

# 5º Encontro Nacional SPMET 2012



EMRP

European Metrology Research Programme  
Programme of EURAMET



The EMRP is jointly funded by the EMRP participating countries within EURAMET and the European Union

## DESENVOLVIMENTO DE UM PADRÃO DE MICROCAUDAL DE FLUIDOS

**Elsa Batista**, Nelson Almeida, Luís Ribeiro, Eduarda Filipe,  
Instituto Português da Qualidade /Laboratório Central de Metrologia

João Gala, Rui Martins

Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa/DEMI



## Resumo



- ✓ Objetivo e Introdução
- ✓ EMRP
- ✓ Desenvolvimento do projeto
- ✓ Modelo e cálculo de incertezas
- ✓ Resultados
- ✓ Propostas de melhoria
- ✓ Aplicações

Desenvolvimento de um padrão gravimétrico de medição de caudal de fluidos com capacidade entre 10 mL/min e 10 nL/min no âmbito da participação o IPQ no projecto EMRP – Metrology for Drug Delivery.

Parceria entre o Laboratório de Volume (LVO) do Instituto Português da Qualidade (IPQ), e o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT/UNL).

O caudal consiste na quantidade de fluido (massa ou volume) que atravessa uma dada área por unidade de tempo.

O método dinâmico gravimétrico de medição de caudal consiste na medição da massa de fluido obtida num determinado intervalo de tempo.

$$Q_m = \frac{m}{t}$$

Existem três elementos principais numa calibração gravimétrica de caudal:

- Um gerador de fluxo
- Um dispositivo coletor
- Sistema de medição e aquisição de dados

- Com o desenvolvimento da ciência e da nanotecnologia, o **limite mínimo** de medição no âmbito do **caudal de fluidos** é cada vez mais pequeno, na ordem dos microlitros por minuto ou mesmo nanolitros por minuto.
- De forma a acompanhar a necessidade da **indústria e dos laboratórios**, em áreas tão diversas como a saúde, a biotecnologia, a engenharia ou a física, dando rastreabilidade às suas medições, foi identificada a necessidade, não só nacional mas também internacional, do desenvolvimento de **padrões de medição de microcaudal**.

A EURAMET iniciou em 2007 um Programa Europeu de Investigação em Metrologia (EMRP).

Este programa permite a colaboração entre os Laboratórios Nacionais Metrologia, a investigação científica académica (pública ou privada) e a indústria, através de projetos de investigação conjuntos (JRP) em várias áreas onde a contribuição da Metrologia é fundamental. Uma dessas áreas é a Saúde.

EMRP

European Metrology Research Programme

► Programme of EURAMET

The EMRP is jointly funded by the EMRP participating countries within EURAMET and the European Union



Um dos JRP do programa alvo (TP) “Metrologia para a Saúde” consiste na **Metrologia para Administração de Fármacos -MeDD** e tem como objetivos:

- O desenvolvimento de um padrão primário de medição de caudal entre 150  $\mu\text{L}/\text{min}$  a 1  $\text{nL}/\text{min}$
- A caracterização de caudalímetros
- A caracterização de geradores de fluxo existentes no mercado, onde se inclui os equipamentos de infusão hospitalares

O projeto têm uma duração de 3 anos com início a junho de 2012.

Parceiros: CMI, CETIAT, DTI, EJPD, IPQ, VSL, UME

O IPQ iniciou em abril de 2012 o desenvolvimento de um padrão gravimétrico de microcaudal.

# Parâmetros de estudo do projeto

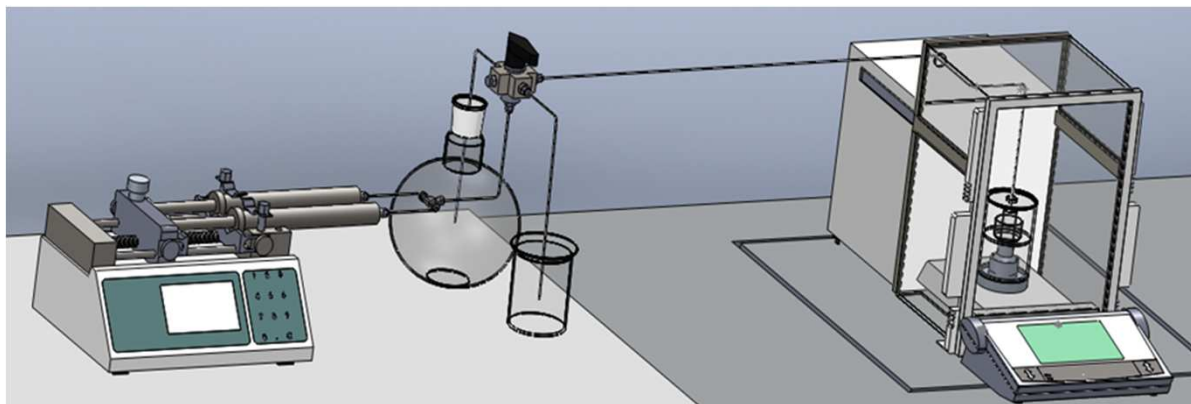


- Geração de fluxo
- Influências térmicas, absorção e fugas
- Evaporação
- Efeitos de capilaridade ou tensão superficial
- Contaminação ou bolhas de ar na água utilizada
- Medição do tempo e aquisição de dados
- Balança



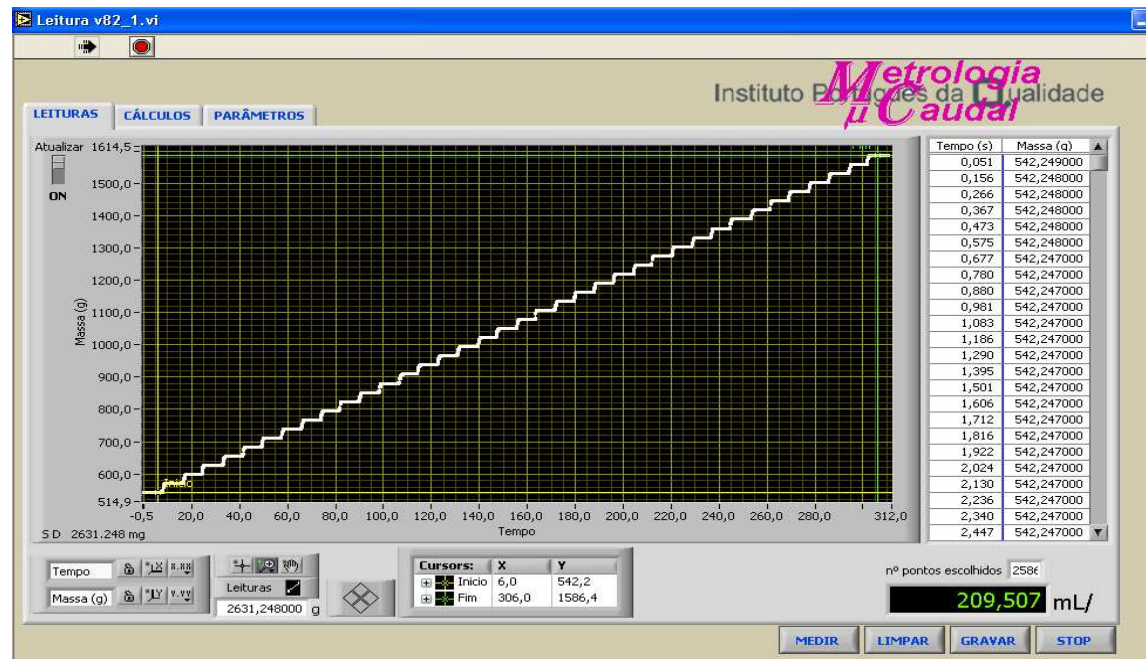


# Montagem final



# Software de aquisição de dados

Foi desenvolvido um módulo aplicativo em *LabView* para automatizar a recolha, a validação, o tratamento estatístico de dados e a determinação em "run time" dos erros e do respetivo cálculo de incertezas.



## Modelo de cálculo

$$Q = \frac{1}{t_f - t_i} \left[ \frac{\left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) I_f [1 - \gamma(T - 20)]}{\rho_w - \rho_A} - \frac{\left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B}\right) I_i [1 - \gamma(T - 20)]}{\rho_w - \rho_A} + \delta V_{evap} \right]$$

$Q$  – Caudal volúmico, em mL/s

$t_f$  – Tempo final em segundos

$t_i$  – Tempo inicial em segundos

$I_f$  – Resultado da pesagem final, em g

$I_i$  – Resultado da pesagem inicial, em g

$\rho_a$  – Massa volúmica do ar em g/mL

$\rho_b$  – Massa volúmica de referência das massas da balança em g/mL

$\rho_w$  – Massa volúmica da água, em g/mL

$T$  – Temperatura da água utilizada no procedimento experimental, em °C

$\gamma$  – Coeficiente de expansão térmica do material de que é feita a tubagem, /°C

$\delta V_{evap}$  – Evaporação em mL

\*mse – mean square error

# Componentes de incerteza

| Fonte de Incerteza                  | Incerteza-padrão     | Processo de avaliação          | Avaliação tipo | Distribuição |
|-------------------------------------|----------------------|--------------------------------|----------------|--------------|
| Massa inicial                       | $u(I_i)$             | 1/2 mse*                       | A              | Normal       |
| Massa final                         | $u(I_f)$             | 1/2 mse*                       | A              | Normal       |
| Massa volúmica da água              | $u(\rho_w)$          | Valor literatura               | B              | Rectangular  |
| Massa volúmica do ar                | $u(\rho_A)$          | Valor literatura               | B              | Rectangular  |
| Massa volúmica dos pesos            | $u(\rho_B)$          | Cert. calibração               | B              | Rectangular  |
| Temperatura                         | $u(T)$               | Cert. calibração do termómetro | B              | Rectangular  |
| Coef. de expansão térmica do padrão | $u(\gamma)$          | Valor literatura               | B              | Rectangular  |
| Evaporação                          | $u(\delta V_{evap})$ | Ajuste polinomial              | B              | Rectangular  |
| Tempo inicial                       | $u(t_i)$             | Estimativa (1 $\mu$ s)         | B              | Rectangular  |
| Tempo final                         | $u(t_f)$             | Estimativa (1 $\mu$ s)         | B              | Rectangular  |

\*mse – mean square error



# Componentes de incerteza *Labview*

Leitura v82\_1.vi

Metrologia  
Instituto Português da Qualidade  
*μ Caudal*

LEITURAS   CÁLCULOS   PARÂMETROS

| Fonte de incerteza           | Estimativa                | componente e processo de avaliação  | Tipo de avaliação | Coefficiente de Sensibilidade | Componente quadrática | Nº de graus de liberdade |
|------------------------------|---------------------------|-------------------------------------|-------------------|-------------------------------|-----------------------|--------------------------|
| Massa final $I_f$            | 86,427000 g               | incerteza balança resolução 1/2 mse | 6,80E+4           | A normal                      | 3,3E-3                | 2584                     |
| Densidade água $\rho_w$      | 0,997989 g/mL             | Valor de literatura                 | -2,17E-6          | B rectangular                 | 0E+0                  | 5000                     |
| Densidade ar $\rho_a$        | 0,001184 g/mL             | Valor de literatura                 | 5,00E-7           | B rectangular                 | 0E+0                  | 5000                     |
| Densidade massas $\rho_b$    | 7,960E+0 g/mL             | Certif cal da balança               | 6,00E-2           | B rectangular                 | 0E+0                  | 50                       |
| Temperatura $t$              | 21,030 °C                 | Certif cal do term                  | 1,00E-2 °C        | B rectangular                 | 0E+0                  | 5000                     |
| Coef expansão $\gamma$       | 4,800E-5 °C <sup>-1</sup> | Valor de literatura                 | 5,00E-2           | B rectangular                 | 0E+0                  | 50                       |
| Massa inicial $I_i$          | 542,246 g                 | incerteza balança resolução 1/2 mse | 6,80E+4           | A normal                      | -3,3E-3               | 2584                     |
| Evaporação $d_{\text{Evap}}$ | 4,015E-5                  | ajuste polin                        | 1,00E-3           | B rectangular                 | 3,3E-3                | 3,7E-12                  |
| Tempo final $\tau_f$         | 305,952 s                 | incerteza balança resolução 1/2 mse | 1,00E-6           | A normal                      | -1,2E-2               | 135,5E-18                |
| Tempo inicial $\tau_i$       | 6,01267 s                 | incerteza balança resolução 1/2 mse | 1,00E-6           | A normal                      | 1,2E-2                | 135,5E-18                |
| Caudal                       | 209,507 mL/min            |                                     |                   | incerteza combinada           | 115,50E-6             | N.ef 5000,73             |
|                              |                           |                                     |                   | factor de expansao            | 2                     |                          |
|                              |                           |                                     |                   | incerteza expandida           | 231,05E-6             |                          |

MEDIR   LIMPAR   GRAVAR   STOP

## Incerteza Combinada

$$u(Q) = \left[ \begin{aligned} &\left(\frac{\partial Q}{\partial I_f}\right)^2 u^2(m) + \left(\frac{\partial Q}{\partial I_i}\right)^2 u^2(m) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_w}\right)^2 u^2(\rho_w) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_a}\right)^2 u^2(\rho_A) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \rho_b}\right)^2 u^2(\rho_B) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \gamma}\right)^2 u^2(\gamma) \\ &+ \left(\frac{\partial Q}{\partial T}\right)^2 u^2(T) + \left(\frac{\partial Q}{\partial \delta V_{evap}}\right)^2 u^2(\delta V_{evap}) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_f}\right)^2 u^2(t_f) + \left(\frac{\partial Q}{\partial t_i}\right)^2 u^2(t_i) \end{aligned} \right]^{\frac{1}{2}}$$

## Incerteza Expandida

$$U = u(Q) \times k \quad k = 2 \text{ para um intervalo de confiança de 95\%}$$



# Resultados para a seringa de 5 mL

|              | Caudal nominal (mL/min) | Caudal obtido (mL/min) | Erro (%) | Incerteza combinada (mL/min) | Incerteza expandida (mL/min) | Incerteza expandida (%) |
|--------------|-------------------------|------------------------|----------|------------------------------|------------------------------|-------------------------|
| seringa 5 mL | 0,033                   | 0,0349                 | 5,6153   | $8,7 \times 10^{-5}$         | $1,7 \times 10^{-4}$         | 0,50                    |
|              |                         | 0,0346                 | 4,7480   | $8,7 \times 10^{-5}$         | $1,7 \times 10^{-4}$         | 0,50                    |
|              |                         | 0,0347                 | 5,2219   | $8,5 \times 10^{-5}$         | $1,7 \times 10^{-4}$         | 0,50                    |
|              | 0,1                     | 0,1050                 | 5,0089   | $5,8 \times 10^{-5}$         | $1,1 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|              |                         | 0,1048                 | 4,8249   | $5,7 \times 10^{-5}$         | $1,1 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|              |                         | 0,1043                 | 4,3289   | $5,7 \times 10^{-5}$         | $1,1 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|              | 0,33                    | 0,3448                 | 4,4962   | $1,9 \times 10^{-4}$         | $3,8 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|              |                         | 0,3439                 | 4,2008   | $1,9 \times 10^{-4}$         | $3,8 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|              |                         | 0,3448                 | 4,4762   | $1,9 \times 10^{-4}$         | $3,8 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|              | 1                       | 1,0286                 | 2,8563   | $5,8 \times 10^{-4}$         | $1,1 \times 10^{-3}$         | 0,11                    |
|              |                         | 1,0296                 | 2,9633   | $5,6 \times 10^{-4}$         | $1,1 \times 10^{-3}$         | 0,11                    |
|              |                         | 1,0309                 | 3,0943   | $5,7 \times 10^{-4}$         | $1,1 \times 10^{-3}$         | 0,11                    |



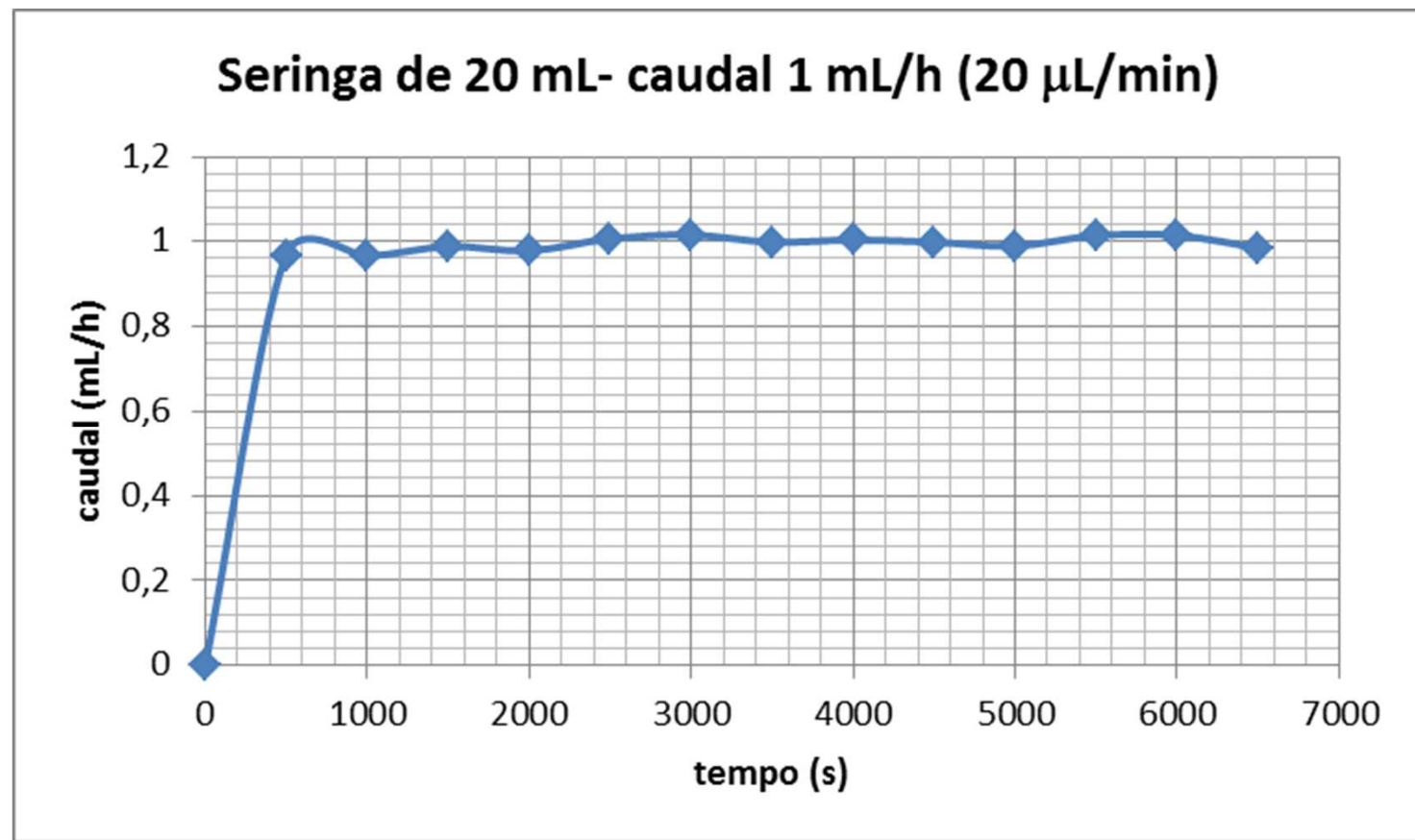
# Resultados seringa 20 mL

|               | Caudal nominal (mL/min) | Caudal obtido (mL/min) | Erro (%) | Incerteza combinada (mL/min) | Incerteza expandida (mL/min) | Incerteza expandida (%) |
|---------------|-------------------------|------------------------|----------|------------------------------|------------------------------|-------------------------|
| seringa 20 mL | 0,1                     | 0,1007                 | 0,7018   | $5,8 \times 10^{-5}$         | $1,2 \times 10^{-4}$         | 0,12                    |
|               |                         | 0,1002                 | 0,1978   | $5,8 \times 10^{-5}$         | $1,2 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|               |                         | 0,1005                 | 0,5428   | $5,8 \times 10^{-5}$         | $1,2 \times 10^{-4}$         | 0,12                    |
|               | 0,33                    | 0,3331                 | 0,9511   | $1,9 \times 10^{-4}$         | $3,8 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|               |                         | 0,3336                 | 1,0856   | $1,9 \times 10^{-4}$         | $3,8 \times 10^{-4}$         | 0,11                    |
|               |                         | 0,3319                 | 0,5847   | $1,9 \times 10^{-4}$         | $3,8 \times 10^{-4}$         | 0,12                    |
|               | 1                       | 1,0017                 | 0,1703   | $5,8 \times 10^{-4}$         | $1,2 \times 10^{-3}$         | 0,12                    |
|               |                         | 0,9982                 | 0,1816   | $5,7 \times 10^{-4}$         | $1,2 \times 10^{-3}$         | 0,12                    |
|               |                         | 0,9983                 | 0,1658   | $5,8 \times 10^{-4}$         | $1,2 \times 10^{-3}$         | 0,12                    |
|               | 3,3                     | 3,2602                 | 1,2068   | $1,9 \times 10^{-3}$         | $3,8 \times 10^{-3}$         | 0,12                    |
|               |                         | 3,2714                 | 0,8659   | $2,0 \times 10^{-3}$         | $3,9 \times 10^{-3}$         | 0,12                    |
|               |                         | 3,2742                 | 0,7811   | $1,9 \times 10^{-3}$         | $3,9 \times 10^{-3}$         | 0,12                    |
|               | 10                      | 9,9349                 | 0,6512   | $6,2 \times 10^{-3}$         | $1,2 \times 10^{-2}$         | 0,12                    |
|               |                         | 9,9167                 | 0,8333   | $6,3 \times 10^{-3}$         | $1,3 \times 10^{-2}$         | 0,13                    |
|               |                         | 9,9796                 | 0,2043   | $6,2 \times 10^{-3}$         | $1,2 \times 10^{-2}$         | 0,12                    |





# Resultados ao longo de 1 hora



Incerteza expandida de 0,1%

- ❖ Rastreabilidade com tempo
- ❖ Utilização de válvula automática de distribuição de caudal
- ❖ Aquisição automática de dados ambientais
- ❖ Utilização de várias balanças
- ❖ Utilização de duas seringas em paralelo



# Aplicações

## Calibração de caudalímetros



## Calibração de gerador de fluxos



## Calibração de equipamentos de infusão hospitalar





---

OBRIGADA

[ebatista@ipq.pt](mailto:ebatista@ipq.pt)