



INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA – INMETRO  
Av. Nossa Senhora das Graças, 50, - Bairro Xerém, Duque de Caxias, RJ, CEP 25250-020  
Telefone: (21) 2145-3499

Nota Técnica nº 56/2025/Sefiq/Dgtc/Dimel-Inmetro

INMETRO/SEI/NÚMERO DO PROTOCOLO  
0052600.004084/2025-51

Assunto: Considerações sobre o Controle Metrológico Legal de MUGs.

## 1. INTRODUÇÃO

Em 02/01/2025, foi publicada a Agenda Regulatória<sup>1</sup> do Inmetro para o período de 2024 a 2025, em que consta a revisão do Regulamento Técnico Metrológico (RTM)<sup>2</sup> sobre Medidor de Umidade de Grãos (MUG). Dessa forma, esse documento visa apresentar informações sobre alguns aspectos do Controle Metrológico deste instrumento que sejam úteis para este processo.

## 2. MÉTODO

Para alcançar o objetivo proposto, as considerações foram elaboradas a partir da revisão da literatura e da coleta de dados realizada, principalmente, no Laboratório de Medidores de Umidade de Grãos (LabMUG) do Instituto de Pesos e Medidas do Estado de São Paulo (Ipem-SP), com colaboração do especialista em metrologia Luiz Y. T. Kanzaki. O texto deste documento foi elaborado com vistas a condensar as informações, de forma que cálculos intermediários ou análises mais detalhadas podem ser obtidas da documentação completa que se encontra na pasta "230607 Considerações CML MUGs" localizada em "\xfile01s\SEFIQ\PubSefiq\03 Outras atividades" e foi revisado pelos servidores do Sefiq (Flávio W. San'tana, Ana G. Santos, Célio H. Fraga e Rodrigo F. Guilherme) e pela Dra. Maria C. Ferreira (que atua na Unidade de Regulamentação e Qualificação de Entidades do Departamento de Metrologia do Instituto Português da Qualidade).

## 3. RESULTADOS

### 3.1 Método de referência

Dentro do controle metrológico legal de MUGs, a determinação da umidade de grãos via secagem por estufa é o método considerado como referência<sup>2</sup>. Resumidamente, este método consiste em pesar uma amostra de grãos antes ( $m_0$ ) e depois ( $m_1$ ) de passar algum tempo dentro de uma estufa com temperatura controlada e determinar a umidade utilizando a equação 1 abaixo.

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

No laboratório do Sefiq e em alguns órgãos da Rede Brasileira de Metrologia e Qualidade do Inmetro (RBMLQ-I), utiliza-se a estufa da marca Nova, modelo NI1516i-CR. Ela tem capacidade nominal de 315 L (dimensões internas de 50 cm X 90 cm X 70 cm), duas prateleiras, possui um controlador de temperatura digital, um acesso à região interna pela parte superior e dois controles manuais de entrada e saída de ar. No caso do equipamento que está no LabMUG (figura 1), cabe ressaltar que ocorreu uma manutenção em 2023 para troca da resistência de aquecimento. Como a estufa não tem mais suporte de seu fabricante, uma empresa terceira foi contratada e substituiu a resistência com potência de 2000 W por uma de 1000 W.

Figura 1 - Foto da estufa do LabMUG



Com vistas a confirmar a sua adequabilidade para determinação da umidade de grãos, foi realizado um estudo da homogeneidade do calor em sua região interna utilizando as diretrizes apresentadas no DOQ-Cgcre-028 que estabelece um procedimento para a determinação da uniformidade térmica, estabilidade térmica e desvio do *setpoint* de câmaras térmicas (no caso, a estufa) sem carga<sup>3,12</sup>. Entretanto, visto que estufa opera com "carga" compreendida por cápsulas metálicas contendo amostras de grãos submetidas a uma temperatura com variação máxima de  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  em relação ao valor médio<sup>3</sup>, as orientações do DOQ-Cgcre-028 foram aplicadas para identificar a região sem carga com uniformidade térmica mais adequada e, sobre essa região, foram determinadas a estabilidade térmica e o desvio de *setpoint* utilizando um conjunto de cápsulas vazias como carga.

Para realizar as medições de temperatura de forma simultânea em vários pontos da região interna da estufa, foi utilizado o termômetro AT4808 da marca Appilent (figura 2), com 8 canais de termopares do tipo K (intervalo de medição de  $-100^{\circ}\text{C}$  a  $1350^{\circ}\text{C}$ ) e tempo de estabilização de 1 hora<sup>13</sup>.

Figura 2 - Termômetro multicanal



Tabela 1 - resultados da checagem do AT4808

Padrão / °C	Sensores / °C							
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8
0	0,2	0	-0,1	-0,1	0	0	0	0,4
102,62195	104,0983	103,8017	103,4417	103,47	103,2967	103,8783	103,26	104,22
130,1087167	132,7183	132,475	132,9233	131,1617	131,5117	132,3867	131,6083	132,505
<b>inclinação</b>	0,983398	0,983876	0,981501	0,991115	0,990447	0,984167	0,990007	0,985853
<b>intercepto / °C</b>	-0,11701	0,087991	0,278794	0,094261	0,055119	0,068802	0,069798	-0,34661
<b>R<sup>2</sup></b>	0,999976	0,999971	0,999883	1	0,999988	0,999982	0,999981	0,999991

Inicialmente, o termômetro foi submetido a uma checagem através do laboratório de Temperatura do próprio Ipem-SP nos pontos de gelo, 102 °C e 130 °C, produzindo os resultados apresentado na tabela 1. Com isso, foi realizada a monitoração da temperatura dentro da estufa para cada uma das situações apresentadas na tabela 2 sendo que, para as situações 3 e 6, os sensores do termômetro foram posicionados na prateleira superior da estufa conforme a figura 3.a e, para as demais situações, a posições destes (também na prateleira superior) é apresentada na figura 3.b. A estufa foi ligada sem carga e, quando a temperatura foi atingida, aguardou-se 1 hora para então registrar 60 amostras (1 amostra/minuto) de valor indicado pelo padrão de trabalho do LabMUG e pelos sensores do AT4808. Com isso, calculou-se a média para as medições coletadas por cada sensor e pelo padrão, como apresentado no Anexo A.

Tabela 2 - situações para monitorar a uniformidade térmica da estufa

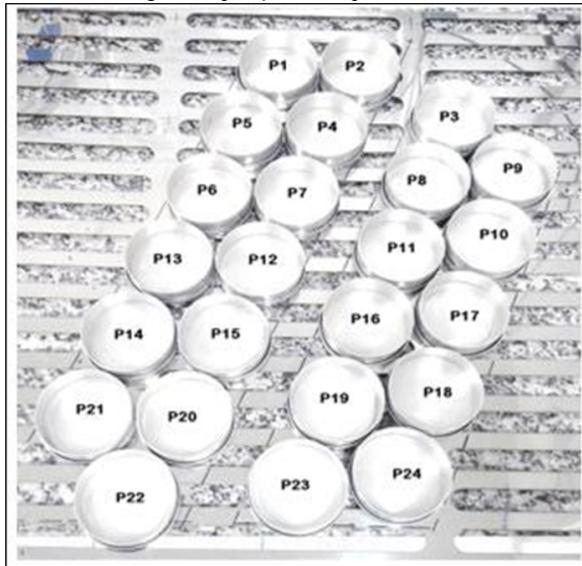
Situação	Controlador da estufa (setpoint)	Posição das aletas de entrada e saída de ar da estufa
1	103,5 °C	Entrada com 1/4 de abertura Saída com 3/4 de abertura
2		Entrada com 3/4 de abertura Saída com 1/4 de abertura
3		Entrada e saída totalmente abertas
4	105,5 °C	Entrada com 1/4 de abertura Saída com 3/4 de abertura
5		Entrada com 3/4 de abertura Saída com 1/4 de abertura
6		Entrada e saída totalmente abertas
7	131,5 °C	Entrada com 1/4 de abertura Saída com 3/4 de abertura
8		Entrada com 3/4 de abertura Saída com 1/4 de abertura
9		Entrada e saída com 1/4 de abertura

Figura 3 - posição dos sensores na prateleira superior da estufa



A **uniformidade térmica** ("Ampl Total") foi determinada pela diferença entre os valores máximo e mínimo indicados pelos sensores. Pelos resultados pode-se constatar que, em qualquer uma das situações, o calor apresenta um gradiente de temperatura da direita da prateleira (sensor S2) para a esquerda (sensor S6), com uniformidade térmica variando de 5,07 °C (situação 4) até 7,68 °C (situação 9). Analisando a região delimitada pelos sensores posicionados próximos ao centro da prateleira ("Ampl Centro"), constata-se que as situações 2, 5 e 8 apresentam os menores valores de uniformidade térmica. Considerando apenas estas três situações, realizou-se diversos testes com as cápsulas utilizadas na determinação da umidade de grãos até chegar no posicionamento apresentado na figura 4, cujos resultados são apresentados no Anexo B.

Figura 4 - posição das cápsulas vazias



Para cada *setpoint*, calculou-se o erro entre o valor médio indicado pelo sensor e o valor médio indicado pelo Padrão ("Erro"), aplicou-se o teste de Grubbs afim de eliminar os valores discrepantes (*outliers*) e determinou-se o **desvio de setpoint** como sendo valor médio dos erros após Grubbs ("Média"), sendo que a tabela 3 apresenta o sumário dos resultados.

Tabela 3 - Resultados referentes ao desvio de *setpoint*

<b>Setpoint / °C</b>	<b>Padrão / °C</b>	<b>Erro / °C</b>
103,5	104,68	-2,502
105,5	106,71	-2,538
131,5	132,67	-4,5

Para avaliar o desempenho de cada posição das cápsulas, determinou-se a **estabilidade térmica** através do cálculo da diferença entre o valor mínimo do sensor e o valor médio do padrão (*Dev\_min*) e o mesmo para o valor máximo (*Dev\_max*). Depois, foram calculadas as diferenças entre *Dev\_min* e Média e entre *Dev\_max* e Média. A maior diferença (em módulo) foi identificada como "Distância", sendo que os valores em verde correspondem àquelas menores que  $\pm 1$  °C<sup>3</sup>. Considerando apenas os *setpoints* de 103,5 °C e 105,5 °C, constata-se que as posições P4, P9, P17, P19 e P22 não são válidas para utilização. Por sua vez, no caso do *setpoint* de 131,5 °C, constata-se que metade das posições são inválidas (P3, P5, P8, P10, P13, P17, P18, P19, P21, P22 e P24).

Em suma, a estufa do LabMUG deve ser operada com aleta de entrada com 3/4 de abertura e aleta de saída com 1/4 de abertura, com cápsulas posicionadas conforme a figura 4 (exceto as posições P4, P9, P17, P19 e P22) e com *setpoints* de 103,5 °C e 105,5 °C sendo que, para cada *setpoint*, a temperatura média das cápsulas será a indicação do Padrão mais o erro apresentado na tabela 3. Em relação ao *setpoint* de 131,5 °C, a grande quantidade de posições inválidas apresenta-se como indício de inviabilidade para utilização da estufa, que é corroborado pelo demasiado tempo necessário para atingir a temperatura de patamar antes de realizar as medições (6

horas, contra 1 hora gasta nos setpoints de 103,5 °C e 105,5 °C).

O resultado apresentado aplica-se somente à estufa do LabMUG e demonstra que a região útil dentro dela para utilização no Controle Metrológico de MUGs é pequena. Esse desempenho provavelmente é devido à redução na potência de aquecimento (2000 W para 1000 W), em consequência da substituição da resistência da estufa por componente não original, visto que o fabricante não fornece mais suporte. Visto que outros órgãos da RBMLQ-I também possuem o mesmo modelo de estufa (e, portanto, ficariam sem suporte do fabricante numa possível manutenção), considera-se importante cogitar a elaboração de um plano de substituição gradativa das estufas dos órgãos da RBMLQ-I por estufas menores e a padronização do estudo de qualificação da estufa, afim de implementá-la de forma rotineira nesses lugares (sugestão no Anexo C).

Em relação ao processo para determinar a umidade de grãos, o método da estufa também é internacionalmente reconhecido como referência, sendo que os principais procedimentos para sua realização são apresentados na tabela 4 (sendo N.E a sigla para "informação não encontrada"). Como pode ser observado, as configurações de tamanho, tempo, temperatura e massa podem variar consideravelmente para um mesmo grão. Para avaliar a hipótese de que essa situação pode acarretar em diferentes resultados de umidade para uma mesma amostra, foi realizada uma intercomparação entre o LabMUG e o Laboratório de Sementes e Mudas (LSM) da Coordenadoria de Assistência Técnica Integral (CATI), pertencente à Secretaria de Agricultura e Abastecimento do Estado de São Paulo.

Tabela 4 - procedimentos para determinação de umidade de grãos via estufa

Procedimento	Inmetro <sup>3</sup>				NIST <sup>4</sup>				ISO <sup>5-8</sup>			
	Grão	tamanho	tempo / h	temperatura / °C	massa / g	tamanho	tempo / h	temperatura / °C	massa / g	tamanho	tempo / h	temperatura / °C
Feijão	inteiro	72	103	15	inteiro	72	103	N.E	moído	1,5	131,5	8
Arroz com casca	inteiro	24	105	10	moido	1	130	N.E	moído	2	130	5
Café verde	inteiro	16	105	10	---	---	---	N.E	inteiro	16	105	10
Milho	inteiro	72	103	15	inteiro	72	103	N.E	moído	4	130	8
Soja	inteiro	72	103	15	inteiro	1	130	N.E	---	---	---	---
Trigo	---	---	---	---	inteiro	1	130	N.E	moído	2	130	5
Sorgo	---	---	---	---	inteiro	1	130	N.E	moído	2	130	5

Nesse contexto, o LabMUG preparou amostras de milho para determinação da umidade pelos dois laboratórios, sendo que ele realizou o procedimento da NIT-Sefiq-004 rev02 e o LSM realizou o procedimento estabelecido nas Regras para análise de sementes do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento<sup>10</sup>, por ser um Laboratório Oficial deste Ministério<sup>14</sup>. Embora esse procedimento não esteja listado na tabela 1 (pelo fato dele ser aplicável a sementes, e não a grãos), ele tem característica muito semelhantes às definidas pela ISO. A tabela 5 apresenta os resultados obtidos, sendo  $u(Umid)$  a incerteza combinada do valor "Umidade" determinado pelo laboratório.

Tabela 5 - resultados da intercomparação entre LabMUG e LSM

LSM		LabMUG	
Umidade	$u(Umid)$	Umidade	$u(Umid)$
13,01%	0,004%	12,18%	0,001%
15,05%	0,004%	17,94%	0,001%
Regressão de Deming			
Intercepto	-24,682%		
Inclinação	2,8322		

Os resultados da regressão de Deming indicam que as medições dos dois laboratórios têm baixa concordância (inclinação com valor distante de 1) e apresentam um viés sistemático entre si (intercepto com valor distante de zero). Isso vai ao encontro da alegação de que o procedimento de determinação utilizando grãos inteiros não deve ser utilizado para calibração ou checagem de MUGs pelo fato de possuir uma tendência significativa em relação ao procedimento que utiliza grãos moídos que, por sua vez, é adequado para produzir resultados em concordância com o procedimento absoluto (secagem na presença de um dessecante, com temperatura entre 45 °C e 50°C e pressão reduzida)<sup>6,9</sup>.

Do ponto de vista operacional, o procedimento com grãos inteiros tem menos interferência do operador e menos custo de aquisição por não possuir a etapa da moagem, que é crítica principalmente com grãos que possuam alta umidade. Contudo, o procedimento com grãos moídos necessita de um tempo menor de secagem, o que aumenta a eficiência do trabalho, reduz o consumo de energia elétrica, reduz a probabilidade de perda de amostras devido à queda de energia e, potencialmente, aumenta a vida útil da estufa. Uma vez que Organização Internacional de Metrologia Legal (OIML) não define o procedimento para o método de referência<sup>11</sup>, considera-se importante cogitar a mudança do procedimento atual da NIT-Sefiq-004 para determinar a umidade de grãos utilizando o método da estufa com grãos moídos.

### 3.2 Verificações subsequentes

Entre as etapas do Controle Metrológico de MUGs, é previsto a realização das verificações subsequentes (periódica e após reparo) que compreendem a execução do exame geral e do ensaio de determinação do erro de indicação. Resumidamente, enquanto o primeiro consiste em avaliar a presença e conteúdo de inscrições obrigatórias, o segundo consiste em submeter uma mesma amostra à medição pelo MUG sob ensaio e por um padrão, calcular a diferença entre as indicações (erro) e comparar o seu valor com o Erro Máximo Admissível (EMA)<sup>2</sup>.

Embora a determinação de umidade por estufa seja o método de referência, é permitido realizar as verificações utilizando um MUG como padrão<sup>15</sup>. Essa alternativa tem respaldo internacional<sup>4,9</sup> e é mais adequada para a realização da atividade nos locais onde os detentores possuem seus MUGs, visto que o MUG é transportável e realiza a medição em tempo muito menor que a estufa. Contudo, duas situações surgiram como obstáculos importantes a essa implementação.

A primeira situação é que o MUG padrão deve ser do mesmo modelo do MUG a ser verificado<sup>15</sup>. Isso exige que cada órgão da RBMLQ-I tenha um MUG padrão referente a cada MUG com modelo aprovado, sendo que essa proporção será maior no caso de órgão que possui regionais espalhadas pelo Estado onde atua. Além disso, a

quantidade de MUG padrão por órgão também aumentará à medida que novos modelos de MUG são aprovados (atualmente, há 4 modelos aprovados), demandando assim recursos e tempo para a gestão desse parque de instrumentos. Outro aspecto é que esses MUGs padrão deverão ser fornecidos e manutenidos pelas empresas que comercializam os MUGs alvos das verificações.

A segunda situação refere-se à exatidão necessária para o MUG padrão. Atualmente, um MUG deve apresentar erro máximo entre  $\pm 0,3\%$  e  $\pm 0,4\%$  em relação à determinação via estufa para que possa ser considerado como padrão<sup>4,15</sup>. Embora na verificação inicial (pela qual todo MUG deve passar) o ensaio de determinação do erro de indicação deve ser realizados com 3 tipos de grãos e o resultado deve atender ao mesmo valor de erro máximo<sup>16</sup>, tem-se observado na prática a impossibilidade de selecionar MUGs como padrão devido à incapacidade dos instrumentos em atender os requisitos para vários tipos de grãos ou para diferentes faixas de umidade com um mesmo tipo de grão, como exemplificado na tabela 6 que contém os dados de MUGs pertencentes ao LabMUG.

Tabela 6 - Resultado de avaliação de MUGs para atuar como padrão

Marca MUG	Gehaka		Motomco
nº série do MUG	16061575001001	19040502001014	SIMT 14684
Grão	Erro de indicação / %		
Arroz Casca Natural	0,4	0,1	0,4
Café verde	0,2	0,0	0,1
Feijão carioca	0,579	0,722	---
Feijão preto	0,1	0,1	0,1
Soja (10 a 12) %	0,3	0,1	0,1
Soja (14 a 16) %	0,6	0,4	---
Milho (10 a 12) %	0,3	0,2	0,79
Milho (14 a 16) %	1,21	1,12	---

Para contornar isso, apresentou-se como **1ª proposta** o estabelecimento de curva de calibração MUG x Estufa para cada tipo de grão. A ideia consiste em coletar medições com o MUG e com a estufa para um mesmo conjunto de amostras e estabelecer modelos matemáticos (utilizando regressão linear ou robusta) que possibilitem corrigir as indicações do MUG. Nesse sentido, a tabela 7 apresenta um exemplo de duas modelagens feitas para um mesmo MUG com medições em milho (sendo MUG a indicação do medidor, UR o valor da umidade relativa do ambiente, T o valor da temperatura ambiente e MUG\_cor a indicação corrigida do medidor).

Tabela 7 - exemplo de modelagens feitas com um MUG para medições com milho

Modelo	Equação	Ressagem	R <sup>2</sup>	u(modelo)
A	MUG <sub>cor</sub> = 0,6674 . MUG <sub>1,1278</sub>	Robusta	0,9954	1,169 %
B	MUG <sub>cor</sub> = 0,00724 + 9,48.10 <sup>-5</sup> .UR - 0,00097 . T + 1,039591 . MUG	Robusta	0,9949	0,161 %

Como pode se constatar, os dois modelos possuem aderência aos dados ( $R^2$  próximo a 1), mas a inclusão das condições ambientais no modelo reduz a incerteza em 10 vezes, fazendo com que o modelo B seja o mais indicado. Entretanto, a aplicação dessa proposta em campo revelou que as diferentes origens de um mesmo tipo de grão também afetam o resultado, como apresentado na tabela 8. Ou seja, o modelo só pode ser utilizado nas verificações com o mesmo lote de grãos com o qual foi determinado.

Tabela 8 - Desempenho do modelo B em campo

Origem do milho	Campo	LabMUG
Umidade / %	Erro / %	
12	-0,6	-0,12
15	-0,62	0,02
17	-0,52	-0,05

Como **2ª proposta** fez-se uma pesquisa de mercado afim de encontrar outros instrumentos que pudessem atuar como padrão, mesmo sem modelo aprovado. Após contatos e visita a diversos fornecedores e pesquisas na internet, foi possível coletar os dados apresentados na tabela 9. Primeiramente, constata-se que a quantidade de MUGs sem aprovação é maior que a quantidade de aprovados (4 modelos, até o momento), o que indica um grande potencial de crescimento na diversidade do Controle Metrológico. Também pode-se constatar que grande parte dos instrumentos são projetados para operar em condições laboratoriais, o que dificulta a sua aplicação como padrão nas verificações subsequentes que sejam realizadas em campo. De qualquer forma, é importante ressaltar que o desempenho metrológico deles não foi avaliado e novos estudos precisariam ser realizados.

Tabela 9 - modelos de MUGs alternativos

Imagen					
Modelo	MA 50.5Y.IC.WH	Infratec	MT-CA	SpecFIT	Grainsense A2
Marca	Radwag	Foss	Anton Paar	Fine Instrument Technology	Gehaka

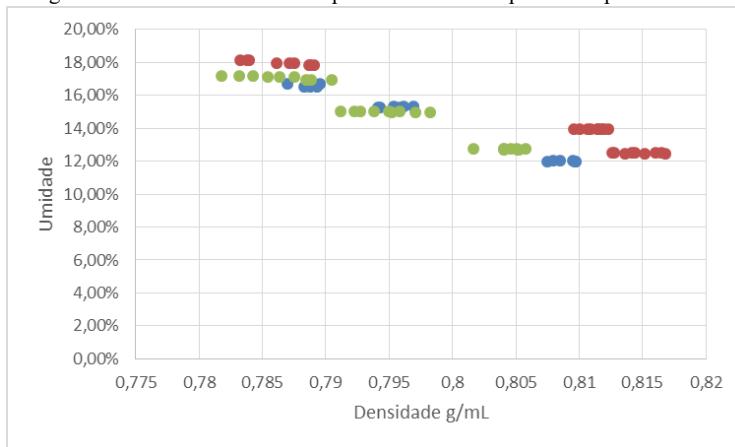
Custo / R\$	52 mil	300 mil	350 mil	200 mil	30 mil
Método de medição	Termogravimétrico	Espectroscopia de infravermelho próximo	Termogravimétrico	Ressonância magnética de baixo campo	Espectroscopia de infravermelho próximo
Operação	Laboratório	Laboratório	Laboratório	Laboratório	Portátil

Também foi estabelecida uma **3ª proposta** com vistas a determinar a umidade dos grãos de modo indireto através da medição da densidade aparente. A ideia consiste em coletar, para uma mesma amostra de grãos, os valores dessa densidade e os respectivos valores de umidade (via estufa) e estabelecer um modelo matemático (utilizando regressão linear ou robusta) que permita determinar a umidade de grãos em campo a partir da medição da densidade para então comparar com as medições feitas pelo MUG e determinar o erro de indicação.

A densidade aparente também pode ser conhecida como peso hectolitro ou massa específica granular (em inglês são utilizados os termos *bulk density*, *hectolitre mass* e *test weight per bushel*), e consiste na relação entre a massa e o volume de um recipiente depois de ter sido preenchido com uma amostra de grãos<sup>4,17,18</sup>. Visto que essa relação não depende apenas da massa dos grãos, mas também da sua umidade, formato e dimensão, bem como o formato e dimensão do recipiente e a forma com que é feito o preenchimento, o procedimento de medição precisa ser definido com bastante detalhes para alcançar a repetibilidade necessária<sup>17</sup>.

Sendo assim (e após vários testes), estabeleceu-se o procedimento apresentado no Anexo D para determinar a densidade aparente dos grãos e procedeu-se à coleta de medições de densidade aparente e de umidade em amostra de milho, cujos valores são apresentados na figura 5. Os dados correspondem a três tipos de milho e demonstram o comportamento inversamente proporcional da densidade em relação à umidade descrito na teoria<sup>19</sup>.

Figura 5 - Gráfico de densidade aparente X umidade para três tipos de milho



Depois, foi realizada a análise estatística, obtendo-se um modelo com boa aderência aos dados ( $R^2 = 0,952$ ), mas incerteza de 9,55%. Supondo que esse resultado seja em decorrência das diferenças entre as curvas que cada tipo de milho apresenta, realizou-se uma nova análise considerando adicionalmente outras variáveis independentes: para cada tipo de milho, foram medidas a massa, comprimento, largura e espessura de uma sub amostra de 10 grãos. Como resultado, o novo modelo obtido apresentou uma incerteza de 0,42% considerando apenas a medição da densidade aparente e da massa (a análise constatou que as demais grandezas não são significantes). Embora a inclusão da variável massa tenha perceptivamente melhorado a modelagem, o valor da incerteza ainda é relativamente alto (em torno de metade do EMA referente à verificação subsequente<sup>2</sup>), o que sugere duas alternativas possíveis: 1) Adotando-se o caminho de aplicar o modelo para conjunto amplo de tipos de milho (por exemplo, provenientes de diversas origens), espera-se que essa incerteza aumente, ou; 2) Caso se opte pelo caminho de especificar um modelo para cada tipo, será necessário utilizar na verificação subsequente o mesmo grão utilizado na modelagem.

Ainda no contexto de determinação indireta da umidade, a revisão da literatura apontou uma **4ª proposta** baseada na utilização das curvas de isoterma de sorção, que estabelecem a relação entre umidade de equilíbrio dos grãos e a atividade da água ( $a_w$ ) a uma temperatura constante. Para cada tipo de grão, essa relação pode ser representada por um dos diversos modelos não-lineares bastante fundamentados na literatura, de forma que a ideia consiste em ajustar os seus parâmetros com base na coleta de dados de umidade,  $a_w$  e temperatura das amostras. Apenas como exemplo, a tabela 10 apresenta equações de três modelos, sendo  $X_e$  a umidade obtida via estufa,  $T$  a temperatura ambiente e  $a$ ,  $b$  e  $c$  são os parâmetros a serem ajustados<sup>20</sup>.

Tabela 10 - modelos de isoterma de sorção

Modelo	Equação
GAB modificado	$X_e = \frac{ab \left( \frac{c}{T} \right) a_w}{\left[ 1 - ba_w \right] \left[ 1 - ba_w + b \left( \frac{c}{T} \right) a_w \right]}$
Halsey modificado	$X_e = \left[ \frac{\exp(a - bT)}{-\ln(a_w)} \right]^{\frac{1}{c}}$
Henderson modificado	$X_e = (a + bT) \left[ \frac{a_w}{1 - a_w} \right]$

Então, dentro deste contexto, a verificação subsequente de MUG consistiria em medir a aw de uma amostra de grãos, colocar seu valor na respectiva equação de isoterma para obter o valor de Xe e utilizar esse resultado como referência para determinar o erro da indicação do MUG. O levantamento da equação de isoterma pode ser realizado com um conjunto padrão de soluções salinas<sup>20</sup> ou de forma automatizada<sup>25</sup>.

A atividade da água é uma grandeza adimensional que vai de 0 a 1 e corresponde à razão entre a pressão de vapor do grão em equilíbrio com o ar e a pressão de vapor de água pura. Em outras palavras, ela é uma medida da quantidade de água no grão que está susceptível a reações químicas ou enzimáticas de forma que, quanto maior o seu valor, mais água está disponível<sup>21,22</sup>. Para sua determinação há dois métodos válidos: medição por ponto de orvalho e medição por umidade relativa<sup>21</sup>.

A determinação da atividade de água por ponto de orvalho ocorre a partir da obtenção da temperatura da amostra e da temperatura na qual ocorre condensação na superfície de um espelho colocado junto à amostra dentro de uma câmara, sendo que um exemplo de medidor que utiliza esse método é o 4TE que possui exatidão de  $\pm 0,003$  (ou 0,3% em umidade relativa), mas é projetado para operação em laboratório<sup>21,24</sup>. Por sua vez, na determinação por umidade relativa, a amostra deve ser colocada num recipiente e mantida sob temperatura controlada próxima à desejada. Com isso, a massa da mesma deve ser medida rotineiramente até que seja constatada sua estabilidade. Nesse momento, mede-se a umidade relativa do ar próximo à amostra e, dividindo-se seu valor por 100, obtém-se o valor de aw<sup>20,21</sup>. No mercado, um exemplo de medidor que utiliza esse método é o Pawkit que, embora seja portátil, apresenta exatidão de  $\pm 0,02$  (ou 2% em escala de umidade relativa)<sup>23</sup>.

E, por fim, a 5ª proposta considerada é a utilização de grãos como material de referência de umidade (grãos padrão). A ideia seria ensaiar os MUGs com amostras de grãos cuja umidade foi previamente determinada, possibilitando assim a determinação do seu erro de indicação. Então, baseado na literatura, foi estabelecido o procedimento proposto no Anexo E.

Com vistas a avaliar o desempenho deste procedimento, realizou-se uma simulação de verificação subsequente. O LabMUG preparou amostras de milho em dois níveis de umidade (Pto I e Pto S), realizou medições com MUGs em dois locais distintos (Cooperativa dos Produtores de Arroz do Vale do Paraíba e Companhia de Entrepósto e Armazéns Gerais de São Paulo) e as retornou ao laboratório para uma nova determinação da umidade via estufa. Os dados coletados são apresentados na tabela 11, sendo que a primeira medição com estufa corresponde à amostra mãe.

Tabela 11 - Dados coletados com grãos padrão

Data	01/04/25		02/04/25				03/04/25		09/04/25	
Local	LabMUG	Coopvalpa	LabMUG			Ceagesp		LabMUG		
Método	Estufa	AL-101	G2000	999FBI	Estufa	999ES	999FBI	G2000	999FBI	Estufa
Pto I	11,63%	12,47%	10,96%	11,88%	11,62%	11,93%	11,64%	11,01%	11,94%	11,54%
Pto S	18,54%	18,17%	17,99%	17,50%	18,45%	17,73%	17,63%	17,91%	17,55%	18,37%

Então, iniciou-se a análise dos dados pela avaliação da estabilidade das amostras durante todo o período. Para isso, extraiu-se da tabela apenas as medições feitas com estufa e calculou-se o percentual de desvio permitido (equação 2) que é uma métrica utilizada em comparações interlaboratoriais<sup>29</sup>. Na equação,  $y_0$  é a umidade da amostra mãe,  $y_i$  é um dos valores de umidade determinados posteriormente e  $EMA_{sub}$  é o erro máximo admissível para verificações subsequentes. A figura 6 apresenta o comportamento deste percentual para nível de umidade e a figura 7 apresenta a análise de variância (Anova) desses valores.

$$P_A = \frac{y_i - y_0}{EMA_{sub}} \cdot 100\% \quad [2]$$

Figura 6 - Percentual de desvio para as medições com estufa

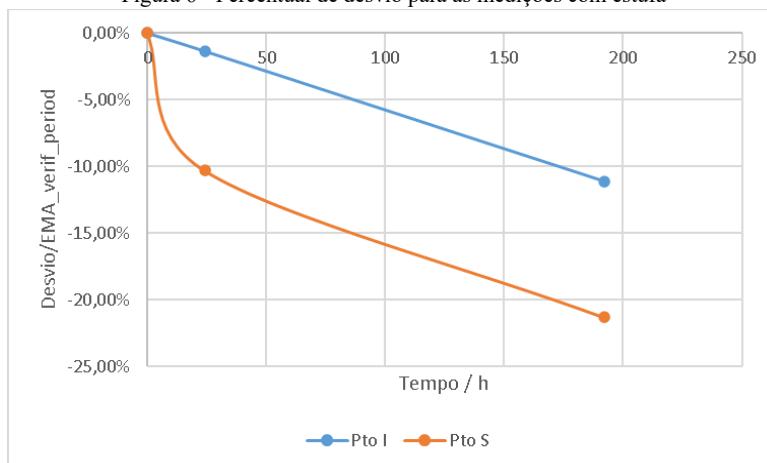


Figura 7 - Anova de 2 fatores sem repetição

Fonte	SS	df	MS	F	Fcrit	Resultado
Pto	0,00611991	1	0,00611991	3,950106375	18,51282051	Iguais
Amostra	0,02694145	2	0,01347073	8,694702976	19	Iguais
Erro	0,00309861	2	0,0015493			
Total	0,03615997					

Os resultados do gráfico demonstram que as curvas para os dois níveis são paralelas. Isso indica que o comportamento da umidade é o mesmo para qualquer nível, o que é confirmado pelo resultado "Iguais" para a fonte "Pto" na Anova. No caso da magnitude dessas variações, a Anova apresenta o resultado "Iguais" para a fonte "Amostra" indicando que, estatisticamente, as variações na umidade durante o período da simulação (9 dias) é insignificante. Contudo, o Fcrit é muito alto (pelo fato de se ter poucas amostras) e isso pode mascarar algum resultado que seja mais significativo do ponto de vista metrológico. Nesse sentido, a observação dos resultados indica uma variação importante (21,3%) para a amostra de trabalho no Pto S, o que significa que a quantidade de drops utilizada (18) talvez seja o limiar, como já definido na literatura<sup>26</sup>. Para uma melhor avaliação desse impacto, a figura 8 apresenta o erro de indicação de cada MUG em relação às medições da estufa em dois momentos: no início (amostra mãe) e no momento em que a medição foi feita com o MUG.

Figura 8 - Erro de indicação dos MUGs

Local	Coopvalpa	LabMUG	Ceagesp	LabMUG
MUG	AL-101	G2000/1003	999FBI	999ES
<b>Erro de indicação com amostra do momento</b>				
Pto I	0,85%	-0,66%	0,26%	0,32%
Pto S	-0,29%	-0,47%	-0,96%	-0,72%
<b>Erro de indicação com amostra mãe</b>				
Pto I	0,84%	-0,67%	0,25%	0,31%
Pto S	-0,37%	-0,55%	-1,04%	-0,80%
<b>Verificações com resultados semelhantes?</b>				
Pto I	Ok	Ok	Ok	Ok
Pto S	Ok	Ok	Ok	Ok

Os resultados indicam que se fosse utilizado o valor de umidade determinado na amostra mãe, a conclusão da verificação seria idêntica à conclusão obtida com o valor da umidade determinada no momento em que o MUG fora utilizado. Isso indica que a variação na umidade da amostra durante todo o período não afetou o resultado das verificações, demonstrando assim viabilidade da proposta.

Um ponto importante dessa proposta é a escolha dos recipientes para acondicionar as amostras de grãos, visto que eles devem assegurar que a umidade das mesmas não sejam alteradas durante todo o processo. Nesse sentido, um critério importante a ser observado é a capacidade que o material do recipiente tem para atuar como barreira à umidade, que é conhecida como Taxa de Permeabilidade ao Vapor d'Água (TPVA). Ela representa a quantidade de água que atravessa uma unidade de área do recipiente por unidade de tempo em determinadas condições ambientais, sendo que um valor menor que 8 g/(m<sup>2</sup>.dia) é considerado como alta barreira, um valor menor que 0,8 g/(m<sup>2</sup>.dia) é considerado como altíssima barreira e o vidro oferece barreira total à umidade<sup>27,28</sup>. Contudo, na simulação realizada (figura 9), as amostras do Pto I foram acondicionadas em um recipiente de 500 ml feito de Polietileno de Baixa Densidade (que possui TPVA em torno de 20 g/(m<sup>2</sup>.dia)<sup>27,28</sup>) e as amostras do Pto S foram acondicionadas em um recipiente de 500 ml feito de vidro, o que indica que o nível de umidade parece influenciar mais que o material, já que a maior variação de umidade ocorreu nas amostras com nível de umidade mais alta (Pto S).

Figura 9 - Acondicionamento das amostras utilizadas na simulação



Ainda dentro desta questão, foi realizado um novo experimento. Amostras de milho e de arroz foram acondicionados (figura 10) em recipientes de Polietileno de Baixa Densidade (PEBD) e Polietileno Tereftalato (PET) transparente (que possui TPVA em torno de 40 g/(m<sup>2</sup>.dia)<sup>30</sup>) e monitoradas pela medição de massa durante a submissão a algumas condições de armazenamento, como apresentado na tabela 12. Com base nesses dados, a figura 11 apresenta o gráfico de variação na umidade de cada

amostra, considerando a massa medida no primeiro dia como sendo a massa inicial.

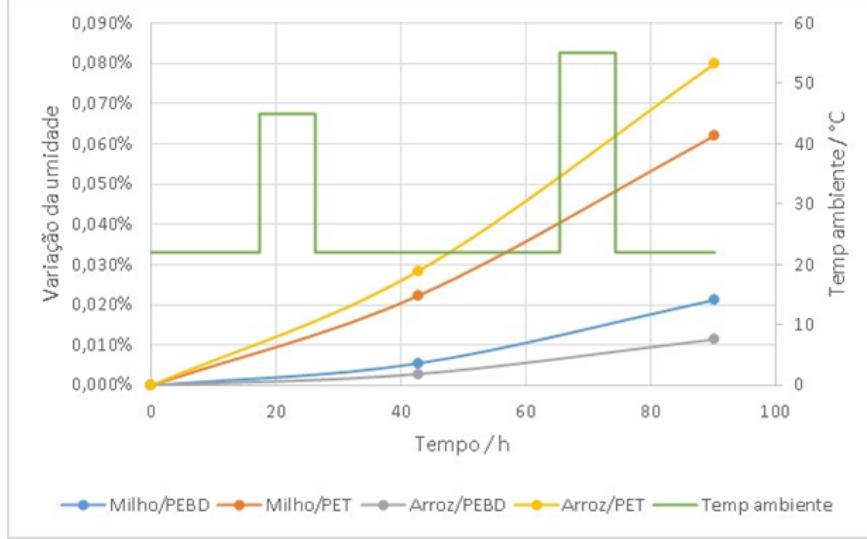
Figura 10 - Acondicionamento das amostras para experimento de temperatura ambiente



Tabela 12 - Medições de massa durante experimento de temperatura ambiente

Grão	Milho		Arroz	
	PEBD	PET	PEBD	PET
Data	Massa / g			
12/05/25	126,996	165,802	106,331	133,744
14/05/25	126,989	165,765	106,328	133,706
16/05/25	126,969	165,699	106,319	133,637

Figura 11 - Gráfico da variação de umidade no experimento de temperatura ambiente



O gráfico indica que o PEBD preservou melhor que o PET, tanto o milho quanto o arroz, o que é coerente com seus respectivos valores de TPVA. Dessa forma, o valor de 20 g/(m<sup>2</sup>.dia) parece ser um limite que não deve ser ultrapassado na escolha do recipiente.

Outro aspecto importante dessa proposta refere-se ao suprimento de grãos. Uma vez que tanto o Inmetro quanto a RBMLQ-I não são produtores ou armazenadores de grãos, entende-se que será necessário estabelecer parcerias com instituições desse tipo (por exemplo, Ceagesp ou a Companhia Nacional de Abastecimento) que possam prover rotineiramente lotes de grãos em condições e quantidades adequadas para a preparação das amostras que serão utilizadas nas verificações.

Cabe ressaltar que esses resultados também indicam a viabilidade da preparação de amostras para a realização de comparações interlaboratoriais entre a Dimel, órgãos da RBMLQ-I e empresas autorizadas a declarar conformidade de seus instrumentos, colaborando assim na garantia da validade dos resultados do controle metrológico de MUGs.

#### 4. CONCLUSÃO

Esse documento apresentou considerações referentes ao Controle Metrológico de MUGs, principalmente com foco no método de referência e no procedimento para verificação subsequente. As informações apresentadas são fruto do trabalho realizado por 02 anos no estudo de documentos, coleta de medições e realização de experimentos que envolveu algumas instituições o que demonstra a importância da sinergia que deve existir entre os diversos atores dentro do Sistema Nacional de Metrologia e Qualidade (Sinmetro) na busca pela melhoria dos processos necessários para assegurar a confiabilidade metrológica dos instrumentos utilizados pela

sociedade.

#### ANEXO A - Resultados referentes à uniformidade da estufa

Padrão / °C	Sensores do AT4808 / °C								Set point / °C	Posição aletas IN e OUT
	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8		
105,6916667	105,255	103,155	108,2067	105,3133	105,6183	107,9383	102,0817	105,2317		
<b>Corrigido</b>	103,39	101,58	106,48	104,47	104,66	106,3	101,13	103,4		
<b>Ampl Total</b>				5,35						
<b>Ampl Centro</b>				1,27						
104,9	105,325	99,75	106,7283	104,7283	105,1167	105,67	100,7217	105,11		
<b>Corrigido</b>	103,46	98,23	105,03	103,89	104,17	104,07	99,78	103,28	103,5	3/4 e 1/4
<b>Ampl Total</b>				6,8						
<b>Ampl Centro</b>				0,89						
104,8	104,0983	101,7367	105,1533	104,9833	102,8483	107,7067	106,7117	106,17		
<b>Corrigido</b>	102,25	100,18	103,49	104,14	101,92	106,07	105,72	104,32		
<b>Ampl Total</b>				5,89						
<b>Ampl Centro</b>				3,47						
107,6	107,3817	105,0467	110,2667	107,3783	107,8217	110,0733	104,62	107,7983		
<b>Corrigido</b>	105,48	103,44	108,51	106,52	106,85	108,4	103,64	105,93		
<b>Ampl Total</b>				5,07						
<b>Ampl Centro</b>				1,37						
106,8	107,1417	101,9983	108,72	106,4533	106,93	107,1667	102,455	106,75		
<b>Corrigido</b>	105,25	100,44	106,99	105,6	105,96	105,54	101,5	104,89	105,5	3/4 e 1/4
<b>Ampl Total</b>				6,55						
<b>Ampl Centro</b>				1,07						
106,895	105,9933	104,0967	107,3833	107,3217	104,9217	110,2517	109,3767	109,0933		
<b>Corrigido</b>	104,12	102,51	105,68	106,46	103,97	108,57	108,35	107,2		
<b>Ampl Total</b>				6,06						
<b>Ampl Centro</b>				4,23						
133,7833333	132,8433	131,295	137,4783	132,4433	133,57	136,6583	129,995	133,3083		
<b>Corrigido</b>	130,52	129,27	135,21	131,36	132,35	134,56	128,77	131,08		
<b>Ampl Total</b>				6,44						
<b>Ampl Centro</b>				1,83						
132,77	132,75	132,1233	137,255	132,3	132,655	135,1633	129,0433	132,0583		
<b>Corrigido</b>	130,43	130,08	134,99	131,22	131,44	133,09	127,82	129,84	131,5	3/4 e 1/4
<b>Ampl Total</b>				7,17						
<b>Ampl Centro</b>				1,6						
133	131,1717	131,4983	137,6417	131,6333	131,99	135,675	128,9133	131,5533		
<b>Corrigido</b>	128,88	129,47	135,37	130,56	130,78	133,6	127,69	129,35		
<b>Ampl Total</b>				7,68						
<b>Ampl Centro</b>				1,9						

#### ANEXO B - Resultados referentes às medições com carga

Set point de 103,5 °C														
Cápsulas	Sensor	Min	Médio	Max	Min_cor	Med_cor	Max_cor	Padrão	Erro	Grubbs	Cápsula	Dev_min	Dev_max	Distância
P1	S6	103,9	104,1133	104,4	102,32	102,53	102,82	104,82	-2,29	-2,29 P1	-2,5	-2	0,5	
P2	S5	103,2	103,3883	103,8	102,27	102,46	102,86		-2,36	-2,36 P2	-2,55	-1,96	0,54	
P3	S2	102,9	103,1033	103,3	101,33	101,53	101,72		-3,29	-3,29 P3	-3,49	-3,1	0,99	
P4	S1	102,9	103,015	103,1	101,07	101,19	101,27		-3,63	-3,63 P4	-3,75	-3,55	1,25	
P5	S8	103,9	104,0067	104,2	102,08	102,19	102,38		-2,63	-2,63 P5	-2,74	-2,44	0,24	
P6	S3	103,1	103,23	103,3	101,47	101,6	101,67		-3,22	-3,22 P6	-3,35	-3,15	0,85	
P7	S4	102,9	103,0167	103,1	102,08	102,2	102,28		-2,62	-2,62 P7	-2,74	-2,54	0,24	
P8	S7	103,2	103,3583	103,6	102,24	102,4	102,63		-2,42	-2,42 P8	-2,58	-2,19	0,31	
P9	S7	103,8	104,0483	104,2	102,83	103,08	103,23	104,7	-1,62	-1,62 P9	-1,87	-1,47	1,03	
P10	S4	103,5	103,795	104	102,67	102,97	103,17		-1,73	-1,73 P10	-2,03	-1,53	0,97	
P11	S3	103	103,0033	103,1	101,37	101,38	101,47		-3,32	-3,32 P11	-3,33	-3,23	0,83	
P12	S8	103,7	103,76	103,8	101,89	101,95	101,98		-2,75	-2,75 P12	-2,81	-2,72	0,31	
P13	S1	103,5	103,6	103,7	101,66	101,76	101,86		-2,94	-2,94 P13	-3,04	-2,84	0,54	
P14	S2	103,8	103,8783	104	102,21	102,29	102,41		-2,41	-2,41 P14	-2,49	-2,29	0,21	
P15	S5	103,1	103,12	103,2	102,17	102,19	102,27		-2,51	-2,51 P15	-2,53	-2,43	0,07	
P16	S6	103,4	103,5	103,7	101,83	101,93	102,13		-2,77	-2,77 P16	-2,87	-2,57	0,37	
P17	S7	103,5	103,6667	103,9	102,54	102,7	102,93	104,5133	-1,81	-1,81 P17	-1,97	-1,58	0,92	
P18	S4	102,9	103,0217	103,2	102,08	102,2	102,38		-2,31	-2,31 P18	-2,43	-2,13	0,37	
P19	S3	102,6	102,7583	102,9	100,98	101,14	101,28		-3,37	-3,37 P19	-3,53	-3,23	1,03	
P20	S5	103,3	103,3633	103,5	102,37	102,43	102,57		-2,08	-2,08 P20	-2,14	-1,94	0,56	
P21	S2	104,1	104,2133	104,4	102,51	102,62	102,8		-1,89	-1,89 P21	-2,00	-1,71	0,79	
P22	S8	105,3	105,5817	105,9	103,46	103,74	104,06		-0,77	-0,77 P22	-1,05	-0,45	2,05	
P23	S1	103,4	103,5683	104	101,57	101,73	102,16		-2,78	-2,78 P23	-2,94	-2,35	0,44	
P24	S6	103,6	104,0217	104,5	102,03	102,44	102,91		-2,07	-2,07 P24	-2,48	-1,60	0,9	
												Média	-2,502	

Set point de 105,5 °C														
Cápsulas	Sensor	Min	Médio	Max	Min_cor	Med_cor	Max_cor	Padrão	Erro	Grubbs	Cápsula	Dev_min	Dev_max	Distância
P1	S6	105,9	106,1017	106,3	104,29	104,49	104,69	106,8233	-2,33	-2,33 P1	-2,53	-2,13	0,4	
P2	S5	105,2	105,32	105,5	104,25	104,37	104,55		-2,45	-2,45 P2	-2,57	-2,27	0,26	
P3	S2	105,2	105,2867	105,4	103,59	103,68	103,79		-3,14	-3,14 P3	-3,23	-3,03	0,7	
P4	S1	105,2	105,255	105,4	103,34	103,39	103,53		-3,43	-3,43 P4	-3,48	-3,29	0,95	
P5	S8	105,8	106,0267	106,4	103,96	104,18	104,55		-2,64	-2,64 P5	-2,86	-2,27	0,33	
P6	S3	105,3	105,4133	105,5	103,63	103,74	103,83		-3,08	-3,08 P6	-3,19	-2,99	0,66	
P7	S4	105	105,115	105,2	104,16	104,28	104,36		-2,54	-2,54 P7	-2,66	-2,46	0,13	
P8	S7	105,2	105,3667	105,5	104,22	104,38	104,52		-2,44	-2,44 P8	-2,60	-2,30	0,23	
P9	S7	105,6	105,8483	106	104,61	104,86	105,01	106,7	-1,84	-1,84 P9	-2,09	-1,69	0,85	
P10	S4	105,4	105,6583	105,9	104,56	104,81	105,05		-1,89	-1,89 P10	-2,14	-1,65	0,89	
P11	S3	104,9	104,9467	105	103,24	103,28	103,34		-3,42	-3,42 P11	-3,46	-3,36	0,92	
P12	S8	105,3	105,4867	105,7	103,46	103,65	103,86		-3,05	-3,05 P12	-3,24	-2,84	0,7	
P13	S1	105,5	105,5583	105,6	103,63	103,69	103,73		-3,01	-3,01 P13	-3,07	-2,97	0,53	
P14	S2	105,7	105,8033	105,9	104,08	104,19	104,28		-2,51	-2,51 P14	-2,62	-2,42	0,12	
P15	S5	104,9	104,9717	105	103,95	104,02	104,05		-2,68	-2,68 P15	-2,75	-2,65	0,21	
P16	S6	105,3	105,3767	105,7	103,7	103,78	104,1		-2,92	-2,92 P16	-3,00	-2,60	0,46	
P17	S7	105,6	105,885	106,1	104,61	104,9	105,11	106,5933	-1,69	-1,69 P17	-1,98	-1,48	1,05	
P18	S4	104,6	105,1083	105,4	103,76	104,27	104,56		-2,32	-2,32 P18	-2,83	-2,03	0,5	
P19	S3	104,7	104,7683	105,7	103,04	103,11	104,02		-3,48	-3,48 P19	-3,55	-2,57	1,02	
P20	S5	105,4	105,4983	105,7	104,45	104,55	104,75		-2,04	-2,04 P20	-2,14	-1,84	0,69	
P21	S2	106,1	106,32	106,6	104,48	104,69	104,97		-1,90	-1,90 P21	-2,11	-1,62	0,91	
P22	S8	107,5	107,8417	108,1	105,63	105,97	106,22		-0,62	-0,62 P22	-0,96	-0,37	2,16	
P23	S1	105,4	105,55	105,7	103,53	103,68	103,83		-2,91	-2,91 P23	-3,06	-2,76	0,53	
P24	S6	105,7	106,18	106,6	104,1	104,57	104,98		-2,02	-2,02 P24	-2,49	-1,61	0,92	
												Média	-2,538	

Set point de 131,5 °C																
Cápsulas	Sensor	Min	Médio	Max	Min_cor	Med_cor	Max_cor	Padrão	Erro	Grubbs	Cápsula	Dev_min	Dev_max	Distância		
P1	S1	130,2	130,3167	130,4	127,92	128,04	128,12	132,5217	-4,48	-4,48 P1		-4,60	-4,40	0,1		
P2	S2	129,6	129,7183	129,9	127,6	127,71	127,89		-4,81	-4,81 P2		-4,92	-4,63	0,42		
P3	S3	129,1	129,165	129,3	126,99	127,05	127,19		-5,47	-5,47 P3		-5,53	-5,33	1,03		
P4	S4	129,3	129,495	129,7	128,25	128,44	128,64		-4,08	-4,08 P4		-4,27	-3,88	0,62		
P5	S5	130,1	130,205	130,5	128,91	129,02	129,31		-3,50	-3,50 P5		-3,61	-3,21	1,29		
P9	S6	129,5	129,6267	129,8	127,52	127,64	127,81		-4,88	-4,88 P9		-5,00	-4,71	0,5		
P10	S7	129,8	130,095	130,3	128,57	128,86	129,07		-3,66	-3,66 P10		-3,95	-3,45	1,05		
P8	S8	128,8	129,2467	129,5	126,63	127,07	127,32		-5,45	-5,45 P8		-5,89	-5,20	1,39		
P6	S1	130,2	130,3667	130,5	127,92	128,09	128,22	132,7	-4,61	-4,61 P6		-4,78	-4,48	0,28		
P7	S2	129,7	129,7533	129,8	127,7	127,75	127,8		-4,95	-4,95 P7		-5,00	-4,90	0,5		
P11	S3	129,7	129,8267	130	127,58	127,7	127,87		-5,00	-5,00 P11		-5,12	-4,83	0,62		
P17	S4	130,2	130,39	130,6	129,14	129,33	129,53		-3,37	-3,37 P17		-3,56	-3,17	1,33		
P13	S5	130,2	130,3817	130,5	129,01	129,19	129,31		-3,51	-3,51 P13		-3,69	-3,39	1,11		
P12	S6	129,3	129,475	129,6	127,32	127,49	127,62		-5,21	-5,21 P12		-5,38	-5,08	0,88		
P16	S7	129,1	129,1617	129,3	127,88	127,94	128,08		-4,76	-4,76 P16		-4,82	-4,62	0,32		
P18	S8	129,3	129,5983	130	127,12	127,42	127,81		-5,28	-5,28 P18		-5,58	-4,89	1,08		
P14	S1	130,4	130,4533	130,6	128,12	128,17	128,31	132,8	-4,63	-4,63 P14		-4,68	-4,49	0,18		
P15	S2	129,7	129,81	129,9	127,7	127,8	127,89		-5,00	-5,00 P15		-5,10	-4,91	0,6		
P19	S3	129,4	129,5133	129,6	127,28	127,4	127,48		-5,40	-5,40 P19		-5,52	-5,32	1,02		
P24	S4	129,9	130,2233	130,7	128,84	129,16	129,63		-3,64	-3,64 P24		-3,96	-3,17	1,33		
P21	S5	131	131,1683	131,4	129,8	129,97	130,2		-2,83	-2,83 P21		-3,00	-2,60	1,9		
P20	S6	129,8	129,925	130,1	127,81	127,94	128,11		-4,86	-4,86 P20		-4,99	-4,69	0,49		
P23	S7	129,7	129,9233	130,2	128,47	128,69	128,97		-4,11	-4,11 P23		-4,33	-3,83	0,67		
P22	S8	131,1	131,465	132	128,9	129,26	129,79		-3,54	-3,54 P22		-3,90	-3,01	1,49		
									Média	-4,500						

#### ANEXO C - Sugestão de procedimento para avaliação da estufa

A seguir é apresentado a sequência de etapas necessárias para determinar a região da estufa que seja útil para determinar a umidade de grãos dentro do controle metrológico de medidores de umidade de grãos. Convém realizá-la no início das atividades com a estufa e anualmente, afim de checar se o tamanho da região é alterado com o passar do tempo.

O procedimento menciona o "FOR-Dimel-XXX" que é um formulário para registrar as medições, realizar os cálculos e exibir os resultados e que seria futuramente elaborado. Além disso, é preciso providenciar equipamento(s) para medir a temperatura em 5 pontos simultaneamente. Cada sensor deve estar devidamente calibrado, apresentar incerteza de medição menor que 0,3 °C, possuir diâmetro externo menor ou igual a 5 mm e, preferencialmente, deve ser termômetro de resistência de platina do tipo 100 Ω a 0 °C ou termopares do tipo T, J ou N. Também é importante que haja um sistema que possibilite a coleta e registro automático das medições de todos os sensores.

Durante todo o processo, a temperatura ambiente deve estar entre (15 e 35) °C, a umidade relativa do ar entre (25 e 75) % ur e a pressão atmosférica de (860 a 1060) hPa. A estufa deve estar nivelada, em local livre de vibrações, radiação solar e interferências eletromagnéticas. Todos os parâmetros do sistema de controle de temperatura da estufa devem ser registrados antes de iniciar da atividade, incluindo a posição da entrada e saída de ar, se houver possibilidade desse ajuste e a prateleira interna, caso exista mais de uma;

##### C.1 - Avaliação inicial da estufa

1. Posicionar um sensor (S1) na região central da prateleira e os demais nos pontos extremos, mantendo uma distância mínima de 50 mm das paredes da estufa;
2. Preencher toda a região delimitada pelos sensores com cápsulas (vazias) que são utilizadas na medição de umidade de grãos;
3. Fechar a porta da estufa, programar a temperatura para o primeiro valor informado no FOR-Dimel-XXX e iniciar a operação da estufa e dos sensores de temperatura;
4. Após a estabilização da temperatura medida pelo sensor central, registrar 60 valores por sensor na taxa de 1 medição/minuto;
5. Inserir os valores registrados no FOR-Dimel-XXX, respeitando a identificação dos sensores e avaliar os resultados:
  - 5.1 Caso o campo "região útil" do FOR-Dimel-XXX informe o resultado "NC", aproximar os sensores que estão na extremidade de forma equidistante em relação ao sensor central e repetir os passos de 2 a 4;
  - 5.2 Uma vez que o campo "região útil" informe o resultado "Ok":
    - 5.2.1 Demarcar na própria prateleira as posições dos sensores;
    - 5.2.2 Posicionar um sensor dentro de cada cápsula (sem encostar no fundo da mesma) e repetir os passos 3 e 4;
    - 5.2.3 Inserir os valores registrados no FOR-Dimel-XXX;
    - 5.2.4 Repetir os passos 5.2.2 e 5.2.3 para as demais cápsulas até completar todas as cápsulas dentro da região demarcada;

6. Repetir os passos 1 a 5 para as demais temperaturas informadas no FOR-Dimel-XXX;
7. Utilizar os valores informados no campo "Resultados" para programar a temperatura da estufa nas atividades do controle metrológico.

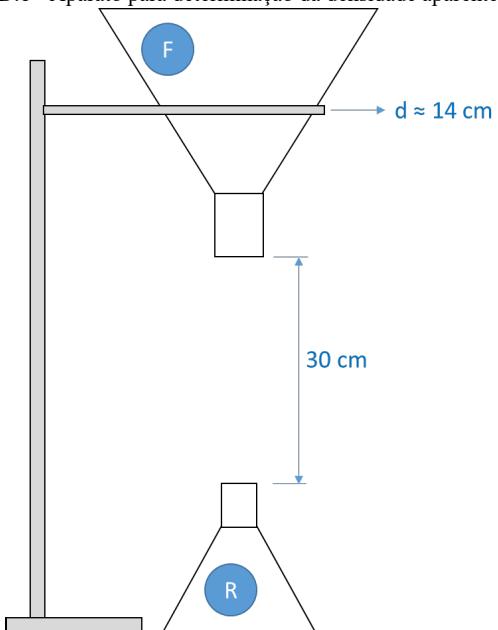
#### C.2 - Avaliação periódica da estufa

1. Preencher a região útil com cápsulas vazias;
2. Posicionar um sensor (S1) na região central da prateleira e os demais dentro de cada cápsula, sem encostar no fundo da mesma;
3. Fechar a porta da estufa, programar a temperatura para o primeiro valor informado no FOR-Dimel-XXX e iniciar a operação da estufa e dos sensores de temperatura;
4. Após a estabilização da temperatura medida pelo sensor central, registrar 60 valores por sensor na taxa de 1 medição/minuto;
5. Inserir os valores registrados no FOR-Dimel-XXX, respeitando a identificação dos sensores e avaliar os resultados:
  - 5.1 Caso o campo "região útil" do FOR-Dimel-XXX informe o resultado "NC", investigar as causas e, se necessário, realizar uma nova avaliação inicial da estufa;
  - 5.2 Caso o campo "região útil" informe o resultado "Ok", repetir os passos 2 a 4 para as demais cápsulas até completar todas as cápsulas dentro da região demarcada.

#### ANEXO D - Procedimento para determinação da densidade aparente de grãos

1. Disponibilizar uma balança com carga máxima de 1 kg, carga mínima de 0,5 g, menor divisão de 0,01 g e devidamente calibrada;
2. Montar o aparato apresentado na figura D.1 sendo: F um funil com diâmetro de saída de 2,5 cm e capacidade para carga de 900 g, e; R um frasco de Erlenmeyer com diâmetro de entrada de 3,2 cm e volume de 590 ml. É importante assegurar que a saída de F e a entrada de R estejam alinhadas durante todo o processo e que o volume (V) de R seja previamente calibrado;

Figura D.1 - Aparato para determinação da densidade aparente de grãos



3. Colocar R vazio na balança e realizar a tara;
4. Colocar uma carga de 800 g de grãos em F e aguardar toda a descida dos grãos;
5. Colocar R cheio na balança, registrar o valor medido (M) e esvaziar R;
6. Calcular a densidade aparente, dividindo M por V;
7. Repetir os passos 4 e 6 mais quatro vezes com a mesma amostra (carga) de grãos;
8. Determinar a densidade aparente da amostra de grãos através da média dos valores de densidade aparente das 5 repetições.

#### ANEXO E - Procedimento para o ensaio de erro de indicação em verificações subsequentes com grãos padrão

Este anexo apresenta a sequência de etapas proposta para a preparação, transporte e utilização de amostras padrão de grãos na verificação periódica de Medidores de Umidade de Grãos (MUGs) e foi baseada majoritariamente na documentação do NIST<sup>4,26</sup>.

#### E.1 - Preparação de amostras

1. Coletar um lote de grãos (amostra mãe) representativa das condições de comercialização e com quantidade suficiente para gerar múltiplas amostras de trabalho;
2. Realizar a limpeza da amostra mãe e misturar bem os grão limpos para garantir a homogeneidade;
3. Separar a amostra mãe em amostras de trabalho com quantidades suficientes para preenchimento adequado do compartimento de medição dos MUGs;
4. Retirar uma porção da amostra mãe e determinar sua umidade pelo método da estufa. Anotar o valor obtido e atribuir um identificador único à amostra mãe;
5. Armazenar as amostras de trabalho em recipientes adequados e identificar cada um com tipo de grão, data do preparo, identificação da amostra mãe, valor da umidade de referência, peso por volume, número de usos da amostra (drops);
6. Manter as amostras refrigeradas de 2 °C a 4 °C por pelo menos 72 horas antes do transporte.

#### E.2 - Transporte da amostras

1. Aproximadamente 2 horas antes do uso, remover as amostras da refrigeração;
2. Agitar levemente as amostras para homogeneização;
3. Colocar as amostras em um *cooler* térmico sem gelo para evitar variações bruscas de temperatura;
4. Certificar-se de que as tampas dos recipientes estão bem vedadas;
5. Durante o transporte, evitar exposição das amostras a calor excessivo ou umidade;
6. Caso o deslocamento demore mais de um dia, armazenar as amostras em refrigeração ao final do dia;
7. Ao chegar no local de teste, manter as amostras no *cooler* até o momento do uso;

#### E.3 - Utilização das amostras

1. Permitir que as amostras atinjam a temperatura ambiente antes da medição (dentro de 10 °C da temperatura ambiente);
2. Confirmar que o MUG está nivelado, livre de sujeira e em boas condições de operação;
3. Caso necessário, selecionar no MUG a escala correta para o tipo de grão em teste;
4. Passar a amostra pelo MUG pelo menos três vezes e registrar os valores;
5. Calcular a média das medições feita pelo MUG, calcular o erro entre esse valor e a umidade de referência anotada no recipiente da amostra e comparar o resultado com o EMA;
6. Atualizar o número de drops no recipiente da amostra. Para milho e soja com umidade acima de 18% e arroz com casca, o número máximo de drops é 18. Para todas as outras situações, o número máximo de drops é 24. Caso a amostra ultrapasse o limite de usos recomendados, descartá-la e substituí-la por uma nova;
7. Retornar as amostras ao *cooler* imediatamente após o uso;

### REFERÊNCIAS

1. Inmetro. Portaria nº 12, de 2 de janeiro de 2025 - 1ª Revisão Ordinária da Agenda Regulatória da Diretoria de Metrologia Legal para o biênio 2024-2025
2. Inmetro. Portaria nº 47, de 7 de fevereiro de 2022 - Aprova a regulamentação técnico metrológica consolidada para medidores de umidade de grãos
3. Inmetro. NIT-Sefiq-004 rev02 - Ensaio para determinação de umidade - método estufa
4. National Institute of Standards and Technology Handbook 159. Examination of Grain Moisture Meters Using Air-Oven Reference Method Transfer Standards. 2017
5. ISO 712-1:2024 - Cereals and cereal products - Determination of moisture content - Reference method
6. ISO 6540:2021 - Maize - Determination of moisture content (on milled grains and on whole grains)
7. ISO 6673:2003 - Green coffee - Determination of loss in mass at 105 degrees C
8. ISO 24557:2024 - Pulses — Determination of moisture content — Air-oven method
9. Asia-Pacific Legal Metrology Forum Guide on Rice Moisture Measurement, 2017
10. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Regras para análise de sementes, 2009
11. OIML R59-1:2016 - Moisture meters for cereal grains and oilseeds - Part 1: Metrological and technical requirements
12. Inmetro. DOQ-Cgcre-028 rev02. Orientação para a calibração de câmaras térmicas sem carga.
13. Applent. Manual de instruções do termômetro AT48080
14. Laboratório de Sementes e Mudas. Disponível em <https://www.cati.sp.gov.br/portal/produtos-e-servicos/cati-sm/laboratorios-de-sementes-e-mudas>. Acessado em 20/05/2025
15. Inmetro. NIT-Sefiq-012 rev02 - Verificação subsequente e inspeção de medidores de umidade de grãos
16. Inmetro. NIE-Dimel-125 rev01 - Verificação inicial de medidores de umidade de grãos
17. OIML R15:1974 - Instruments for measuring the hectolitre mass of cereals
18. ISO 7971-1:2009 - Cereals - Determination of bulk density, called mass per hectolitre - Part 1: Reference method

19. Secagem e armazenagem de produtos agrícolas / Editor Juarez de Sousa e Silva - Viçosa: Aprenda Fácil, 2008
20. Zeymer, J.S; Correa, P.C; Oliveira, G.H.H; Araujo, M.E.V; Guzzo, F; Baptestini, F.M. Moisture sorption isotherms and hysteresis of soybeans grains. *Acta Scientiarum, Agronomy*, v.45, 2023.
21. ISO 18787:2017 - Foodstuffs - Determination of water activity
22. A diferença entre Atividade de Água (Aw) e o Teor de Umidade nos alimentos. Disponível em <https://foodsafetybrazil.org/diferenca-entre-atividade-de-agua-aw-e-o-teor-de-umidade-nos-alimentos/>. Acessado em 26/05/2025
23. Aqualab Pawkit. Disponível em <https://metergroup.com.br/aqualab/produtos/aqualab-pawkit-analizador-de-atividade-de-agua/>. Acessado em 26/05/2025
24. Aqualab Series 4TE. Disponível em <https://metergroup.com.br/aqualab/produtos/4te-ponto-de-orvalho/>. Acessado em 26/05/2025
25. Isoterma de sorção. Disponível em <https://metergroup.com.br/aqualab/produtos/isoterma-de-sorcao/>. Acessado em 26/05/2025
26. National Institute of Standards and Technology Handbook 44. Specifications, Tolerances, and Other Technical Requirements for Weighing and Measuring Devices. 2025
27. Oliveira, L.M. As opções em alta barreira para embalagem de alimentos. Informativo Cetea, v.2, n.3, 1990
28. Santos, A.M.P. Técnico em alimentos - Embalagens. EDUFRPE, 2011
29. ISO 13528:2022 - Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
30. Afinal, quais são as barreiras de embalagens flexíveis? Disponível em <https://blog.sulprint.com.br/afinal-quais-sao-as-barreiras-de-embalagens-flexiveis/>. Acessado em 29/05/2025.
31. Inmetro. Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos fundamentais e gerais e termos associados. 2012
32. Inmetro. O Sistema Internacional de Unidades (SI) / tradução do Grupo de Trabalho luso-brasileiro Inmetro e IPQ. - 2. ed. da tradução luso-brasileira. 2025

Duque de Caxias, 12 de junho de 2025.



DOCUMENTO ASSINADO ELETRONICAMENTE COM FUNDAMENTO NO  
ART. 6º, § 1º, DO DECRETO Nº 8.539, DE 8 DE OUTUBRO DE 2015 EM  
11/06/2025, ÀS 11:59, CONFORME HORÁRIO OFICIAL DE BRASÍLIA, POR

RAFAEL FELDMANN FARIAS  
Técnico Executor

A autenticidade deste documento pode ser conferida no  
site [https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.inmetro.gov.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0),  
informando o código verificador 2094649 e o código CRC  
D245C0DB.



**Referência:** Este Modelo integra os documentos da qualidade do Gabin/Presi e está referenciado à NIG-Gabin-030 - Rev. 012, publicada no Sidoq em Jun/2019.

sgqi@inmetro.gov.br