

FACTORII CARE INFLUENȚEAZĂ SEMNIFICATIV INCERTITUDINEA DE MĂSURARE A UMIDITĂȚII CEREALELOR ȘI EVALUAREA EFECTELOR ACESTORA

George-Victor IONESCU *)

Ana POPESCU **)

Rezumat: *Articolul prezintă factorii care influențează semnificativ incertitudinea de măsurare a umidității cerealelor și evaluarea efectelor acestora. Problema aceasta a asigurării exactității măsurărilor de umiditate a cerealelor are o importanță deosebită în economie.*

Abstract: *The paper presents the factors influencing significantly the uncertainty of cereal moisture measurement and the evaluation of these effects. In economy this problem of assuring the moisture measurements accuracy of the cereals has a extremely importance.*

Cuvinte cheie: *umiditate (a cerealelor), incertitudine de măsurare*

Key words: *cereals moisture, measurement uncertainty*

1 Generalități

În cazul cerealelor, determinarea umidității este importantă:

- *tehnologic*, pentru conducerea rațională a operațiilor de recoltare, uscare, stocare, măcinare; umiditatea este un parametru esențial pentru evaluarea pierderilor de masă din cereale, după recoltare, și în activități în care apa are o influență importantă în fenomenele de alterare a produselor;

- *analitic*, pentru raportarea rezultatelor analizelor de orice natură la o bază fixă (substanță uscată sau conținut normat de apă); în particular, evaluarea stocului de cereale necesită cunoașterea exactă a umidității;

- *comercial*, pentru stipularea în contractele de vânzare-cumpărare a limitelor umidității ce nu trebuie depășite.

Pentru activitatea din domeniul umidimetriei cerealelor prezintă interes umiditatea semințelor din momentul recoltării (trecerea din faza de lapte în faza matură) până la utilizare (respectiv, însămânțare sau prelucrare tehnologică).

Pentru fiecare specie de semințe, funcție de condițiile de păstrare, temperatura și umiditatea mediului, există o umiditate maxim admisă pentru ca semințele să nu se altereze, schimbându-și ireversibil proprietățile de germinație și/sau alimentare.

Nici în practică incertitudinea de determinare a umidității nu prezintă același interes, de exemplu pentru recoltare sau pentru o fază tehnologică (măcinare) și pentru recepția cantitativă a unui lot de semințe.

2 Descrierea metodei de măsurare

În conformitate cu metoda etalon de determinare a conținutului de apă și materii volatile al cerealelor [1, 2, 3], principalele operații de lucru existente pentru semințele de cereale care nu se macină sunt următoarele:

*) **Institutul Național de Metrologie**, Șos. Vitan Bârzești nr. 11, cod 042122, sector 4, București, Tel: (+4021) 334 50 60; 334 48 30; 334 55 20, E-mail: georgeionescu@inm.ro

) **Biroul Român de Metrologie Legală, șos. Vitan Bârzești nr. 11, cod 042122, sector 4, București, Tel: (+4021) 332 11 16; 332 11 17

Probă	Operație	Mijloc sau dispozitiv auxiliar de măsurare
	Cântărire	Balanță analitică
	Uscare	Etuvă
	Răcire	Exicator
	Cântărire	Balanță analitică
	Calcul	Calculator

iar pentru semințele de cereale care se macină există următoarele operații:

Probă	Operație	Mijloc sau dispozitiv auxiliar de măsurare
	Cântărire	Balanță analitică
	Preuscare	Etuvă
	Cântărire	Balanță analitică
	Măcinare	Moară
	Cântărire	Balanță analitică
	Uscare	Etuvă
	Răcire	Exicator
	Cântărire	Balanță analitică
	Calcul	Calculator

Condițiile specifice ce se impun mijloacelor de măsurare și dispozitivelor care sunt utilizate în fluxul de operații la determinarea umidității sunt următoarele:

- balanță analitică cu sarcina maximă de 200 g sau 100 g, cu valoarea unei diviziuni $d = 0,1$ mg sau $d = 0,2$ mg, care să permită cântărirea într-un timp foarte scurt;

- moară (râșniță) electrică, care să se curețe ușor și care să permită obținerea unei granulații corespunzătoare fără a produce o încălzire semnificativă a probei și fără a-i modifica sensibil conținutul de apă și materii volatile;

- etuvă electrică, ce trebuie să mențină în zona de uscare a cutiilor de cântărire o temperatură în domeniul $(130...133) ^\circ\text{C}$ cu o stabilitate de $\pm 2 ^\circ\text{C}$, care să aibă ventilație naturală și o capacitate termică satisfăcătoare;

- cutii de cântărire cu fund plat, executate dintr-un material stabil în condițiile de uscare, prevăzute cu capac, care să asigure o etanșitate bună și care să permită obținerea unor încărcări specifice de cca $0,2 \text{ g/cm}^2$;

- exicator cu placă metalică, care să conțină ca agent deshidratant pentoxid de fosfor (P_2O_5) sau silicagel și care să permită o răcire rapidă a cutiilor de cântărire cu proba uscată.

Atât Recomandarea Internațională OIML N° 59-1984 [4] cât și alte documente normative [1, 2, 3] nu precizează o serie de factori, care intervin în operațiile de lucru și care pot influența semnificativ rezultatul determinării umidității prin introducerea unor erori sistematice.

Astfel, în aceste documente normative nu se precizează:

- durata de efectuate a cântăririi;
- masa probei inițiale în funcție de conținutul de apă;
- granulația probei după măcinare;
- influența tipului de moară;
- schimbul de aer în etuvă în timpul uscării;
- circuitul aerului în etuvă de la intrare până la evacuare, în funcție de poziția cutiilor de cântărire;

- pierderile de apă și materii volatile, la măcinare, în funcție de natura seminței și conținutul acestor componente.

Principali factori care intervin în operațiile de lucru și care pot influența semnificativ rezultatul determinării umidității cerealelor prin introducerea unor erori sistematice sunt:

- *Cântărirea*

Pentru determinări, am utilizat balanța analitică cu sarcina maximă de 100 g și valoarea diviziunii $d = 0,1$ mg.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 1.

Tabelul 1 Durata de cântărire

Durata de lucru necesară pentru:	Durata, s	
	Fără măcinare	Cu măcinare
Prelevare probă	10... 12	10...12
Măcinare	-	25...30
Oprire moară și extragere probă	-	32...40
Cântărire probă	40...80	40...80
Total	50...92	107...162

Din analiza datelor experimentale am concluzionat că durata de cântărire reprezintă cca 80 % în cazul probelor nemăcinate și cca 50 % în cazul probelor măcinate. În vederea determinării influenței acestui factor am efectuat încercări la care durata de cântărire s-a mărit de 2...5 ori.

Rezultatele măsurării sunt prezentate în tabelul 2.

Tabelul 2 Influența variației duratei de cântărire asupra umidității

Durata de cântărire (s)	% apă + materii volatile	
	floarea-soarelui	soia
80	17,62	-
160	17,56	7,82
240	17,51	7,80
400	17,54	7,80

Reprezentările grafice ale variației acestor rezultate cu durata de cântărire, pentru semințele de floarea-soarelui și soia sunt prezentate în figurile 1 și 2.

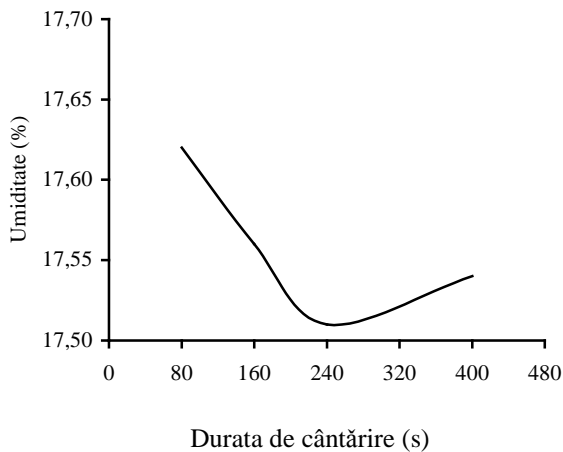


Figura 1. Influența variației duratei de cântărire asupra umidității pentru semințele de floarea-soarelui

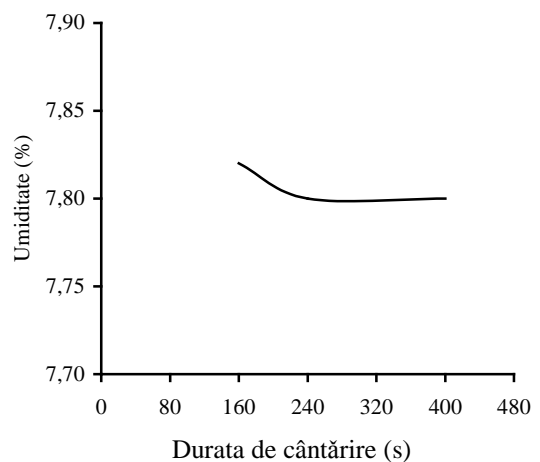


Figura 2. Influența variației duratei de cântărire asupra umidității pentru semințele de soia

Din examinarea datelor obținute am concluzionat că, în cazul florei-soarelui, pentru o durată de cântărire de 5 ori mai mare, diferența între date este de 0,08 % față de 0,2 %, cât se admite în standardul de referință [3], pentru două probe paralele.

În cazul semințelor de soia diferența este ne semnificativă.

- *Masa probei*

Recomandarea Internațională OIML N° 59-1984 [4] prevede că, pentru semințele care nu se macină, masa inițială a probei trebuie să fie de (5...10) g, iar pentru semințele măcinate, masa inițială a probei trebuie să fie de $(5,0 \pm 0,5)$ g.

Întrucât masa inițială poate influența rezultatul final și prin faptul că încărcarea specifică a cutiei de cântărire diferă, am procedat astfel: am făcut determinări la masele maxim recomandate și la masa medie a probei, iar rezultatul obținut l-am raportat la masa medie.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 3.

Tabelul 3 Influența variației masei probelor asupra umidității

Masa probei (g)	% apă + materii volatile	
	floarea-soarelui	soia
4,5	-	10,32
5,0	16,22	10,37
5,5	-	10,41
7,5	16,35	-
10,0	16,32	-
abatere față de masa medie	0,07; 0,03	0,05; 0,04

Reprezentările grafice ale variației acestor rezultate cu masa probelor, pentru semințele de floarea-soarelui și soia sunt prezentate în figurile 3 și 4.

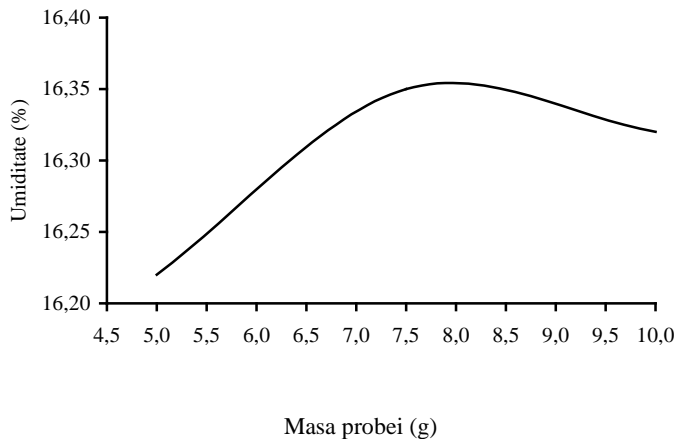


Figura 3. Influența variației masei probelor asupra umidității pentru semințele de floarea-soarelui

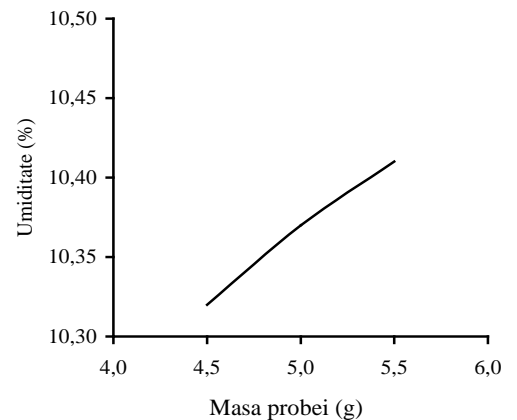


Figura 4. Influența variației masei probelor asupra umidității pentru semințele de soia

Pe baza analizei abaterilor față de medie am concluzionat că reproductibilitatea este cât cca 1/3 din diferența maximă admisă între două probe paralele.

- *Granulația probelor măcinate*

În conformitate cu metoda etalon [3], am făcut uscarea până la masă constantă pentru semințele care au dimensiuni până la cca 7 mm și pe probe măcinate pentru semințele care depășesc aceste dimensiuni. Condițiile de granulație sunt de maxim 2 mm sau trebuie prin sita de 3,15 mm trebuie să treacă minim 50 %.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 4.

Tabelul 4 Influența variației granulației probelor asupra umidității

Granulația	% apă + materii volatile	
	soia	ricin
Trece prin sita de 2 mm, %		
98	11,24	
92	11,18	
82	11,11	
54	11,06	
41	11,07	
Trece prin sita de 3,15 mm, %		
76		6,17
64		6,14
52		6,14
45		6,13
32		6,02

Reprezentările grafice ale variației acestor rezultate cu granulația probelor, pentru semințele de soia și ricin sunt prezentate în figurile 5 și 6.

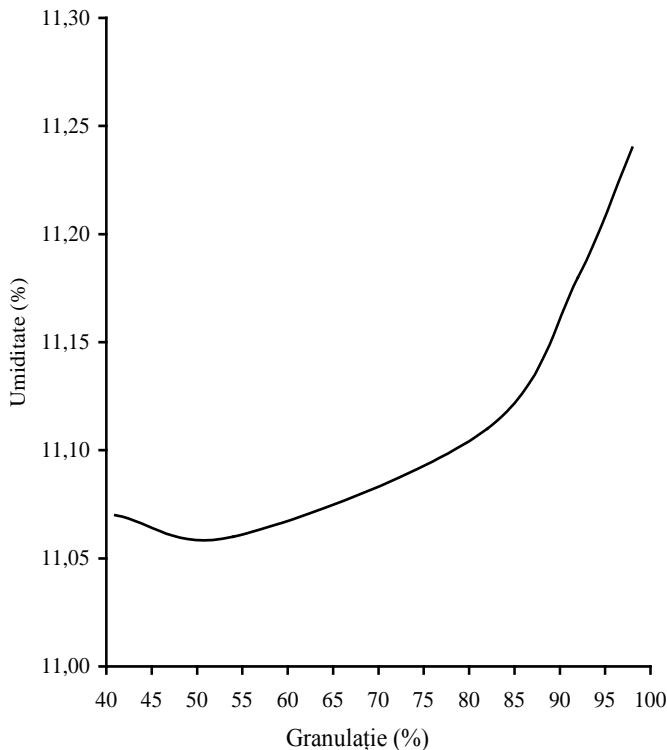


Figura 5. Influența variației granulației probelor asupra umidității pentru semințele de soia

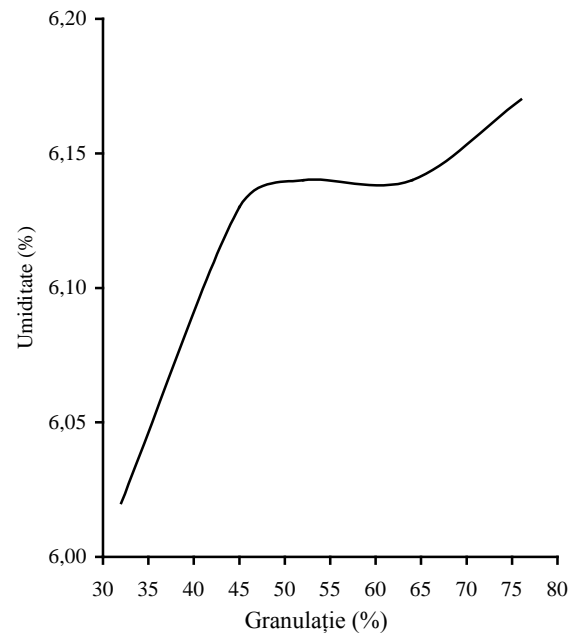


Figura 6. Influența variației granulației probelor asupra umidității pentru semințele de ricin

Abaterile rezultatelor probelor cu granulație mare față de granulația normală pot fi considerate ca semnificative: 0,17 % apă + materii volatile pentru soia și 0,15 % apă + materii volatile pentru ricin.

• *Uscarea*

Prevederile referitoare la etuvă și procesul de uscare, cuprinse în standardul de referință [3], sunt generale, fără a face precizări suplimentare, cum sunt cele prezentate în Recomandarea Internațională OIML N° 59-1984 [4], care stabilește, referitor la etuvă, condițiile pe care aceasta trebuie să le îndeplinească cât și modul de verificare.

Pentru efectuarea determinărilor am utilizat o etuvă cu circulație de aer în T, cu stabilitatea temperaturii de ± 1 °C, alegându ca zonă optimă de uscare suprafața delimitată în centrul raftului superior, pentru 4 cutii de cântărire cu probe.

Referitor la uscare, pentru semințele de cereale am urmărit:

- influența variației temperaturii de uscare între limitele prevăzute;
- influența variației debitului de aer care circulă prin etuvă;
- influența variației duratei de uscare asupra atingerii masei constante a probelor uscate.

Pentru stabilirea influenței variației temperaturii de uscare între limitele prevăzute de metoda etalon [3] am procedat astfel:

- am reglat temperatura de uscare cu ± 1 °C, la temperaturile de 102 °C, 103 °C și 104 °C;
- am efectuat determinări în paralel pe probe de floarea-soarelui, soia și ricin la cele trei valori ale temperaturii, toate probele fiind supuse aceluiași faze ale ciclului termic de uscare.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelele 5 și 6.

Tabelul 5-Influența variației temperaturii de uscare asupra umidității (% apă + mat. volatile)

Temperatură reglată, °C	102	103	104
Temperatură măsurată, °C (minimă - maximă)	101...103	102...104	103...105
Specii semințe			
Floarea-soarelui	7,21	7,24	7,25
	9,86	9,89	9,90
	17,29	17,32	17,33
Rapiță	5,72	5,74	5,86
	6,76	6,77	6,85
Soia	7,86	7,81	7,84
	10,62	10,68	10,67
	11,64	11,62	11,68
Ricin	5,10	5,12	5,12

Tabelul 6-Abaterile valorilor de umiditate în funcție de variațiile de temperatură (% apă + mat. volatile)

Variația de temperatură, °C	$U_{103\text{ }^{\circ}\text{C}} - U_{102\text{ }^{\circ}\text{C}}$	$U_{104\text{ }^{\circ}\text{C}} - U_{103\text{ }^{\circ}\text{C}}$	$U_{104\text{ }^{\circ}\text{C}} - U_{102\text{ }^{\circ}\text{C}}$
Specii semințe			
Floarea-soarelui	0,03	0,01	0,04
	0,03	0,01	0,04
	0,03	0,01	0,04
Rapiță	0,02	0,12	0,14
	0,01	0,08	0,09
Soia	- 0,05	0,03	- 0,02
	0,06	- 0,01	0,05
	- 0,02	0,06	0,04
Ricin	0,02	0,00	0,02

Reprezentările grafice ale variației acestor rezultate cu temperatura de uscare a probelor pentru semințele de floarea-soarelui și rapiță sunt prezentate în figurile 7 și 8.

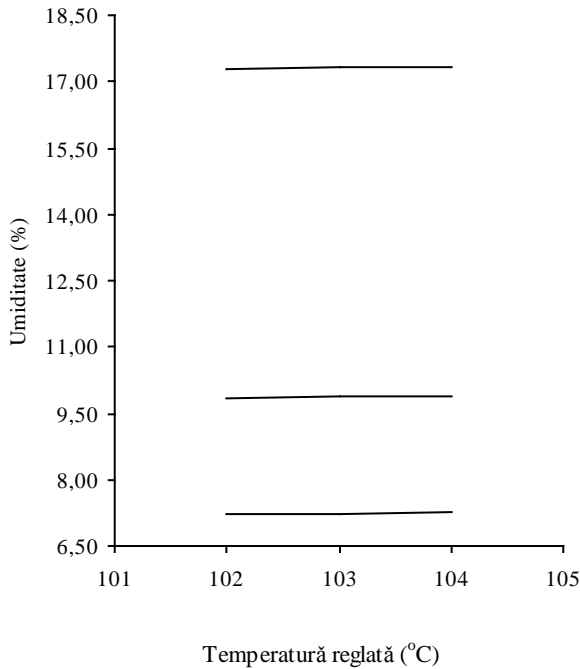


Figura 7. Influența variației temperaturii de uscare asupra umidității pentru semințele de floarea-soarelui

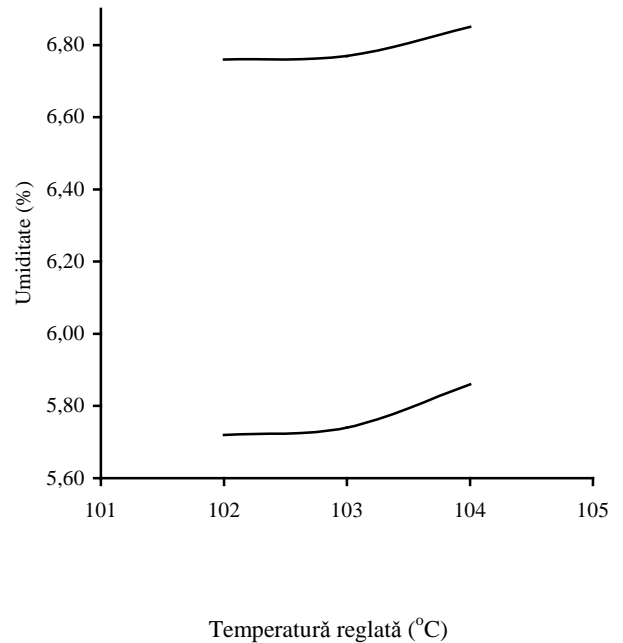


Figura 8. Influența variației temperaturii de uscare asupra umidității pentru semințele de rapiță

Reprezentările grafice ale variației acestor rezultate cu temperatura de uscare a probelor, pentru semințele de soia și ricin sunt prezentate în figurile 9 și 10.

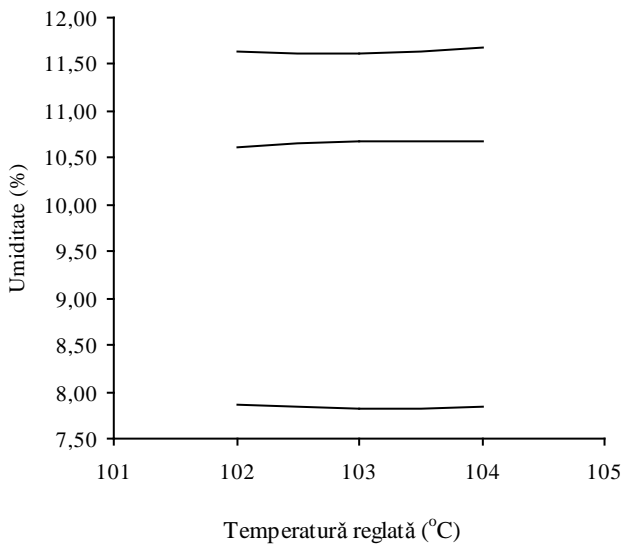


Figura 9. Influența variației temperaturii de uscare asupra umidității pentru semințele de soia

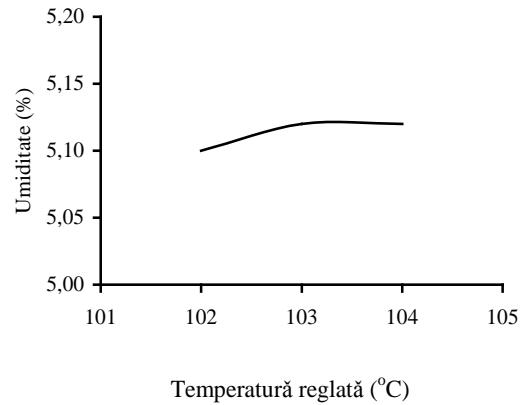


Figura 10. Influența variației temperaturii de uscare asupra umidității pentru semințele de ricin

Din analiza valorilor obținute rezultă următoarele concluzii:

Creșterea procentuală - % apă + materii volatile pentru 1 °C este cuprinsă în domeniul (0,01...0,04) % pentru floarea-soarelui, (0,01...0,14) % pentru rapiță, (-0,05...0,06) % pentru soia și 0,02 % pentru ricin.

Se observă că pentru rapiță se obțin valori extreme mai mari, ceea ce se explică prin prezența în uleiul de rapiță a unor acizi grași nesaturați, mai instabili față de oxigen, iar pentru soia, a unor coeficienți negativi datorită conținutului ridicat de proteine.

În continuare, am urmărit influența variației debitului de aer care circulă prin etuvă asupra procesului de uscare. Verificarea acestui parametru am efectuat-o prin obturarea într-un raport cunoscut a orificiului de intrare a aerului în etuvă.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 7.

Tabelul 7-Influența variației debitului de aer asupra umidității (% apă + mat. volatile)

Deschidere orificiu Specii semințe	1/4	1/2	3/4	1/1
Floarea-soarelui	7,02	7,28	7,29	7,12
	9,67	9,94	9,90	9,71
	16,62	16,87	16,93	16,65

Pe baza examinării acestor rezultate am concluzionat că, atunci când orificiul este închis cca 3/4 sau este deschis complet, conținutul de apă și materii volatile este mai mic cu cca 0,3 % față de situația din celelalte două poziții.

Pentru stabilirea influenței variației duratei de uscare asupra atingerii masei constante a probelor uscate am procedat astfel:

- am pregătit etuva la (103 ± 1) °C;
- am uscat cutiile cu probe un interval de timp de 3 h;
- am răcit probele în exicator;
- am cântărit cutiile cu probe;
- am reuscat cutiile cu probe un interval de timp de 1 h;
- am repetat operațiile de răcire în exicator, cântărire și reuscare, până când diferența între două cântăriri succesive a fost mai mică de 0,005 g pentru proba de 5,000 g, așa cum este prevăzut în standardul de referință [3];
- am repetat operațiile de răcire în exicator, cântărire și reuscare, de 5-6 ori.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 8.

Tabelul 8-Influența variației duratei de uscare asupra umidității (% apă + mat. volatile)

Durata de uscare, h Specii semințe	3	3 + 1	4 + 1	5 + 1	6 + 1	7 + 1	8 + 1	9 + 1
Floarea soarelui	7,231	7,244	7,245	7,246	7,248	7,244	7,249	7,240
	9,925	9,941	9,943	9,940	9,936	9,946	9,941	9,943
	17,125	17,229	17,226	17,231	17,239	17,240	17,232	17,243
Soia	7,893	7,956	7,983	7,996	7,992	7,989	7,991	7,990
	10,612	10,625	10,639	10,642	10,648	10,644	10,641	10,643

Reprezentările grafice ale variației acestor rezultate cu durata de uscare pentru semințele de floarea-soarelui și soia sunt prezentate în figurile 11 și 12.

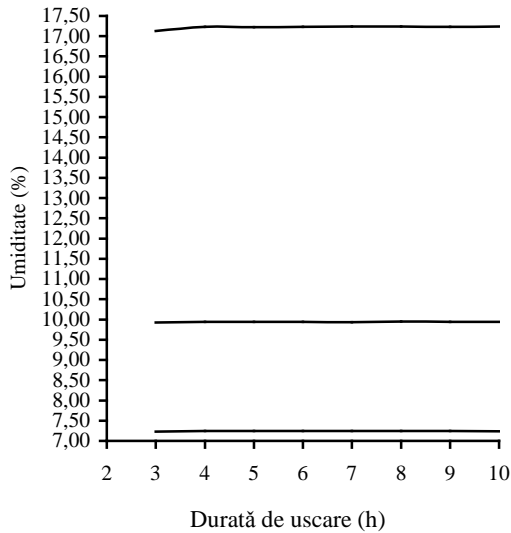


Figura 11. Influența variației duratei de uscare asupra umidității pentru semințele de floarea-soarelui

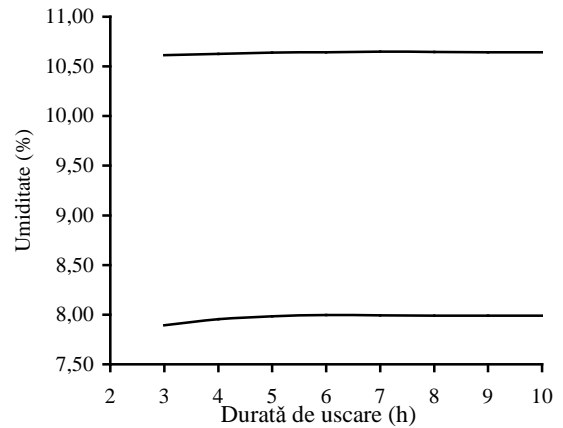


Figura 12. Influența variației duratei de uscare asupra umidității pentru semințele de soia

Din analiza valorilor obținute au rezultat următoarele concluzii:

- durata de uscare până la atingerea unei mase aproape constante este specifică fiecărei semințe și este corelată cu dimensiunile ei;
- după duratele minime de uscare specificate mai sus, variația masei probelor este cuprinsă în limitele a maxim 0,01 % față de diferența admisă de $\pm 0,02$ % pentru două probe paralele.

Trebuie subliniat faptul că standardul de referință [3] consideră masa probei ca fiind constantă, atunci când diferența dintre două cântăriri succesive este mai mică de 0,005 g.

3 Concluzii

- Precizarea tuturor acestor factori de influență prin determinări efectuate pe semințe de cereale, cu modificarea programată a fiecărei condiții impuse, în limitele și peste limitele admise de metoda standardizată, reprezintă modalitatea prin care am încercat să ajungem la cunoașterea și influențarea în direcția dorită a factorilor respectivi [5], evitând erorile aleatorii și determinând erorile sistematice ce au ca sursă fie structura și natura dispozitivelor (moară, cutii de cântărire, etuvă), fie reproducerea insuficient controlată a unor operații (măcinare, cântărire, amplasarea cutiilor de cântărire în etuvă, răcirea în exicator etc.).

- Prin determinarea celor 5 factori principali de corecție care influențează semnificativ incertitudinea de măsurare a umidității cerealelor, studiu efectuat pentru prima dată în cercetările noastre de laborator, a rezultat o nouă ecuație de măsurare [6].

- Rezultatele obținute vor fi aplicate în activitatea curentă de diseminare a unității de măsură a umidității cerealelor cât și în acțiunile de colaborare cu laboratoare de prestigiu din alte țări, care ne-au făcut propuneri în acest sens.

REFERINȚE

- [1] SR 6124-1:1999: "Semințe agricole. Determinarea umidității"
- [2] ISO 6540-1980: "Maïs – Détermination de la teneur en eau (sur grains broyés et sur grains entiers)"
- [3] ISO 665-1977: "Graines oléagineuses – Détermination de la teneur en eau et matières volatiles"
- [4] RI N° 59-1984: Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML): "HUMIDIMÈTRES pour GRAINS de CÉRÉALES et GRAINES OLÉAGINEUSES"
- [5] G. V. Ionescu, I. M. Popescu, "Main factors influencing the uncertainty of cereal moisture measurement", OIML BULLETIN, Volume XLVI, Number 4, October 2005, pag. 13-18
- [6] G. V. Ionescu, M. Buzoianu, I. M. Popescu, "Uncertainty evaluation of the Romanian reference standard for cereals moisture", OIML BULLETIN, Volume XLV, Number 2, April 2004, pag. 5-9

-
- Prezentat în data de 10 aprilie 2006; acceptat în data de 17 aprilie 2006
 - Revizia științifică: dr. ing. Mirella Buzoianu



George-Victor IONESCU

- Absolvent al Universității „Politehnica” din București – Facultatea de Tehnologie Chimică, specializarea chimie, 1985
- Chimist la Institutul Național de Metrologie, 1986
- Cercetător științific principal III la Institutul Național de Metrologie, 1999
- Doctor în specialitatea Științe inginerești, la Universitatea „Politehnica” din București, 2006



Ana POPESCU

- Absolventă a Universității din București – Facultatea de Chimie, specializarea chimie tehnologică, 1976
- Chimist la Institutul Național de Metrologie, 1977
- Cercetător științific principal III la Institutul Național de Metrologie, 2002
- Expert la Biroul Român de Metrologie Legală – Direcția Tehnică, 2002
- Doctorand în specialitatea Electrochimie, în cadrul Universității „Politehnica” din București, 2001