

NOTA IMPORTANTE:

La entidad sólo puede hacer uso de esta norma para si misma, por lo que este documento NO puede ser reproducido, ni almacenado, ni transmitido, en forma electrónica, fotocopia, grabación o cualquier otra tecnología, fuera de su propio marco.

ININ/ Oficina Nacional de Normalización

CEREALES Y PRODUCTOS DE CEREALES. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HUMEDAD. METODO DE REFERENCIA DE RUTINA (ISO 712:1998, IDT)

Cereals and cereal products. Determination
of moisture content. Routine reference method

ICS: 67.060

1. Edición

Marzo 2002

REPRODUCCION PROHIBIDA

Oficina Nacional de Normalización (NC) Calle E No. 261 Vedado, Ciudad de La Habana.
Teléf.: 830-0835 Fax: (537) 33-8048 E-mail: nc@ncnorma.cu

Prefacio

La Oficina Nacional de Normalización (NC), es el Organismo Nacional de Normalización de la República de Cuba que representa al país ante las Organizaciones Internacionales y Regionales de Normalización.

La preparación de las Normas Cubanas se realiza generalmente a través de los Comités Técnicos de Normalización. La aprobación de las Normas Cubanas es competencia de la Oficina Nacional de Normalización y se basa en evidencias de consenso.

Esta Norma Cubana:

- Ha sido elaborada por el NC/CTN 67 de Cereales. Legumbres y Productos Derivados, integrado por las entidades siguientes:
 - Instituto de Investigaciones de la Industria Alimenticia (IIIA-MINAL)
 - Unión Molinera, MINAL
 - Instituto de Nutrición e Higiene de los Alimentos (INHA-MINSAP)
 - Laboratorio CUBACONTROL S.A.
 - Centro Nacional de Inspección de la Calidad (CNICA-MINAL)
 - Ministerio de Comercio Interior
 - Alimport (MINCEX)
 - Unión Confitera
 - Empresa de Cereales José Antonio Echeverría
 - Empresa de Cereales Turcios Lima
 - Empresa de Cereales Cienfuegos
 - Empresa de Cereales Santiago
 - Organización Económica Estatal de Panificación
 - Escuela Nacional de Panadería
 - Empresa Alimentaria Ciudad de la Habana
 - Instituto de Investigaciones del Arroz
 - Instituto de Investigaciones en Normalización (ININ)
 - Oficina Nacional de Normalización
- Es una adopción idéntica por el método de traducción de la *ISO 712:1998 Cereals and cereal products—Determination of moisture content—Routine reference method*.
- Sustituye a la NC 86-04:1989 Productos farináceos. Cereales y sus productos. Determinación del contenido de humedad.
- Consta del anexo A (informativo)

© **NC, 2002**

Todos los derechos reservados. A menos que se especifique, ninguna parte de esta publicación podrá ser reproducida o utilizada por alguna forma o medios electrónicos o mecánicos, incluyendo las fotocopias o microfilmes, sin el permiso previo escrito de:

Oficina Nacional de Normalización (NC).

Calle E No. 261 Ciudad de La Habana, Habana 3. Cuba.

Impreso en Cuba

CEREALES Y PRODUCTOS DE CEREALES. DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HUMEDAD. METODO DE REFERENCIA DE RUTINA

1 Objeto

Esta Norma Cubana especifica un método de referencia de rutina, para la determinación del contenido de humedad en cereales y productos de cereales.

Esta norma es aplicable a los siguientes productos: Trigo, trigo durum, arroz (cáscara, descascarado y arroz blanco), cebada, mijo (*Panicum miliaceum*) centeno, avena, triticale, sorgo y kaffir (*Sorghum vulgare caffrocum*) en forma de granos, granos molidos, semolinas o harinas.

Este método no es aplicable al maíz, para lo cual el método especificado es ISO 6540.

2 Referencias normativas

Las siguientes normas contienen disposiciones que, al ser citadas en el texto, constituyen disposiciones de esta Norma Cubana. Para datos de referencia, arreglos o enmiendas derivadas de éstas, esta publicación no es aplicable. Como toda norma, está sujeta a revisión, por lo que se recomienda a todos aquellos que realicen acuerdos sobre la base de la misma, que analicen la conveniencia de utilizar las ediciones más recientes de las normas citadas seguidamente. La Oficina Nacional de Normalización posee en todo momento la información sobre las normas internacionales, regionales y cubanas en vigencia.

ISO 711, Cereals and cereal products – Determination of moisture content – Basic reference method.

3 Términos y definiciones

Para el propósito de esta Norma, se aplica la siguiente definición:

3.1 contenido de humedad

pérdida en masa, expresada en por ciento, sufrida por el producto bajo las condiciones especificadas en esta norma.

4. Principio

Si la muestra lo requiere, será molida después que haya tenido un proceso de pre-acondicionamiento. Una porción de ensayo, será secada a temperatura de $130^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ} \text{C}$, bajo condiciones que faciliten el obtener resultados de acuerdo con los obtenidos mediante el método de referencia básico (Ver ISO 711).

5 Equipos

Equipos que usualmente se utilizan en el laboratorio y en particular los siguiente:

5.1 Balanza analítica, capaz de pesar con precisión de $\pm 0,001\text{g}$

5.2 Molino, teniendo las siguientes características:

- a) hecho de material que no absorba humedad.
- b) fácil de limpiar y que tenga el menor espacio muerto posible.
- c) molino que facilite llevar a cabo una molienda lo más rápida posible y uniforme, sin desarrollo apreciable de calor y tanto como sea posible, restringir el contacto con el aire.
- d) regulable para obtener partículas de dimensiones indicadas en 7.1

5.3 Cápsula de metal, no sensible a la corrosión bajo las condiciones del ensayo, a falta de éste, un cápsula de vidrio cuya tapa quede bien ajustada y que tenga un área de superficie efectiva capaz de permitir que la porción de ensayo sea distribuida de forma tal que la masa por unidad de área no sea más de $0,3 \text{ g/cm}^2$.

5.4 Horno de temperatura constante, con calentamiento eléctrico, capaz de ser controlado de forma tal, que durante una jornada de trabajo la temperatura del aire y de las parrillas donde están las porciones de ensayo sea de $130^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ} \text{C}$.

El horno deberá tener una capacidad de calentamiento de forma tal, que cuando se inicie el ajuste del calentamiento a 131°C , éste pueda recuperar esa temperatura en menos de 30 min, después de la inserción del máximo número de porciones de ensayo, que puedan ser secadas simultáneamente.

La efectividad y habilidad del horno en recuperar esta temperatura y la ventilación deberá ser determinada usando semolina de trigo durum, con máximo de tamaño de partícula de 1 mm, como material de ensayo. La ventilación será tal, que después de la inserción del número máximo de porciones de ensayo que el horno pueda admitir y secar a una temperatura de $130^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ} \text{C}$ y calentada las porciones de ensayo durante 2 h y luego por 1 h adicional, los resultados no deberán diferir por más de 0,15 g de humedad por 100 g de muestra.

5.5 Desecadora, conteniendo un desecante efectivo.

6. Muestreo

El muestreo no es parte del método especificado en esta Norma. El método de muestreo recomendado es el que aparece en la ISO 13690.

Es importante que el laboratorio reciba una muestra que sea realmente representativa y que no haya sido dañada o cambiada durante su transportación o almacenamiento.

7. Preparación de la muestra de ensayo

7.1 Productos que no requieren ser molidos

Los productos que tienen tamaño de partícula de distribución dada en la Tabla 1, no necesitan ser molidos antes de la determinación.

Mezclar vigorosamente la muestra de laboratorio, antes de tomar la porción de ensayo (8.2).

7.2 Productos que requieren ser molidos

7.2.1 General

Si la muestra no tiene las características de tamaño de partícula especificadas en la Tabla 1, ésta deberá ser molida, sin acondicionamiento (7.2.2) o con pre-acondicionamiento (7.2.3).

Tabla 1 — Distribución de tamaño de partícula de productos que no requieren ser molidos.

Tamaño de partícula mm	Proporción %
≤ 1.7 (1.8) ^a	100
> 1.0 (1.0) ^b	10
< 0.5 (0.56) ^a	50
^a Apertura nominal de tamaño de la malla (en milímetros) de acuerdo con la ISO 3310-1 a través de las cuales esos tamaños de partículas pasan. ^b Apertura nominal del tamaño de la malla de acuerdo con la ISO 3310-1 a través de las cuales esos tamaños de partículas no pasan.	

7.2.2 Molienda sin pre-acondicionamiento

Para productos los cuales no se espera sufran variaciones en el contenido de humedad en el curso de la molienda (en general, productos con un contenido de humedad entre el 7% y 17% ¹) llevar a cabo ésta, sin pre-acondicionamiento.

NOTA: El rango del contenido de humedad dado para el acondicionamiento del producto antes de la molienda, corresponde aproximadamente a una atmósfera de laboratorio de temperatura de 20°C y humedad relativa entre 40% a 70%.

Ajustar el molino (5.2) para obtener partículas de dimensiones indicadas en la Tabla 1. Moler una pequeña cantidad de la muestra de laboratorio y desecharla.

Entonces, rápidamente moler, una cantidad de la muestra de laboratorio ligeramente mayor que la que se requiere para la muestra de ensayo (aproximadamente 5 g) e inmediatamente proceder de acuerdo con 8.2.2.

7.2.3 Molienda con pre-acondicionamiento

Productos que probablemente sufran cambios en el contenido de humedad en el transcurso de la molienda (en general productos con contenido de humedad de más de 17%¹ o menos de 7%) deberán ser pre-acondicionados hasta obtener el contenido de humedad entre 7% y 17%¹ [si es posible entre 9% y 15%, (ver nota en 7.2.2)], antes de la molienda.

Si el contenido de humedad es mayor que 17%¹ (el caso más frecuente), pesar con precisión de 0,001g de la muestra de laboratorio, una cantidad ligeramente superior a los 5g, (ver 8.2.2) y llevar a cabo la operación de secado de acuerdo a las instrucciones en 8.3, excepto que el tiempo de calentamiento en el horno (5.4 deberá ser de 7 min. a 10 min. y el refrescamiento del producto a la temperatura del laboratorio, se llevará a cabo con la cápsula (5.3) destapada y sin el uso de la desecadora, por lo menos 2 h.

NOTA: Estos tiempos / condiciones, pueden no ser los mismos para todos los productos, por ejemplo, arroz cáscara.

Si el contenido de humedad es menor que 7%, pesar una cantidad suficiente de muestra de laboratorio, ligeramente superior a 5 g (ver 8.2.2), con precisión de 0,001g. Colocar la misma en atmósfera conveniente (generalmente la del laboratorio) y dejarla hasta que se obtenga un contenido de humedad dentro de los límites indicados .

Después del acondicionamiento, pesar la muestra con una precisión de 0,001g. Inmediatamente moler, controlando la molienda hasta obtener tamaños de partículas como los indicados en la Tabla 1, e inmediatamente proceder de acuerdo con 8.2.2.

8 Procedimiento

8.1 Numero de determinaciones

Se requiere llevar a cabo dos determinaciones de acuerdo con 8.2 a 8.3, bajo las condiciones especificadas en 10.2. Si la diferencia absoluta entre los dos resultados es mayor que el límite de repetibilidad r , repetir la determinación hasta que el resultado cumpla este requisito.

8.2 Porción de ensayo

8.2.1 Para los productos que no requieren ser molidos, pesar rápidamente, alrededor de $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$, con una precisión de 0,001 g. de la muestra de laboratorio (7.1) en la cápsula (5.3), previamente secada y pesada con su tapa.

8.2.2 En el caso de los productos que tienen que ser molidos, pesar rápidamente todo el producto de la molienda (7.2.2. o 7.2.3), con una precisión de 0,001 g, en la cápsula (5.3), previamente secada y tarada, junto con su tapa, con una precisión de 0,001 g.

¹ 15% en el caso de avenas y arroz (cáscara, descascarado y arroz blanco)

8.3 Secado

No abrir la puerta del horno, durante la operación de secado. Al finalizar el período de secado extraiga las porciones de ensayo secas, antes de colocar otras muestras con productos que ¹⁾ 15% en el caso de avenas y arroz (paddy, cáscara y arroz molido) contengan humedad dentro del horno, pues de lo contrario puede ocurrir una rehidratación parcial de las porciones secadas.

Colocar la cápsula abierta que contiene la porción de ensayo (8.2) junto con la tapa, en el horno (5.4) y déjelo durante 120 min. ± 5 min. (90 min. para harinas), desde el momento en que la temperatura del horno, alcanza de nuevo los 130 °C ± 3° C.

NOTA: En ciertos casos, principalmente en países con clima caliente y seco, el tiempo de secado podría reducirse a 60 min. ± 5 min., ya que las muestras podrían alcanzar el peso constante dentro de este período. Sin embargo, esto deberá chequearse periódicamente.

Saque rápidamente la cápsula del horno, cúbrala y colóquela en la desecadora (5.5). Cuando se realizan varias pruebas simultáneamente, nunca ponga las cápsulas directamente una sobre otra en la desecadora, siempre colóquelas una al lado de la otra.

8.4 Pesaje

Cuando la cápsula se ha enfriado a la temperatura del laboratorio (generalmente entre 30 y 45 min., después que se ha puesto en la desecadora) pesarla con una precisión de 0,001 g.

9. Cálculo y expresión de los resultados

El contenido de humedad, w , expresado como porcentaje en masa del producto recibido, está dado por las ecuaciones siguientes:

a) Sin pre-acondicionamiento:

$$w = \left(1 - m_1 / m_0 \right) \times 100 \%$$

donde

m_0 : es la masa, en gramos, de la porción de ensayo (8.2.1 o 8.2.2)

m_1 : es la masa, en gramos, de la porción de ensayo después del secado (8.4)

b) Con pre-acondicionamiento

$$w = \left[(m_0 - m_1) \times (m_3 / m_0) + m_2 - m_3 \right] 100 / m_2 = \left[1 - (m_1 m_3) / m_0 m_2 \right] \times 100\%$$

donde:

m_2 : es la masa, en gramos, de la muestra tomada antes del pre-acondicionamiento (7.2.3)

m_3 : es la masa, en gramos, de la muestra pre-acondicionada (7.2.3)

El resultado es la media aritmética de dos determinaciones individuales, que satisfacen los requisitos de repetibilidad (10.2). Se expresa hasta los dos lugares decimales.

10 Precisión

10.1 Ensayo interlaboratorio

Los detalles de un ensayo interlaboratorio sobre la precisión del método aparecen resumidos en el Anexo A. Los valores derivados de este ensayo interlaboratorio no deben ser aplicados a otros rangos de concentración o matrices diferentes a las dadas.

10.2 Repetibilidad

En el caso de muestras de trigo, la diferencia absoluta entre dos resultados individuales independientes obtenidos, usando el mismo método, sobre idéntico material de ensayo, en el mismo laboratorio, por el mismo analista, utilizando el mismo equipamiento, dentro de un intervalo corto de tiempo, en no más del 5% de los casos, excederá el límite de repetibilidad r calculado de la ecuación siguiente:

$$r = 0.013 m - 0.06$$

donde: m es la media de los dos resultados, expresado en gramos por 100 g

NOTA: Los resultados comparados con los obtenidos por el método básico de referencia (ver ISO 711) generalmente difieren en menos del 0.15%.

10.3 Reproducibilidad

En el caso de muestras de trigo, la diferencia absoluta entre dos resultados individuales obtenidos, usando el mismo método, en idéntico material de ensayo, en laboratorios diferentes, con diferentes operadores y equipamiento, no debe ser mayor que 0.59%.

11 Informe de ensayo

El informe de ensayo especificará:

- toda la información necesaria para la completa identificación de la muestra;
- el método de muestreo utilizado, si se conoce;
- el método de ensayo usado, con referencia a esta norma:

- todos los detalles de operación no especificados en esta norma, o considerados como opcionales, junto con detalles de cualquier incidente, que pueda haber influido en el o los resultados de ensayo;
- el o los resultado(s) del ensayo ;
- si la repetibilidad ha sido chequeada, dar el resultado final obtenido.

Anexo A
(informativo)

Resultados de la prueba interlaboratorio

Un ensayo interlaboratorio realizado sobre trigo en 1994, por el Laboratorio de Investigaciones de Granos, en Winnipeg, Canadá, en el que participaron 17 laboratorios, donde cada uno de ellos realizó dos determinaciones sobre cada muestra, dieron los resultados estadísticos mostrados en la Tabla A.1.

NOTA: Mas ensayos de interlaboratorio posteriores, se preveen en otros cereales, para considerar los efectos del pre-acondicionamiento de las muestras.

Tabla A.1 — Resultados estadísticos de las muestras de trigo

	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
Número de laboratorios participantes después de la eliminación de los rechazados	16	17	17	15
Contenido medio de humedad, g/100 g	11,63	13,22	15,66	17,87
Repetibilidad de la desviación estándar s_r, g/100 g	0,0292	0,0460	0,0367	0,0674
Coefficiente de variación de repetibilidad, %	0,251	0,348	0,234	0,377
Límite de repetibilidad r (2,83 s_r), g/100 g	0,08	0,13	0,10	0,19
Desviación estándar de la reproducibilidad, s_R, g/100 g	0,1740	0,2188	0,2417	0,1968
Coefficiente de variación de la reproducibilidad, %	1,497	1,653	1,544	1,101
Límite de reproducibilidad, R (2,83 s_R) g/100 g	0,49	0,62	0,68	0,56

Bibliografia

- (1) ISO 3310-1- 2000, Test sieves – Technical requirements and testing -- Part 1: Test sieves of metal wire cloth.
- (2) ISO 6540- 1980, Maize -- Determination of moisture content – Basic reference method.
- (3) ISO 13690- 2000, Cereals, pulses and milled products – Sampling of static batches.