serão utilizadas três cápsulas de alumínio, atenção para a capacidade da estufa.

11.2.6 Quando for realizar a análise na estufa, seguir conforme a sequência e NIT-Sefiq-004:

- a) pesar a cápsula com a tampa limpa e seca, previamente seca na estufa (130 °C), anotar e tarar;
- b) pesar conforme Tabela 1 a massa inicial (m_0) e levá-las para estufa conforme temperatura e tempo da Tabela 1;

	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 6/10
---	----------------------	--------------------	------------------------

- c) durante o aquecimento as cápsulas de alumínio devem estar descobertas;
- d) retirar após o tempo estabelecido, tampar e levá-las imediatamente ao dessecador;
- e) esperar atingir o equilíbrio térmico com o ambiente (aproximadamente 45 minutos) e pesar (m_1) e calcular o valor de acordo com a equação 1; e,

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

- f) Comparar a média da estufa com a média das três leituras do instrumento, aprovar o instrumento se o EMA estiver de acordo com a Tabela 2.

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 $\pm 0,001 \text{ g}$	Tempo (h)	Referência
Feijão (todos)	103	15	72	ASAE S352.2
Arroz com casca	105	10	24	RAS
Café verde	105	10	16	ISO 6673
Milho	103	15/100*	72	ASAE S352.2
Soja	103	15	72	ASAE S352.2

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

* Se o teor de umidade for maior que 25% utilizar amostra com 100g

Nota – A equação 1 poderá ser adaptada conforme a conveniência da planilha de cálculo de cada Órgão Delegado, por exemplo, subtraindo a tara somente no denominador.

Tabela 2 - Erros máximos admissíveis (EMA) para verificação inicial

TIPOS DE GRÃOS	EMA EM PORCENTAGEM DO CONTEÚDO DE UMIDADE (%U)
Feijão, Arroz, Soja, Milho e Café	0,4; se $0,025 \times \% U < 0,4$; 0,025 x % U; se $0,025 \times \% U \geq 0,4$

Fonte: Portaria Inmetro n.º 47/2022

11.3 Determinação de erro - comparação instrumento referência X instrumento teste

11.3.1 O ensaio consiste em comparar os resultados obtidos no instrumento sob teste com um instrumento de referência.

Nota – O Anexo A ilustra modelo que pode ser utilizado pela RBMLQ-I, a fim de reportar os resultados da verificação.

11.3.2 Para este ensaio utilizar pelo menos 2 tipos de grãos da Tabela 1 em qualquer faixa de umidade compreendida entre: 10% a 12%, 12% a 14%; 14% a 16% e 16% a 18%, de acordo com o tipo de grãos (veja Tabela 3)

Tabela 3 – Valores de umidade a serem ensaiados para cada tipo de grãos

Tipo de grão	Umidade
Soja	10% - 12%
	12% - 14%
	14% - 16%
Café	10% - 12%
	12% - 14%
	14% - 16%
Milho	12% - 14%
	14% - 16%
	16% - 18%
Feijão	10% - 12%
	12% - 14%
	14% - 16%
Arroz	10% - 12%
	12% - 14%
	14% - 16%

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

11.3.3 Realizar três leituras no instrumento de referência anotar os valores e calcular a média. Esses valores de umidade passam a ser a referência para efetuar a comparação com os medidores de umidade em teste.

11.3.4 Realizar três medições em cada medidor em teste.


11.3.5 Para o milho o número de repetições poderá ser até 6 (seis) medições, considerando que este tipo de grão possui forma e rugosidade que poderá dar uma maior dispersão nos resultados.

11.3.6 A fim de otimizar o serviço e minimizar a variação/oscilação das leituras a verificação inicial deverá ser realizada em lotes de 10 (dez) unidades, a sequência de leituras deverá ser alternada entre o instrumento de referência e no máximo as 10 unidades de medidores em teste conforme Tabela 4:

Tabela 4 – Sequência de leituras entre instrumento referência X instrumentos teste

Leitura	Replicata	Instrumento
1	1	Referência
2	1	1
3	1	2
-	-	-
-	-	-
10	1	9
11	1	10
12	2	Referência
13	2	1
14	2	2
-	-	-
-	-	-
21	2	9

(continua)

	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 8/10
---	----------------------	--------------------	------------------------

Leitura	Replicata	Instrumento
22	2	10
23	3	Referência
24	3	1
25	3	2
-	-	-
-	-	-
32	3	9
33	3	10

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq

11.3.7 Após realizar as leituras retornar as amostras para os frascos originais e tampar, anotar o número de medições realizadas e guardar novamente no recipiente isolado termicamente.

11.3.8 Comparar a média das três leituras do medidor de referência com a média do instrumento sob este.

11.3.9 A diferença entre as médias não deverá ser maior que 0,20% de umidade.

11.3.10 Proceder para as amostras seguintes (ordem decrescente).

11.4 Repetitividade

11.4.1 O cálculo da repetitividade consiste em calcular o desvio padrão das três leituras (ou seis para o milho) realizadas no instrumento sob teste.

11.4.2 O desvio padrão não deverá ser maior que 0,5xEMA.

11.5 Certificado de verificação ou certificado de declaração de conformidade

11.5.1 Deverá ser emitido um único certificado por instrumento.

11.5.2 O certificado deverá conter, no mínimo, as seguintes informações:


- a) modelo, marca, número de série e número da portaria de aprovação do modelo;
- b) número das marcas de selagem;
- c) grãos utilizados no ensaio; e,
- d) local de utilização do instrumento.

 INMETRO	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 9/10
---	----------------------	--------------------	------------------------

12 HISTÓRICO DA REVISÃO E QUADRO DE APROVAÇÃO

Revisão	Data	Itens Revisados
01	Fev/2023	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Incluir no campo de aplicação as empresas autorizadas; ▪ Alterar de 2 para 3 tipos de grãos a serem ensaiados; ▪ Incluir a emissão de certificado de declaração de conformidade; ▪ Alteração do título da norma; e ▪ Adequação a NIG-Gabin-040, Rev02.

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

	NIE-DIMEL-125	REV. 01	PÁGINA 10/10
---	----------------------	--------------------	-------------------------

ANEXO A - REGISTRO DE MEDIÇÃO

Número do registro de medição					
Tipo de serviço metrológico:			Órgão Metrológico		
Local de execução do serviço: Endereço:					
Identificação do modelo					
Número da Portaria de Aprovação: Número de aditivos da Portaria de Aprovação:					
Marca:		Modelo:		N.º de série:	
Metrologista executor:			Data:		

Modelo conforme Portaria de Aprovação e aditivos:

() SIM () NÃO

ENSAIO				
Faixa de umidade:				
Leituras Referência	Média	Leituras instrumento	Média	Desvio
<input type="checkbox"/> APROVADO <input type="checkbox"/> REPROVADO				
Observações:				

Fonte: Dimel/Dgtec/Sefiq
