



André Filipe Cortez Bandeira

**Otimização de um Padrão Gravimétrico
de Medição de Caudal de Fluidos entre 20
mL/h a 0,006 mL/h e Extensão da
Capacidade para 600 mL/h**

Dissertação para obtenção do Grau de
Mestre em Engenharia Mecânica

Orientador: Professora Doutora Helena Víctorovna Guitiss Navas,
FCT-UNL

Coorientador: Mestre Elsa Maria Isqueiro Batista,
Responsável do Laboratório de Volume, Instituto Português da Qualidade

Presidente: Professor Doutor José Fernando de Almeida Dias.

Arguente: Doutora Maria Isabel Araújo Godinho.

Vogal: Professora Doutora Helena Víctorovna Guitiss Navas,
Mestre Elsa Maria Isqueiro Batista.



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Setembro 2013

Otimização de um Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos entre 20 mL/h a 0,006 mL/h e Extensão da Capacidade para 600 mL/h

Copyright, 2013, André Filipe Cortez Bandeira, FCT/UNL, IPQ e UNL

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Gostaria de agradecer em primeiro lugar aos meus pais Fátima e José, por todo o apoio, dedicação, incentivo e carinho demonstrados ao longo de todo o meu percurso académico, a eles fico eternamente grato por terem tornado possível a concretização desta etapa da minha vida. Também meus avós por toda a motivação e cuidado transmitido.

Agradeço também à Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa bem como a todos os professores que ao longo da minha formação académica concederam o seu marcante contributo.

Agradeço à Dra. Elsa Batista, do IPQ, pela sua disponibilidade, dedicação, orientação e cooperação durante todo o projeto e também por toda a formação em metrologia que me foi concedida.

Agradeço à Professora Doutora Helena Navas, da FCT, por ter proporcionando esta oportunidade de estágio, também pela oportunidade de divulgação do projeto na conferência de investigadores e pela ajuda com o complementar artigo, agradeço ainda pela disponibilidade e orientação durante o projeto.

Agradeço ao Eng. Luís Ribeiro, pelo grande contributo na componente de programação que potenciou a automatização do projeto.

Gostaria ainda de agradecer ao Nelson Almeida do IPQ pelo apoio e pelos conhecimentos transmitidos ao longo do estágio.

Agradeço à Raquel Almeida por todo apoio, paciência, motivação e carinho transmitidos nos momentos bons e menos bons que surgiram no decorrer deste projeto.

Agradeço como não deixaria de ser aos meus grandes amigos David Nunes e Rodrigo Roçadas pela dedicação, apoio e sobretudo por todos os momentos passados ao longo do nosso percurso académico e ao longo do estágio no IPQ.

Agradeço a Marina Simões pelo apoio incondicional e pela análise crítica prestada na redação da presente dissertação.

Por fim, mas não com menor relevância, agradeço aos meus colegas e amigos com quem tive o prazer de conviver ao longo destes inesquecíveis anos em Engenharia Mecânica na FCT.

Resumo

A metrologia, enquanto ciência de medições, é responsável por garantir a exatidão exigida e necessária de vários processos produtivos. Tem como principal objetivo garantir a qualidade de produtos e serviços, recorrendo a processos de calibração de instrumentos de medição e da realização de ensaios, sendo a base fundamental para a comparação e competitividade das empresas e da sociedade em geral. Sendo que, na sua generalidade, todos os ramos da ciência se encontram em constante evolução, a área científica responsável pelo estudo de micro caudais não é exceção, o que exige um desenvolvimento adequado da metrologia aplicada a esta área, de forma a garantir as exigências legais e económicas necessárias.

O tema da presente dissertação foi proposto pelo Instituto Português da Qualidade (IPQ), sendo este um dos participantes de um projeto financiado pela União Europeia, que visa atualizar a infraestrutura metrológica criando condições para uma calibração adequada de dispositivos que operam com caudais inferiores a 0,6 mL/h.

A presente dissertação centrou-se na conceção, no projeto, na implementação e nos respetivos ensaios experimentais de dois padrões primários de medição de micro caudal, desenvolvidos no âmbito de um estágio realizado no Laboratório de Volume (LVO) do Instituto Português da Qualidade (IPQ), com o objetivo de fornecer rastreabilidade a vários equipamentos de medição de caudal. Ao longo do estágio que sustentou a presente tese foram ainda realizadas várias calibrações de outros instrumentos laboratoriais como vidraria de laboratório, picnómetros, balanças, reservatórios e sistemas infusores utilizados para fins médicos.

Após o estudo efetuado no âmbito do estágio e da presente dissertação, o Laboratório de Volume do IPQ ficou apto a realizar a calibração de sistemas infusores, pelo método gravimétrico dinâmico, utilizados no doseamento de fármacos.

Palavras-chave: Micro Caudal, Calibração, Medição, Incerteza, Sistemas infusores, Metrologia.

Abstract

Metrology, as a measurement science, is responsible for the exactitude required and necessary in a variety of productive procedures. It mainly aims to warrant the quality of both products and services through calibration processes of measurement instruments and experimental testing. Furthermore it is fundamental to the assessment and competitiveness of corporations as well as of society in general. On the whole all branches of science are in permanent evolution and the scientific sector responsible for the study of micro flows is no exception, thus demanding an adequate development of the specific metrology for this field, in order to insure the necessary legal and economic requirements.

The subject of this dissertation has been recommended by “Instituto Português da Qualidade” (IPQ), being one of the participants of a project financed by the European Union seeking to upgrade the metrological infrastructure by creating conditions for an exact calibration of the devices that operate with fluid flows below 0,6ml/h.

The core of this dissertation is the development, design, execution and respective experimental tests of two primary standards of measurement of micro flow, developed in the scope of an internship at the “Laboratório de Volume” (LVO) of “Instituto Português da Qualidade” (IPQ), intended to provide traceability to different equipments for flow measurement. Throughout the internship several other laboratorial instruments, such as laboratory glassware, pycnometers, scales, containers and infusion systems for medical purposes, were also calibrated.

Upon completion of the study within the scope of the internship and this dissertation, the “Laboratório de Volume” of “IPQ” is apt to calibrate the infusion systems used in the dosage of pharmaceuticals applying the dynamic-gravimetric method.

Keywords: Micro Flow; Calibration, Measurement, Uncertainty, Infusion Systems, Metrology.

Índice

1	Introdução	1
1.1	Objetivos da Dissertação	1
1.2	Estrutura da Dissertação	2
2	Enquadramento	5
2.1	Metrologia.....	5
2.2	Categorias da Metrologia.....	6
2.3	Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM).....	6
2.4	Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (<i>GUM</i>).....	7
2.5	O Instituto Português da Qualidade (IPQ).....	8
2.6	Laboratório de Volume (LVO).....	9
2.7	Método Gravimétrico	10
2.8	Termos e Definições Metrológicas Utilizadas	11
3	Desenvolvimento do Projeto de Conceção e Melhoramento do Padrão.....	13
3.1	O Sistema Inicial.....	13
3.1.1	Geração de Caudal.....	13
3.1.2	Tubagem.....	15
3.1.3	Válvula	16
3.1.4	Desarejamento da Água e Purga.....	17
3.1.5	Controlo da Evaporação	17
3.1.6	Balança.....	18
3.1.7	<i>Software</i> de aquisição de dados	20
3.2	Melhorias Aplicadas no Sistema.....	21
3.2.1	Seringas em Vidro	21
3.2.2	Válvula Automática.....	23
3.2.3	Sensor de Pressão	26
3.2.4	Sistema de Desgaseificação.....	27
3.3	Sistema Final.....	28
3.3.1	Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.....	29
3.3.2	Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.....	30
3.4	Determinação do Caudal.....	31
4	Cálculo de Incertezas de Medição.....	33
4.1	Princípios da Avaliação da Incerteza de Medição	33
4.1.1	Incerteza de Medição.....	33
4.1.2	Avaliação da Incerteza de Medição de Estimativas das Grandezas de Entrada	34
4.1.3	Incerteza-Padrão da Mensuranda (Grandeza de Saída).....	37

4.1.4	Incerteza de Medição Expandida.....	38
4.2	Determinação da Incerteza de Medição do Padrão para Medição de Micro Caudal..	39
4.2.1	Parâmetros que Influenciam a Medição	39
4.2.2	Modelo de Cálculo de Caudal	40
4.2.3	Incertezas Padrão Associadas às Grandezas de Entrada	42
4.2.4	Coeficientes de Sensibilidade.....	43
4.2.5	Incerteza Combinada da Grandeza de Saída	45
4.2.6	Incerteza Expandida da Grandeza de Saída.....	45
5	Métodos Experimentais Utilizados	47
5.1	Padrões de Trabalho Utilizados.....	47
5.2	Calibração de Instrumentos Volumétricos pelo Método Gravimétrico.....	48
5.2.1	Definições Gerais	48
5.2.2	Padrões de Trabalho	49
5.2.3	Condições de Referência	50
5.2.4	Modo Operatório	50
5.2.5	Procedimentos Experimentais de Calibração de Instrumentos Volumétricos, Pelo Método Gravimétrico, no Laboratório de Pequenos Volumes	52
5.3	Calibração de Sistemas Infusores de Fluidos Automáticos	58
5.3.1	Padrões de Trabalho	59
5.3.2	Condições de Referência	59
5.3.3	Modo Operatório	59
5.3.4	Procedimento Experimental de Calibração de Sistemas Infusores de Fluidos Automáticos, pelo Método Gravimétrico	60
5.4	Padrão para Medição de Micro Caudais	61
5.4.1	Padrões de Trabalho:	61
5.4.2	Condições de Referência	62
5.4.3	Modo Operatório	62
5.4.4	Procedimento Experimental do Padrão para Medição de Micro Caudais	64
5.4.5	Estudo da Impulsão	69
5.5	Ensaio para Estudo da Evaporação	69
5.5.1	Padrões de Trabalho	70
5.5.2	Procedimento Experimental dos Ensaio de Evaporação	71
5.6	Calibração de Balanças	71
5.6.1	Padrões de Trabalho	72
5.6.2	Modo Operatório	72
5.6.3	Procedimento Experimental de Calibração	74
6	Análise e Discussão de Resultados.....	75
6.1	Calibração de Instrumentos Volumétricos.....	75

6.2	Sistema Padrão para Medição de Micro Caudais.....	76
6.2.1	Estudo da Imersão da Ponta	76
6.2.2	Estudo da Impulsão	78
6.2.3	Estudo da Evaporação	79
6.2.4	Ensaio de Repetibilidade.....	81
6.2.5	Ensaio de Teste da Implementação da Válvula Automática.....	84
6.2.6	Análise da Estabilidade do Caudal ao Longo do Tempo.....	86
6.2.7	Ensaio de Tempo de Estabilização de Caudal	88
6.2.8	Ensaio de Teste da Implementação do Sistema de Desgaseificação.....	89
6.2.9	Ensaio com Duas Seringas em Paralelo.....	90
6.2.10	Ensaio com Soluções de Diferentes Viscosidades	91
6.2.11	Avaliação da Evolução do Padrão de Medição de Micro Caudais.....	93
6.2.12	Avaliação da Seringa a Utilizar para cada Caudal a Ensaiar.....	94
7	Conclusões	97
7.1	Implementações Futuras.....	97
	Bibliografia.....	99
	Anexos.....	103
	Anexo I – Modelação em <i>SolidWorks</i>	105
	Anexo II - Procedimento de Configuração e de Utilização da Válvula Automática <i>Intellect II Kloehn</i>	107
	Anexo III – Lista de Componentes Constituintes dos Padrões	111
	Anexo IV – Formulas de Cálculo da Massa Volúmica da Água e do Ar	115

Índice Figuras

Figura 2.1 - Estrutura organizacional do Instituto Português da Qualidade [8]	8
Figura 2.2 - Alguns dos domínios de atividade do DMET	9
Figura 3.1 - Montagem do sistema inicialmente projetado [2]	13
Figura 3.2 - Sistema gerador de caudal <i>Nexus 3000</i>	14
Figura 3.3 - Esquema de funcionamento do sistema gerador de caudal <i>Nexus 3000</i> , Adaptado de [14].....	14
Figura 3.4 - Seringas em aço inox de 5 mL e 20 mL à esquerda e 100 mL à direita	15
Figura 3.5 - Válvula de distribuição de 5 vias [16].....	16
Figura 3.6 - a) Sistema de aquecimento para água; b) Sistema de banho de ultra-sons	17
Figura 3.7 - Sistema de purga do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.....	17
Figura 3.8 - <i>Evaporation Trap</i> e recipiente de recolha [17]: a) Tampa; b) Espaçamento entre parede exterior e interior; c) Recipiente de recolha	18
Figura 3.9 - Seringas em vidro com ligação <i>Luer Lock</i> ; A-1mL, B-10mL	21
Figura 3.10 - Seringa de 5 mL em vidro com ligação <i>Luer Lock</i>	21
Figura 3.11 - Pormenor do sistema de encaixe roscado <i>Luer Lock</i> ; à esquerda o encaixe cônico de 6% (Luer) macho à direita o encaixe cônico de 6% (Luer) fêmea [21]	22
Figura 3.12 - a) Pormenor da ligação <i>Luer Lock</i> macho (seringa) b) Pormenor da ligação <i>Luer Lock</i> fêmea (tubagem).....	23
Figura 3.13 - Instalação da válvula automática no padrão de medição de micro caudais	23
Figura 3.14 - <i>Montagem de Intellect II (vista de frente)</i> Adaptado [22]	24
Figura 3.15 - <i>Montagem de Intellect II (vista de trás)</i> , com <i>RS -232 Converter Board</i> em pormenor [22].....	25
Figura 3.16 - Destaque das posições físicas com função da válvula automática	26
Figura 3.17 - Componentes do sensor de pressão.....	26
Figura 3.18- Esboço ilustrativo da conexão em T do sensor de pressão <i>In Line</i> com a tubagem do padrão	27
Figura 3.19 - Sistema de câmaras de desgaseificação em vácuo (<i>systemec</i>) [23].....	27
Figura 3.20 - Esquema de funcionamento interno do sistema de desgaseificação [23].....	28
Figura 3.21 - Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h	29
Figura 3.22 - Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.....	30
Figura 4.1 - Distribuição normal.....	36
Figura 4.2 - Distribuição retangular.....	37
Figura 4.3 - Distribuição triangular	37

Figura 5.1 - Ajuste correto do menisco com um traço de referência à esquerda; e ajuste errado à direita [32].....	51
Figura 5.2 – Esquema ilustrativo do procedimento do método gravimétrico; à esquerda pesagem do recipiente vazio e à direita pesagem do recipiente cheio até ao traço de referência [32].....	52
Figura 5.3 – Balões volumétricos [33].....	52
Figura 5.4 - Provetas de vidro [34].....	53
Figura 5.5 – Picnómetro	54
Figura 5.6 - Pipeta graduada de escoamento total [35]	55
Figura 5.7 - Bureta digital automática [36].....	56
Figura 5.8 – Micropipetas [37]	57
Figura 5.9 – Seringas [38].....	58
Figura 5.10 - Sistema infusor de fluidos automático, <i>B Braun Perfusor fm</i>	60
Figura 5.11 – Sistema de degaseificação instalado no padrão	64
Figura 5.12 Padrão para medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h	64
Figura 5.13 - Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.....	67
Figura 5.14 - <i>Evaporation Trap</i> instalada na balança durante um ensaio de evaporação	70
Figura 5.15 – Balanças existentes no LVO [31].....	72
Figura 5.16 – As cinco posições de uma massa padrão durante um ensaio de excentricidade numa balança com prato circular.....	74
Figura 6.1 - Esquema da montagem com tubo e reservatório.	76
Figura 6.2 – Evolução do caudal evaporado na balança AX 26 com o aumento do volume nominal contido no recipiente de recolha	80
Figura 6.3 – Evolução do caudal evaporado na balança XP 205 com o aumento do volume nominal contido no recipiente de recolha	81
Figura 6.4 – Evolução do caudal doseado na balança AX 26 durante um ensaio de 24 horas, com um caudal nominal de 0,1 mL/h	87
Figura 6.5 – Evolução do caudal doseado na balança XP 205 durante um ensaio de 24 horas, com um caudal nominal de 1 mL/h.....	88

Índice de Tabelas

Tabela 2.1 - Grandezas da Equação 2, e respectivas unidades possíveis.....	10
Tabela 3.1 - Especificações <i>Nexus 3000</i> [14].....	15
Tabela 3.2 - Composição química do material [15]	16
Tabela 3.3 - Especificações técnicas da balança <i>Mettler Toledo AX26 Comparator</i> [18]	19
Tabela 3.4 – Especificações das seringas de vidro ilustradas na Figura 3.9 e Figura 3.10 [20].....	22
Tabela 3.5 - Tabela de funções e posições da válvula	25
Tabela 3.6 - Grandezas da Equação 2 e respectivas unidades de medida possíveis	31
Tabela 4.1 - Relação graus de liberdade e fator de expansão [5].....	39
Tabela 4.2 – Fontes de incerteza do modelo de cálculo utilizado para determinação de caudal	41
Tabela 6.1 - Calibração de material volumétrico	75
Tabela 6.2 – Legenda da Figura 6.1	77
Tabela 6.3 – Resultados das medições	77
Tabela 6.4 – Resultados dos ensaios de estudo da impulsão do tubo na balança AX 26.....	78
Tabela 6.5 – Resultados dos ensaios de evaporação efetuados na balança AX 26.....	79
Tabela 6.6 - Resultados dos ensaios de evaporação efetuados na balança XP 205	80
Tabela 6.7 - Resultados dos ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em aço inox de 5mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.....	82
Tabela 6.8 - Resultados dos ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em vidro de 10 mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.....	83
Tabela 6.9 - Resultados dos ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em aço inox de 100mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.....	83
Tabela 6.10 - Resultados dos ensaios efetuados sem válvula automática e com uma seringa em aço inox de 5mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h...84	84
Tabela 6.11 - Resultados dos ensaios efetuados com válvula automática e com uma seringa em aço inox de 5mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h...85	85
Tabela 6.12 - Resultados dos ensaios efetuados sem válvula automática e com uma seringa em vidro de 10mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h	85
Tabela 6.13 - Resultados dos ensaios efetuados com válvula automática e com uma seringa em vidro de 10mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h	86
Tabela 6.14 – Resultados dos ensaios de tempo de estabilização do caudal doseado na balança AX 26 durante um ensaio de 24 horas, com uma seringa de 10 mL em vidro.....	87
Tabela 6.15 - Resultados dos ensaios de tempo de estabilização do caudal doseado na balança XP 205 durante um ensaio de 24 horas, com uma seringa de 100 mL em aço inox.....	87

Tabela 6.16 – Resultados dos ensaios para estudo do tempo de estabilização de caudal efetuados na balança AX 26	89
Tabela 6.17- Resultados dos ensaios para estudo do tempo de estabilização de caudal efetuados na balança AX 26	89
Tabela 6.18 – Resultados dos ensaios efetuados com e sem o sistema de desgaseificação.....	90
Tabela 6.19 - Resultados dos ensaios efetuados com duas seringas de 5 mL em simultâneo e com apenas uma de 5 mL, para o caudal e 2 mL/h; e seringas de 0,1 mL para o caudal de 0,006 mL/h	90
Tabela 6.20 – Comparação entre resultados com seringa de 5 mL e 10 mL em vidro.....	91
Tabela 6.21 – Resultados dos ensaios efetuados com soluções de diferentes densidades	92
Tabela 6.22 – Evolução do padrão de medição de micro caudais.....	94
Tabela 6.23 – Correspondência de seringa a utilizar para cada caudal.....	95

Acrónimos

BIPM – *Bureau International des Poids et Mesures*

CETIAT – *Centre Technique des Industries Aéronautiques et Thermiques*

CMI – *Czech Metrology Institute*

DMET – Departamento de Metrologia

DTI – *Teknologisk Institut*

EJPD – *Eidgenoessisches Justiz und Polizeidepartement*

EMRP – *European Metrology Research Programme*

EN – *European Standards*

EURAMET – *European Association of National Metrology Institutes*

GE – *General Electric*

GUM – *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*

IPAC – Instituto Português de Acreditação

IPQ – Instituto Português da Qualidade

ISO – *International Organization for Standardization*

LabVIEW – *Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench*

LVO – Laboratório de Volume

NP – Normas Portuguesas

SPQ – Sistema Português de Qualidade

TUBITAK – *Scientific and Technological Research Council of Turkey*

UMCA – Unidade de Metrologia Científica e Aplicada

UML – Unidade de Metrologia Legal

VIM – Vocabulário Internacional de Metrologia

VSL – *Dutch Metrology Institute*

Simbologia

γ	Coefficiente de expansão térmica do material
\bar{q}	Valor médio
ρ_{mbal}	Massa volúmica das massas de ajuste da balança
ΔQ_E	Varição da evaporação
ΔT	Gradiente térmico
a	Valor da incerteza apresentada
c_i	Coefficiente de sensibilidade
D_{tank}	Diâmetro interno do recipiente de recolha
D_{tube}	Diâmetro externo da tubagem
h_r	Humidade relativa
I_E	Resultado da pesagem com recipiente vazio
I_L	Resultado da pesagem com recipiente cheio de líquido de calibração
k	Fator de expansão
m	Quantidade de massa de fluido
n	Número de observações
q	Valor obtido
Q_m	Caudal mássico
Q_v	Caudal volumétrico
R_{bal}	Resolução da balança
s	Desvio padrão
t	Tempo
T	Temperatura do líquido utilizado na calibração
U	Incerteza de medição expandida
$u(bal)$	Incerteza da balança
$u(m)$	Incerteza associada à massa
$u(Q)$	Incerteza de medição combinada de caudal

$u(\text{term})$	Incerteza do termómetro
u, u_i	Incerteza padrão
U_{term}	Incerteza do termómetro descrita no certificado de calibração
V_0	Volume à temperatura de referência t_0
ν_{ef}	Graus de liberdade efetivos
VM	Valor medido
V_{max}	Volume máximo obtido em n medições
V_{min}	Volume mínimo obtido em n medições
VR	Valor real
X_i	Grandeza de entrada
Y	Grandeza de saída
δm_{imp}	Correção de massa associada à impulsão
δQ_{evap}	Correção de caudal associada à evaporação
δQ_{rep}	Correção de caudal associada à repetibilidade
δV_{evap}	Correção de volume associada à evaporação
δV_{men}	Correção associada ao menisco
δV_{rep}	Correção de volume associada à repetibilidade
ε	Erro
ρ_A	Massa volúmica do ar
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança
ρ_W	Massa volúmica do líquido de calibração à temperatura de calibração t
δT	<i>Drift</i>

1 Introdução

O doseamento de fármacos é um processo de administração de uma composição farmacêutica para obter um efeito terapêutico. Na maioria dos sistemas de administração de fármacos, o volume ou a massa total administrada é o parâmetro sobre o qual recai maior interesse. No entanto, há uma percentagem significativa de fármacos para a qual também o caudal real e a sua componente temporal são importantes para o tratamento de um paciente. Este é por exemplo o caso dos fármacos que possuem um tempo de meia-vida muito curto ou dos fármacos que devem ser utilizados em pequenas quantidades devido à sua toxicidade [1].

Com a infraestrutura metrológica em vigor, tem-se revelado complexo, se não impossível, definir adequadamente, medir e calibrar medidores/geradores de caudal para valores inferiores a 0,6 mL/h. Estas baixas gamas de caudal são importantes para a *neonatologia*¹, na administração crítica de fármacos. Após a avaliação desta necessidade, em Junho de 2012, surge um projeto financiado pela União Europeia², que visa atualizar a infraestrutura metrológica de forma a que os dispositivos que operam neste regime de caudal possam ser devidamente calibrados. Sendo o Instituto Português da Qualidade (IPQ), um dos participantes deste projeto, a presente dissertação tem como objetivo auxiliar o Laboratório de Volume (LVO) do IPQ no desenvolvimento deste projeto de âmbito internacional. Neste projeto para além do IPQ existem outros laboratórios nacionais de metrologia Europeus nomeadamente: VSL (Holanda, instituto coordenador), CETIAT (França), CMI (Republica Checa), DTI (Dinamarca), EJPD (Suíça) e Tubitak (Turquia).

Este projeto tem uma duração prevista de 3 anos e tem como objetivo central, em 2015, ter em funcionamento sistemas e padrões de calibração para instrumentos de medição de caudal de 600 nL/h, o que é um valor muito inferior ao que existe atualmente na Europa, que é de 60 μ L/h [1].

1.1 Objetivos da Dissertação

Inicialmente o objetivo deste projeto focou-se na formação em metrologia e na avaliação de incertezas, seguindo-se de uma formação laboratorial que permitiu a familiarização com a medição de volume e caudal de fluidos pelo método gravimétrico. Os ensaios tipicamente realizados no LVO do IPQ são de cariz estático e os ensaios de medição de caudal, que estão diretamente ligados

¹ A neonatologia é o ramo da Pediatria responsável pelo tratamento de crianças desde o nascimento até 28 dias de idade.

² Este projeto é realizado com financiamento pela União Europeia no âmbito do *EMRP (European Metrology Research Programme)*.

ao projeto em causa, são ensaios dinâmicos, contudo ambos utilizam o método gravimétrico como forma de obtenção de resultados.

Após a formação e familiarização adquiridas, foi iniciado o segundo grande objetivo relacionado com o projeto de desenvolvimento do padrão de medição de micro caudais de entre 20 mL/h e os 0,006 mL/h, inicialmente concebido no âmbito de outro projeto [2], e a conceção de um novo padrão de medição de micro caudais de 20 mL/h a 600 mL/h. Seguiu-se a realização de testes e estudos com o objetivo de validar e estudar ambos os sistemas, fazendo referência à análise e identificação das componentes da incerteza que influenciam o tipo de medições em causa, de forma a providenciar o cálculo das respetivas incertezas.

De forma sucinta os objetivos centrais propostos foram:

1. Otimização do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h;
2. Desenvolvimento, construção e implementação do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h;
3. Validação de resultados obtidos com os dois padrões e respetivo cálculo de incertezas.

1.2 Estrutura da Dissertação

Esta dissertação contém sete capítulos que se dividem em vários subcapítulos, que por sua vez se dividem em várias secções.

Primeiro Capítulo “Introdução”: é no presente capítulo apresentada uma componente introdutória onde é revelada a origem do projeto, que sustenta a presente dissertação. Este capítulo inclui ainda um subcapítulo onde são sintetizados os objetivos da presente dissertação.

Segundo Capítulo “Enquadramento”: é o capítulo onde é abordada toda a componente de enquadramento do projeto, retratando-se aí a ciência que o engloba, a metrologia, bem como os documentos essenciais que caracterizam a ciência da medição. É ainda feita referência ao IPQ como o instituto que potencia e alberga o projeto. É por fim descrito de forma sucinta o método de medição primário que está por detrás do trabalho desenvolvido.

Terceiro Capítulo “Desenvolvimento do Projeto de Conceção e Melhoramento do Padrão”: neste capítulo é descrita toda a evolução do projeto efetuado no âmbito da presente dissertação, fazendo referência ao sistema padrão inicial e às respetivas melhorias implementadas.

Quarto Capítulo “Cálculo de Incertezas de Medição”: neste capítulo é feita a descrição teórica do processo de avaliação e determinação do erro e das incertezas, apresentando-se o método baseado no *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*. São identificados, também neste capítulo, os vários componentes da incerteza do modelo de cálculo desenvolvido

para a medição de micro caudais e determinadas as fórmulas das incertezas respectivas do mesmo modelo de cálculo.

Quinto Capítulo “*Métodos Experimentais Utilizados*”: neste capítulo são descritos todos procedimentos experimentais e de calibração utilizados ao longo do estágio que sustentou a presente dissertação. Neste capítulo são ainda referidos e descritos os vários ensaios realizados.

Sexto Capítulo “*Análise e Discussão de Resultados*”: neste capítulo são apresentados e comentados os resultados obtidos nos mais relevantes ensaios e estudos realizados no âmbito deste projeto.

Sétimo Capítulo “*Conclusões*”: neste capítulo são referidas breves conclusões retiradas dos estudos efetuados, dando ênfase aos pontos mais relevantes. São ainda referidas possíveis implementações futuras ao projeto.

2 Enquadramento

2.1 Metrologia

A origem da metrologia como ciência está intimamente ligada ao avanço de civilizações antigas como a egípcia, no antigo Egipto 3000 anos a.C.. É esta civilização que cria um dos primeiros Padrões de medida de que há relato, denominado por “Cúbito Real”. É definido pelo comprimento do braço, do faraó no poder, medido do cotovelo à extremidade do dedo médio distendido, mais a largura da sua mão. Esta medida era gravada em granito negro e guardada para servir como padrão a todo o Império [3].

Esta ideia de Padrão tornou-se ao longo do tempo indispensável a qualquer civilização, principalmente para facilitar o comércio de mercadorias, construção de edifícios ou engenhos, entre outros. Nas sociedades modernas a metrologia assume um papel imprescindível do ponto de vista político, económico, científico e mesmo do ponto de vista social, visto que todos no seu dia-a-dia a utilizam numa balança, relógio, velocímetro, entre muitos outros exemplos.

A metrologia é a ciência das medições, que abrange todos os aspetos teóricos e práticos que asseguram a exatidão exigida num processo, procurando garantir a qualidade de produtos e serviços através da calibração dos instrumentos de medição, sejam eles analógicos ou digitais, e da realização de ensaios, sendo a base fundamental para a comparação e competitividade das empresas e da sociedade em geral. A metrologia refere-se também ao conhecimento dos pesos e medidas e dos sistemas de unidades de todos os povos [3].

Esta ciência contempla essencialmente três atividades fundamentais [3]:

- i. A definição de unidades de medida internacionalmente aceites, como por exemplo, o metro ou o litro.
- ii. A realização das unidades de medida com recurso a métodos científicos específicos, como por exemplo, a produção de um metro através de tecnologia laser.
- iii. O estabelecimento de cadeias de rastreabilidade, documentando a ligação entre um produto ou resultado final e os padrões internacionais, e a posterior disseminação desse conhecimento.

2.2 Categorias da Metrologia

A metrologia pode ser dividida em três grandes categorias com características, objetos e níveis de complexidade próprias mas complementares. As categorias são, a metrologia científica, a metrologia industrial e a metrologia legal [3] & [4].

Metrologia Científica – tem como objetivo a organização e o desenvolvimento de padrões primários ou padrões de medição, assim como a sua conservação e manutenção ao mais alto nível de qualidade, exatidão e incerteza. Esta categoria é independente de outras entidades em termos de rastreabilidade. A garantia dos resultados conseguidos assenta fortemente em exercícios de comparação interlaboratorial com outros laboratórios primários [3].

Metrologia Industrial – refere-se às atividades de controlo de processos e produtos, mediante a integração em cadeias de rastreabilidade (hierarquizadas) de padrões existentes nas empresas, em laboratórios de calibração e outros organismos nacionais e internacionais de metrologia [3].

Metrologia Legal – tem o propósito de assegurar um correto resultado de medições numa perspetiva de mercado para proteção dos consumidores. Está também relacionada com o controlo metrológico dos instrumentos de medição usados para regulamentação, quando estes têm influência em domínios como as transações comerciais, legislação, saúde, segurança, defesa do consumidor, proteção do ambiente, entre outros [3].

2.3 Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM)

Em todos os domínios técnicos e científicos, toda a terminologia utilizada deve ser escolhida de forma cautelosa, com vista a uniformizar os termos utilizados. No domínio da metrologia este facto apresenta uma importância fulcral.

De uma forma generalista o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), enquanto vocabulário ou dicionário terminológico, diz respeito à metrologia, a “ciência da medição e suas aplicações”. Ele abrange também os princípios básicos aplicáveis às grandezas e unidades. Entre muitos outros factos este vocabulário revela-se muito útil no tratamento de dados experimentais devido a sua abordagem de incerteza de medição que é também descrita pelo *GUM* [5] [6].

As principais organizações internacionais que laboram no ramo da metrologia (BIPM, IEC, ISO e OIML) elaboraram em conjunto uma terminologia comum, cuja primeira versão foi publicada em 1984 intitulada por vocabulário internacional de metrologia (VIM). Na sua versão final, colaboraram inúmeras entidades do campo da ciência e da investigação, além de outras Comissões Técnicas de normalização. Na mesma altura ocorreu uma reorientação da abordagem do problema metrológico, de uma conceção clássica determinística para uma conceção moderna probabilística [6].

Após a primeira versão, o VIM recebeu inúmeras sugestões de melhoria tendo sofrido também, alterações e atualizações resultantes da cooperação entre as entidades e pessoas envolvidas, que promovem reformulações de alguns conceitos, assim como a introdução de novos conceitos relacionados, como é o caso do termo “incerteza de medição” – “parâmetro que caracteriza a dispersão de valores da grandeza que se podem atribuir à mensuranda, com base na informação utilizada” apresentado na segunda edição do VIM em 1994 [6].

Em 2008 foi editada e disponibilizada gratuitamente a 3ª versão do VIM, que inclui alterações de definições em relação à versão anterior, novos conceitos e nova organização documental. Esta Edição foi traduzida para português pelo IPQ, gerando uma versão trilingue que contempla a tradução para português das definições dos termos constantes da versão internacional, com as respectivas designações em inglês e francês, separadas por uma barra “/”, para além de um dicionário trilingue no final. Esta nova versão, que é a mais completa das três, revela ainda uma maior abrangência de temas, que vai para além das áreas científicas e engenharia, como a física, a química ou a medicina [6].

Esta versão em português corresponde à 3ª edição internacional do VIM (*International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms JCGM 200:2012*), edição bilingue em inglês e francês, publicada em 2012 pelo JCGM (*Joint Committee for Guides in Metrology*), o comité para guias de metrologia do BIPM (*Bureau International des Poids et Mesures*). Identificada como JCGM 200:2012, esta versão engloba o conteúdo da versão publicada em 2008 (JCGM 200:2008) e as alterações propostas em seu “*Corrigendum*” de maio de 2010 [6].

2.4 Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)

Este guia estabelece as regras gerais para a avaliação e expressão da incerteza na medição, aplicáveis a uma ampla gama de medições. A base do guia é a recomendação 1 (CI-1981) do Comité Internacional de Pesos e Medidas (CIPM), e a recomendação INC-1 (1980) do grupo de trabalho sobre a declaração de incertezas. O grupo de trabalho foi convocado pelo BIPM, em resposta a uma solicitação do CIPM. A recomendação CIPM é a única recomendação relativa à expressão da incerteza de medição adotada por uma organização intergovernamental [5].

O desenvolvimento deste guia foi sustentado com o trabalho de algumas organizações como [5]:

- i. *BIPM: Bureau International des Poids et Mesures*
- ii. *IEC: International Electrotechnical Commission*
- iii. *IFCC: International Federation of Clinical Chemistry*
- iv. *ISO: International Organization for Standardization*
- v. *IUPAC: International Union of Pure and Applied Chemistry*
- vi. *IUPAP: International Union of Pure and Applied Physics*

vii. *OIML: Organização Internacional de Metrologia Legal*

Ao relatar o resultado de uma medição de uma grandeza física, deve sempre dar-se alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado, para que aqueles que o utilizam possam avaliar sua confiabilidade. Sem tal indicação, os resultados da medição não podem ser comparados, entre si ou com os valores de referência dados numa especificação ou padrão. Por conseguinte, é necessário que haja um procedimento comum e simplificado que permita avaliar a qualidade do resultado de uma medição, tornado possível avaliar e expressar a sua incerteza. Esse é então o objetivo deste guia, como o próprio nome sugere a sua finalidade prende-se com a correta e abrangente expressão de incertezas do resultado de medições [5].

2.5 O Instituto Português da Qualidade (IPQ)

O IPQ é um instituto público, dotado de personalidade jurídica, com autonomia financeira, administração e património próprio, do qual prossegue atribuições do Ministério da Economia e da Inovação (atual Ministério da Economia e Emprego), como disposto no Decreto-Lei nº 71/2012 de 21 de Março de 2012 [7]. O IPQ tem por missão a coordenação do Sistema Português da Qualidade (SPQ) e de outros sistemas de qualificação regulamentar que lhe forem conferidos por lei, a promoção e a coordenação de atividades que visam contribuir para demonstrar a credibilidade da ação dos agentes económicos, bem como o desenvolvimento das atividades inerentes à sua função de laboratório nacional de metrologia [7].

O IPQ através da aprovação da portaria nº 888/2010, de 13 de Setembro [8], e dos estatutos aprovados pela portaria nº 23/2013, de 24 de janeiro de 2013 [9], é estruturado pela organização interna dispondo das unidades orgânicas nucleares previstas nos estatutos, podendo ainda criar unidades orgânicas flexíveis, contendo o organograma ilustrado na Figura 2.1 [8].



Figura 2.1 - Estrutura organizacional do Instituto Português da Qualidade [8]

Dentro do Departamento de Metrologia (DMET) está incluído o LVO, Laboratório onde foi realizada a presente dissertação. Na Figura 2.2 é ilustrado o organograma com alguns dos domínios de atividade do DMET.

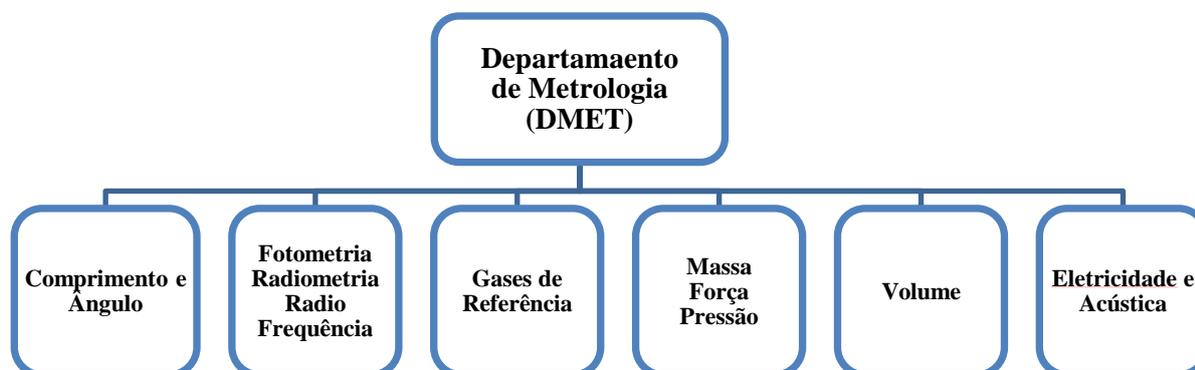


Figura 2.2 – Alguns dos domínios de atividade do DMET

2.6 Laboratório de Volume (LVO)

Os instrumentos volumétricos são essenciais para qualquer laboratório ou indústria que pretenda uma correta medição do volume, por permitirem o processo de medição e por apresentarem uma grande influência nos resultados finais obtidos. Com tal é fulcral manter e preservar o bom funcionamento dos mesmos e efetuar as respetivas calibrações periódicas [10].

A calibração de instrumentos volumétricos, visando a quantificação de diferenças entre o valor nominal e o valor verdadeiro, é do ponto vista tecnológico de grande interesse, porque contribui para a compreensão dos erros sistemáticos do processo analítico de medição, sendo assim possível proceder à sua correção [10].

De forma a serem obtidos resultados exatos e fiáveis é assim necessário que o material volumétrico utilizado esteja calibrado por entidades competentes, através de métodos e padrões adequados [10].

O Laboratório de Volume do IPQ é reconhecido como o topo da cadeia da rastreabilidade em Portugal na área do volume. Presta serviços de calibração à indústria, principalmente a organismos de verificação metrológica (água e combustíveis), laboratórios químicos, analíticos e farmacêuticos. Desenvolve, em parceria com as universidades, vários trabalhos de validação e melhoramento dos métodos/padrões de calibração. Obtém a rastreabilidade do DMET. Coordena comparações nacionais em colaboração com o Instituto Português de Acreditação (IPAC) e participa regularmente nas comparações da *European Association of National Metrology Institutes* (EURAMET) [10].

O LVO possui duas áreas distintas:

- Pequenos volumes (Instrumentos volumétricos de vidro e com êmbolo)
- Grandes volumes (Recipientes graduados)

2.7 Método Gravimétrico

Na determinação de volume é muito importante que se consiga reduzir e identificar possíveis erros associados ao instrumento de medição, como tal é necessário calibrar estes instrumentos de forma correta e com os métodos apropriados. É também necessário calcular e estudar a progressão de erros da mensuranda para se obter a incerteza do resultado final.

A gravimetria baseia-se na determinação da massa de líquido escoado ou contido num recipiente a calibrar. Para se conhecer a massa de líquido realizam-se duas pesagens, uma com o recipiente cheio e outra com o recipiente vazio. O volume de líquido é então determinado a partir da sua massa através da Equação 1 descrita no anexo B da norma NP EN ISO 4787 [11], à temperatura de referência de 20 °C. Para garantir a boa aplicação do método existem alguns fatores fulcrais que se devem ter em conta em todos os ensaios realizados, entre eles uma correta limpeza dos instrumentos e recipientes de pesagem e corretas condições ambientais da sala de ensaio durante as medições efetuadas [11].

Sendo considerado um “método primário” de determinação de volume o método gravimétrico é utilizado como base para todas as medições e cálculos efetuados ao longo deste projeto. A Equação 1 mostra o modelo de cálculo que permite a determinação de Volume.

$$V_0 = (I_L - I_E) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \times [1 - \gamma(T - T_0)] \quad \text{Equação 1}$$

As grandezas da Equação 1 são abaixo descritas na Tabela 2.1 onde também são identificadas possíveis unidades de medida representativas de cada.

Tabela 2.1 - Grandezas da Equação 2, e respetivas unidades possíveis

Grandeza	Descrição da Grandeza e Possível Unidade de Medida
V_0	Volume à temperatura de referência t_0 , em mL
I_L	Resultado da pesagem com recipiente cheio com líquido de calibração, em g
I_E	Resultado da pesagem com recipiente vazio, em g
ρ_w	Massa volúmica do líquido de calibração, à temperatura de calibração t , em g/mL
ρ_A	Massa volúmica do ar, em g/mL
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança, em g/mL
γ	Coefficiente de expansão térmica do material de que é feito o recipiente a calibrar, em °C ⁻¹
T	Temperatura do líquido utilizado na calibração, em °C

2.8 Termos e Definições Metrológicas Utilizadas

Ao longo da presente dissertação são referidos vários termos metrológicos específicos, fazendo-se uma pequena síntese descritiva dos mesmos.

- **Caudal volúmico:** Grandeza derivada, que representa o escoamento de uma grandeza volúmica quantificável em metros cúbicos por hora (m^3/h), ou em litros por minuto, ou em mililitros por segundo (mL/s).
- **Coefficiente de expansão térmica:** Valor que representa a variação da densidade de um determinado fluido com a pressão e temperatura [12].
- **Condição de repetibilidade:** Condição de medição num conjunto de condições, que inclui o mesmo procedimento de medição, os mesmos operadores, o mesmo sistema de medição, as mesmas condições operativas e a mesma localização, e medições repetidas no mesmo objeto ou objetos similares, num curto intervalo de tempo [6].
- **Massa volúmica:** Razão entre a massa volúmica de um fluido e a massa volúmica de referência (da água).
- **Erro de medição:** Diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência [6].
- **Exatidão de medição:** Aproximação entre um valor medido e um valor verdadeiro de uma mensurada [6].
- **Fidelidade de medição:** Aproximação entre indicações ou valores medidos obtidos por medições repetidas no mesmo objeto ou objetos semelhantes em condições especificadas [6].
- **Fluido:** Substâncias que fluem e podem ser divididas em líquidos e gases. Os líquidos formam uma superfície livre, isto é, quando em repouso, apresentam uma superfície estacionária não determinada pelo recipiente que contém o líquido.
- **Grandeza:** Propriedade de um fenómeno, corpo, ou substância, que se pode exprimir quantitativamente sob a forma de um número e de uma referência [6].
- **Gravimetria:** Método de determinação da massa de água escoada ou contida no instrumento a calibrar [12].
- **Incerteza de medição:** Parâmetro não-negativo que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza que são atribuídos à mensurada a partir das informações usadas [6].
- **Instrumento de medição:** Dispositivo usado para realizar medições, isolado ou em conjunto com dispositivos complementares [6].
- **Medição:** Processo experimental para obter um ou mais valores razoavelmente atribuíveis a uma grandeza [6].
- **Mensurada:** Grandeza que se pretende medir [6].

- **Metrologia:** Ciência da medição e suas aplicações [6].
- **Padrão primário:** Padrão estabelecido através de um procedimento de medição primário ou criado como artefacto escolhido por convenção [6].
- **Procedimento de medição primário:** Procedimento de medição de referência usado para obter um resultado da medição sem relação com um padrão de medição para uma grandeza da mesma natureza [6].
- **Procedimento de medição:** Descrição detalhada de uma medição de acordo com um ou mais princípios de medição e um dado método de medição, baseado num modelo de medição e incluindo todos os cálculos para obter um resultado da medição [6].
- **Rastreabilidade metrológica:** Propriedade de um resultado de medição através do qual o resultado pode ser relacionado a uma referência por intermédio de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição [6].
- **Repetibilidade de medição:** Fidelidade de medição para um conjunto de condições de reprodutibilidade [6].
- **Reprodutibilidade de medição:** Condição de medição num conjunto de condições, que inclui os diferentes locais, operadores e sistemas de medição e medições repetidas no mesmo objeto ou objetos similares [6].
- **Resultado de medição:** Conjunto de valores que são atribuídos à mensuranda juntamente com qualquer outra informação relevante [6].
- **Unidade de medida:** Grandeza escalar, definida e adotada por convenção, com a qual qualquer outra grandeza da mesma natureza pode ser comparada para exprimir a relação das duas grandezas sob a forma de um número [6].
- **Valor nominal:** Arredondado ou aproximado de uma grandeza que caracteriza um instrumento de medição ou um sistema de medição que serve de guia para a sua utilização [6].
- **Viscosidade:** Propriedade física que caracteriza a resistência de um fluido ao escoamento, a uma dada temperatura [13].
- **Volume:** Grandeza derivada que quantifica o espaço ocupado por um corpo, no espaço tridimensional de um referencial ortogonal. Com unidade derivada do metro, o metro cúbico [6].

3 Desenvolvimento do Projeto de Conceção e Melhoramento do Padrão

Ao longo do estágio, no qual se realizou o projeto que sustenta a presente dissertação, foram elaborados vários sistemas onde se foram implementando, ao longo do tempo, algumas melhorias com o objetivo de se obter o padrão final de medição de micro caudais.

Inicialmente, o projeto partiu de um sistema elaborado no âmbito de outra tese onde foram identificadas algumas melhorias a implementar.

3.1 O Sistema Inicial

O sistema inicialmente projetado, ilustrado na Figura 3.1, era constituído essencialmente por um sistema gerador de caudal, seringas em aço inox, um sistema condutor de fluxo composto por uma tubagem de aço inox 1/16", uma válvula manual para direcionar o fluxo, uma balança com resolução adequada ao caudal em estudo, um sistema de controlo de evaporação e um *software* elaborado em *Labview* responsável pela coleta de dados registados pela balança ao longo do tempo.

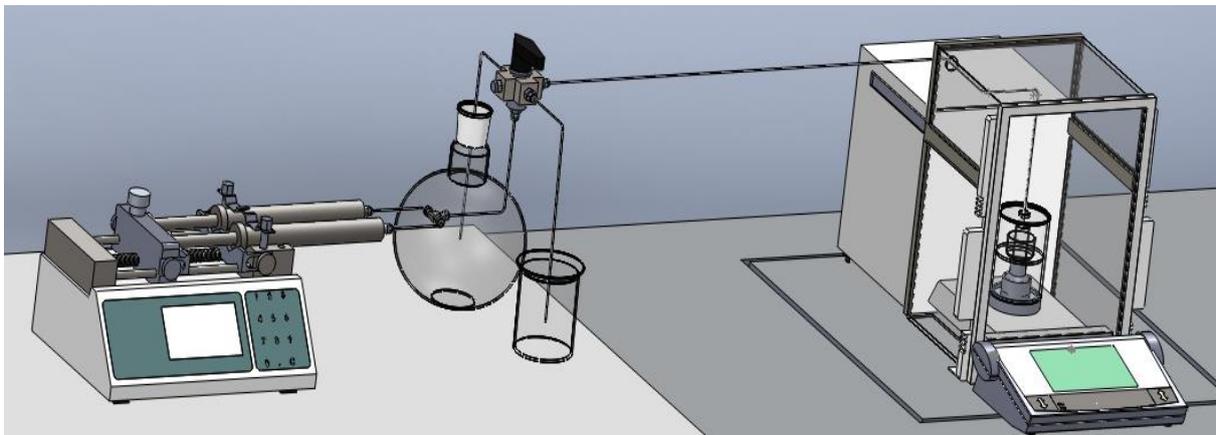


Figura 3.1 - Montagem do sistema inicialmente projetado [2]

No Anexo I encontram-se as imagens da modelação efetuada em *SolidWorks* para este sistema inicial, bem como para o sistema final apresentado no final no presente capítulo.

3.1.1 Geração de Caudal

Da vasta gama de seringas infusoras existentes no mercado, foi escolhida a *Syringe Pump Nexus 3000 da Chemys* Figura 3.2, uma vez que esta permite operar com caudais desde 12 pl/min a 500 ml/min, sendo esta uma gama de valores bastante vasta que abrange a necessidade do projeto. Este sistema gerador de caudal atua com cerca de 300 incrementos por minuto, o que permite uma estabilidade de caudal bastante aceitável para os valores em estudo. Sendo que os incrementos por

minuto correspondem ao avanço do atuador sobre a seringa, quanto maior for este número, mais suave será o avanço e mais estável será o escoamento. O ideal seria ter um dispositivo em que o número de incrementos tendesse para infinito, mas isso seria bastante dispendioso. A solução utilizada tem ainda a vantagem de se poder usar com duas seringas da mesma dimensão em simultâneo.



Figura 3.2 – Sistema gerador de caudal *Nexus 3000*

3.1.1.1 Princípio de Funcionamento

Esta bomba infusora contém um motor de passo controlado eletronicamente que aciona um parafuso sem fim de avanço, este por sua vez está conectado a um bloco atuador (*Pusher Block*) que será responsável pelo contacto dinâmico com o êmbolo das seringas. A ação que resulta deste contacto é a ejeção de fluido a partir das seringas. A função reversível do motor permite fazer o enchimento da seringa, quando conectada a um reservatório com um líquido que se pretenda conter na mesma [14].

Na Figura 3.3 é ilustrado o esquema de funcionamento de uma infusão executada com o sistema gerador de caudal *Nexus 3000*.

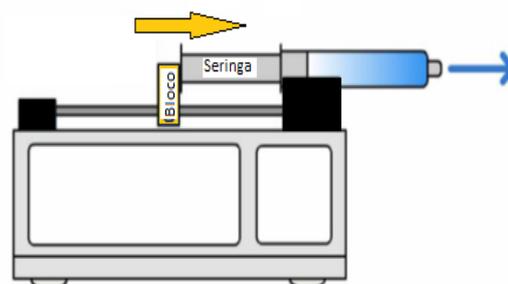


Figura 3.3 - Esquema de funcionamento do sistema gerador de caudal *Nexus 3000*, Adaptado de [14]

Na Tabela 3.1 que se segue são indicadas algumas especificações da *Nexus 3000*, facultadas pelo fornecedor *Chemyx*.

Tabela 3.1 - Especificações *Nexus 3000* [14]

Número de Seringas	Uma ou Duas em série
Capacidade das Seringas utilizadas	0.5 µL até 140 mL
Gama de Tensão de Operação	115 V~240V, 0,25 A, 55-60 Hz
Mecanismo de Acionamento	Motor de passo
Resolução de Passo (avanço por <i>microstep</i>)	0,012 microns
Gama de Caudais Operativos	12 pL/min to 500 mL/min.
Força Linear Nominal	70 lbs
Dimensões	10.5 x 7.5 x 4.5 inch
Peso	10.0 lbs
Gama de temperaturas	10 °C ~ 50 °C
Humidade	20 % - 80 % RH
Conector RS232	D9 Sub-connector
Conector TTL	USB-B Receptacle

3.1.1.2 Seringas em Aço Inox

Inicialmente o sistema tinha apenas disponíveis três seringas em aço inox da *Chemyx* com volumes de 5 mL, 20 mL e 100 mL. Podendo ser colocada uma de cada vez no sistema gerador de caudal. As seringas de aço inox mencionadas são ilustradas na Figura 3.4.



Figura 3.4 – Seringas em aço inox de 5 mL e 20 mL à esquerda e 100 mL à direita

3.1.2 Tubagem

O material constituinte da tubagem foi o aço inox, que é um material com uma taxa de absorção praticamente nula e com um coeficiente de expansão térmica baixo e que apresenta a constituição química ilustrada na Tabela 3.2 abaixo. O baixo coeficiente de expansão térmica permite minimizar

a deformação do material dos tubos quando submetido a possíveis variações de temperatura, que podem afetar o volume e, conseqüentemente, o caudal de passagem do fluido.

A composição química do material constituinte das seringas é ilustrada na Tabela 3.2

Tabela 3.2 - Composição química do material [15]

Elemento	Composição (%)
Crômio	17,0 - 18,0
Níquel	12,5 - 14,0
Molibdênio	2,50 - 3,00
Carbono	0,0030 max.

A dimensão da tubagem escolhida foi de 1/16”, que se revelou adequada à gama de caudais a operar neste padrão, 20 mL/h a 0,006 mL/h.

3.1.3 Válvula

Inicialmente o sistema foi montado com uma válvula de distribuição de 5 vias manual, mostrada na Figura 3.5, da “Swagelok” com uma via fixa e 4 variáveis, tendo uma das vias de distribuição sido selada. As vias desta válvula têm a dimensão de 1/8 “ podendo funcionar com uma tubagem de 1/16”, como a implementada no padrão inicial, com recuso a ligações redutoras fornecidas também pela “Swagelok”.



Figura 3.5 - Válvula de distribuição de 5 vias [16]

A via fixa da válvula, via vertical na Figura 3.5, é conectada à saída da seringa do sistema gerador de caudal, sendo as três restantes vias conectadas: ao reservatório de água, para enchimento automático das seringas; ao sistema de purga, de forma a eliminar as impurezas e bolhas de ar existentes na tubagem antes do início da medição; e ao sistema de recolha colocado na balança.

3.1.4 Desarejamento da Água e Purga

O procedimento de desarejamento da água foi adotado para que fosse possível purificar água utilizada nos ensaios efetuados com o intuito de eliminar impurezas, e para desgaseificar a água, reduzindo o teor de oxigénio existente na mesma. Para este procedimento foi utilizado um sistema de aquecimento para água, existente no laboratório (Figura 3.6 a)); um balão volumétrico; e um banho de ultra-sons (Figura 3.6 b)). Este processo foi realizado com base num método conhecido e usado em outros laboratórios do IPQ, com resultados comprovados.



Figura 3.6 -
a) Sistema de aquecimento para água; b) Sistema de banho de ultra-sons

O sistema de purga foi instalado, como ilustrado na Figura 3.7, para que fosse possível eliminar as bolhas de ar existentes na tubagem, evitando assim que estas sigam para o recipiente de recolha e influenciem os resultados obtidos durante os ensaios. Para além disso, com este sistema é possível eliminar pequenas impurezas contidas na água que podem entrar na tubagem e consequentemente diminuir a área de secção da mesma, alterando o caudal escoado ou mesmo entupindo a tubagem.

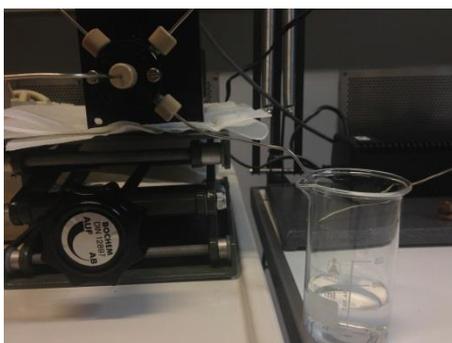


Figura 3.7 – Sistema de purga do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

3.1.5 Controlo da Evaporação

Uma vez que neste projeto se lida com volumes de água muito pequenos é fundamental controlar a evaporação, visto que este fenómeno influencia bastante os resultados obtidos, principalmente em ensaios de maior duração, como os superiores a 30 min. Este fenómeno pode ser compreendido mais adiante com os resultados de ensaios de evaporação efetuados.

O facto de se utilizar uma balança com compartimento de pesagem fechado já permite reduzir bastante a evaporação, no entanto foi montado um sistema designado por *evaporation trap*, que promove a saturação do ar envolvente ao recipiente de recolha de fluido em análise. Esta solução é também usada e recomendada, pela norma ISO 8655, na calibração de micropipetas, com resultados bastante satisfatórios, conseguindo reduzir até 59 vezes o efeito da evaporação [17].

A *evaporation trap*, ilustrada na Figura 3.8, é um encapsulamento para o recipiente de recolha que contém um espaçamento entre a parede exterior e interior onde se pode depositar até cerca de 40 mL de água. A água colocada no espaçamento é então responsável por aumentar a saturação do ar dentro do encapsulamento e, como consequência, verifica-se uma queda da taxa de evaporação da água contida dentro do recipiente de recolha.

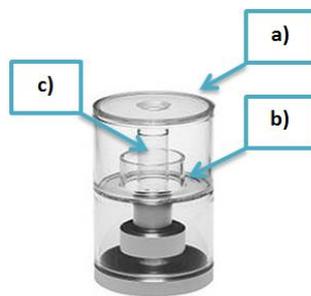


Figura 3.8 – *Evaporation Trap* e recipiente de recolha [17]: a) Tampa; b) Espaçamento entre parede exterior e interior; c) Recipiente de recolha

3.1.6 Balança

Neste padrão que opera na gama de caudal de 20 mL/h a 0,006 mL/h, foi utilizada a balança *Mettler Toledo AX26 Comparator*, por ser a balança existente no LVO com a resolução mais adequada para o projeto. Algumas das especificações técnicas da balança podem ser vistas na Tabela 3.3 que se segue.

Tabela 3.3 - Especificações técnicas da balança *Mettler Toledo AX26 Comparator* [18]

Resolução		1 µg
Carga máxima		22 g
Intervalo de tara		0 - 22 g
Repetibilidade	Em carga máxima	2 µg
	No intervalo 0 - 60 g	-
Linearidade	Em todo o intervalo	± 6 µg
	Dentro de 500 mg	± 4 µg
Tempo de estabilização	Típico	14 - 18 s
Ajuste de massas	Pesos internos	2
	Pesos externos	Selecionável
Sensibilidade	Variação de temperatura (10 - 30 °C)	± 1.0 ppm/°C
	Estabilização a longo prazo (pro FACT)	± 1.0 ppm/ano

Esta balança tem uma particularidade fulcral para o projeto, pois tem a opção de ser conectada a um computador através das suas portas RS232, tornado possível a recolha de dados com recurso a uma aplicação elaborada em *Labview*, como já foi enunciado.

3.1.6.1 Modo Normal

Este modo é usado nas pesagens de ensaios estáticos, ou seja quando o objetivo é determinar a massa de uma amostra ou objeto. Neste tipo de ensaios espera-se que a balança estabilize para que o operador possa anotar o resultado. Na prática este modo utiliza um algoritmo para que a balança possa desprezar pequenas variações registadas durante a pesagem e assim responder com um resultado mais estável como se pretende. Contudo, como é um modo de utilização simplificado que despreza variações na medição fazendo aproximações ao resultado realmente obtido pela balança, pode por vezes induzir em erro o operador se este estiver a fazer um estudo de maior rigor com uma amostra de massa muito reduzida.

3.1.6.2 Método Dosing

Este modo de pesagem é o mais apropriado para ensaios dinâmicos como ensaios de medição de caudal ou ensaios de evaporação, uma vez que a balança responde rapidamente a qualquer alteração mínima do peso, isto porque com este modo o algoritmo que permite desprezar pequenas variações registadas não é ativado.

Este foi então o modo de pesagem utilizado nos ensaios de medição de caudal e de evaporação efetuados com o padrão de medição de micro caudais concebido ao longo deste projeto.

3.1.7 Software de aquisição de dados

3.1.7.1 LabVIEW

O *Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench (LabVIEW)* é uma linguagem de programação gráfica originária da *National Instruments*.

Os principais campos de aplicação do *LabVIEW* são a realização de medições e a automação, integrando todas as ferramentas de que os engenheiros e cientistas precisam para desenvolver uma ampla gama de aplicações de forma relativamente rápida. O *LabVIEW* é então um ambiente de desenvolvimento voltado à resolução de problemas, produtividade acelerada e inovação contínua. A programação é feita de acordo com o modelo de fluxo de dados, o que oferece a esta linguagem vantagens para a aquisição de dados e para a sua manipulação. Os programas em *LabVIEW* são chamados de instrumentos virtuais ou, simplesmente, IVs. São compostos pelo painel frontal, que contém a interface, e pelo diagrama de blocos, que contém o código gráfico do programa [19].

Os programas elaborados nesta linguagem tornam invisíveis ao operador a complexidade de programação e configurações complexas que contêm algoritmos, modelos matemáticos, rotinas de processamento de sinais entre outros, facilitado bastante a utilização final a que se destina.

De forma a automatizar todo o procedimento experimental foi então selecionada a linguagem de programação *LabVIEW*, que permitiu desenvolver um sistema de aquisição e tratamento de dados. O sistema de aquisição de dados elaborado permite também o controlo de variados equipamentos, sendo fulcral a sua utilização na coleta de dados adquiridos com o padrão de medição de micro caudais.

3.2 Melhorias Aplicadas no Sistema

Quando se iniciou o estágio, depois de recebidas as devidas formações teóricas e práticas, foram feitos vários ensaios, com o intuito de verificar a estabilidade, repetibilidade e reprodutibilidade do sistema de medição de micro caudais já montado. Esses ensaios experimentais permitiram também adquirir um maior conhecimento sobre o processo de funcionamento dos vários componentes constituintes deste projeto, bem como dos instrumentos disponíveis no LVO.

Depois de terminada a fase experimental introdutória, foi iniciada a fase de implementação de melhorias no sistema padrão de medição de caudal de fluidos entre 20 mL/h a 0,006 mL/h constituído por uma tubagem 1/16”.

3.2.1 Seringas em Vidro

Uma das primeiras melhorias está relacionada com a aquisição de novas seringas. O LVO adquiriu seringas em vidro de 1mL (Figura 3.9 A), 10 mL (Figura 3.9 B) e 5 mL (Figura 3.10) Estas novas seringas têm uma grande vantagem quando comparadas com as de aço inox, que está relacionada com a transparência do seu reservatório cilíndrico (“*Syringe Barrel*”). Esta característica permite ao operador visualizar durante o enchimento das seringas se ocorre ou não entrada de bolhas de ar para o interior do reservatório cilíndrico, evitando erros de medição durante os ensaios experimentais. Também apresentam um menor atrito interno permitindo um deslocamento mais suave do êmbolo.



Figura 3.9 - Seringas em vidro com ligação *Luer Lock*; A-1 mL, B-10 mL



Figura 3.10 – Seringa de 5 mL em vidro com ligação *Luer Lock*

Na Tabela 3.4 que se segue podem ser vistas as especificações das seringas em vidro adquiridas.

Tabela 3.4 – Especificações das seringas de vidro ilustradas na Figura 3.9 e Figura 3.10 [20]

Material do Reservatório:	Vidro (Borosilicato)
Precisão:	$< \pm 1\%$ do volume
Finalidade de Utilização:	Doseamento de amostras (líquidos)
Volume Nominal	1 mL, 5 mL, 10 mL

Uma outra particularidade interessante destas novas seringas está no facto destas possuírem terminais com rosca *Luer Lock*, visível em pormenor na Figura 3.11 que se segue.

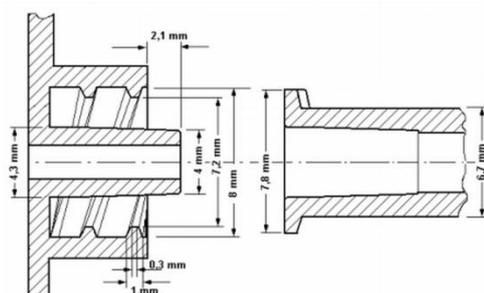


Figura 3.11 - Pormenor do sistema de encaixe roscado *Luer Lock*; à esquerda o encaixe cônico de 6% (Luer) macho à direita o encaixe cônico de 6% (Luer) fêmea [21]

O sistema de encaixe *Luer Lock* é um sistema normalizado para acessórios que operam com fluidos em pequena escala. É utilizado para realizar ligações de encaixe manual sem fugas, entre uma ligação macho e a correspondente fêmea. Este tipo de ligação é bastante utilizada em equipamentos de uso hospitalar e laboratorial, como agulhas de seringas ou sistemas de torneiras reguladoras para controlo de doseamento de fármacos [21].

A grande vantagem da aplicação destas ligações nas seringas utilizadas no padrão de medição de micro caudais está no facto de se poder conectar e desconectar uma seringa de forma muito mais cómoda e rápida, sem recurso a ferramentas auxiliares, durante a preparação dos ensaios. Após alguns testes foi possível verificar o bom funcionamento destas ligações, uma vez que não se verificaram quaisquer fugas nem alterações indesejáveis nas medições efetuadas.

Como ilustrado na Figura 3.12 b) para tornar possível a conexão deste tipo de encaixe com a tubagem 1/16” em aço inox do sistema elaborado, foi necessário adquirir uma junção específica para acoplar na ponta da tubagem a conectar com a seringa, cuja ligação é visível na Figura 3.12 a) que se segue.

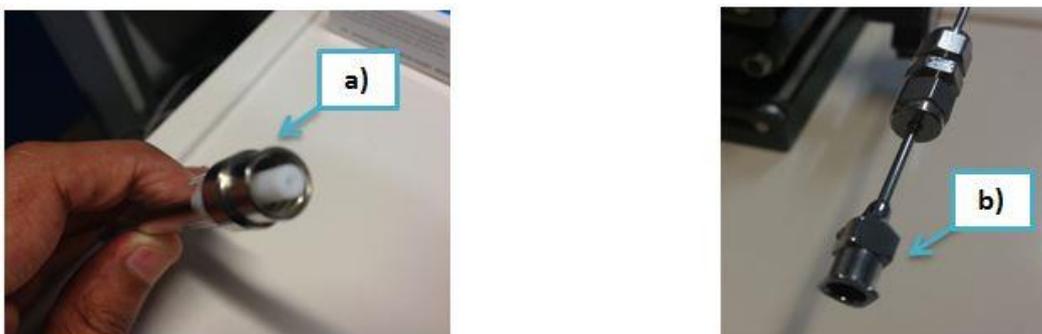


Figura 3.12 -
a) Pormenor da ligação *Luer Lock* macho (seringa)
b) Pormenor da ligação *Luer Lock* fêmea (tubagem)

3.2.2 Válvula Automática

A implementação de uma válvula automática, que permite direcionar o fluido nas várias fases do ensaio, como descrito no procedimento, foi uma das melhorias efetuadas com mais relevância.

Dentro de algumas hipóteses de escolha que se encontram no mercado internacional, foi escolhida a válvula *Intellect II* da *Koehn Company*. A razão desta escolha deveu-se essencialmente à automatização do processo de escolha dos canais de ensaio, diminuindo os erros associados ao processo manual.



Figura 3.13 – Instalação da válvula automática no padrão de medição de micro caudais

Esta válvula automática foi instalada como ilustrado na Figura 3.13 tornando possível direcionar o fluxo através de um *software* instalado no computador de apoio. Comparativamente à utilização da válvula manual esta válvula automática permite automatizar o processo, reduzindo tempos mortos de preparação; e minimizar a influência do operador, reduzindo desta forma o erro associado ao operador. Ou seja, quando a válvula manual é acionada gera-se uma perturbação no sistema, que se traduz uma instabilização temporária de toda a tubagem que afeta os resultados obtidos posteriormente, esta perturbação é completamente eliminada com o uso da válvula automática.

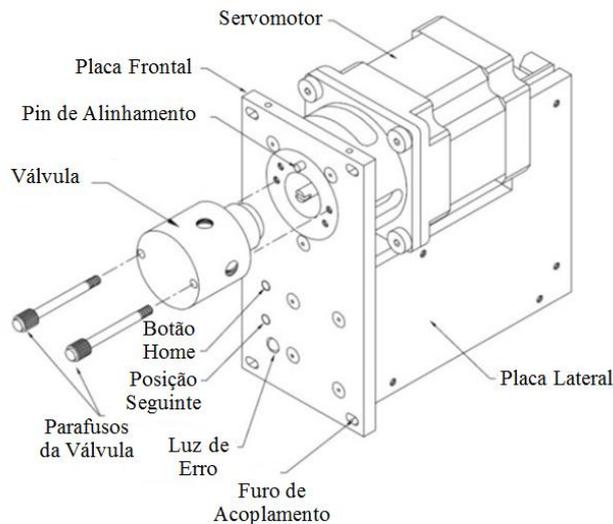


Figura 3.14 – Montagem de Intellect II (vista de frente) Adaptado [22]

Como ilustrado na Figura 3.14 acima, a *Intellect II* é essencialmente composta por dois componentes:

- Válvula de 5 vias
- Controlador com servomotor acoplado

Válvula de 5 vias

Este sistema automático permite acoplar vários tipos de válvulas. A válvula escolhida foi uma de 5 vias, sendo uma das vias fixa e uma selecionável de quatro possíveis. O funcionamento é idêntico ao da manual anteriormente utilizada. A via fixa da válvula, é conectada à saída da seringa do sistema gerador de caudal, sendo as restantes vias conectadas: ao reservatório de água, para enchimento automático das seringas; ao sistema de purga, de forma a eliminar as impurezas e bolhas de ar existentes na tubagem antes do início da medição; e ao sistema de recolha colocado na balança; a restante via fica sem utilização podendo mais tarde servir para outra função se assim se justificar.

Controlador com servomotor acoplado

O *Intellect II* é um instrumento programável de controlo direcional de precisão para fluidos, com memória de programa de usuário não-volátil e um sistema *input / output* (I / O). O *Intellect II* foi concebido com a flexibilidade e versatilidade necessária para atender a uma variedade de configurações. Pode ser utilizado de forma isolada como um controlador de suporte, ou integrado num sistema com as configurações necessárias. O módulo pode operar no controle de um simples circuito fechado, sem a necessidade de um controle externo para estabelecer uma direção ou num sistema mais complexo, como é o caso da aplicação no padrão de medição de micro caudais, onde é necessário inserir um conjunto de *inputs* que permitem o controlo direcional do fluido [22].

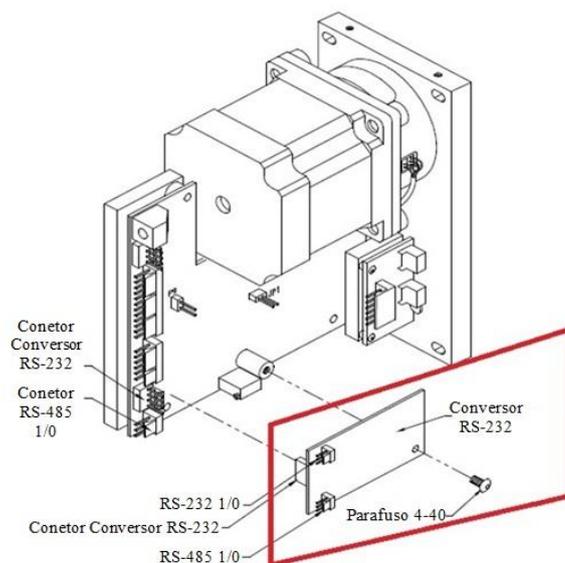


Figura 3.15 - Montagem de *Intellect II* (vista de trás), com RS -232 Converter Board em pormenor [22]

A ligação do módulo ao computador foi feita depois da aquisição de uma placa conversora denominada por conversor RS – 232, fornecida pelo fabricante, que através de um cabo RS – 232/USB permite a conexão por uma porta USB disponível no computador de apoio. A placa é destacada na Figura 3.15 a vermelho e, como ilustrado, é conectada ao módulo através de um conector específico para este efeito (Conector do conversor RS – 232), existente no módulo.

Para que seja possível controlar o *Intellect II* via computador, foi necessário instalar um *software* fornecido pela *Koehn*, denominado *Kloehn Control*, que permite toda a configuração e controlo da válvula. No Anexo II é disponibilizado o procedimento elaborado que contém o modo de configuração e de funcionamento, do *software Kloehn Control*, necessários para a utilização do *Intellect II*.

3.2.2.1 Modo Operatório da Válvula Instalada no Padrão de Medição de Micro Caudais

A válvula foi instalada para operar da forma descrita na Tabela 3.5 como é ilustrado na Figura 3.16.

Tabela 3.5 - Tabela de funções e posições da válvula

Posição física da Válvula	Posição correspondente no <i>Software</i>	Função
A	1	Purga
B	2	Sem função
C	3	Alimentação de Líquido de calibração
D	4	Ensaio

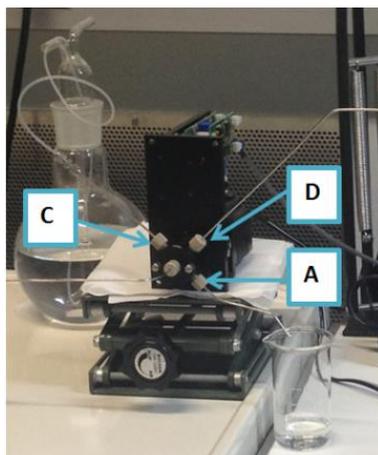


Figura 3.16 - Destaque das posições físicas com função da válvula automática

3.2.3 Sensor de Pressão

A instalação de um sensor de pressão *in line* (Figura 3.17), que permite medir a pressão interna da tubagem, foi uma aquisição que partiu da necessidade de averiguar a estabilidade da pressão feita pelo fluido de calibração quando todo o sistema está em carga. Esta necessidade está ligada ao facto de alguns dispositivos como caudalímetros, que são calibrados com este sistema, muitas vezes apresentarem pressões máximas de trabalho de apenas 1 bar.

Com este sistema é também possível verificar de forma intuitiva a possível existência de algum entupimento na secção da tubagem a jusante do sensor, já que se tal ocorrer verificar-se-á um consequente aumento da pressão interna exercida pelo fluido.

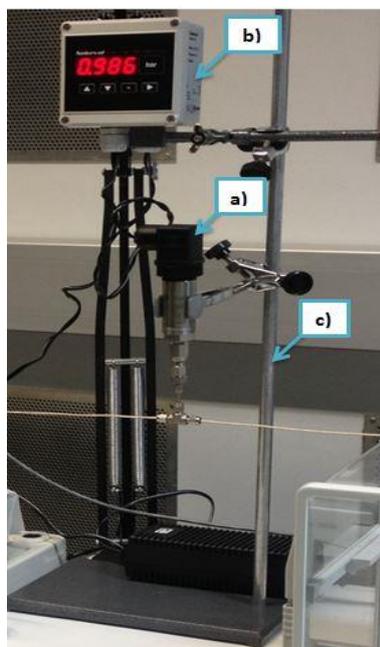


Figura 3.17 – Componentes do sensor de pressão

O sensor adquirido é composto por três componentes, como é visível na Figura 3.17:

- a) Sonda de medição de pressão para líquidos e gases da *GE*
- b) Mostrador da *Nokeval* com resolução 0.001 bar
- c) Sistema de suporte

Como ilustrado na Figura 3.17 a montagem do sensor de pressão foi feita com recurso a uma junção em T da *Swagelok*, na zona da tubagem posicionada depois de válvula, que direciona o fluxo para a balança onde é feito o registo da massa ao longo do tempo de ensaio.

Na Figura 3.18 é ilustrado um esboço da conexão do sensor de pressão ao T e deste ao sistema. Com esta solução, depois de se garantir que não se verificam fugas nas três junções do T, o fluxo continua a poder percorrer a tubagem até à balança, como indicado pelas setas a azul.

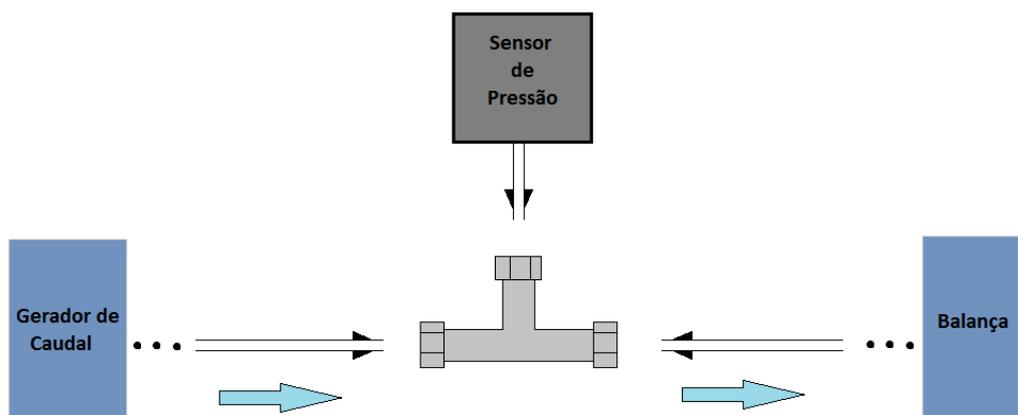


Figura 3.18- Esboço ilustrativo da conexão em T do sensor de pressão *In Line* com a tubagem do padrão

3.2.4 Sistema de Desgaseificação

Este sistema ilustrado na Figura 3.19 foi adquirido com o objetivo de substituir o sistema de tratamento de água por aquecimento e ultrassons.

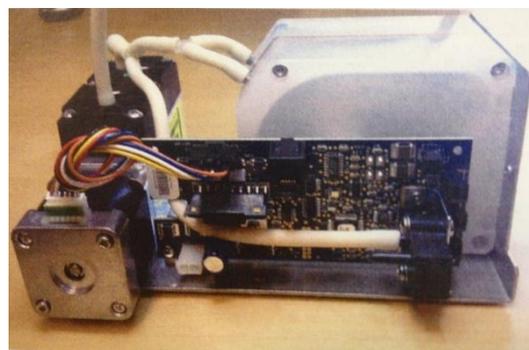


Figura 3.19 - Sistema de câmaras de desgaseificação em vácuo (*systemec*) [23]

Este sistema possui duas câmaras independentes de desgaseificação sob vácuo como a indicado na Figura 3.20. As câmaras contêm uma tubagem com configuração em bobina que contém uma membrana interna impermeável a água (*systemec AF Membrane*).

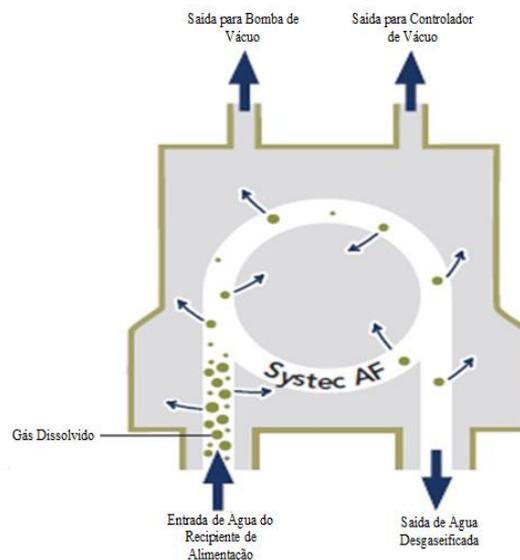


Figura 3.20 - Esquema de funcionamento interno do sistema de desgaseificação [23]

Os gases dissolvidos presentes na água são ativamente removidos quando uma corrente de água flui pelo sistema de bobinas. Este fenómeno de desgaseificação ocorre porque a bobina, constituída por uma membrana impermeável a água, se encontra dentro da câmara de vácuo, e como tal as partículas gasosas são forçadas a abandonar o fluxo à medida que este circula pelas espiras da bobina. Ao contrário da água que não pode atravessar através da tubagem devido a impermeabilidade da mesma. Como resultado no final da tubagem deste componente é obtida água sem partículas de gases dissolvidos, denominada água desgaseificada [23].

Este sistema permite uma maior eficiência e rapidez na eliminação das bolhas de ar contidas na água utilizada no sistema de medição de micro caudal.

3.3 Sistema Final

Neste capítulo são descritos sucintamente os constituintes dos sistemas padrão concebidos, no Anexo III encontra-se uma lista detalhada de todos componentes utilizados.

3.3.1 Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

A montagem final do Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h foi efetuada sendo o resultado final o sistema ilustrado na Figura 3.21 abaixo.



Figura 3.21 – Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Este Padrão é constituído por:

- Balança - *Mettler Toledo AX 26*, com resolução 10^{-6} g;
- Sistema de controlo da evaporação - *Evaporation trap*;
- Sistema de aquisição de dados - *Labview*;
- Computador de apoio;
- Sistema gerador de caudal - *Nexus 3000*;
- Seringas - Em aço inox ou em vidro;
- Tubagem - 1/16" em aço inox;
- Válvula automática - *Intellect II da Koehn*, 5 vias de 1/16";
- Sensor de pressão – *GE* com resolução 0,001 bar;
- Recipiente de recolha - Copo em vidro com capacidade de 6 mL;
- Recipiente de purga – Copo em vidro 100 mL;
- Reservatório de líquido de calibração - Balão volumétrico com água;
- Sistema de Desgaseificação – *Vacuum Degassing Chambers* da *Systec*.

3.3.2 Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

A montagem final do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h foi efetuada sendo o resultado final o sistema ilustrado na Figura 3.22 abaixo.



Figura 3.22 – Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

Este padrão é constituído por:

- Balança - *Mettler Toledo XP 205*, com resolução 10^{-5} g;
- Sistema de aquisição de dados - *LabVIEW*;
- Computador de apoio;
- Sistema gerador de caudal - *Nexus 3000*;
- Seringas - Em aço inox ou em vidro
- Tubagem - 1/8" em aço inox;
- Válvula manual - *Swagelok*, 5 vias de 1/8";
- Sensor de pressão - *GE* com resolução 0.001 bar;
- Recipiente de recolha - Balão volumétrico em vidro com capacidade de 200 mL;
- Recipiente de purga - Copo em vidro 600 mL;
- Reservatório de líquido de calibração – Balão volumétrico com água

Nota: Este Padrão pode também operar com um sistema de degaseificação, da mesma forma que o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

3.4 Determinação do Caudal

O modelo de cálculo, que permite a determinação do caudal volúmico nos ensaios realizados com os sistemas Padrão de medição de micro caudais concebidos, é apresentado na Equação 2 abaixo, que relaciona a quantidade de volume de um fluido que atravessa uma determinada área por unidade de tempo. Este modelo é baseado na Equação 1, referente ao cálculo de determinação de Volume.

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} \left[\left((I_L - I_E) - (\delta m_{imp}) \right) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(T_0 - 20)] \right] + \delta Q_{evap} + \delta Q_{rep} \quad \text{Equação 2}$$

As grandezas da Equação 2 são descritas na Tabela 3.6 onde também são identificadas as unidades de medida utilizadas.

Tabela 3.6 - Grandezas da Equação 2 e respetivas unidades de medida possíveis

Grandeza	Descrição da Grandeza e Possível Unidade de Medida
Q	Caudal volúmico, em mL/s
t_f	Tempo final em segundos
t_i	Tempo inicial em segundos
I_E	Resultado da pesagem final, em g
I_L	Resultado da pesagem inicial, em g
δm_{imp}	Impulsão em g
ρ_A	Massa volúmica do ar, em g/mL
ρ_B	Massa volúmica de referência das massas da balança, em g/mL
ρ_w	Massa volúmica da água, em g/mL
T_0	Temperatura da água utilizada no procedimento experimental, em °C
γ	Coefficiente de expansão térmica do material de que é feita a tubagem, /°C
δQ_{evap}	Evaporação, em mL
δQ_{rep}	Repetibilidade do ensaio, em mL/s

As fórmulas de cálculo da massa volúmica do ar e da água são apresentadas no Anexo IV.

4 Cálculo de Incertezas de Medição

4.1 Princípios da Avaliação da Incerteza de Medição

Para se proceder à avaliação da incerteza durante a calibração de instrumentos de medição é adotado um documento “*Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement*” – GUM [5], que estabelece os princípios e requisitos gerais para a avaliação da incerteza de medição. Sempre que se efetua uma medição existe um erro associado ao valor medido. Considera-se esse erro como a diferença entre o valor real e o valor obtido após as medições efetuadas. O valor medido deve então incluir a sua incerteza associada tal como as suas unidades correspondentes [5].

Considerando VR o verdadeiro valor da grandeza ou o valor de referência, e VM o valor medido, o erro ε é calculado pela Equação 3:

$$\varepsilon = VM - VR \quad \text{Equação 3}$$

Em trabalhos experimentais é praticamente inevitável que ocorram erros, sendo assim também impossível obter uma medida que iguale o valor real. Estes erros podem depender da imprecisão/rigor humano, dos instrumentos utilizados ou mesmo das condições experimentais e podem ser sistemáticos ou aleatórios. Os erros aleatórios são erros associados à dispersão das medidas em torno do valor real; são erros que não podem ser excluídos uma vez que não são controláveis, mas podem ser compensados através do tratamento dos dados. Erros sistemáticos são aqueles que afetam qualquer uma das medidas sempre no mesmo sentido, seja acima ou abaixo do valor real; por exemplo a má calibração de um aparelho de medição [24].

Este capítulo apresenta os passos para a avaliação da expressão da incerteza de medição.

4.1.1 Incerteza de Medição

A incerteza de medição é o parâmetro não-negativo que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza que são atribuídos à mensuranda a partir das informações usadas [6].

A incerteza é considerada como o grau de confiança associado à medição da mensuranda, i.e., quanto menor a incerteza mais credibilidade científica tem o valor medido.

Para se obter avaliação e estimativa da incerteza de uma medição geralmente usa-se o procedimento descrito no *GUM* [5] que enuncia os seguintes passos:

- Expressar em termos matemáticos a dependência da mensuranda Y em relação às grandezas de entrada x_i
- Listar todas os componentes de incerteza
- Avaliar o tipo de incerteza (A ou B)
- Calcular a incerteza-padrão para cada componente da incerteza
- Calcular os respectivos coeficientes de sensibilidade
- Avaliar a necessidade de cálculo das covariâncias
- Calcular a incerteza combinada
- Calcular o fator de expansão k
- Determinar a incerteza expandida

A mensuranda é a grandeza sujeitada à medição. Usualmente na calibração apenas se trabalha com uma mensuranda ou grandeza de saída Y , que depende de um determinado número de grandezas de entrada, $X_i (i=1,2,\dots,N)$ respeitando a relação da Equação 4:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad \text{Equação 4}$$

Todas as grandezas de entrada têm um valor de incerteza associada. Estas incertezas podem ser determinadas diretamente na medição, como avaliações baseadas na experiência e correções às indicações de instrumentos, ou decorrem de origens externas à medição, como as grandezas associadas aos padrões de medição calibrados [25].

4.1.2 Avaliação da Incerteza de Medição de Estimativas das Grandezas de Entrada

A avaliação da incerteza de medição é feita com base numa estimativa das grandezas de entrada que se dividem em duas categorias de avaliação, “tipo A” e “tipo B”, que são baseadas em distribuições de probabilidades.

A incerteza de medição compreende em geral muitas componentes. Algumas destas podem ser estimadas por uma avaliação de tipo A da incerteza de medição, a partir da distribuição estatística dos valores da grandeza em séries de medições e podem ser caracterizadas por desvios-padrão. Outras, que podem ser estimadas por uma avaliação de tipo B da incerteza de medição, podem também ser caracterizadas por desvios padrão avaliados através de funções de densidade de probabilidade baseadas na experiência ou outras informações [6].

4.1.2.1 Avaliação de Tipo A da Incerteza-padrão

O método de tipo A é a avaliação de uma componente da incerteza de medição através de análise estatística dos valores medidos obtidos nas condições de medição especificadas [6].

A análise estatística é efetuada através do desvio-padrão experimental da média de uma série de observações decorrente do cálculo da média ou da análise de uma regressão matemática.

A avaliação do tipo A da incerteza-padrão pode ser aplicada nas condições de repetibilidade de uma das grandezas de entrada X_i com o número de observações ($n > 1$) independentes, adquiridas sob as mesmas condições de medição, com a obtenção da estimativa da grandeza \bar{q} , utilizando a média aritmética das observações q_j ($j=1, 2, \dots, n$) (Equação 5) [5].

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j \quad \text{Equação 5}$$

A raiz quadrada da variância experimental $s(q)$, das observações (Equação 6) é o desvio-padrão experimental, que estima a variância correspondente da distribuição de probabilidades, caracterizando a dispersão do valor da média de grandeza de entrada \bar{q} [5].

$$s(q) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2} \quad \text{Equação 6}$$

A incerteza-padrão $u(x_i)$ da estimativa da grandeza \bar{q} de entrada é o desvio-padrão experimental da média (Equação 7).

$$u(x_i) = s(\bar{q}) \quad \text{Equação 7}$$

4.1.2.2 Avaliação de Tipo B da Incerteza-padrão

O método de tipo B é a avaliação de uma componente da incerteza de medição por outros processos que não os da análise estatística de séries de observações [6].

A incerteza-padrão associada $u(x_i)$ é avaliada por apreciação científica baseada em toda a informação disponível sobre a variabilidade possível de X_i das quais podemos incluir as seguintes [5]:

- Dados de medições prévias;
- Experiência de/ou conhecimento geral do comportamento da mensuranda da instrumentação, das propriedades de materiais e das técnicas de medição;
- Dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados;
- Especificações de fabricantes;
- Incertezas atribuídas a dados de referência obtidas em manuais ou outras publicações.

Para diferentes tipos de valores aplicam-se diferentes distribuições de probabilidades, como por exemplo: Distribuição normal, Distribuição retangular, Distribuição triangular.

4.1.2.2.1 Distribuição Normal

Quando a estimativa x_i é retirada de certificados de calibração, especificações de fabricantes ou de outras incertezas padrão, a incerteza é obtida através da divisão desse valor de incerteza pelo valor do fator de expansão, k . A incerteza-padrão é calculada pela Equação 8 [5]:

$$u(x_i) = \frac{\text{incerteza}}{k} \quad \text{Equação 8}$$

Este tipo de distribuição é ilustrado na Figura 4.1 abaixo.

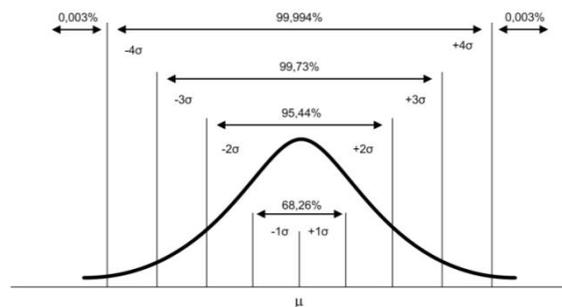


Figura 4.1 - Distribuição normal

4.1.2.2.2 Distribuição Retangular

Este tipo de distribuição, ilustrada na Figura 4.2, utiliza-se quando se tem conhecimento insuficiente e é possível estimar os valores dos limites superior e inferior a_+ e a_- da grandeza X_i sendo a incerteza-padrão obtida pela Equação 9 [5]:

$$u(x_i) = \frac{(a_+ - a_-)}{\sqrt{12}} \quad \text{Equação 9}$$

No caso de a diferença entre os valores limites ser 2, i.e., os valores são simétricos então a Equação 9 transforma-se na Equação 10:

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 10}$$

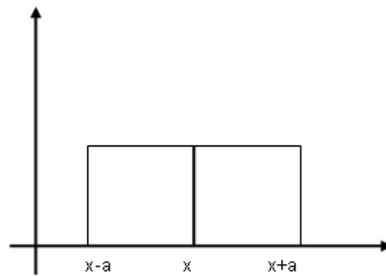


Figura 4.2 - Distribuição retangular

4.1.2.2.3 Distribuição Triangular

Quando conhecido *a priori* que os valores centrais da grandeza são mais prováveis que os valores limites, deverá ser usada uma distribuição triangular, ilustrada na Figura 4.3 abaixo [5]:

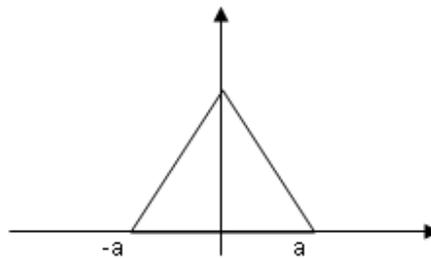


Figura 4.3 - Distribuição triangular

A incerteza-padrão é então definida pela Equação 11.

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad \text{Equação 11}$$

4.1.3 Incerteza-Padrão da Mensuranda (Grandeza de Saída)

Quando as grandezas de entrada não estão correlacionadas entre si, i.e., são independentes entre si, a incerteza-padrão da estimativa da grandeza de saída y obtém-se através da Equação 12 [5]:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N u_i^2(y) \quad \text{Equação 12}$$

Sendo então a grandeza $u_i(y)$ a contribuição para a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de saída y :

$$u_i(y) = c_i u(x_i) \quad \text{Equação 13}$$

Onde x_i é a incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de entrada e c_i é o coeficiente de sensibilidade associado a x_i . O coeficiente de sensibilidade c_i descreve como a estimativa de grandeza de saída y é influenciada por cada uma das estimativas de entrada x_i [5].

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \quad \text{Equação 14}$$

No caso de as grandezas de entrada serem correlacionadas, deve ter-se em conta as covariâncias associadas, considerando-as como uma contribuição adicional para a incerteza. A lei de propagação de incerteza para estes casos é dada pela Equação 15 [5]:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N c_i c_j u(x_i, x_j) + \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N (1/2 c_{ij}^2 + c_{ij}) u^2(x_i) u^2(x_j) \quad \text{Equação 15}$$

4.1.4 Incerteza de Medição Expandida

A incerteza de medição expandida U é obtida mediante a multiplicação da incerteza-padrão da grandeza de saída, $u(y)$, por um fator de expansão k [5].

A Equação 16 expressa a fórmula de cálculo que permite obter a incerteza expandida.

$$U = k u(y) \quad \text{Equação 16}$$

Para obter o fator de expansão adequado é necessário determinar os seus graus de liberdade efectivos, tendo em conta a fiabilidade da incerteza-padrão $u_c(y)$. Os graus de liberdade efectivos, v_{ef} calculam-se através da fórmula de *Welch-Satterhwaite* expressa na Equação 17 [5]:

$$v_{ef} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{v_i}} \quad \text{Equação 17}$$

Em que $u_i(y)$ definido na Equação 17, são contribuições para a incerteza-padrão da estimativa de saída y , resultantes das incertezas-padrão das estimativas de entrada x_i [5]:

Para uma dada incerteza-padrão dos valores de entrada $u(\bar{q})$ obtida por uma avaliação de tipo A, o número de graus de liberdade efectivos é dado por $v_i = n - 1$. No caso de a avaliação ser de tipo B, torna-se mais difícil estimar os graus de liberdade. Contudo, se por exemplo, são definidos limites a e a_+ , que são habitualmente escolhidos de forma a que a probabilidade da grandeza em questão

que está fora destes limites seja extremamente pequena, então os graus de liberdade são assumidos como $\nu_i \rightarrow \infty$ [5].

Através da Tabela 4.1 numa distribuição *t*-student é possível obter-se a relação do fator de expansão *k*, com os graus de liberdade, ν_{ef} . Se ν_{ef} calculado não for inteiro, o que geralmente acontece, deve truncar-se ν_{ef} para o inteiro imediatamente inferior [5].

Tabela 4.1 - Relação graus de liberdade e fator de expansão [5]

ν_{ef}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
<i>k</i>	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00

Nos certificados de calibração, o resultado completo da medição consiste na estimativa *y* da mensuranda e na incerteza expandida associada *U* expresso na forma $y \pm U$ [5].

Desta forma o resultado de uma medição *Y* é expresso segundo o modelo da Equação 18.

$$Y = y \mp U \quad \text{Equação 18}$$

4.2 Determinação da Incerteza de Medição do Padrão para Medição de Micro Caudal

Para a realização de medições de caudal com os padrões concebidos, foi necessário determinar a incerteza da medição, com base nos princípios de avaliação da incerteza descritos no capítulo 4.1 acima, para que desta forma se possa efetuar uma correta análise e discussão de resultados desenvolvida no capítulo 6.

4.2.1 Parâmetros que Influenciam a Medição

Posteriormente à conceção dos padrões de medição de micro caudal de líquidos no laboratório de volume foram identificadas as possíveis fontes de incerteza que influenciam os resultados de uma medição de caudal. As fontes de incerteza identificadas são descritas ao longo deste subcapítulo.

Pesagem

Sendo que ambos os padrões permitem o cálculo de caudal através que um método baseado no método gravimétrico, a diferença entre as pesagens é um dos passos fulcrais do procedimento experimental adotado. Os resultados da pesagem podem então ser influenciados por fatores como a: sensibilidade da balança, resolução da balança, calibração da balança, classe e as massas volúmica dos pesos utilizados.

Temperatura da água

A temperatura da água influencia a determinação da massa volúmica, como tal esta deve ser medida com rigor antes dos ensaios experimentais [26].

Massa volúmica da água

Através da massa volúmica do líquido utilizado nos ensaios experimentais (tipicamente água), a massa medida pode então ser convertida em volume. Este valor pode ser obtido através da literatura [27] ou medido com instrumentos apropriados [26].

Condições ambientais

As condições ambientais do laboratório têm uma influência direta na determinação da massa volúmica do ar e têm ainda influência na evaporação [26].

Características do padrão utilizado

Características como coeficiente de expansão do material devem ser consideradas [26].

Tempo

Para o cálculo do caudal, o tempo é também um parâmetro fundamental e que influencia diretamente no resultado final, uma vez que caudal é a expressão da variação do volume por unidade de tempo.

Evaporação

No estudo de micro caudais a evaporação tem regularmente uma grande influência no resultado final das medições efetuadas. Este parâmetro pode ser afetado pela temperatura da água, pelas condições ambientais do laboratório, pelo recipiente de recolha utilizado e pela envolvente deste recipiente.

Impulsão

A força de impulsão exercida pelo tubo, quando imerso, é um parâmetro que deve ser tido em conta uma vez que influencia os resultados das medições efetuadas.

4.2.2 Modelo de Cálculo de Caudal

O modelo de cálculo de caudal que está associado à determinação da incerteza do caudal volúmico em ambos os padrões é baseado na Equação 2 descrita anteriormente e apresentada abaixo, na Equação 19 com o respetivo desenvolvimento.

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} \left[\left((I_L - I_E) \times \left(1 - \left(\frac{D_{tube}}{D_{tank}} \right)^2 \right) \right) \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) \times [1 - \gamma(T_0 - 20)] \right] + \delta Q_{evap} + \delta Q_{rep} \quad \text{Equação 19}$$

As fontes de incerteza presentes no modelo de cálculo apresentado são referidas na Tabela 4.2 onde também é descrito o tipo de avaliação efetuado, que conduz à determinação da incerteza padrão de cada componente.

Tabela 4.2 – Fontes de incerteza do modelo de cálculo utilizado para determinação de caudal

Fonte de Incerteza	Incerteza Padrão	Avaliação Tipo	Distribuição
Massa final:	$u(I_L)$	-	-
↻ Resolução da balança	R_{bal}	B	Retangular
↻ Incerteza da balança	$u(bal)$	B	Normal
Massa inicial:	$u(I_E)$	-	-
↻ Resolução da balança	R_{bal}	B	Retangular
↻ Incerteza da balança	$u(bal)$	B	Normal
Impulsão:	δm_{imp}	-	-
↻ Incerteza do paquímetro	$u(Paq)$	B	Retangular
Massa volúmica da água	$u(\rho_w)$	B	Retangular
Massa volúmica do ar	$u(\rho_A)$	B	Retangular
Massa volúmica das massas	$u(\rho_B)$	B	Retangular
Temperatura	$u(T)$	-	-
↻ Gradiente	ΔT	B	Retangular
↻ Incerteza do termómetro	$u(term)$	B	Normal
↻ “Drift”	δT	B	Retangular
Coefficiente de expansão térmica	$u(\gamma)$	B	Retangular
Evaporação	$u(\delta Q_{evap})$	B	Retangular
Repetibilidade	$u(\delta Q_{rep})$	A	Normal
Tempo	$u(t)$	A	Normal

4.2.3 Incertezas Padrão Associadas às Grandezas de Entrada

4.2.3.1 Incerteza Associada à Massa Final

$$u(I_L) = \left[\left(\frac{U(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [g]} \quad \text{Equação 20}$$

Onde $U(bal)$ corresponde à incerteza expandida da balança e R_{bal} à resolução da balança.

4.2.3.2 Incerteza Associada à Massa Inicial

$$u(I_E) = \left[\left(\frac{U(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left(\frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ [g]} \quad \text{Equação 21}$$

Onde $U(bal)$ corresponde à incerteza da balança expandida e R_{bal} à resolução da balança.

4.2.3.3 Incerteza Associada à Impulsão

$$u(\delta m_{imp}) = \left((I_L - I_E) \times (u(paquímetro)) \times \left(\frac{D_{tubo}}{D_{tank}^2} \right) \times \left[1 - \frac{D_{tubo}^2}{D_{tank}^2} \right]^{1/2} \right) \text{ [g]} \quad \text{Equação 22}$$

Onde $u(paquímetro)$ corresponde à incerteza padrão do paquímetro utilizado para medir os diâmetros D_{tubo} e D_{tank} ; I_L e I_E correspondem a massa final e inicial respetivamente.

4.2.3.4 Incerteza Associada à Massa Volúmica da Água

$$u(\rho_w) = \frac{(\rho_w(T+u_{term}) - \rho_w(T-u_{term}))/2}{\sqrt{3}} \text{ [g/mL]} \quad \text{Equação 23}$$

Onde u_{term} é a incerteza do termómetro indicada no certificado de calibração [28].

4.2.3.5 Incerteza Associada à Massa Volúmica do Ar

$$u(\rho_a) = \frac{0.0000005}{\sqrt{3}} \text{ [g/mL]} \quad \text{Equação 24}$$

Nota: O valor indicado só poderá ser utilizado se o laboratório estiver a determinadas condições de temperatura, humidade e pressão [29], i.e., pressão atmosférica de 940 hPa a 1080 hPa, temperatura de 18 °C a 30 °C e humidade inferior a 80% [28].

4.2.3.6 Incerteza-Padrão Associada à Massa Volúmica das Massas

$$u(\rho_b) = \frac{u(\rho_{mbal})}{\sqrt{3}} \quad \text{Equação 25}$$

Onde ρ_{mbal} é a incerteza da massa volúmica das massas de ajuste da balança descritas no certificado de calibração das massas ou na OIML R111 [30]

4.2.3.7 Incerteza Associada à Temperatura

$$u(T) = \left[\left(\frac{U(term)}{2} \right)^2 + \left(\frac{\delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left(\frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [^\circ\text{C}] \quad \text{Equação 26}$$

Onde $U(term)$ corresponde à incerteza expandida do termómetro; δt a possível *drift* após a calibração; ΔT ao gradiente térmico e diferenças da temperatura média da água [28].

4.2.3.8 Incerteza-Padrão Associada ao Coeficiente de Expansão Térmica Cúbico do Material

$$u(\gamma) = \frac{5\% \gamma}{\sqrt{3}} [^\circ\text{C}] \quad \text{Equação 27}$$

Onde γ é o coeficiente de expansão térmica cúbico do material ($^\circ\text{C}^{-1}$) [28].

4.2.3.9 Incerteza Associada à Evaporação

$$u(\delta Q_{evap}) = \frac{\Delta Q_E}{\sqrt{3}} [\text{mL}] \quad \text{Equação 28}$$

Onde ΔQ_E é a variação da evaporação. Valor determinado experimentalmente [28].

4.2.3.10 Incerteza Associada à Repetibilidade

$$u(\delta Q_{rep}) = \frac{s(Q_0)}{\sqrt{n}} [\text{mL/h}] \quad \text{Equação 29}$$

Onde $s(Q_0)$ é o desvio padrão da media de uma série de resultados e n o número de ensaios.

4.2.3.11 Incerteza Associada ao Tempo

$$u(t) = 1,00 \times 10^{-6} [s] \quad \text{Equação 30}$$

4.2.4 Coeficientes de Sensibilidade

Foi então desenvolvido o cálculo dos coeficientes de sensibilidade para cada grandeza incluída no modelo de cálculo de caudal dado pela Equação 2. Com o intuito de facilitar a apresentação do cálculo dos fatores de sensibilidade foi realizada uma simplificação da Equação 2, tendo-se obtido a Equação 31 abaixo ilustrada.

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} [m \times A \times B \times C] + \delta Q_{evap} + \delta Q_{rep}$$

Equação 31

$$\text{Tendo em conta que: } \begin{cases} m = (I_L - I_E) - (\delta m_{imp}) \\ A = \frac{1}{\rho_w - \rho_A} \\ B = \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) \\ C = [1 - \gamma(T_0 - 20)] \end{cases}$$

Os coeficientes de sensibilidade para cada grandeza incluída no modelo de cálculo de caudal são então apresentados nas equações que se seguem.

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial I_L}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C$$

Equação 32

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial I_E}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C$$

Equação 33

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial m_{imp}}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times A \times B \times C$$

Equação 34

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_w}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times B \times C \times \frac{1}{(\rho_w - \rho_A)^2}$$

Equação 35

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_A}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times m \times C \times \left[\frac{1}{(\rho_w - \rho_A)^2} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) - \left(\frac{1}{\rho_B} \times \frac{1}{\rho_w - \rho_A}\right) \right]$$

Equação 36

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_B}\right) = \frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times C \times \frac{\rho_A}{\rho_B^2}$$

Equação 37

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial T_0}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times B \times \gamma$$

Equação 38

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \gamma}\right) = -\frac{1}{t_f - t_i} \times m \times A \times B \times (T_0 - 20)$$

Equação 39

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \delta Q_{evap}}\right) = 1$$

Equação 40

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial \delta Q_{rep}}\right) = 1$$

Equação 41

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial t_i}\right) = \frac{(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)^2}$$

Equação 42

$$\left(\frac{\partial Q}{\partial t_f}\right) = \frac{-(m \times A \times B \times C)}{(t_f - t_i)^2}$$

Equação 43

4.2.5 Incerteza Combinada da Grandeza de Saída

Após a identificação das incertezas padrão e o cálculo dos fatores de sensibilidade foi procedido o cálculo da incerteza combinada da grandeza de saída Q .

A Equação 44 representa a incerteza combinada para o modelo de cálculo do caudal.

$$u(Q) = \left[\begin{aligned} &\left(\frac{\partial Q}{\partial I_L}\right)^2 u^2(I_L) + \left(\frac{\partial Q}{\partial I_E}\right)^2 u^2(I_E) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta m_{imp}}\right)^2 u^2(\delta m_{imp}) \\ &+ \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_w}\right)^2 u^2(\rho_w) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_A}\right)^2 u^2(\rho_A) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_B}\right)^2 u^2(\rho_B) \\ &+ \left(\frac{\partial Q}{\partial \gamma}\right)^2 u^2(\gamma) + \left(\frac{\partial Q}{\partial T}\right)^2 u^2(T) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta_{evap}}\right)^2 u^2(\delta Q_{evap}) \\ &+ \left(\frac{\partial Q}{\partial t_f}\right)^2 u^2(t_f) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_i}\right)^2 u^2(t_i) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta_{rep}}\right)^2 u^2(\delta Q_{rep}) \end{aligned} \right]^{\frac{1}{2}} \quad \text{Equação 44}$$

4.2.6 Incerteza Expandida da Grandeza de Saída

A incerteza expandida obtém-se através da incerteza combinada quando multiplicada pelo fator de expansão k . A fórmula de cálculo da incerteza expandida é expressa pela Equação 45, que tem como base a Equação 15 referida anteriormente.

$$U(Q) = u(Q) \times k \quad \text{Equação 45}$$

A determinação do fator de expansão k é feita como referido de forma genérica no subcapítulo 4.1.4.

5 Métodos Experimentais Utilizados

Neste capítulo serão referidos e descritos os métodos experimentais de calibração de diferentes instrumentos volumétricos, dando destaque aos referentes procedimentos que fizeram parte da formação ao longo do estágio, bem como aos procedimentos adotados para a utilização dos vários componentes do padrão de medição de micro caudais e de sistemas infusores de fluidos automáticos, utilizados na indústria hospitalar. É também feita a descrição detalhada dos ensaios de evaporação, bem como a descrição do método de calibração de balanças.

5.1 Padrões de Trabalho Utilizados

Neste subcapítulo é feita a descrição de todos os padrões de trabalho utilizados nos diferentes métodos experimentais mencionados ao longo deste capítulo.

i. Balança [12]

A balança utilizada tem de ter o alcance, incerteza e a resolução adequada ao intervalo de medição. Tem de estar devidamente calibrada de acordo com o procedimento para calibração de balanças, existente no laboratório.

ii. Líquido de Calibração [12]

O líquido de calibração utilizado no LVO é água, devido às suas características e ao facto de ser economicamente acessível. A água utilizada para efetuar as calibrações tem de possuir uma pureza adequada (a sua condutividade elétrica deve ser inferior a $5,0 \mu\text{S/cm}$), devendo ser pelo menos destilada.

iii. Termómetro [12]

Os termómetros utilizados para medir a temperatura da água e do ar devem ter o alcance adequado ao intervalo de medição, devem possuir uma resolução igual ou inferior $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$, uma incerteza igual ou inferior a $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ e estar devidamente calibrados.

iv. Higrómetro [12]

O higrómetro é utilizado para a medição da humidade do ar, tem de estar devidamente calibrado, devendo possuir uma resolução igual ou inferior a 1 % e incerteza igual ou inferior 5%.

v. Barómetro [12]

O barómetro é utilizado para a medição da pressão atmosférica, deve estar devidamente calibrado, possuir uma resolução inferior ou igual a 1 hPa e uma incerteza inferior ou igual a 2 hPa.

vi. Cronómetro [12]

O cronómetro utilizado deve ter uma resolução inferior a 1 s e deve estar devidamente calibrado.

vii. Recipiente de pesagem

O recipiente de pesagem deve ter uma capacidade adequada à quantidade de água a pesar.

viii. Sensor de Pressão

O sensor de pressão instalado nos padrões de medição de micro caudais, que permite medir a pressão interna da tubagem, deve estar devidamente calibrado, possuir uma resolução adequada e deve ser adequado para medir pressões de líquidos.

ix. Gerador de Caudal

O gerador de caudal, utilizado nos ensaios com os padrões de medição de micro caudais, pode ser constituído por um sistema de caudal contínuo ou por um sistema gerador de caudal como o adotado (*Nexus 3000*), que permite laborar em dois modos, enchimento “*withdraw*” ou infusão “*infusion*”. A capacidade da seringa deve ser escolhida em função do caudal desejado.

x. Massas Padrão [31]

As massas padrão utilizadas têm classes de exatidão E2, F1 e F2 e M1 e devem estar devidamente calibradas.

5.2 Calibração de Instrumentos Volumétricos pelo Método Gravimétrico

5.2.1 Definições Gerais

Coefficiente de expansão térmica do material – Valor que representa a variação do volume de um determinado material com a temperatura, a uma pressão constante [12].

Gravimetria – Método de determinação da massa de água escoada ou contida no instrumento a calibrar [12].

Massa – No Sistema Internacional, a unidade da grandeza base massa é o quilograma, kg. Para pequenas massas deve utilizar-se o seu submúltiplo, o grama, g [12].

Massa volúmica (*density ou specific gravity*) de um líquido – Razão entre a massa de dado volume de líquido e esse volume a uma dada temperatura. Depende da natureza do líquido, da pressão e da temperatura. Exprime-se em kg/m³ ou g/cm³ (g/mL) e o seu símbolo é “ ρ ” [12].

Nota: 1 g/mL = 1000 kg/m³

Material “In” – Material marcado para conter, i.e., recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente contém, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência [12].

Material “Ex” – Material marcado para escoar, i.e., recipiente cuja capacidade é igual ao volume de água que esse recipiente escoar, à temperatura de referência, quando é cheio até ao seu traço de referência e depois escoado [12].

Material Volumétrico – Material usado na medição de volumes [12].

Menisco – Interface entre o ar e o líquido a ser medido [12].

Temperatura (de referência) – A temperatura de referência para a calibração dos materiais volumétricos é de (20 ± 3) °C. As técnicas descritas aplicam-se a calibrações a essa temperatura. Caso se trabalhe a temperaturas diferentes é necessário fazer a respetiva correção [12].

Tempo de espera – Período de tempo que é necessário esperar depois do escoamento total do instrumento (pipetas de escoamento total) ou antes do acerto final do menisco (buretas e pipetas de escoamento diferencial) [12].

Tolerância ou Erro Máximo Admissível – Parâmetro que indica os limites de variação máxima (superior e inferior) da medida nominal especificada [12].

Valor nominal – Volume indicado no traço de referência [12].

Volume – No Sistema Internacional, a unidade da grandeza derivada volume é o metro cúbico, m³. Para pequenos volumes deve utilizar-se o seu submúltiplo, o centímetro cúbico, cm³, ou a unidade equivalente, o mililitro, mL [12].

5.2.2 Padrões de Trabalho

- Balança
- Líquido de calibração
- Termómetro
- Higrómetro
- Barómetro
- Cronómetro

5.2.3 Condições de Referência

Condições ambientais

As condições ambientais do laboratório durante um ensaio experimental devem ser as seguintes [12]:

- Humidade entre 30 % e 85 %.
- Temperatura ambiente controlada entre 17 °C e 23 °C.
- Pressão atmosférica entre 920 hPa e 1080 hPa.
- A temperatura da água deve estar à temperatura ambiente e não deve variar mais de 0,5 °C durante o ensaio.

Nota: Para equipamentos de volume inferior a 10 mL a humidade deve ser superior a 50%.

Estabilização da temperatura

Outro fator muito importante a ter em conta é a estabilização da temperatura, pois é necessário que a água contida no instrumento a calibrar esteja à mesma temperatura que esse instrumento.

Para garantir a estabilização é necessário que o instrumento a calibrar, bem como a água que se vai utilizar na sua calibração, sejam colocados numa sala de pesagem com uma temperatura controlada a (20 ± 3) °C, 12 horas antes da realização dessa calibração, para que se atinja o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente.

Um dos fatores cruciais para garantir a exatidão das calibrações realizadas é uma correta medição da temperatura da água, pelo que essa medição tem de ser feita de forma muito cuidadosa e utilizando os termómetros adequados.

5.2.4 Modo Operatório

Limpeza dos recipientes

Para que seja possível a obtenção de resultados exatos, todos os recipientes antes da sua utilização, devem ser devidamente limpos com água ou, se necessário, com recurso a detergentes. Depois da limpeza deve ser feita uma correta secagem dos recipientes. Caso o recipiente seja necessário imediatamente após a sua limpeza, a secagem pode ser realizada com recurso a um sistema de ar comprimido, que acelera este processo [12].

Ajuste do menisco

Um ajuste bem feito e uma leitura correta do menisco são fatores cruciais para garantir a exatidão dos resultados obtidos [12].

O ajuste do menisco deve ser realizado de forma a que o seu ponto inferior fique horizontalmente tangente ao plano superior da linha de referência ou traço de graduação do equipamento, como ilustrado na Figura 5.1 do lado esquerdo. Para um correto ajuste do menisco o operador deve manter o plano de visão coincidente com traço de referência, evitando assim situações como a ilustrada na Figura 5.1 no lado direito.

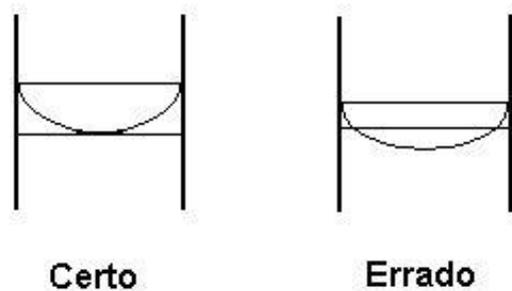


Figura 5.1 - Ajuste correto do menisco com um traço de referência à esquerda; e ajuste errado à direita [32]

Manuseamento do equipamento

O manuseamento dos instrumentos volumétricos deve ser feito com luvas de algodão limpas ou luvas descartáveis. Durante um ensaio experimental o manuseamento dos instrumentos deve ser evitado ao máximo, visto que no contacto entre o operador e esses instrumentos ocorre transferência de energia calorífica, aumentando ligeiramente a temperatura do instrumento. Este aumento de temperatura deve ser evitado para se garantir a obtenção de bons resultados [12].

Pesagem

A pesagem é uma das operações mais importantes na calibração de instrumentos volumétricos por gravimetria, visto que é nesta etapa procedimental que se obtém o valor da massa de água contida no instrumento a calibrar.

O método gravimétrico utiliza um procedimento com duas pesagens para obter o valor da massa de água contida ou escoada pelo instrumento a calibrar. Uma das pesagens é realizada com o instrumento vazio e seco e outra com o instrumento cheio de água até ao traço de referência, como é esquematizado na Figura 5.2. A diferença das duas pesagens dá-nos a massa de água contida no recipiente, que é depois convertida em volume utilizando a Equação 1 contida na norma NP EN ISO 4787.

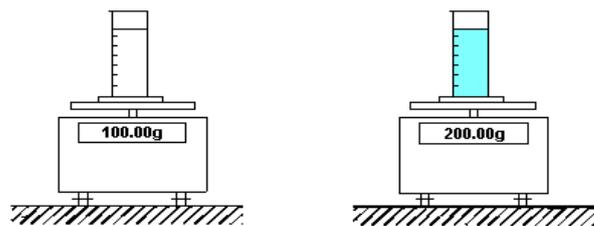


Figura 5.2 – Esquema ilustrativo do procedimento do método gravimétrico; à esquerda pesagem do recipiente vazio e à direita pesagem do recipiente cheio até ao traço de referência [32]

Para se obter o valor da massa de líquido são realizados 10 ensaios e o valor médio desses ensaios é utilizado como valor convencionalmente verdadeiro.

5.2.5 Procedimentos Experimentais de Calibração de Instrumentos Volumétricos, Pelo Método Gravimétrico, no Laboratório de Pequenos Volumes

Como já referido, no subcapítulo 5.1, referente aos padrões de trabalho, todos os equipamentos aqui utilizados devem estar devidamente calibrados e devem possuir o alcance, incerteza e resolução adequada ao intervalo de medição que se necessita [12].

5.2.5.1 Instrumentos Volumétricos para Conter “In”

Balão Volumétrico (Figura 5.3)

Na Figura 5.3 são ilustrados os balões volumétricos calibrados com o procedimento abaixo descrito [12].



Figura 5.3 – Balões volumétricos [33]

1. Pesar o balão perfeitamente limpo, devidamente seco e vazio;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório, para se obter a densidade do ar;
3. Colocar o balão numa superfície plana e horizontal e enchê-lo com água, até ligeiramente abaixo do traço de referência;
4. Medir a temperatura da água, registá-la e ajustar convenientemente o menisco;
5. Verificar que não existem gotas de água aderentes às paredes exteriores do balão ou às paredes internas acima do traço de referência;
6. Pesar o balão cheio e registar o valor da massa;
7. Retirar a quantidade de água suficiente para que o menisco fique ligeiramente abaixo do traço de referência;
8. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 3 a 7.

Proveta (Figura 5.4)

Na Figura 5.4 são ilustrados alguns exemplos das Provetas de vidro calibradas com o procedimento abaixo descrito [12].



Figura 5.4 - Provetas de vidro [34]

1. Pesar a proveta perfeitamente limpa e devidamente seca e vazia;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório, para se obter a densidade do ar;
3. Colocar a proveta numa superfície plana e horizontal e enchê-la com água, até ligeiramente abaixo do traço de referência;
4. Medir a temperatura da água, registá-la e ajustar convenientemente o menisco;
5. Verificar que não existem gotas de água aderentes às paredes exteriores da Proveta ou às paredes internas acima do traço de referência;
6. Pesar a proveta cheia e registar o valor da massa;
7. Retirar a quantidade de água suficiente para que o menisco fique ligeiramente abaixo do traço de referência;
8. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 3 a 7.

Picnómetro (Figura 5.5)

Na Figura 5.5 é ilustrado um exemplo de um picnómetro calibrado com o procedimento abaixo descrito [12].



Figura 5.5 – Picnómetro

1. Pesar o picnómetro (incluindo a tampa, rolha ou cabeça), perfeitamente limpo, seco e vazio;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para se obter a densidade do ar;
3. Colocar o picnómetro numa superfície plana e horizontal e enchê-lo até ao topo;
4. Medir a temperatura da água e registá-la;
5. Colocar corretamente a tampa, não aplicando movimentos de rotação ou pressão elevada e assegurando-se que não ficam aprisionadas quaisquer bolhas de ar;
6. A tampa deve encaixar devido ao próprio peso, levando a que o excesso de água transborde através do orifício;
7. Manusear o picnómetro o mínimo de tempo possível para evitar qualquer sobreaquecimento que aumente a quantidade de líquido que transborda através do orifício;
8. Remover o excesso de água que transborde através do orifício da tampa, limpando-a com papel absorvente, (tendo o cuidado de evitar que a água suba por capilaridade do interior do picnómetro e seja absorvida pelo papel), deixando o picnómetro cheio exatamente até ao topo do orifício;
9. Pesar o picnómetro com a água e registrar o valor da massa (o picnómetro deve ser pesado imediata e rapidamente, para evitar perdas por evaporação);
10. Retirar uma pequena parte da água;
11. Repetir mais 9 vezes os procedimentos 3 a 10.

5.2.5.2 Instrumentos Volumétricos para Escoar “Ex”

Pipeta graduada de escoamento total (Figura 5.6)

Na Figura 5.6 é ilustrado um exemplo de uma pipeta graduada calibrada com o procedimento abaixo descrito [12].

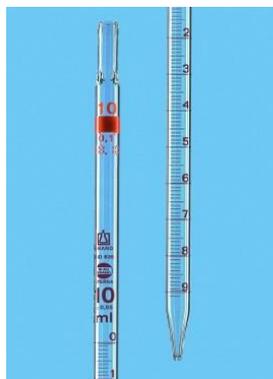


Figura 5.6 - Pipeta graduada de escoamento total [35]

1. Pesar o recipiente de pesagem (incluindo a tampa), perfeitamente limpo, vazio e seco;
2. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar do laboratório para obtermos a densidade do ar;
3. Colocar a água com que se vai calibrar o instrumento num recipiente apropriado e registar a temperatura da mesma;
4. Mantendo a pipeta numa posição vertical, mergulhá-la na água e enchê-la por aspiração (utilizando uma “pompette”) até ligeiramente acima do traço de referência (ou do traço correspondente ao volume que se deseja calibrar);
5. Remover quaisquer gotas aderentes ao exterior da pipeta, limpando-a num movimento descendente com papel absorvente e ajustar o menisco;
6. Eliminar qualquer gota em excesso da extremidade da pipeta, encostando-a à parede dum recipiente;
7. Assegurar-se que não existem gotas de água aderentes ao exterior da pipeta ou às paredes internas acima do menisco e que não há bolhas ou espuma na água;
8. Deixar escorrer a água livremente para o recipiente de pesagem, mantendo a pipeta na vertical, com a extremidade encostada à parede interna do recipiente num ângulo de 30 °, sem a deixar escorregar;
9. Quando terminar o escoamento visível (o menisco deve permanecer imóvel ligeiramente acima da extremidade), manter a pipeta na mesma posição durante 3 segundos ou o tempo de espera indicado na própria;
10. Terminado o escoamento, deslocar a pipeta na horizontal, quebrando o contacto com o recipiente;
11. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor de massa.

Bureta Digital (Figura 5.7)

Na Figura 5.7 é ilustrado um exemplo de uma bureta automática calibrada com o procedimento abaixo descrito [12].



Figura 5.7 - Bureta digital automática [36]

1. Pesar o recipiente de pesagem, perfeitamente limpo, seco e vazio;
2. Num recipiente apropriado, que deverá vir juntamente com a bureta, colocar a água com que se vai proceder à calibração e com recurso a um termómetro ler a temperatura e registá-la;
3. Colocar a bureta na posição vertical acima do recipiente de forma a que o tubo de enchimento externo fique mergulhado pelo menos $2/3$ na água;
4. Ligar a bureta e enchê-la com água utilizando as rodas laterais, que fazem o pistão funcionar, verificando se a bureta está na posição de enchimento. Colocar todo o sistema cheio de água de modo a evitar a formação de bolhas;
5. Colocar a bureta na posição de titulação e vaziar a água para o recipiente utilizando as mesmas rodas laterais até ao volume de calibração pretendido, que é indicado no visor digital;
6. Utilizar a velocidade de débito indicada no manual o equipamento, caso não esteja indicada utilizar 30 s para doseamento do volume de teste;
7. Antes de se iniciar o débito deve desprezar-se o número de gotas indicadas no manual do instrumento, caso não seja referido deve-se desprezar as primeiras 5 gotas;
8. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa.

Micropipeta (Figura 5.8)

Na Figura 5.8 é ilustrado um exemplo das micropipetas calibradas com o procedimento abaixo descrito [12].



Figura 5.8 – Micropipetas [37]

1. Pesar o recipiente de pesagem, perfeitamente limpo, seco e vazio;
2. Colocar a ponta na micropipeta correspondente ao volume pretendido. Enchê-la 5 vezes de maneira a que se atinja um equilíbrio de humidade dentro da micropipeta e que o ar seja expelido completamente;
3. Colocar no recipiente de pesagem um filme de água e verificar qual o seu peso (m_0);
4. Mudar de ponta e encher a pipeta com o líquido de calibração, imergindo-a na água de forma a não aspirar bolhas de ar. Libertar o pistão da pipeta até enchimento completo. Retirar a pipeta verticalmente tocando na superfície do recipiente para libertar as possíveis gotas da ponta;
5. Escoar o líquido da pipeta, desprezando-o, encher a micropipeta de novo com a mesma ponta e da maneira descrita anteriormente;
6. Escoar a água contida na micropipeta para o recipiente de pesagem de forma a que a sua ponta toque no recipiente num ângulo entre 30° a 60° , e adicionando a gota retida na extremidade da ponta da micropipeta;
7. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa m_1 ;
8. Repetir este procedimento 10 vezes, mudando sempre de ponta, sem despejar o recipiente de pesagem e contabilizar sempre a tara antes de um novo ensaio.

Seringas (Figura 5.9)

Na Figura 5.9 é ilustrado um exemplo das seringas calibradas com o procedimento abaixo descrito [12].



Figura 5.9 – Seringas [38]

1. Certificar-se que a seringa está perfeitamente limpa, em boas condições e que a mobilidade do êmbolo é normal.
2. Colocar uma pequena quantidade de água (correspondente a aproximadamente 3 amostras) no recipiente de pesagem.
3. Pesar ou tarar o recipiente de pesagem.
4. Num recipiente apropriado colocar a água com que se vai proceder à calibração e, por intermédio do termómetro, ler a sua temperatura e registá-la.
5. Mergulhar a seringa na água e enchê-la, por aspiração de forma a molhar a seringa até ao seu traço de referência. Escoar toda a água contida na seringa, desprezando-a. Mergulhar a seringa novamente na água e enchê-la, por aspiração até ligeiramente acima do traço superior (ou do traço correspondente ao volume que se queira calibrar) e retirar eventuais bolhas de ar.
6. Acertar a ponta do êmbolo com a marca do volume a calibrar e escoar toda a água contida na seringa para o recipiente de pesagem. Caso a seringa seja diferencial o escoamento deverá parar no traço inferior.
7. Pesar o recipiente de pesagem e registar o valor da massa.

5.3 Calibração de Sistemas Infusores de Fluidos Automáticos

A calibração deste tipo de sistemas é feita também pelo método gravimétrico para determinação de volume escoado. Sendo que no futuro se poderá utilizar o método dinâmico, com recurso ao padrão de medição de micro caudais, para determinação de caudal.

Neste subcapítulo será descrito o procedimento de calibração pelo método gravimétrico sendo o método dinâmico descrito no subcapítulo 5.4 *Padrão para Medição de Micro Caudais*.

5.3.1 Padrões de Trabalho

A concretização do procedimento experimental de medição de volume, pelo método gravimétrico, de Sistemas Infusores de Fluidos Automáticos (Figura 5.10) requiere os seguintes equipamentos:

- Balança;
- Termómetro;
- Higrómetro;
- Barómetro;
- Cronómetro;
- Líquido de calibração;
- Recipiente de recolha do líquido.

5.3.2 Condições de Referência

Condições ambientais

As condições ambientais do laboratório durante um ensaio experimental devem ser as seguintes:

- Humidade entre 30 % e 85 %.
- Temperatura ambiente controlada entre 17 °C e 23 °C.
- Pressão atmosférica entre 920 hPa e 1080 hPa.
- A temperatura da água deve estar à temperatura ambiente e não deve variar mais de 0,5 °C durante o ensaio.

Estabilização da temperatura

Outro fator muito importante a ter em conta é a estabilização da temperatura, pois é necessário que a água contida no instrumento a calibrar esteja à mesma temperatura que esse instrumento.

Para garantir a estabilização, é necessário que o instrumento a calibrar, bem como a água que se vai utilizar na sua calibração, sejam colocados numa sala de pesagem com uma temperatura controlada a (20 ± 3) °C, 12 horas antes da realização dessa calibração, para que se atinja o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente.

5.3.3 Modo Operatório

Limpeza dos recipientes

Para que seja possível a obtenção de resultados exatos, todos os recipientes antes da sua utilização, devem ser devidamente limpos com água ou, se necessário, com recurso a detergentes. Depois da limpeza deve ser feita uma correta secagem dos recipientes. Caso o recipiente seja necessário

imediatamente após a sua limpeza, a secagem pode ser realizada com recurso a um sistema de ar comprimido, que acelera este processo.

Sistema em carga

Antes de se iniciar um ensaio experimental é necessário preparar todo o sistema infusor. Uma das etapas iniciais de preparação passa por conectar um tubo à ponta da seringa e de seguida, manualmente, encher a seringa com água e vaziar cerca de 95% da capacidade volúmica do reservatório pelo menos duas vezes. Desta forma é possível colocar a tubagem em carga e eliminar bolhas de ar de grandes dimensões facilmente.

Nota: Nesta etapa de preparação quando se esta a vaziar a seringa, esta deve estar na posição vertical com a ponta para cima, para que com o efeito da gravidade as bolhas de ar de maiores dimensões fiquem na parte de cima do reservatório e possam ser expelidas.

5.3.4 Procedimento Experimental de Calibração de Sistemas Infusores de Fluidos Automáticos, pelo Método Gravimétrico

Na Figura 5.10 é ilustrado o sistema Infusor de Fluidos Automático, *B Braun Perfusor fm*, utilizado nos ensaios realizados.



Figura 5.10 - Sistema infusor de fluidos automático, *B Braun Perfusor fm*

1. Pesar o recipiente de pesagem, perfeitamente limpo, seco e vazio;
2. Ligar o aparelho;
3. Medir a temperatura da água e registá-la;
4. Encher a seringa/saco com o líquido de calibração;
5. Montar saco/seringa no sistema;
6. Registrar a humidade, pressão e temperatura do ar para se obter a densidade do ar;
7. Colocar a saída do tubo (com agulha acoplada) num recipiente de purga;
8. Iniciar a operação de administração do líquido, deixando o líquido cair no recipiente de purga durante alguns segundos para eliminar as bolhas de ar existentes no tubo e depois parar o processo;

9. Colocar a saída do tubo (com agulha acoplada) dentro do recipiente de recolha do líquido, que deve estar na zona de pesagem da balança, e garantir que nem o tubo nem a agulha tocam no recipiente;
10. Definir no sistema o caudal de doseamento e volume a debitar;
11. Iniciar o processo de administração e ao mesmo tempo acionar o cronómetro;
12. Parar o cronómetro assim que o sistema dosear todo o volume pretendido;
13. Registrar o valor final da massa;
14. Repetir o ensaio 10 vezes.

5.4 Padrão para Medição de Micro Caudais

Após a montagem do sistema padrão para medição de micro caudais foi possível iniciar uma vasta variedade de ensaios experimentais com objetivos diferentes, de forma a testar e validar o sistema concebido e para avaliar a necessidade de implementação de possíveis melhorias sempre que tal se justifique.

Embora os ensaios efetuados apresentem por vezes objetivos diferentes, todos os realizados com o intuito de medir o caudal debitado tiveram uma sequência procedimental igual, que se prende com o funcionamento do conjunto de equipamentos que constituem o padrão de medição de micro caudais.

Foram concebidos dois padrões de medição de micro caudais como já enunciado, um para medir caudais de 20 mL/h a 0,006 mL/h e um outro cuja capacidade é extensível até 600 mL/h. Embora sejam constituídos por diferentes componentes, os padrões tem um procedimento experimental muito semelhante o que facilita a utilização por parte do operador que o utiliza.

5.4.1 Padrões de Trabalho:

O procedimento experimental para o padrão de medição de micro caudais pelo método gravimétrico requer a utilização dos seguintes equipamentos:

- Balança
- Termómetros
- Higrómetro
- Barómetro
- Líquido de calibração
- Recipiente de pesagem
- Sensor de Pressão
- Gerador de Caudal

5.4.2 Condições de Referência

Condições ambientais

As condições ambientais são um dos fatores mais importantes para garantir um bom procedimento experimental.

- Temperatura:

A temperatura ambiente deve ser controlada e estável no laboratório, sendo aceitáveis valores entre 17 °C e 23 °C.

- Humidade:

A humidade deve ser igualmente controlada para valores entre 30 % e 85 %.

- Pressão:

A Pressão deve ser a pressão atmosférica, com valores aceitáveis entre 920 hPa e 1080 hPa.

Estabilização da temperatura

Outro fator muito importante a ter em conta é a estabilização da temperatura, pois é necessário que a água contida no instrumento a calibrar esteja à mesma temperatura que esse instrumento.

Para garantir a estabilização, é necessário que o instrumento a calibrar, bem como a água que se vai utilizar na sua calibração, sejam colocados numa sala de pesagem com uma temperatura controlada a (20 ± 3) °C, 12 horas antes da realização dessa calibração, para que se atinja o equilíbrio térmico com a temperatura ambiente.

Um dos fatores cruciais para garantir a exatidão das calibrações realizadas é uma correta medição da temperatura da água, pelo que essa medição tem de ser feita de forma muito cuidadosa e utilizando os termómetros adequados. [12]

5.4.3 Modo Operatório

Limpeza dos recipientes

Para que seja possível a obtenção de resultados exatos, todos os recipientes antes da sua utilização, devem ser devidamente limpos com água ou se necessário com recurso a detergentes. Depois da limpeza deve ser feita uma correta secagem dos recipientes. Caso o recipiente seja necessário imediatamente após a sua limpeza, a secagem pode ser realizada com recurso a um sistema de ar comprimido, que acelera este processo.

Sistema em carga

Antes de se iniciar um ensaio experimental é necessário preparar todo o sistema. Uma das etapas iniciais de preparação passa por conectar a tubagem do sistema à ponta da seringa e de seguida, manualmente, encher a seringa com água, posteriormente desconectar a seringa da tubagem e vaziar cerca de 90% da capacidade volúmica do reservatório. Desta forma é possível eliminar bolhas de ar de grandes dimensões facilmente presentes no reservatório da seringa. Após este processo a seringa deve ser conectada novamente e realizado o seu enchimento e, de seguida, deve ser feito novo vazamento mas desta vez pela a tubagem do padrão. Desta forma é possível colocar a tubagem em carga.

Nota: Nesta etapa de preparação quando se está a vaziar pela primeira vez a seringa desconectada, esta deve estar na posição vertical com a ponta para cima, para que com o efeito da gravidade as bolhas de ar de maiores dimensões fiquem na parte de cima do reservatório e possam ser expelidas.

5.4.3.1 Processo de Desarejamento

Este processo é necessário para se obter água tratada e pronta a utilizar nos ensaios

Aquecimento e ultra-sons

Este procedimento consiste em aquecer a água até uma temperatura de 80 °C, num balão, e manter o balão a essa temperatura durante cerca de 30 minutos. Este procedimento de aquecimento não deve ser efetuado no mesmo laboratório onde se pretende realizar os ensaios de forma a não alterar a temperatura e humidade do mesmo.

Depois de arrefecer o balão deve ser colocado num banho de ultra-sons durante 10 minutos.

Por fim a água deve ficar em repouso no laboratório onde se irão efetuar os ensaios até a mesma atingir a temperatura ambiente, estado assim pronta a ser utilizada.

Sistema de desgaseificação

Com a instalação do sistema de desgaseificação o procedimento de desarejamento por aquecimento e ultrassons deixa de ser necessário, uma vez que o desgaseificador é colocado em linha com o sistema. Desta forma a desgaseificação da água é realizada no momento em que se enche a seringa, reduzindo os tempos preparação impostos pelo processo de desarejamento por aquecimento e ultra-sons.

Para instalar o sistema de desgaseificação no padrão de medição de micro caudais basta conectar uma tubagem que liga o reservatório de alimentação de água à entrada da câmara de desedificação e a saída desta à válvula que direciona o fluido do padrão. Esta instalação é ilustrada na Figura 5.11, que se segue.

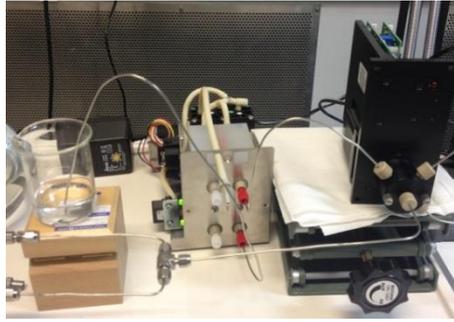


Figura 5.11 – Sistema de degaseificação instalado no padrão

5.4.4 Procedimento Experimental do Padrão para Medição de Micro Caudais

5.4.4.1 Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Para o sistema adotado e ilustrado na Figura 5.12 depois de satisfeitos os requisitos descritos anteriormente, pode ser iniciado o processo de enchimento da seringa (ou das seringas no caso de se usarem duas seringas em paralelo). Este processo de enchimento pode ser feito de forma manual ou através do modo operativo “*withdraw*” disponível no *software* do gerador de caudal utilizado (*Nexus 3000*).



Figura 5.12 Padrão para medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

De seguida devem ser efetuados os seguintes passos:

- 1) Iniciar o *software* de aquisição de dados em linguagem *labview*;
- 2) Ligar o sensor de pressão;
- 3) Verificar se o sistema de controlo de evaporação “*evaporation trap*” está bem instalado;
- 4) Garantir que o espaçamento entre a parede exterior e interior da *evaporation trap* contém pelo menos 10 mL de água;
- 5) Verificar as condições ambientais (Temperatura, Humidade e Pressão) e registar nos respetivos campos do *software* de aquisição de dados;
- 6) Medir a temperatura da água de alimentação da seringa e registá-la no *software* de aquisição de dados;

- 7) Ligar o *software* de controlo (*Kloehn Control*) da válvula automática e testar o funcionamento da mesma (caso seja necessário reconfigurar o *software* para uma correta utilização da válvula deve ser consultado o respetivo Procedimento de configuração e de utilização da Válvula Automática *Intellect II Kloehn* elaborado e disponibilizado no Anexo II).
- 8) Colocar a válvula de 5 vias na posição de Purga;
- 9) Selecionar o modo “*infusion*” e fazer a purga de forma a eliminar bolhas de ar contidas no interior da seringa e na tubagem. A purga deve ser executada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (no caso de ensaios com caudais inferiores a 10 mL/h a purga pode ser efetuada com um caudal um pouco superior, de forma a reduzir os tempos de preparação do ensaio) e decorrer até que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem;
- 10) Depois de realizada a purga, colocar a válvula de 5 vias na posição de ensaio;
- 11) Escolher o caudal e o volume que se pretende para o ensaio e selecionar o modo infusão “*infusion*”;
- 12) Depois de se garantir que toda a tubagem está em carga e que a ponta do tubo, dentro do recipiente de recolha, se encontra imersa, pode ser iniciado o processo de medição, clicando no botão “*MEDIR*” do *Software* de aquisição de dados e, simultaneamente, no botão “*START*” do gerador de caudal já devidamente programado para o ensaio;
- 13) Quando terminar o processo de infusão a medição deve ser terminada simultaneamente;
- 14) Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “*GUARDAR*”.

5.4.4.1.1 Ensaios Realizados com o Sistema Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

No subcapítulo 5.4.4.1.1 e no 5.4.4.2.1 é feita uma síntese, com uma breve descrição, dos ensaios realizados com o Sistema Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h. No Capítulo 6 cada ensaio é descrito de forma mais pormenorizada.

a) Imersão da Ponta

Após alguns testes verificou-se que para se obterem resultados de caudal mais exatos é necessário ter a ponta da tubagem, colocada no recipiente de recolha, imersa durante os ensaios efetuados. Desta forma é evitado o efeito conta-gotas durante o doseamento. Foi então calculado o comprimento inicial de tubo imerso, para se iniciarem todos os ensaios com o tubo nas mesmas condições.

b) Estudo da Impulsão

Depois de se ter adotado o método de medição com a ponta imersa foi realizado um estudo para averiguar a impulsão que essa ponta do tubo exerce sobre o líquido contido no recipiente de recolha, com o objetivo de quantificar este valor e poder proceder com as devidas correções evitando assim erros nas medições devidos a este fenómeno. No subcapítulo 5.4.5 é explicado com mais detalhe em que consistiu o ensaio efetuado no âmbito deste estudo.

c) Estudo de Evaporação

O estudo da evaporação foi realizado nas duas balanças que constituem os dois padrões de medição de micro caudais, consistindo essencialmente na análise do volume evaporado durante um determinado período de tempo, permitindo assim proceder com as correções necessárias no modelo de cálculo de caudal. No capítulo 5.5 é referido em detalhe o procedimento adotado que conduz a determinação da evaporação

d) Ensaios de Repetibilidade

Estes ensaios seguem o procedimento descrito no capítulo 5.4.4 e têm o objetivo de avaliar a repetibilidade dos padrões concebidos.

e) Ensaios de teste da Implementação da Válvula Automática

Após a implementação da válvula automática realizaram-se ensaios para avaliar os efeitos causados por este componente no cálculo de caudal.

f) Análise da Estabilidade do Caudal ao Longo do Tempo

Foram realizados ensaios com o intuito de averiguar a estabilidade do caudal doseado pelos padrões de medição de micro caudais concebidos, ao longo do tempo.

g) Ensaios de Tempo de Estabilização de Caudal

Foram realizados ensaios com o intuito de determinar o tempo de estabilização do caudal doseado pelos padrões de medição de micro caudais concebidos.

h) Ensaios de teste de Implementação do Sistema de Desgaseificação

Após a implementação do sistema de desgaseificação realizaram-se ensaios para avaliar os efeitos causados por este sistema no cálculo de caudal.

i) Ensaios com Duas Seringas em Paralelo

Foi efetuado um estudo sobre a influência da utilização de duas seringas em paralelo no doseamento, para desta forma verificar se esta solução proporcionaria melhores resultados com incertezas expandidas mais reduzidas, facto que se revela muito significativo principalmente nos caudais inferiores a 2 mL/h.

j) Ensaios com Soluções de Diferentes Viscosidades

Foram realizados ensaios com soluções de diferentes viscosidades, para desta forma avaliar o comportamento do sistema no doseamento de fluidos mais viscosos do que a água.

k) Avaliação da Evolução do Padrão de Medição de Micro Caudais

Foram comparados alguns resultados de ensaios de forma a avaliar a evolução do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h, com algumas das implementações que se foram aplicando. Tornando, desta forma, possível uma análise da relevância destas mesmas implementações.

5.4.4.2 Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

Na Figura 5.13 é ilustrado o sistema Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h concebido.



Figura 5.13 - Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

À semelhança do que foi descrito para o padrão mencionado acima, para este sistema padrão com maior capacidade, depois de satisfeitos os requisitos descritos anteriormente, pode ser iniciado o processo de enchimento da seringa (ou das seringas no caso de se usarem duas seringas em paralelo). Este processo de enchimento pode ser feito de forma manual ou através do modo operativo “*withdraw*” disponível no *software* do gerador de caudal utilizado (*Nexus 3000*).

De seguida devem ser efetuados os seguintes passos:

- 1) Iniciar o *Software* de aquisição de dados em linguagem *labview*;
- 2) Ligar o sensor de Pressão;
- 3) Verificar as condições ambientais (Temperatura, Humidade e Pressão) e registar nos respetivos campos do *software* de aquisição de dados;
- 4) Medir a temperatura da água de alimentação da seringa e registá-la no *software* de aquisição de dados;
- 5) Colocar manualmente a válvula de 5 vias na posição de purga;

- 6) Selecionar o modo “infusion” e fazer a purga de forma a eliminar bolhas de ar contidas no interior da seringa e na tubagem. A purga deve ser executada com um caudal igual ao do ensaio que lhe sucede (no caso de ensaios com caudais inferiores a 10 mL/h a purga pode ser efetuada com um caudal um pouco superior, de forma a reduzir os tempos de preparação do ensaio) e decorrer até que deixem de ser visíveis bolhas de ar à saída da tubagem;
- 7) Depois de realizada a purga, colocar a válvula de 5 vias na posição de ensaio;
- 8) Escolher o caudal e o volume que se pretende ensaiar e selecionar o modo infusão “*infusion*”;
- 9) Depois de se garantir que toda a tubagem está em carga e que a ponta do tubo, dentro do recipiente de recolha, se encontra imersa, pode ser iniciado o processo de medição, clicando no botão “*MEDIR*” do *Software* de aquisição de dados e, simultaneamente, no botão “*START*” do gerador de caudal já devidamente programado para o ensaio;
- 10) Quando terminar o processo de infusão a medição deve ser terminada simultaneamente;
- 11) Gravar os dados recolhidos, clicando no botão “*GUARDAR*”.

5.4.4.2.1 Ensaios Realizados com o Sistema Padrão para Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

a) Estudo de evaporação

O estudo da evaporação foi realizado nas duas balanças que constituem os dois padrões de medição de micro caudais, consistindo essencialmente na análise do volume evaporado durante um determinado período de tempo, permitindo assim proceder às correções necessárias no modelo de cálculo de caudal. No capítulo 5.5 é referido em detalhe o procedimento adotado que conduz a determinação da evaporação.

b) Ensaios de repetibilidade

Estes ensaios seguem o procedimento descrito no capítulo 5.4.4 e tem o objetivo de avaliar a repetibilidade dos padrões concebidos.

c) Análise da Estabilidade do Caudal ao Longo do Tempo

Foram realizados ensaios com o intuito de averiguar a estabilidade do caudal doseado pelos Padrões de medição de micro caudais concebidos, ao longo do tempo.

d) Ensaios de Tempo de Estabilização de Caudal

Foram realizados ensaios com o intuito de estudar o tempo de estabilização do caudal doseado pelos Padrões de medição de micro caudais concebidos.

5.4.5 Estudo da Impulsão

Nos ensaios de medição de caudal efetuados com ambos os padrões concebidos foi tida em conta uma correção à impulsão que se verifica sempre que o tubo é imerso durante o doseamento.

Realizou-se então um ensaio onde foi possível determinar a força de impulsão (F_{imp}) do tubo na balança. Este ensaio baseou-se na colocação de um recipiente com um volume de água conhecido na balança, registando-se o valor da massa, de seguida neste mesmo recipiente foi mergulhado um tubo de comprimento e diâmetro conhecido e foi registada a massa. Com base na Equação 46 é, assim, possível determinar a correção à impulsão de qualquer ensaio de medição de caudal.

$$\delta m_{imp} = \frac{(V_f - V_i)}{\pi \times r_{tank}^2} \times F_{imp} \quad \text{Equação 46}$$

Onde V_f e V_i representam o volume inicial e final, contido no recipiente; r_{Tank} , o raio do recipiente de recolha utilizado, e F_{imp} , a força de impulsão provocada pelo tubo quando imerso, que é determinada experimentalmente no ensaio descrito, bastando para tal dividir a diferença de massas obtidas, com e sem o tubo imerso para o mesmo volume de líquido contido, pelo comprimento de tubo imerso. Outra equação possível para a determinação da correção da impulsão é a Equação 47.

$$\delta m_{imp} = \left((I_L - I_E) \times \left(\frac{D_{tube}}{D_{tank}} \right)^2 \right) \quad \text{Equação 47}$$

Onde I_L e I_E representam a massa final e inicial medidas no ensaio e D_{tube} e D_{tank} os diâmetros do tubo e de recipiente de recolha utilizado.

Por ter uma forma simplificada esta equação foi a escolhida para o cálculo da correção da impulsão na determinação do caudal.

Foram ainda realizados ensaios comparativos de determinação da correção da impulsão, utilizando as equações 46 e 47, ver capítulo 6.2.2.

5.5 Ensaios para Estudo da Evaporação

Nos ensaios realizados ao longo deste estágio, nomeadamente a calibração de instrumentos volumétricos, a calibração de doseadores de fluidos e os ensaios experimentais efetuados com o padrão de medição de micro caudais, foi sempre tido em conta o fenómeno de evaporação.

O estudo realizado teve como objetivo não só fazer as correções finais aos dados obtidos, mas também determinar uma equação que se aproxima do comportamento real deste fenómeno. De forma a minimizar os efeitos do fenómeno de evaporação foi instalado um sistema de controlo da evaporação “*Evaporation Trap*” na balança do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h . A instalação deste sistema foi feita nesta balança visto que é no doseamento de volumes e caudais mais pequenos que este fenómeno tem mais significado.

“*Evaporation Trap*” ou “**instrumento de controlo da evaporação**” – Consiste num recipiente de vidro com tampa, colocado no prato da balança como ilustrado na Figura 5.14, com o objetivo de minimizar a evaporação da água utilizada na calibração [39].



Figura 5.14 - *Evaporation Trap* instalada na balança durante um ensaio de evaporação

5.5.1 Padrões de Trabalho

A concretização do procedimento experimental, utilizado nos ensaios de evaporação efetuados, requer a utilização dos seguintes padrões de trabalho:

- Balança em modo *dosing*;
- Termómetro;
- Higrómetro;
- Barómetro;
- Cronómetro;
- Líquido de calibração;
- Recipiente de recolha do líquido;

5.5.2 Procedimento Experimental dos Ensaios de Evaporação

1. Verificar e registar as condições ambientais (temperatura do ar, humidade relativa; pressão relativa);
2. Encher o recipiente de recolha com o volume de água que se pretende ensaiar;
3. Verificar e registar a temperatura da água;
4. Colocar o recipiente de recolha na balança utilizada para a medição;
5. Instalar a *evaporation trap*;
6. Garantir que o espaçamento entre a parede exterior e interior da *evaporation trap* contém pelo menos 10 mL de água;
7. Registar o valor da massa inicial;
8. Iniciar o cronómetro e cronometrar o tempo de ensaio desejado;
9. Atingindo o tempo de ensaio escolhido, verificar e registar o valor final da massa indicado na balança;
10. Converter a massa em volume através da fórmula do método gravimétrico;
11. Pela diferença de volume é possível obter o volume evaporado no tempo de ensaio.

Factos a ter em conta neste tipo de ensaios:

- Para conhecimento da evaporação presente durante os ensaios efetuados com o sistema de medição de micro caudais foram feitos ensaios de evaporação com a mesma duração do que esses (cerca de uma hora).
- É conveniente que se realize o ensaio de evaporação imediatamente a seguir ao ensaio de calibração ou ao ensaio realizado com o padrão de medição de micro caudais, de forma a ter as mesmas condições ambientais. No entanto, com condições ambientais estáveis este facto pode ser desprezado, uma vez que os valores de evaporação obtidos terão variações bastante reduzidas e desprezáveis.
- Para volumes muito pequenos (por exemplo 10 mL ou inferiores), colocar a água diretamente no recipiente de recolha já montado na balança, de forma a minimizar perdas de volume por evaporação no processo de manuseamento que antecede o ensaio.

5.6 Calibração de Balanças

As balanças utilizadas como padrão de trabalho nas variadas calibrações efetuados no LVO são calibradas internamente com recurso a massas padrão calibradas pelo laboratório de massa.

Neste subcapítulo serão descritas as técnicas utilizadas na calibração de balanças instaladas no LVO, como as ilustradas na Figura 5.15, à temperatura de referência de 20 °C.



Figura 5.15 – Balanças existentes no LVO [31]

5.6.1 Padrões de Trabalho

O procedimento experimental para a calibração de Balanças requer a utilização dos seguintes equipamentos [31]:

- Massas Padrão
- Termómetro
- Higrómetro

5.6.2 Modo Operatório

Manuseamento do equipamento

Para evitar qualquer tipo de contaminação ou variação de temperatura que possam introduzir erros no resultado das calibrações, o operador deve utilizar uma pinça para manusear as massas. Quando as dimensões das massas padrão não permitirem o uso de pinças, o operador deve calçar luvas de algodão limpas e manusear as massas o mínimo tempo possível e, se necessário, manusear com recurso a um empilhador [31].

Pesagem

De forma a serem obtidas medições com a exatidão adequada é necessário ter em conta alguns fatores que influenciam a pesagem, tais como [31]:

- i. A balança deve estar instalada no local onde se vão realizar os ensaios de calibração, numa bancada anti-vibratória;
- ii. Não deve estar sob influência de correntes de ar;
- iii. Não deve estar exposta a luz solar direta;
- iv. Para garantir a estabilidade térmica, a balança deve estar ligada pelo período recomendado pelo fabricante (60 min);
- v. A câmara e o prato de pesagem devem estar limpos;
- vi. A balança deve estar nivelada;

- vii. Ao proceder às pesagens deve utilizar-se a balança de acordo com as instruções do fabricante;
- viii. Antes de se iniciar o processo de pesagem deverá ser confirmado o estado de calibração da balança e, se aplicável, deverá ser feita a regulação da escala de pesagem, de acordo com o manual de operação.
- ix. A regulação deve ser feita sempre que ocorram grandes mudanças de temperatura, humidade ou pressão, quando a balança é deslocada e após nivelamento;
- x. O modo de funcionamento da balança deverá ser configurado de modo a otimizar o seu despenho;
- xi. Antes de se iniciar o processo de pesagem, deve ser verificado o funcionamento da tara e constatada a estabilidade da indicação;
- xii. Colocar sempre as massas para calibração e o recipiente de recolha de líquido no centro do prato de pesagem;
- xiii. Apenas abrir um dos lados da câmara de pesagem e apenas o necessário para colocar o objeto a pesar no centro do prato de pesagem. A câmara de pesagem deverá estar fechada no momento da pesagem;
- xiv. Evitar colocar as mãos no seu interior e utilizar pinças anti estáticas para manusear o recipiente;

Estabilização da temperatura

Outro fator muito importante a ter em conta é a estabilização da temperatura, pois é necessário que as massas padrão estejam à mesma temperatura do que a balança a calibrar. Para garantir a estabilização da temperatura das massas padrão é necessário que estas, assim como a balança a calibrar, estejam na sala onde vai ser efetuada a calibração com temperatura controlada, para que se atinja o equilíbrio com a temperatura ambiente [31].

Limpeza

Os instrumentos utilizados na calibração devem-se encontrar limpos de forma a não influenciar os resultados da calibração. Para realizar a limpeza das balanças a calibrar é necessário seguir as instruções, para esse efeito, fornecidas pelo fabricante. Qualquer partícula estranha ou sujidade contida nas massas padrão deve ser removida com papel absorvente e se necessário com recurso a um borrifador [31].

5.6.3 Procedimento Experimental de Calibração

a) Ensaio prévios [31]

1. Verificar o nivelamento e o estado da limpeza da balança seguindo as instruções do fabricante.
2. Efetuar a calibração interna à balança seguindo as instruções do fabricante.
3. Escolher pelo menos cinco valores de massa, que estejam regularmente distribuídos ao longo do intervalo de medição da balança a calibrar. Ter em consideração que a sequência de calibração da balança é efetuada da massa com maior valor para a massa de menor valor.

b) Ensaio de repetibilidade [31]

1. Deverão ser efetuados no mínimo cinco ensaios para cada valor de massa selecionado, sendo sempre necessário que a balança seja colocada a zero antes de ser efetuada uma medição. Para massas superiores a 100 kg poderam realizar-se apenas 3 ensaios.
2. A temperatura no início e no fim dos dez ensaios deve ser registada.
3. Após as medições é determinado o erro de indicação (média do valor indicado pela balança – valor de referência da massa utilizada) e a incerteza da repetibilidade para cada valor de massa selecionado.

c) Ensaio de excentricidade [31]

1. Efetuar uma medição em 5 diferentes posições do prato da balança, como ilustrado na Figura 5.16, com uma massa igual ou superior a um terço do alcance máximo da balança (m_{max}). Sendo que a primeira posição é medida no início e no fim do ciclo, sendo utilizado o valor médio. Após as medições é determinada a incerteza padrão da excentricidade para cada valor de massa selecionado.

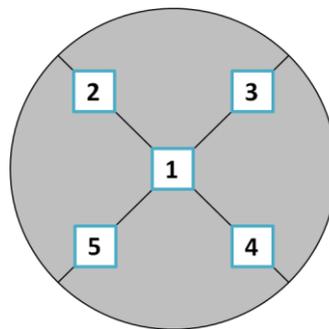


Figura 5.16 – As cinco posições de uma massa padrão durante um ensaio de excentricidade numa balança com prato circular

6 Análise e Discussão de Resultados

Neste capítulo serão apresentados e discutidos todos os ensaios efetuados com os diversos sistemas já referidos.

6.1 Calibração de Instrumentos Volumétricos

No início da formação recebida no LVO foram realizados ensaios de treino de calibração de material volumétrico, com a finalidade de se obter experiência de trabalho com o método gravimétrico. Esse treino consistiu na realização de ensaios de calibração de instrumentos volumétricos variados.

Tabela 6.1 - Calibração de material volumétrico

	Valor Médio (mL)	Incerteza expandida (mL)
Balão 50 ml	49,993	0,010
Proveta em vidro 25 ml	24,971	0,007
Picnómetro de Alumínio 100 ml	99,983	0,003
Pipeta graduada 5 ml	4,998	0,007
Bureta Digital 50 mL	49,881	0,015
Micropipeta 0,1 mL	0,097	0,001

Os resultados obtidos para as presentes calibrações foram satisfatórios, com incertezas dentro dos parâmetros esperados para cada instrumento e corresponderam aos obtidos por técnicos especializados do LVO, o que permitiu uma avaliação dos conhecimentos adquiridos ao longo das formações recebidas.

6.2 Sistema Padrão para Medição de Micro Caudais

6.2.1 Estudo da Imersão da Ponta

Foi calculado o comprimento de tubo imerso, para que fosse possível iniciar todos os ensaios com o tubo nas mesmas condições e desta forma reduzir variações nos resultados dos ensaios efetuados.

Este ensaio baseou-se em colocar o tubo dentro do recipiente de recolha, sendo que a ponta do mesmo foi colocada a uma distância h do fundo do reservatório. De seguida foi adicionada água no recipiente até que o nível de água tocasse na ponta da tubagem e a massa do conjunto neste instante foi registada como mi . Posteriormente, foi adicionado mais 1 mL de água imergindo assim o tubo e foi, mais uma vez, registada a massa do conjunto como mf .

Contudo o grande objetivo deste ensaio prendeu-se com a descoberta do valor da altura de tubo imerso H , como ilustrado na Figura 6.1 onde é esquematizada a montagem do ensaio. Para se obter a altura H foi realizada uma medição com recurso a um paquímetro da altura do nível de água h no instante em que foi registada a massa mi e outra medição da altura do nível de água $h+H$ no instante em que foi registada a massa mf . Desta forma foi simples obter a altura H sendo esta $H = (h+H)-(h)$.

Este ensaio foi realizado nas seguintes condições:

$$T_{\text{ábu}} = 17,77 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\rho_{\text{água}} = 998,65 \text{ kg/m}^3$$

$$T_{\text{ar}} = 18,6 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$H = 51,1 \text{ \%}$$

$$P = 1023,32 \text{ hPa}$$

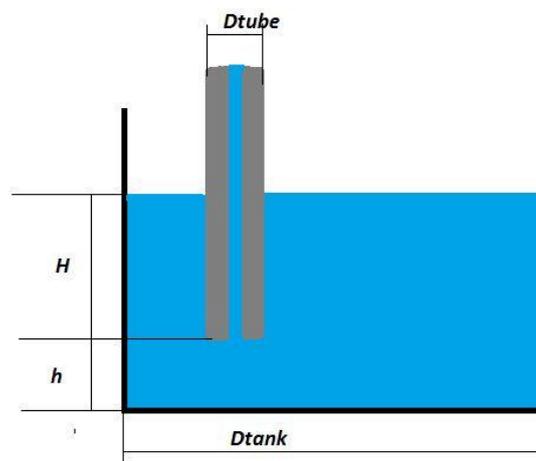


Figura 6.1 - Esquema da montagem com tubo e reservatório.

Tabela 6.2 – Legenda da Figura 6.1

<i>H</i>	Altura do capilar sob a superfície livre
<i>h</i>	Distancia do capilar ao fundo do reservatório
<i>D_{tube}</i>	Diâmetro externo do tubo
<i>D_{tank}</i>	Diâmetro interno do reservatório

Os valores das medições efetuadas com recurso a um paquímetro são acima descritos na Tabela 6.2, e os correspondentes resultados obtidos são ilustrados na Tabela 6.3:

Tabela 6.3 – Resultados das medições

	(Cm)
<i>H</i>	0,85
<i>h</i>	1,50
<i>D_{tube}</i>	0,16
<i>D_{tank}</i>	1,37

De forma validar o valor obtido para a altura *H* em estudo foi também calculado o seu valor por via analítica, com recurso a seguinte equação:

$$\Delta m = \frac{\pi * D_{tank}^2 * H * \rho_{\text{água}}}{4} \Leftrightarrow m_f - m_i = \frac{\pi * D_{tank}^2 * H * \rho_{\text{água}}}{4} \quad \text{Equação 48}$$

Onde $m_i = 2456,22$ mg; $m_f = 34560,1$ mg.

Sendo m_i a massa de água com altura *h* contida no reservatório, e m_f a correspondente massa de água com altura *H+h*, como anteriormente referido.

Da equação (1) obtemos então o valor de $H = 0,6796$ cm.

A diferença entre os dois valores obtidos para *H*, deve-se ao facto de na realidade se utilizar um reservatório com uma ligeira curvatura no fundo, ao contrário do reservatório esboçado.

Desta forma considerou-se, por aproximação ao valor obtido por via analítica, ***H* = 0,7 cm** como a altura do tubo imerso a ter em conta no início de todos os ensaios efetuados, que corresponde a aproximadamente um mililitro de água no copo.

6.2.2 Estudo da Impulsão

Foi realizado um estudo para averiguar a impulsão que a ponta do tubo exerce sobre o líquido contido no recipiente de recolha, com o objetivo de quantificar este valor e poder proceder com as devidas correções evitando assim erros nas medições devidos a este fenómeno.

Foi então realizado um ensaio, onde foi possível verificar a contribuição que o tubo imerso tem nos resultados de pesagem. Este ensaio baseou-se em colocar um recipiente com um volume de água conhecido na balança registando-se o valor da massa. De seguida neste mesmo recipiente foi mergulhado um tubo de comprimento e diâmetro conhecido e foi registada novamente a massa.

6.2.2.1 Balança AX 26

Neste subcapítulo são apresentados os resultados do ensaio efetuado no âmbito do estudo da impulsão do tubo na balança AX 26, com um recipiente de recolha de 6 mL de capacidade, que constitui o padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h. Inicialmente foi colocado 1 mL de água no copo sendo que com este volume o tubo ficou na iminência de contacto com a superfície do líquido e, como tal, a força exercida pelo tubo neste caso foi nula.

Na Tabela 6.4 que se segue são apresentados os resultados obtidos

Tabela 6.4 – Resultados dos ensaios de estudo da impulsão do tubo na balança AX 26

	Copo +3 mL	Copo + 3mL + Tubo	Copo + 5mL	Copo + 5mL + Tubo
Massa (mg)	2965,62	2967,77	4947,49	4976,60
Comprimento do tubo imerso (cm)	0	0,1	0	1,6
Massa do tubo imerso (mg)	0	2,15	0	29,11
Contribuição do tubo (g/cm)	0	0,0215	0	0,0182
Correção à impulsão pela Equação 46 (g)	0	0,0219	0	0,0432
Correção à impulsão pela Equação 47 (g)	0	0,0206	0	0,0467

Com se pode verificar, o facto de se realizar um ensaio com tubo imerso causa uma perturbação na medição da massa de líquido contido no recipiente. Essa perturbação é visível na Tabela 6.4 na linha referente á massa do tubo imerso. E como seria de esperar à medida que o comprimento de tubo imerso aumenta a sua contribuição para a medição de massa também aumenta.

A validação da Equação 47, referente ao cálculo da correção à impulsão que está incorporada no modelo de cálculo de caudal utilizado, foi efetuada como se pode observar pelos valores obtidos e ilustrados na Tabela 6.4, que correspondem aos obtidos experimentalmente através da Equação 46.

Nota: A escolha da equação responsável pela correção à impulsão a incluir no modelo de cálculo recaiu na Equação 47 por esta revelar resultados satisfatórios como visto no presente capítulo, e por se adequar ao modelo de cálculo de caudal utilizado.

6.2.3 Estudo da Evaporação

O estudo da evaporação foi realizado nas duas balanças que constituem os dois padrões de medição de micro caudais, consistindo essencialmente na análise do volume evaporado durante um determinado período de tempo.

Os ensaios realizados tiveram em conta o procedimento já descrito no capítulo 5.5, referente aos métodos experimentais utilizados no estudo da evaporação. Foi colocado um recipiente de pesagem na balança utilizada e foram realizados ensaios com diferentes volumes em 6 instantes distintos, num tempo máximo de 3600 s.

Determinando a diferença entre a massa registada no início do ensaio (massa inicial) e a massa registada depois de um determinado intervalo de tempo obteve-se então a quantidade de massa evaporada, para o intervalo de tempo em causa. Posteriormente, realizou-se a conversão desses valores de massa registados para volume com recurso à equação de cálculo de volume do método gravimétrico (Equação 1). Após o cálculo do volume foi feita uma estimativa do caudal evaporado, dividindo o volume existente no copo pelo tempo de ensaio.

Na Tabela 6.5 são apresentados os resultados obtidos para o caudal evaporado nos ensaios efetuados com diferentes volumes, na balança AX 26.

Tabela 6.5 – Resultados dos ensaios de evaporação efetuados na balança AX 26

Volume Nominal (mL)	Caudal Evaporado (mL/h)
0,5	0,00031
1	0,00028
2	0,00041
3	0,00043
4	0,00037
5	0,00056
Valor Médio	0,00039
Desvio Padrão da Média	0,00010

De forma a analisar comparativamente a evolução do caudal evaporado para os diferentes volumes ensaiados, foi elaborado o gráfico da Figura 6.2. Neste gráfico pode-se observar o aumento do caudal evaporado à medida que se aumenta o volume nominal, ou seja, quanto maior for o volume de água contido no recipiente de recolha maior será a evaporação sentida.

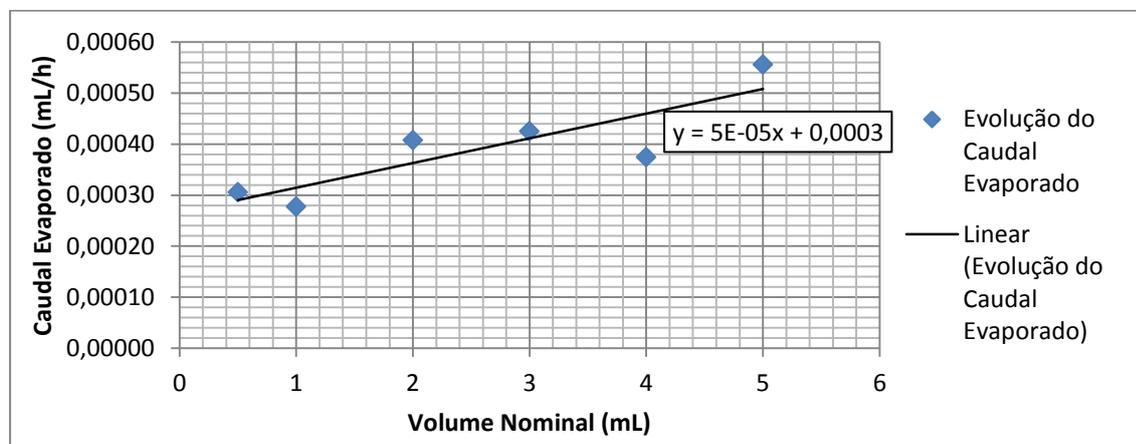


Figura 6.2 – Evolução do caudal evaporado na balança AX 26 com o aumento do volume nominal contido no recipiente de recolha

Foi então calculado o valor médio dos caudais evaporados obtidos, para desta forma tomar esse valor médio como valor de correção à evaporação a somar a todos os resultados obtidos nos ensaios de caudal efetuados com o padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Valor de correção à evaporação = $3,911 \times 10^{-04}$ g/h.

Também o desvio padrão da média destes valores de caudal evaporado foi calculado, para desta forma tornar possível o cálculo da incerteza da evaporação como mostrado no capítulo 4 referente ao cálculo de incertezas.

Na Tabela 6.6 abaixo são apresentados os resultados obtidos para o caudal evaporado nos ensaios efetuados com diferentes volumes, na balança XP 205.

Tabela 6.6 - Resultados dos ensaios de evaporação efetuados na balança XP 205

Volume Nominal (mL)	Caudal Evaporado (mL/h)
6	0,00043
20	0,00063
60	0,00082
100	0,00112
Valor Médio	0,00075
Desvio Padrão da Média	0,00015

De forma semelhante foi também feita uma análise comparativa que permite visualizar a evolução do caudal evaporado para os diferentes volumes ensaiados no recipiente de pesagem da balança XP 205. Como para a Balança AX 26, foi elaborado um gráfico ilustrado na Figura 6.3, e também aqui se verificou a tendência para o aumento do caudal evaporado à medida que se aumenta o volume nominal. Este facto é facilmente perceptível pelo declive da linha de regressão de linear esboçada.

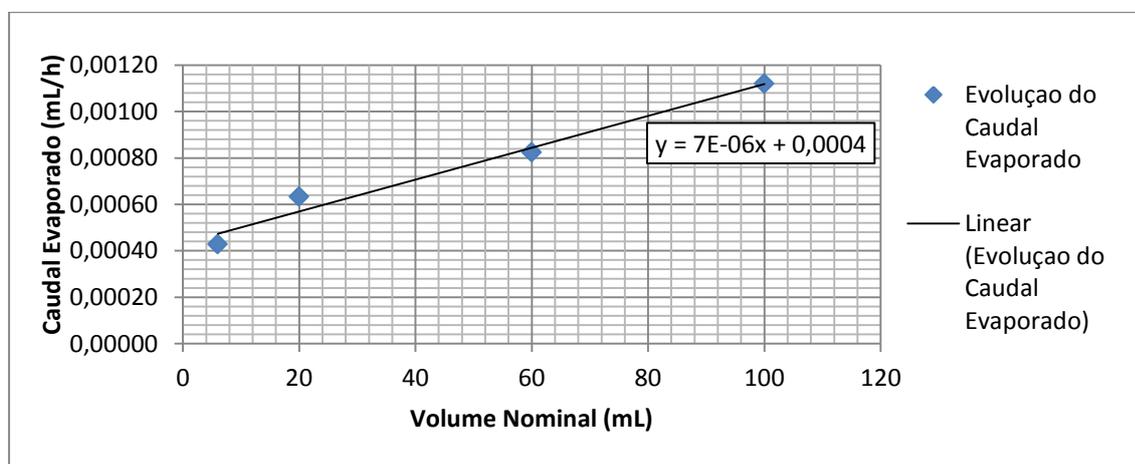


Figura 6.3 – Evolução do caudal evaporado na balança XP 205 com o aumento do volume nominal contido no recipiente de recolha

Foi então calculado o valor médio dos caudais evaporados obtidos, para desta forma tomar esse valor médio como valor de correção à evaporação a somar a todos os resultados obtidos nos ensaios de caudal efetuados com o padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.

Valor de correção à evaporação = $7,517 \times 10^{-04}$ g/h.

Também o desvio padrão da média destes valores de caudal evaporado foi calculado, para desta forma tornar possível o cálculo da incerteza da evaporação como mostrado no capítulo 4, referente ao cálculo de incertezas.

6.2.4 Ensaios de Repetibilidade

Neste subcapítulo apresentam-se os resultados obtidos nos ensaios experimentais efetuados com os dois sistemas padrão de medição de micro caudais construídos antes da implementação da válvula automática, do sensor de pressão e do sistema de desgaseificação. Foram realizados 2 a 3 ensaios para cada valor de caudal nominal ensaiado de forma a avaliar a repetibilidade dos padrões.

Como referido no procedimento experimental no capítulo 5.4 os primeiros ensaios após o primeiro enchimento da seringa foram sempre desprezados.

Após se efetuarem alguns ensaios observou-se que, apesar da tubagem se encontrar em carga, o sistema demora alguns instantes a estabilizar depois de se iniciar o doseamento. Como tal em todos os ensaios efetuados os primeiros pontos registados foram sempre desprezados para fins de cálculo, desprezando desta forma a instabilidade inicial verificada.

6.2.4.1 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Neste subcapítulo são apresentados os resultados dos ensaios de repetibilidade feitos com o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h, na balança AX 26.

De forma a aumentar a perceptibilidade da análise e discussão dos resultados, estes foram ainda divididos pelo tipo de seringa que sustentou o ensaio, ficando assim um subcapítulo referente só a ensaios efetuados com seringas em aço inox e outro referente a ensaios efetuados com seringas em vidro.

6.2.4.1.1 Ensaios com Seringas em Aço Inox

Na Tabela 6.7 abaixo são apresentados alguns dos resultados obtidos com os ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em aço inox de 5 mL no Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Tabela 6.7 - Resultados dos ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em aço inox de 5mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
2	2,05883	0,01884	0,01884	1,83024
2	2,06490	0,02353	0,02353	2,27911
2	2,06625	0,02270	0,02270	2,13564
6	6,22361	0,04370	0,04372	1,40490
6	6,22550	0,04100	0,04102	1,31769
6	6,21599	0,04611	0,04612	1,48398

Como se pode verificar, o sistema apresentou resultados com pequenas variações entre os caudais registados (erro semelhante), uma incerteza expandida sempre a rondar os 2 % para os ensaios com caudal nominal 2 mL/h e 1,5% para os ensaios com caudal nominal 6 mL/h. O que nos permite concluir que a repetibilidade dos resultados obtidos foi satisfatória.

6.2.4.1.2 Ensaios com Seringas em Vidro

Na Tabela 6.8 abaixo são apresentados alguns dos resultados obtidos com os ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em vidro de 10 mL no Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Tabela 6.8 - Resultados dos ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em vidro de 10 mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
2	1,94656	0,02852	0,02852	2,93032
2	1,95867	0,02916	0,02916	2,97797
6	5,84693	0,05617	0,05618	1,92164
6	5,85706	0,05373	0,05374	1,83513

Como se pode verificar, o sistema apresentou resultados com pequenas variações entre os caudais registados e o correspondente valor nominal, uma incerteza expandida sempre a rondar os 3 % para os ensaios com caudal nominal de 2 mL e 2 % para os ensaios com caudal nominal de 6 mL. O que permite concluir que a repetibilidade dos resultados obtidos foi satisfatória.

6.2.4.2 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

Neste subcapítulo são apresentados os resultados dos ensaios de repetibilidade feitos com o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h, na balança XP 205.

6.2.4.2.1 Ensaios com Seringas em Aço Inox

Na Tabela 6.9 abaixo são apresentados alguns dos resultados obtidos com os ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em aço inox de 100 mL no Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.

Tabela 6.9 - Resultados dos ensaios de repetibilidade efetuados com uma seringa em aço inox de 100mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
200	200,04781	0,18832	0,18833	0,18829
200	200,04417	0,19368	0,19369	0,19365
600	599,01202	0,23312	0,23321	0,07787
600	599,21816	0,29711	0,29718	0,09911

Como se pode verificar, o sistema apresentou resultados com variações muito pequenas entre os caudais registados e o correspondente valor nominal, uma incerteza expandida sempre a rondar os 0,2 % para os ensaios com caudal nominal de 200 mL e 0,1% para os ensaios com caudal nominal de 600 mL. O que nos permite concluir que a repetibilidade dos resultados obtidos também foi satisfatória para o padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h à semelhança do que se verificou no subcapítulo 6.2.4.1 com o outro padrão concebido.

6.2.5 Ensaios de Teste da Implementação da Válvula Automática

Neste subcapítulo apresentam-se os resultados antes e depois da implementação da válvula automática no Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h, para desta forma possibilitar uma análise comparativa e assim se poderem retirar conclusões sobre a implementação deste componente.

6.2.5.1 Ensaios com Seringas de Aço Inox

Na Tabela 6.10 abaixo são apresentados alguns dos resultados obtidos com os ensaios antes da implementação da válvula automática também efetuados com uma seringa em aço inox de 5 mL no Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Tabela 6.10 - Resultados dos ensaios efetuados sem válvula automática e com uma seringa em aço inox de 5mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
2	2,06490	0,02353	0,02353	2,27911
2	2,12625	0,02270	0,02270	2,13564
6	6,22361	0,04370	0,04372	1,40490
6	6,22550	0,04100	0,04102	1,31769

Na Tabela 6.11 abaixo são apresentados alguns dos resultados obtidos com os ensaios efetuados após a implementação da válvula automática com uma seringa em aço inox de 5 mL no Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Tabela 6.11 - Resultados dos ensaios efetuados com válvula automática e com uma seringa em aço inox de 5mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
2	2,07666	0,01406	0,01407	1,35499
2	2,06703	0,01471	0,01472	1,42379
6	6,10709	0,02669	0,02671	0,87463
6	6,10734	0,02664	0,02666	0,87304

Por comparação dos resultados obtidos com e sem válvula automática é de salientar que com a utilização da válvula automática a estabilidade do caudal debitado aumentou. Este facto é visível pela diminuição significativa dos desvios padrão e incerteza calculados para os ensaios com esta válvula quando comparados com os calculados para os ensaios com a válvula manual, verificando-se uma diminuição de cerca de 40 % da incerteza dos resultados entre os ensaios com caudal nominal de 2 mL/h e o mesmo acontece com os ensaios de 6 mL/h.

6.2.5.2 Ensaios com Seringas de Vidro

Na Tabela 6.12 abaixo são apresentados alguns dos resultados obtidos com os ensaios antes da implementação da válvula automática também efetuados com uma seringa em vidro de 10 mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Tabela 6.12 - Resultados dos ensaios efetuados sem válvula automática e com uma seringa em vidro de 10mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
2	1,94656	0,02852	0,02852	2,93032
2	1,95867	0,02916	0,02916	2,97797
6	5,84693	0,05617	0,05618	1,92164
6	5,85706	0,05373	0,05374	1,83513

Na Tabela 6.13 abaixo são apresentados alguns dos resultados obtidos com os ensaios efetuados após a implementação da válvula automática com uma seringa em vidro de 10 mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Tabela 6.13 - Resultados dos ensaios efetuados com válvula automática e com uma seringa em vidro de 10mL no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
2	2,00907	0,02979	0,02980	2,96623
2	1,98083	0,03115	0,03115	3,14548
6	5,97362	0,03842	0,03843	1,28676
6	5,97646	0,03935	0,03936	1,31726

Para 6 mL/h houve uma melhoria significativa dos resultados, com uma diminuição da incerteza expandida, no entanto tal não se observa para 2 mL/h devido ao fator de influência do volume da seringa utilizada (10 mL). Este estudo permite então concluir também a importância do volume da seringa no caudal debitado.

6.2.6 Análise da Estabilidade do Caudal ao Longo do Tempo

Neste subcapítulo apresentam-se os resultados dos ensaios efetuados, com o intuito de averiguar a estabilidade do caudal doseado pelos Padrões de medição de micro caudais concebidos, ao longo do tempo. Os ensaios efetuados no âmbito deste estudo tiveram a duração de 24 horas sendo que o *software* de aquisição de dados foi programado para efetuar medições de caudal de 20 em 20 minutos.

Foram então realizados dois ensaios um na balança AX 26 que integra o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h , com válvula automática e sensor de pressão e outro na balança XP 205 que integra o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.

6.2.6.1 Padrão de Mediç o de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Neste subcapítulo s o apresentados os resultados dos ensaios feitos com o Padr o de mediç o de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h, na balança AX 26, para o estudo da estabilidade do caudal ao longo do tempo.

Na Tabela 6.14 abaixo s o apresentados os resultados do ensaio feito para um caudal nominal de 0,1 mL/h com uma seringa de 10 mL em vidro.

Tabela 6.14 – Resultados dos ensaios de tempo de estabilização do caudal doseado na balança AX 26 durante um ensaio de 24 horas, com uma seringa de 10 mL em vidro

Duração do ensaio (h)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
24	0,1	0,09779	0,00080	0,00081	1,64795

No gráfico ilustrado na Figura 6.4 é apresentada a evolução do caudal registado durante todo o ensaio de 24 horas cujos resultados são apresentados na Tabela 6.14 acima.

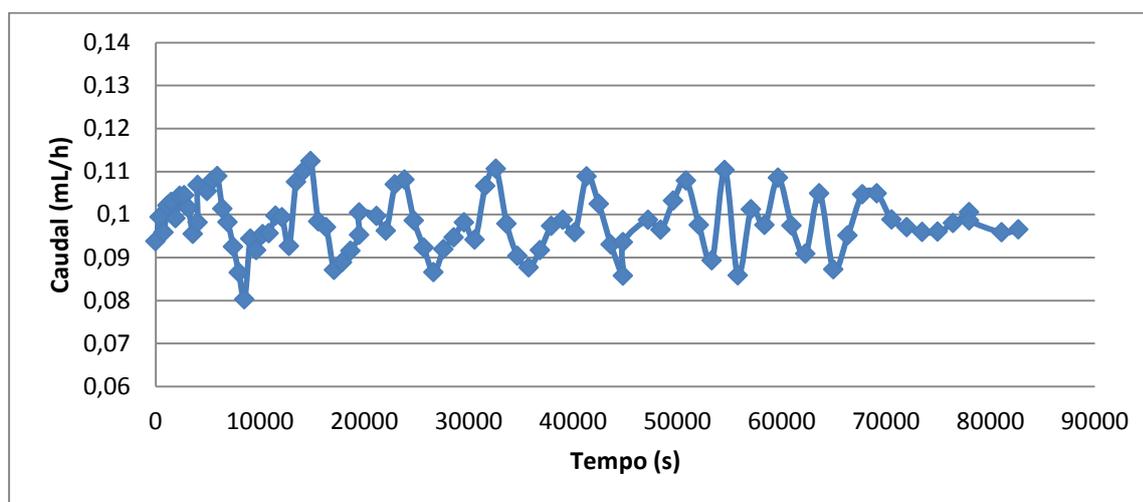


Figura 6.4 – Evolução do caudal doseado na balança AX 26 durante um ensaio de 24 horas, com um caudal nominal de 0,1 mL/h

6.2.6.2 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

Neste subcapítulo são apresentados os resultados dos ensaios feitos com o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h, na balança XP 205, para o estudo da estabilidade do caudal ao longo do tempo.

Na Tabela 6.15 abaixo são apresentados os resultados do ensaio feito para um caudal nominal de 1mL/h com uma seringa de 100 mL em aço inox.

Tabela 6.15 - Resultados dos ensaios de tempo de estabilização do caudal doseado na balança XP 205 durante um ensaio de 24 horas, com uma seringa de 100 mL em aço inox

Duração do Ensaio (h)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
24	1	1,00845	0,00582	0,00582	1,15443

No gráfico ilustrado na Figura 6.5 é apresentada a evolução do caudal registado durante todo o ensaio cujos resultados são apresentados na Tabela 6.15 acima.

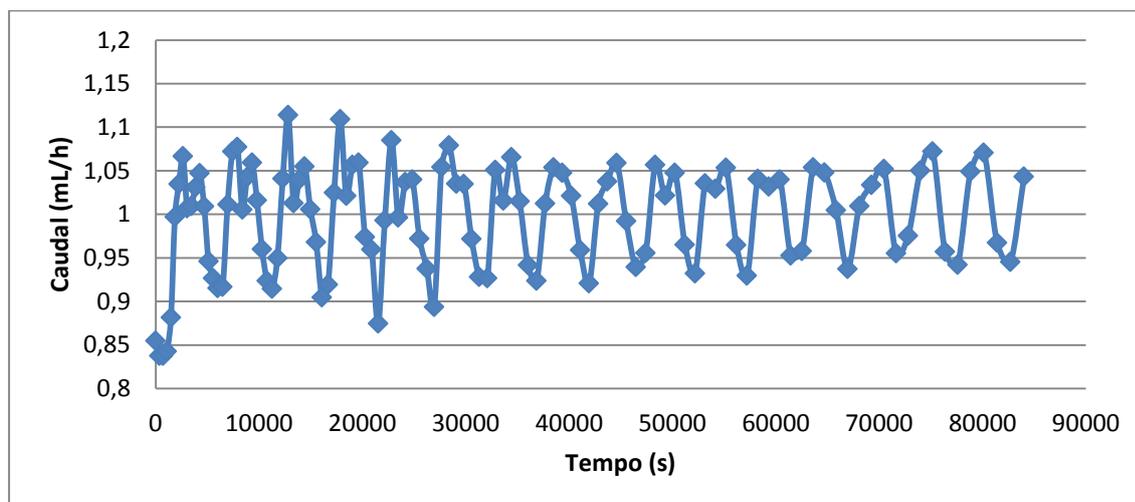


Figura 6.5 – Evolução do caudal doseado na balança XP 205 durante um ensaio de 24 horas, com um caudal nominal de 1 mL/h

Como se pode observar em ambos os casos estudados verificou-se um aumento da estabilidade do caudal ao longo do tempo.

6.2.7 Ensaios de Tempo de Estabilização de Caudal

Neste subcapítulo apresentam-se os resultados dos ensaios efetuados, com o intuito de averiguar o tempo de estabilização máximo do caudal doseado pelos Padrões de medição de micro caudais concebidos. Os ensaios efetuados no âmbito deste estudo tiveram a duração de 5 horas sendo que o *software* de aquisição de dados foi programado para efetuar medições de caudal de 300 em 300 segundos.

Foram então realizados dois ensaios, um na balança AX 26 que integra o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h, com válvula automática e sensor de pressão, e outro na balança XP 205 que integra o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.

6.2.7.1 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

Neste subcapítulo são apresentados os resultados dos ensaios feitos com o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h, na balança AX 26, para o estudo do tempo de estabilização de caudal.

Na Tabela 6.16 abaixo são apresentados os resultados do ensaio feito para um caudal nominal de 1 mL/h com uma seringa de 10 mL em vidro.

Tabela 6.16 – Resultados dos ensaios para estudo do tempo de estabilização de caudal efetuados na balança AX 26

Tempo de ensaio (h)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
5	1	1,01229	0,00596	0,00597	1,17884
1	1	1,08881	0,01481	0,01481	2,72129

6.2.7.2 Padrão de Medição de Micro Caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h

Neste subcapítulo são apresentados os resultados dos ensaios feitos com o Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h, na balança XP 205, para o estudo do tempo de estabilização de caudal.

Na Tabela 6.17 são apresentados os resultados do ensaio feito para um caudal nominal de 1 mL/h com uma seringa de 10 mL em vidro.

Tabela 6.17- Resultados dos ensaios para estudo do tempo de estabilização de caudal efetuados na balança XP 205

Tempo de ensaio (h)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
5	20	20,97063	0,00610	0,00610	0,05819
1	20	21,35314	0,08729	0,08729	0,81758

Verifica-se em ambos os sistemas que com o aumento do tempo de ensaio diminui o desvio padrão das medições, no entanto o caudal obtido com 5 h é bastante inferior o que indica uma maior evaporação.

6.2.8 Ensaios de Teste da Implementação do Sistema de Desgaseificação

Neste subcapítulo são apresentados os resultados dos ensaios realizados após a implementação do sistema de desgaseificação. O ensaio efetuado foi realizado com uma seringa de 10 mL em vidro no Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.

Na Tabela 6.18 são apresentados os resultados do ensaio efetuado com o sistema de desgaseificação e uma comparação de um ensaio feito nas mesmas condições mas sem utilização do sistema de desgaseificação.

Tabela 6.18 – Resultados dos ensaios efetuados com e sem o sistema de desgaseificação

Sistema de Desgaseificação	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
Com	2	1,98645	0,01812	0,01812	1,82440
Sem	2	2,00907	0,02979	0,02980	2,96623

Podemos observar que existe uma grande melhoria dos resultados obtidos com a utilização de um sistema de desgaseificação. Para além de reduzir bastante o tempo de preparação do ensaio, uma vez que não é necessário o uso o processo de desarejamento da água.

6.2.9 Ensaios com Duas Seringas em Paralelo

Neste subcapítulo são apresentados os resultados obtidos nos ensaios efetuados com duas seringas de 5mL em vidro no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h. Foi também feito o mesmo ensaio com apenas uma seringa de 5 mL de forma a permitir uma comparação entre os resultados. Foi feito o mesmo com uma seringa de 0,1 mL, como descrito para a seringa de 5 mL. Ambos os resultados são apresentados na Tabela 6.19 abaixo.

Tabela 6.19 - Resultados dos ensaios efetuados com duas seringas de 5 mL em simultâneo e com apenas uma de 5 mL, para o caudal e 2 mL/h; e seringas de 0,1 mL para o caudal de 0,006 mL/h

Nº de Seringas	Caudal Nominal (mL)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
1	2	2,03818	0,01290	0,01291	1,26675
2	2	2,02298	0,01085	0,01086	1,07322
1	0,006	0,00713	0,00021	0,00018	4,45610
2	0,006	0,00653	0,00008	0,00009	2,64844

Como se pode observar a utilização de duas seringas em simultâneo no sistema gerador de caudal permite obter melhores resultados com caudais mais estáveis e com incertezas expandidas significativamente mais baixas, facto que se revela fulcral no estudo do caudal de 0,006 mL/h.. Estes resultados permitem ainda constatar que a seringa de 5 mL se revela mais adequada ao caudal de 2 mL/h. Este fato é perceptível quando se comparam estes resultados com os da Tabela 6.18,

onde os ensaios foram realizados com uma seringa de 10 mL em vidro para um caudal também de 2 mL/h, como ilustrado na Tabela 6.20.

Tabela 6.20 – Comparação entre resultados com seringa de 5 mL e 10 mL em vidro

Seringa (mL)	Caudal Nominal (mL)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (mL/h)	Incerteza Expandida (%)
5 (vidro)	2	2,03818	0,01290	0,01291	1,26675
10 (vidro)	2	1,98645	0,01812	0,01812	1,82440

6.2.10 Ensaio com Soluções de Diferentes Viscosidades

Neste subcapítulo são apresentados os resultados dos ensaios realizados com soluções de diferentes viscosidades, para desta forma avaliar o comportamento do sistema no doseamento de fluidos mais viscosos do que a água.

Foram feitas soluções a base de glicerol com viscosidade dinâmica de 1,5; 2; 2,5; 3;5;10;15 mPa·s

Estas soluções foram ensaiadas com uma seringa de 10 mL em vidro na Balança AX26 para os caudais de 1 mL/h, 5 mL/h e 10 mL/h. Posteriormente foram feitos ensaios com água nas mesmas condições, para tornar possível uma análise de comparação. Os resultados destes ensaios são apresentados na Tabela 6.21.

Tabela 6.21 – Resultados dos ensaios efetuados com soluções de diferentes viscosidades

Viscosidade mPa·s	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (%)	Incerteza Expandida (%)
1 (Água)	1	0,99601	0,00849	0,01698	1,70438
1,5	1	0,98295	0,00821	0,01642	1,67000
2	1	0,99052	0,01130	0,02248	2,27000
2,5	1	0,98938	0,01188	0,02377	2,40233
5	1	0,96375	0,02180	0,04366	4,53000
10	1	0,96959	0,04100	0,08183	8,44000
15	1	0,98877	0,01500	0,03010	3,04400
1 (Água)	5	4,91060	0,02950	0,05898	1,20100
1,5	5	4,90340	0,02610	0,05217	1,06400
2	5	4,93700	0,03050	0,06107	1,23700
2,5	5	4,92230	0,30700	0,06128	1,24500
5	5	4,91480	0,03370	0,06743	1,37200
10	5	4,91460	0,05810	0,11598	2,36000
15	5	4,91390	0,03850	0,07666	1,56000
1 (Água)	10	9,82674	0,05590	0,11104	1,13000
1,5	10	9,81900	0,04890	0,09780	0,99600
2	10	9,87000	0,06790	0,13522	1,37000
2,5	10	9,81530	0,06010	0,11975	1,22000
5	10	9,86770	0,06330	0,12660	1,28300
10	10	9,78090	0,11100	0,22203	2,27000
15	10	9,78040	0,06310	0,12616	1,28990

Da análise dos resultados obtidos verificou-se, genericamente, que quanto maior for a viscosidade maior é o desvio padrão das medições. Verificou-se ainda que quanto maior o caudal debitado maior o desvio padrão associado. É de salientar que nos ensaios realizados com as viscosidades superiores e caudais debitados conjuntamente superiores o sistema sofreu um aumento considerável da pressão interna sentida na tubagem e, conseqüentemente, ocorreram fugas junto das ligações da respetiva tubagem do sistema.

Da análise das incertezas calculadas verifica-se que os resultados obtidos com a solução de 1,5 mPa.s apresentam sucessivamente uma melhor incerteza do que os resultados obtidos com água, isto porque o facto de se utilizar uma mistura de fluidos diminui a evaporação e a tensão superficial, aumentando a pressão de vapor e melhorando a estabilidade do caudal. Com o aumento da viscosidade este efeito da evaporação deixa de ser significativo.

Também se verifica que os resultados a 1 mL/h apresentam uma incerteza superior aos ensaios a 5 mL/h e 10 mL/h devido à utilização da seringa de 10 mL que não é a mais adequada para este caudal³.

6.2.11 Avaliação da Evolução do Padrão de Medição de Micro Caudais

Neste subcapítulo são resumidos os resultados de alguns ensaios efetuados que permitem a perceção da evolução do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h. Para perceção desta evolução foi escolhido um caudal de 2 mL/h.

Na Tabela 6.22 que se segue são apresentados os resultados com uma seringa de 5 mL em aço inox sem sistema de desgaseificação, uma seringa de 5 mL em vidro sem sistema de desgaseificação, uma seringa de 5 mL em vidro com sistema de desgaseificação e com duas seringas de 5 mL em vidro com sistema de desgaseificação, sendo que os resultados são apresentados pela ordem descrita.

³ A seringa mais adequada para o caudal de 1 mL/h seria uma de 5 mL em vidro, contudo essa seringa não estava presente entre o lote de equipamentos disponíveis no laboratório na data de concretização deste estudo.

Tabela 6.22 – Evolução do padrão de medição de micro caudais⁴

Seringa (mL)	Caudal Nominal (mL/h)	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h)	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (ml/h)	Incerteza Expandida (%)
5 Inox sem desgaseificador	2	2,07666	0,01406	0,01407	1,35499
5 Vidro sem desgaseificador	2	2,01868	0,01282	0,01283	1,27111
5 Vidro com desgaseificador	2	2,03818	0,01290	0,01291	1,26675
2x5 Vidro com desgaseificador	2	2,02298	0,01085	0,01086	1,07322

Com é perceptível pela diminuição das incertezas expandidas os resultados tenderam a melhorar com as soluções impostas, ou seja as seringas em vidro e a utilização do sistema de desgaseificação revelaram-se boas escolhas a implementar no padrão em causa, á semelhança do que se verificou com a implementação da válvula automática.

6.2.12 Avaliação da Seringa a Utilizar para cada Caudal a Ensaiar

Com a experiência adquirida ao logo de todos os ensaios efetuados foi definida a utilização de seringas específicas para cada caudal a ensaiar. Na Tabela 6.23 é resumida a correspondência de cada seringa definida para cada caudal a ensaiar.

⁴ Todos os resultados apresentados na Tabela 6.22 – Evolução do padrão de medição de micro caudaisTabela 6.22 foram obtidos com o padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h com válvula automática.

Tabela 6.23 – Correspondência de seringa a utilizar para cada caudal

Composição da seringa	Capacidade da seringa (mL)	Gama de caudal (mL/h)
Vidro	0,1	< 0,1
Vidro	0,5	[0,1;0,5]
Vidro	1	[0,5;1]
Vidro	5	[1;6]
Vidro	10	[6;20]
Aço Inox	20	[20;60]
Aço Inox	100	> 60

Foi possível verificar que a utilização de seringas inadequadas ao caudal a ensaiar, se espelha nos resultados obtidos, que acabam por incluir incertezas superiores as conseguidas com as seringas adequadas e definidas na Tabela 6.23, o que leva à necessidade do LVO a adquirir mais seringas.

7 Conclusões

Após os estudos e ensaios realizados com os padrões de medição de micro caudais é possível concluir que as dimensões ou a capacidade da seringa a utilizar tem influência direta nos resultados obtidos.

Outra conclusão retirada prende-se com a escolha do intervalo de tempo para a coleta de medições, verificou-se que quando maior for o número de medições efetuadas por minuto maior serão as dispersões registadas, ou seja, a variação do caudal aumenta. Desta forma foram escolhidos e aconselhados intervalos de medição de 30 em 30 segundos para ensaios de 1 hora, de 300 em 300 segundos para ensaios de 5 horas e de 30 em 30 minutos para ensaios de 24 horas.

A utilização de uma válvula automática e de um sistema de desgaseificação permitiram um melhoramento significativo dos resultados obtidos.

As correções à impulsão e evaporação são fundamentais na determinação de micro caudal pelo método gravimétrico, sendo que a imersão da ponta é um fator fundamental para a estabilidade das medições.

A instalação de um sensor de pressão permite identificar a pressão de trabalho. A pressão máxima de trabalho pode ser um fator limitativo em equipamentos que poderão ser calibrados com este sistema, pelo que é muito importante a sua monitorização.

7.1 Implementações Futuras

Foram identificadas algumas melhorias relevantes a implementar de futuro no desenvolvimento do presente projeto.

De futuro, a rastreabilidade ao tempo deverá ser considerada através da aquisição de uma placa de aquisição de dados e sintonização do sinal do computador com os relógios de césio do IPQ.

Dever-se-á ainda estudar e corrigir o efeito da capilaridade para caudais inferiores a 1 mL/h.

A utilização de seringas em vidro nos ensaios realizados com o padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h, o que requer a aquisição de seringas com capacidades adequadas às gamas de caudal a ensaiar neste padrão.

A aquisição de uma válvula automática para substituir a válvula manual utilizada no padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 600 mL/h.

Aquisição de um sensor de temperatura para incorporar no recipiente de alimentação de água dos padrões. Este sensor deverá permitir a recolha de dados via *LabVIEW*, substituindo a sonda utilizada que requer a deslocação de um operador e a sua consequente interação direta com o padrão.

Formulação de uma nova aplicação em linguagem *LabVIEW*, que permita o controlo de todos os componentes dos padrões, de forma a reduzir as influências relacionadas com o operador.

A aquisição de recipientes de recolha com menor espessura e, conseqüentemente, mais leves para a balança AX 26 que integra o padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h. Desta forma é então possível aumentar a capacidade de medição com esta balança, o que permitirá a realização de ensaios mais longos ou ensaios com caudais superiores.

A aquisição de mais seringas, de diferentes dimensões, seria interessante uma vez que permitiria estudar diferentes caudais com a obtenção de bons resultados, podendo-se no futuro aumentar a gama de caudais a ensaiar com o sistema.

Bibliografia

- [1] P. Lucas, I. Nielsen e C. Melvad, “Standard for low to ultra-low flow rates for drug delivery applications,” 2011.
- [2] J. Gala, Desenvolvimento de Padrão Gravimétrico de medição de caudal de fluidos entre 10 mL/min e 100 nL/min, Lisboa: Universidade Nova de Lisboa - Faculdade de Ciências e Tecnologia, 2012.
- [3] H. Preben e R. Fiona, Metrology - In Short, Terceira edição ed., EURAMET, 2008.
- [4] IPQ , “IPQ - Instituto Português da Qualidade,” [Online]. Available: www.ipq.pt. [Acedido em 10 Agosto 2013].
- [5] JCGM 2008, Evaluation of measurement data - Guide to expression of uncertainty in measurement, 1ª ed., 2008.
- [6] IPQ, Vocabulário Internacional de Metrologia, 1ª edição Luso - Brasileira ed., Caparica, 2012.
- [7] “Decreto-Lei nº 71/2012,” *Diário da República*, 1.ª série - Nº 58, 21 de Março de 2012.
- [8] *Portaria nº888/2010*, 1.ª série 178, 13 de Setembro de 2010.
- [9] *Portaria n.º 23/2013*, 1.ª série N.º 17, 24 de Janeiro de 2013.
- [10] E. Batista, “"Calibração de material volumétrico" (Procedimento Técnico),” Instituto Português da Qualidade, 2010.
- [11] IPQ - Instituto Português da Qualidade, NP EN ISO 4787 - Vidraria de laboratório. Instrumentos volumétricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização, 2ª ed., Caparica, 2011.
- [12] E. Batista, "Calibração de material volumétrico por gravimetria" (Procedimento técnico), LCM - Instituto Português da Qualidade, 2011.
- [13] Agência Nacional Do Petróleo, “Portaria ANP N. 80,” 30 Abril 1999.
- [14] Chemyx Inc., Nexus Series User Manual, Stafford, USA.
- [15] Swagelok Company, Catalog Stainless Steel Tubing - Imperial Sizes, U.S.A, 2010.
- [16] Swagelok Company, Instrument Ball Valves, U.S.A, 2005.
- [17] Mettler Toledo, “Mettler Toledo,” [Online]. Available: <http://us.mt.com>. [Acedido em 23 Junho 2013].
- [18] Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies, Operating Instructions, Suíça:

- Greifensee, 2000.
- [19] National Instruments, “National Instruments,” [Online]. Available: <http://www.ni.com/labview/pt/>. [Acedido em 22 Agosto 2013].
- [20] Microsyringes - Innovative Labor Systeme GmbH, “Microsyringes,” [Online]. Available: www.microsyringes.com. [Acedido em 12 Agosto 2013].
- [21] European Standard EN 1707:1996, Conical fittings with a 6% (Luer) taper for syringes, needles and certain other medical equipment - Lock fittings, 1996.
- [22] Kloehn Ltd., Hardware User's Manual for Intellect II, Las Vegas, USA, 2012.
- [23] Systec, “Product Data Sheet, Prep/Semi-Prep Scale, Vacuum Degassing Chambers,” 2013.
- [24] J. C. Silva, Manual de elaboração de relatórios e tratamento de resultados experimentais, Janeiro 1992.
- [25] IPQ, Guia para a expressão da incerteza de medição nos Laboratórios de Calibração, 2ª ed., Caparica, Novembro 2005.
- [26] EURAMET, Calibration Guide - Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration, 2012.
- [27] E. Batista e R. Panton, The selection of water property formulae for volume and flow calibration, 2007.
- [28] E. Batista, "Cálculo de incertezas no método gravimétrico", Instituto Português da Qualidade - LCM, 2011.
- [29] H. Bettin e F. Spieweck, “Review: Solid Liquid density determination,” *Tm - Technisches Messen*, vol. 59, p. 249, 1992.
- [30] International Organization of Legal Metrology, OIML R 111 - weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M2, M3, 2004.
- [31] E. Batista, ““Calibração de Balanças no Laboratório de Volume” (Procedimento Técnico),” Instituto Português da Qualidade, 2013.
- [32] E. Batista, Apresentação - Calibração de Material Volumétrico, LCM - Instituto Português da Qualidade, 2012.
- [33] “Infoescola,” [Online]. Available: www.infoescola.com. [Acedido em 19 Agosto 2013].
- [34] “Lab House,” [Online]. Available: <http://www.labhouse.com.br/>. [Acedido em 19 Agosto 2013].
- [35] BDL Czech Republic, “BDL,” [Online]. Available: <http://www.bdl-cee.com/>. [Acedido em 22 Agosto 2013].
- [36] Thermo Fisher Scientific Inc, “webshop fishersc,” [Online]. Available:

webshop.fishersci.com. [Acedido em 25 Agosto 2013].

[37] eppendorf, "eppendorf," [Online]. Available: www.eppendorf.com. [Acedido em 28 Agosto 2013].

[38] B Braun, "B Braun Sharing Expertise," [Online]. Available: www.bbraun.com. [Acedido em 12 Agosto 2013].

[39] E. Batista, "'Calibração de Micropipetas" (Procedimento Técnico)," Instituto Português da Qualidade, 2013.

Anexos

Anexo I – Modelação em *SolidWorks*

Foi realizada uma modelação em *SolidWorks* do sistema inicial do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h.com válvula manual, como ilustrado na Figura I.1 e Figura I.2

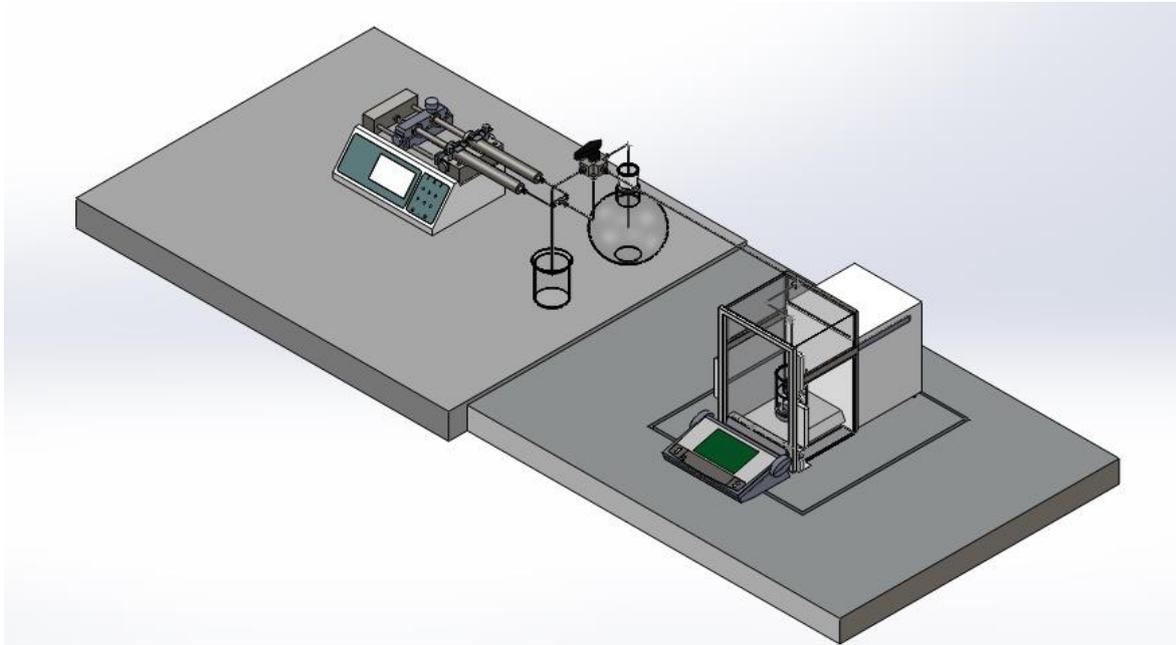


Figura I.1 – Sistema inicial do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

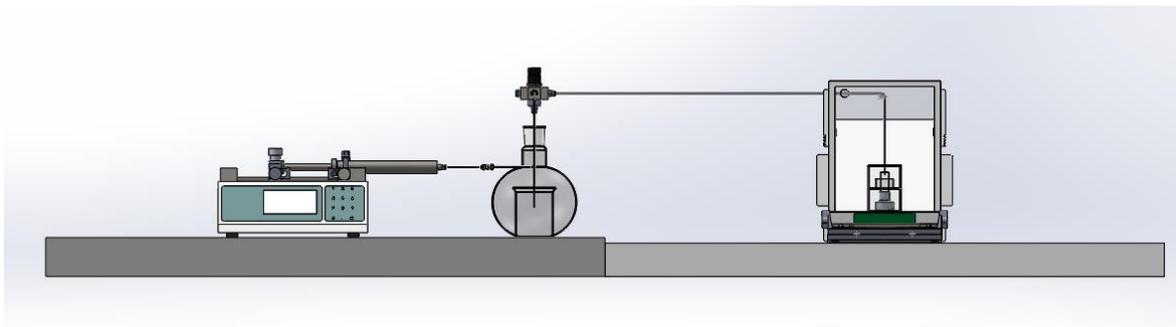


Figura I.2 – Sistema inicial do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h (Vista de frente)

Sistema final do padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h com válvula automática, sistema de desgaseificação e sensor de pressão.

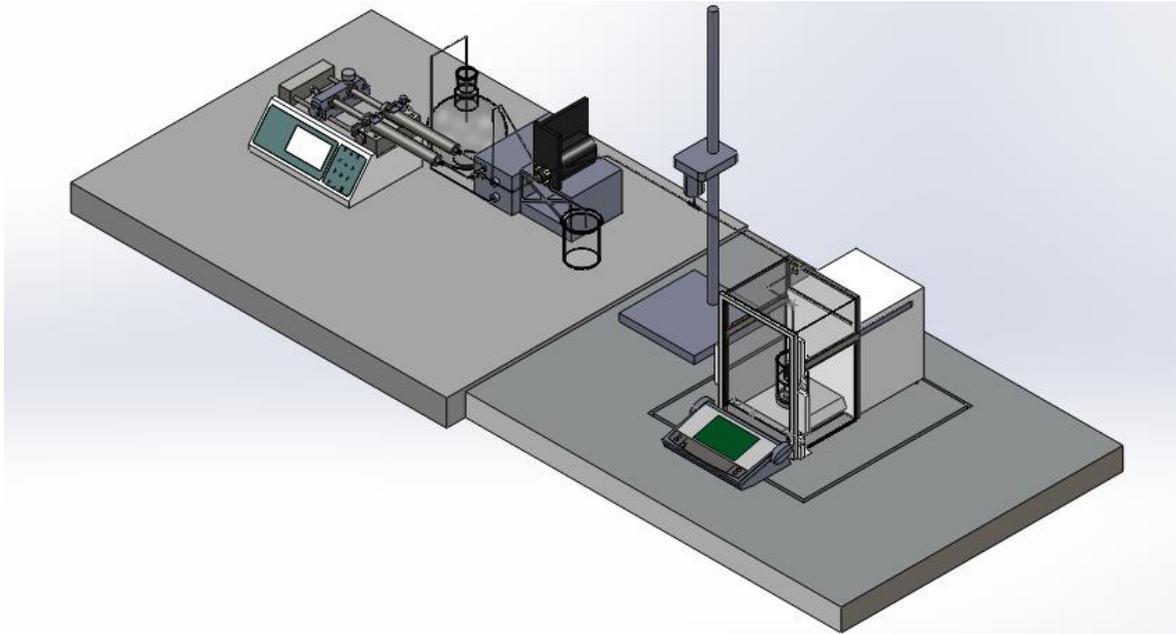


Figura I.3 – Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h

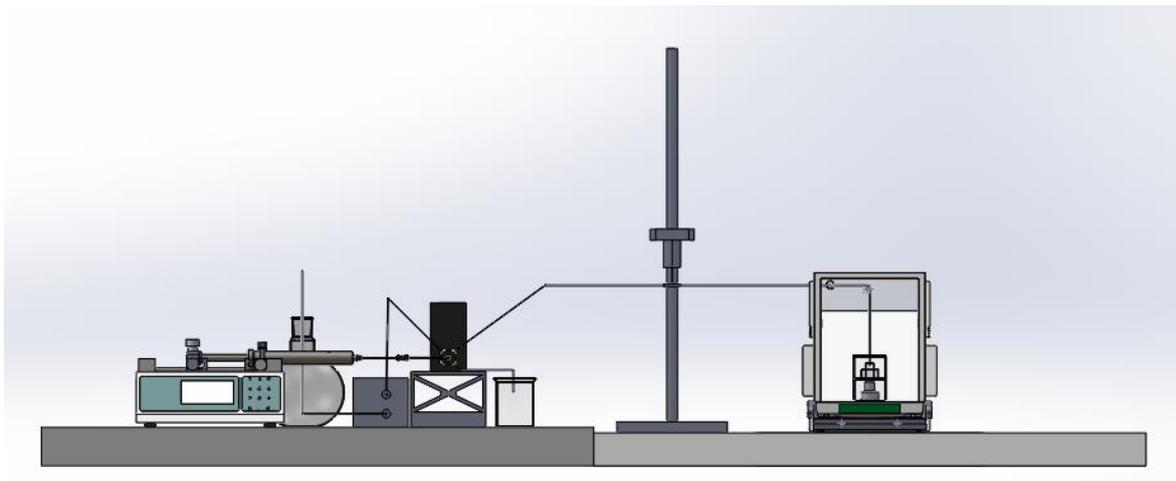


Figura I.4 – Padrão de medição de micro caudais entre 20 mL/h a 0,006 mL/h (Vista frente)

Anexo II - Procedimento de Configuração e de Utilização da Válvula Automática *Intellect II Kloehn*

O sistema abaixo ilustrado na Figura II.1 possui uma válvula automática *Intellect II da Kloehn*, que permite selecionar uma de quatro posições de trabalho, tornando possível e simplificado a capacidade de direcionar o fluxo a ensaiar.



Figura II.1 - Padrão para medição de micro caudais, com válvula automática.

A válvula está montada para operar da seguinte forma (Tabela II.1):

Tabela II.1 – Posições e funções da válvula automática.

Posição	Posição correspondente no <i>Software</i>	Função
A	1	Purga
B	2	Sem função
C	3	Alimentação de Líquido de calibração
D	4	Ensaio

Para escolher a posição desejada é necessário utilizar um *software*, fornecido pelo fabricante, denominado por *Kloehn Control*.

Procedimento:

1. Abrir o programa (que se encontra neste caso em "C:\Program Files (x86)\Kloehn Control\KControl.exe")
2. No separador "Project settings" definir a porta "Comm" que permite a ligação com a válvula através da sua porta RS232. Depois de definida fica gravada se mais tarde se abrir o programa.
3. Verificar se a "intellect II Valve" aparece na lista de dispositivos com a válvula correta que, neste caso, será "4-way distribution". Caso não apareça basta fazer "autoselect", para que o programa encontre o dispositivo ligado.
4. Depois de feitos estes passos obtemos algo como o ilustrado abaixo (Figura II.2).

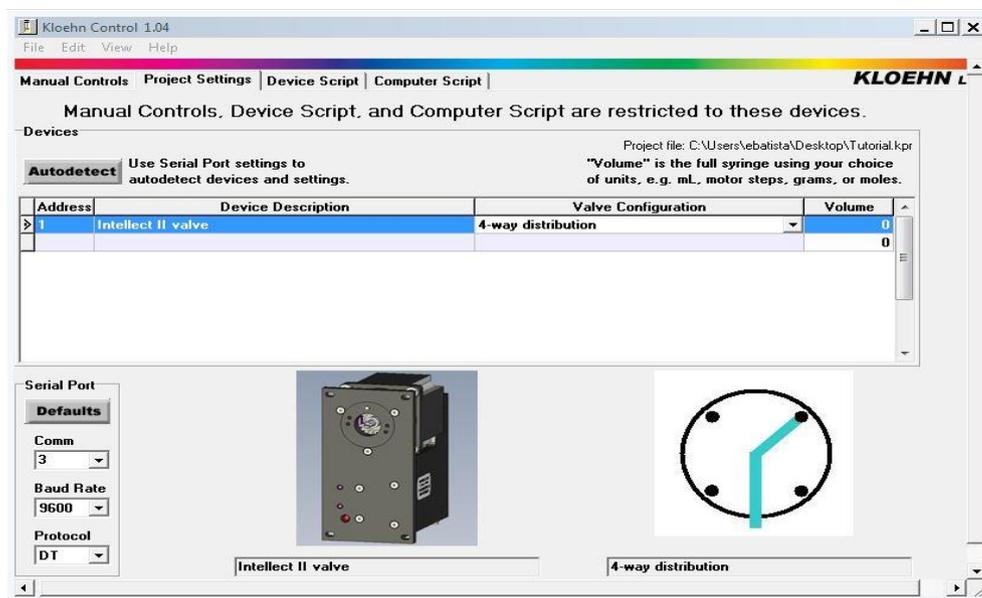
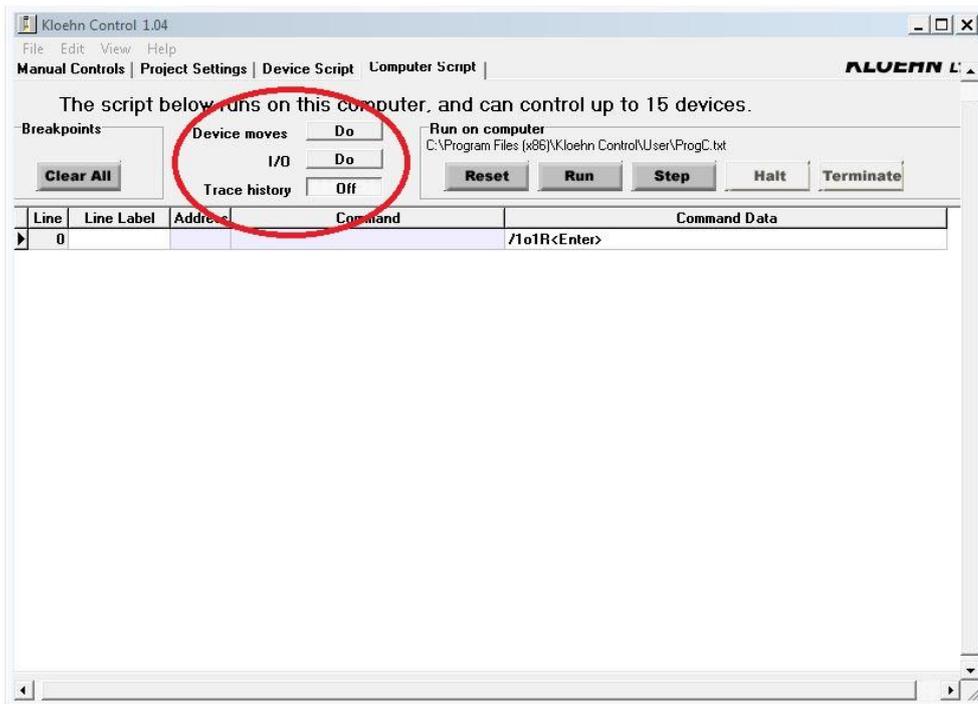


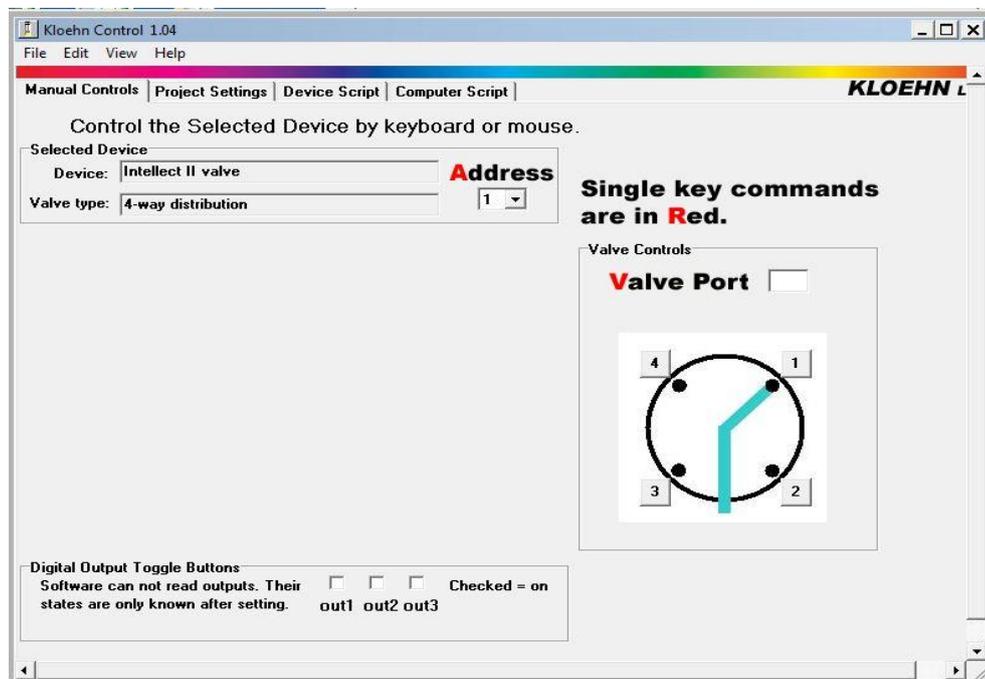
Figura II.2 – Passo de configuração, no ambiente de trabalho do software Kloehn Control

5. Selecionar o separador "computer Script" e verificar se as opções "device moves" e "I/O" estão ativas (Do) como ilustrado na Figura II.3.



6. Figura II.3 – Passo de configuração, no ambiente de trabalho do *software Kloehn Control*

7. Selecionar o separador “*Manual controls*” (Figura II.4) onde se pode escolher a posição pretendida, de acordo com a Tabela II.1 onde é feita a correspondência das saídas com as funções em causa neste projeto.

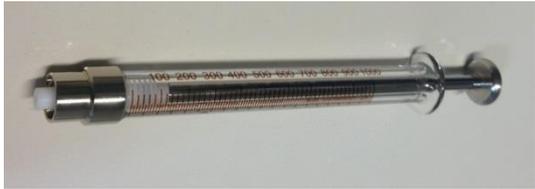


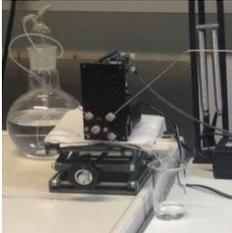
8. Figura II.4 – Passo de configuração, no ambiente de trabalho do *software Kloehn Control*

Anexo III – Lista de Componentes Constituintes dos Padrões

No presente anexo são apresentados todos os componentes constituintes dos padrões de medição de micro caudais, como ilustrado na Tabela III.1.

Tabela III.1 – Lista de componentes utilizados

Componente	Ilustração do Componente
Seringa 5mL, Aço Inox (Chemys)	
Seringa 20mL, Aço Inox (Chemys)	
Seringa 100mL, Aço Inox (Chemys)	
Seringa 10mL, Vidro	
Seringa 5 mL, Vidro	
Seringa 1mL, Vidro	

Componente	Ilustração do Componente
<p>Seringa infusora (<i>Nexus 3000 da Chemys</i>)</p>	
<p>Balança <i>Mettler Toledo AX26</i></p>	
<p>Balança <i>Mettler Toledo XP205</i></p>	
<p>Válvula de distribuição de 5 vias Manual da <i>Swagelok</i></p>	
<p>Válvula de distribuição de 5 vias automática da <i>Kloehn</i></p>	
<p>Sensor de Pressão da <i>GE</i></p>	
<p>Controlo de evaporação para Balança <i>AX26</i></p>	

Componente	Ilustração do Componente
Banho de <i>Ultra-Sons Branson 8200</i>	
Sonda para medir Temperatura	
Sistema de degaseificação	
Barómetro	
Hidrómetro	

Anexo IV – Formulas de Cálculo da Massa Volúmica da Água e do Ar

Determinação da massa volúmica da água (fórmula de Tanaka)

$$\rho_w = a_5 \left[1 - \frac{(T+a_1)^2(T+a_2)}{a_3(T+a_4)} \right] \text{ kg/m}^3 \quad \text{Equação 49}$$

onde:

T é a temperatura (°C)

$$a_1 = -3,983035$$

$$a_2 = 301,797$$

$$a_3 = 522528,9$$

$$a_4 = 69,34881$$

$$a_5 = 999,974950$$

Determinação da massa volúmica do ar (fórmula de Spieweck)

$$\rho_a = \frac{k_1 p_A + h_r (k_2 T_A + k_3)}{T_A + 273,15} \text{ g/mL} \quad \text{Equação 50}$$

onde:

T_A – Temperatura ambiente em °C

p_A – Pressão em hPa

h_r – Humidade relativa em %

$$k_1 = 3,4844 \times 10^{-4} \text{ °C/hPa}$$

$$k_2 = -2,52 \times 10^{-6} \text{ g/mL}$$

$$k_3 = 2,0582 \times 10^{-5} \text{ °C}$$