

# Padrão Gravimétrico de Medição de Caudal de Fluidos e Extensão da Capacidade

André F. C. Bandeira

E-mail: andre.bandeira@sapo.pt

Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial, Faculdade de Ciências e Tecnologia,  
Universidade Nova de Lisboa, 2829-516 Caparica

Elsa M. I. Batista

E-mail: ebatista@ipq.pt

Laboratório Nacional de Metrologia, Instituto Português da Qualidade, IPQ, Rua António  
Gião, 2, 2829-513 Caparica

Eduarda Filipe

E-mail: efilipe@ipq.pt

Laboratório Nacional de Metrologia, Instituto Português da Qualidade, IPQ, Rua António  
Gião, 2, 2829-513 Caparica

Helena V. G. Navas

E-mail: hvgn@fct.unl.pt

UNIDEMI, Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial, Faculdade de Ciências e  
Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, 2829-516 Caparica

## Resumo:

O presente trabalho será focado no desenvolvimento e nos respectivos ensaios experimentais de um padrão primário de medição de micro caudal, desenvolvido em parceria pelo Laboratório de Volume (LVO) do Instituto Português da Qualidade (IPQ) com o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT/UNL), que permita a rastreabilidade e calibração de equipamentos no Laboratório Central de Metrologia do Instituto Português da Qualidade, nomeadamente caudalímetros e instrumentos infusores utilizados na área da saúde para administração de fármacos.

O projecto tem como objectivo final a obtenção de dois padrões gravimétricos de medição de caudal de fluidos, um para operar entre 10 mL/min e 0,001 mL/min e outro extensível até 100 mL/min.

Para a obtenção de resultados adequados nos ensaios efetuados é necessário monitorizar um conjunto de condições ambientais e do líquido padrão (temperatura, pressão e humidade).

Outro fator importante é a caracterização de fontes de incerteza, que permitem obter um resultado completo da medição. Para obter avaliação e estimativa da

incerteza de medição usa-se o procedimento descrito no GUM [4]. Neste projecto estão contempladas fontes de incerteza como as associadas a evaporação, impulsão do tubo, resolução da balança, entre outras.

**Palavras-chave:** Incerteza, Medição de Caudal, Metrologia, Padrão Gravimétrico.

### **Abstract:**

This project will be focused on the development and experimental testing of a respective primary standard for micro flow measurement, developed in partnership by Laboratory Volume (LVO) of the Portuguese Institute for Quality (IPQ) with the Department of Mechanical and Industrial Engineering (DEMI), Faculty of Sciences and Technology, New University of Lisbon (FCT / UNL), allowing traceability and calibration of equipment at the Central Laboratory of Metrology of the Portuguese Quality Institute, including flow meters and infusers instruments used in healthcare for drugs administration. The final objective of the project is to obtain two standards gravimetric measurement of fluid flow, one to operate between 10 mL / min and 0,001 mL / min and extendable to 100 mL / min. To obtain adequate results in the tests performed it is necessary to monitor a set of environmental conditions and of the standard liquid (temperature, pressure and humidity).

Another important factor is the characterization of sources of uncertainty, which allow obtaining a complete result of the measurement. For evaluation and estimation of measurement uncertainty using the procedure described in the GUM. In this design are contemplated as sources of uncertainty associated with the evaporation of the thrust tube, the resolution of the balance, among others.

**Keywords:** Uncertainty, Flow Measurement, Metrology, Standard Gravimetric.

---

## **1. Padrão para medição de micro caudais**

A Metrologia enquanto ciência da medição [5], é responsável por garantir a exatidão exigida e necessária de todos os processos produtivos, tendo como objetivo garantir a qualidade de produtos e serviços recorrendo a processos de calibração de instrumentos de medição.

A área científica responsável pelo estudo de micro caudais está em constante evolução, o que implica um desenvolvimento paralelo da metrologia nesta área, para garantir as exigências legais e económicas necessárias.

Neste projeto de desenvolvimento de um padrão gravimétrico de medição de caudal de fluidos e extensão da capacidade, pretende-se obter um padrão primário que depois de complementarmente instalado e validado irá ser utilizado na calibração de instrumentos infusores da área hospitalar e caudalímetros. Este trabalho tem como base o melhoramento do trabalho desenvolvido 2012 no âmbito de uma tese de mestrado realizada no LVO também em parceria com o DEMI da FCT/UNL, e a participação do IPQ no projeto internacional

“Metrologia para Administração de Fármacos” (MeDD - Metrology for Drug Delivery) desenvolvido no âmbito do Programa Europeu de Investigação Metrológica – EMRP, desenvolvido pela EURAMET - Associação Europeia dos Laboratórios Nacionais de Metrologia.

### **1.1. Constituição do Padrão:**

Existem três elementos principais numa calibração gravimétrica de caudal (massa por unidade de tempo):

- Um gerador de fluxo ou instrumento a calibrar
- Um dispositivo coletor (balança)
- Sistema de aquisição de dados (Labview)

Para o desenvolvimento deste projeto foram utilizados os seguintes equipamentos e *software*:

#### **1.1.1. Gerador de Caudal**

O Gerador de caudal pode ser constituído por um sistema de caudal contínuo ou por um sistema de seringas infusoras como o adoptado neste projecto - Nexus 3000 ( figura 1), que permite laborar em dois modos, enchimento “withdraw” ou infusão “infusion”. A capacidade da seringa deve ser escolhida em função do caudal desejado. Neste projeto foram escolhidas seringas de aço inox e outras em vidro de várias dimensões.

**FIGURA 1 - Nexus 3000**



#### **1.1.2. Balança**

A balança utilizada deve possuir o alcance, incerteza e a resolução adequada ao intervalo de medição. E tem de estar devidamente calibrada, permitindo a rastreabilidade das medições a padrões nacionais ou internacionais. Neste projeto foram seleccionadas as balanças apresentadas na figura 2 e 3, as suas características estão descritas no quadro 1.

**FIGURA 2 - Balança Mettler****Toledo XP205****FIGURA 3 - Balança****Mettler Toledo AX26****QUADRO 1 – Balanças escolhidas para os respectivos sistemas deste projecto [6]**

Balança	Sistema	Resolução	Carga maxima
XP205	10 mL/min e 0.001 mL/min	0,01 mg	220g
AX26	Extensível até 100 mL/min	1 µg	22 g

### 1.1.3.Sistema de controlo de evaporação (Evaporation Trap)

O controlo da evaporação é outro aspeto importante na medição de microcaudal, para este projeto escolheu-se uma “evaporation trap” que é montada na base de medição da balança, figura 4.

**FIGURA 4 - Evaporation Trap**

### 1.1.4.Válvula de distribuição automática Intellect II Kloehn

Foi colocada uma válvula de distribuição automática que permite selecionar, de forma computadorizada, uma de quatro posições de trabalho de cada vez, tornando possível e simplificado a capacidade de direccionar o fluxo a ensaiar.

### 1.1.5.Aquisição de dados

A aquisição de dados é feita através da conexão da balança a um computador, com recurso a um *software*, elaborado em ambiente informático *Labview*. O registro de dados é feito num intervalo mínimo de 50 milissegundos que pode ser reprogramado.

### 1.1.6.Montagem final

Após a escolha do equipamento adequado foi possível realizar a montagem do padrão primário de medição de caudal, de acordo com a figura 5.

**FIGURA 5 - Montagem do padrão para medição de micro caudais para operar entre 10 mL/min e 100 nL/min**



## 1.2. Procedimento experimental

Antes de se iniciar qualquer ensaio experimental é necessário verificar as condições ambientais do laboratório, que devem respeitar a gama de valores indicada no quadro 2 e devem ser ambas controladas e estáveis ao longo de cada ensaio.

**QUADRO 2 – Gama de valores aceitaves para as condições ambientais**

Grandeza	Gama de valores aceitáveis
Temperatura	[17, 23] °C
Humidade	[30, 85] %
Pressão atmosférica	[920, 1080] hPa

Outro factor relevante a ter em conta é a estabilização da temperatura do líquido de calibração, pois é necessário que este quando contido no instrumento a calibrar apresente a mesma temperatura que esse instrumento. [1]

Depois de satisfeitos os requisitos acima descritos, pode proceder-se a realização de um ensaio, escolhendo o caudal a ensaiar no sistema gerador de caudal, garantido a correcta posição da válvula e o funcionamento do *software* de aquisição de dados.

## 2. Modelo de cálculo

A seguinte equação (1) representa o modelo de cálculo do caudal utilizado no *software* de aquisição de dados.

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

Onde

$$\left\{ \begin{array}{l} t_f: \text{Tempo final} \\ t_i: \text{Tempo inicial} \\ I_L: \text{Massa final} \\ I_E: \text{Massa inicial} \\ \delta m_{imp}: \text{Correcção devido a imersão do tubo} \\ \rho_w: \text{densidade da água} \\ \rho_A: \text{densidade do ar} \\ \rho_B: \text{densidade das massas} \\ \gamma: \text{coeficiente de expansão termica} \\ T_0: \text{Temperatura da água no início do ensaio} \\ \delta V_{evap}: \text{Evaporação} \end{array} \right.$$

### 2.1. Correção à impulsão.

De forma a se proceder á correção da impulsão resultante da imersão da ponta, aumentando assim a exatidão das medições, foi utilizada a equação 2:

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

Esta correção foi efetuada em todos os resultados apresentados e é tanto maior quanto maior o diâmetro do tubo imerso.

### 2.2. Incertezas

O cálculo de incertezas foi determinado utilizando o procedimento descrito no GUM [4].

#### 2.2.1. Parâmetros que afetam a incerteza na determinação de caudal pelo método gravimétrico [2]

Durante a calibração de instrumentos de microcaudal, pelo método gravimétrico, existem vários parâmetros que podem influenciar a qualidade dos resultados obtidos. Como tal esses parâmetros, abaixo descritos, devem ser contabilizados no cálculo de incerteza da medição.

**a) Pesagem**

A pesagem é a etapa mais importante no processo de calibração gravimétrica. Os resultados de pesagem são influenciados por vários fatores, tais como a resolução, sensibilidade, e calibração da balança (excentricidade, linearidade e reprodutibilidade), e também pela classe e a densidade dos pesos utilizados para calibrar uma balança electrónica.

**b) Densidade da água**

A massa registada durante um ensaio é convertida em volume, através da determinação do valor da densidade do líquido de calibração. Este valor pode ser obtido a partir da literatura [3] ou a partir de medições directas, se a água pura não estiver disponível.

**c) Temperatura da água**

A temperatura da água deve ser cuidadosamente medida em cada ensaio realizado, uma vez que influencia a determinação da densidade da mesma. Estão ainda em estudo métodos para estimar a temperatura da água, em cada instante durante um ensaio e sem alterar o volume colectado.

**d) Condições ambientais**

As condições ambientais têm uma influência direta na determinação da massa volúmica do ar.

**e) Características do instrumento**

Características como a resolução ou o coeficiente de expansão térmico do material, devem ser tidos em conta.

**f) Impulsão**

Proviniente contacto do tubo com o líquido de calibração no recipiente de pesagem.

**g) Evaporação**

A evaporação em micro caudais pode ter uma grande influência no resultado final. Este parâmetro pode ser afetado pela temperatura da água, pelas condições ambientais e pelo recipiente de recolha utilizado.

### 2.2.2. Incertezas padrão de cada parâmetro

$$\left\{ \begin{array}{l} u(I_L) = \left[ \left( \frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left( \frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [g] \\ u(I_E) = \left[ \left( \frac{u(bal)}{2} \right)^2 + 2 \left( \frac{R_{bal}/2}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} [g] \\ u(\delta m_{imp}) = \left( 2 * \left( R_{paquimetro}/2 \right)^2 * \left( \frac{D_{tube}^2 (D_{tank}^4 - D_{tube}^2)}{D_{tank}^6} \right) \right)^{1/2} \\ u(\rho_W) = 9 \times 10^{-7} \text{ g/mL} \\ u(\rho_A) = \frac{5 \times 10^{-7}}{\sqrt{3}} \text{ g/mL} \\ u(\rho_B) = \frac{u(\rho_{mbal})}{\sqrt{3}} \\ u(\gamma) = \frac{5\% \gamma}{\sqrt{3}} \text{ } ^\circ\text{C} \\ u(T) = \left[ \left( \frac{u(term)}{2} \right)^2 + \left( \frac{\delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 + \left( \frac{\Delta T}{\sqrt{3}} \right)^2 \right]^{1/2} \text{ } ^\circ\text{C} \\ u(\delta V_{evap}) = \frac{\Delta V_E}{\sqrt{3}} \end{array} \right.$$

### 2.2.3. Incerteza-padrão combinada

Incerteza-padrão do resultado de uma medição, quando este resultado é obtido por meio dos valores devárias outras grandezas, sendo igual à raiz quadrada positiva de uma soma de termos, que constituem as variâncias ou covariâncias destas outras grandezas, ponderadas de acordo com o quanto o resultado da medição varia com mudanças nestas grandezas. [4]

### 2.2.4. Incerteza expandida

Quantidade que define um intervalo em torno do resultado de uma medição com o qual se espera abranger uma grande fração da distribuição dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos ao mensurando. [4]

---

## 3. Ensaio Efetuados

### 3.1. Diferentes tipos de seringa

O sistema atual foi ensaiado e validado a variados caudais e com seringas de diferentes dimensões e diferentes características. Nos quadros 3 e 4 podem observar-se alguns resultados obtidos.



**QUADRO 1 – Resultados de Ensaios efectuados com sistema que opera entre 10 mL/min e 0,001 mL/min com tubagem 1/16” e uma seringa de 5 mL em aço inox**

Caudal Nominal (mL/h)	Seringa (mL)	Ensaio n°	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h) Com correcção da impulsão	Desvio Médio	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (%)	Incerteza Expandida (%)
2	5	1	2,082365189	0,10636588	0,12550501	0,045445	0,090898
2	5	2	2,098460727	0,12881782	0,159114533	0,045426	0,090874
2	5	3	2,085335063	0,1094212	0,139193161	0,045534	0,045534
2	5	4	2,15532566	0,11896193	0,160523535	0,044503	0,089015
6	5	1	6,274967944	0,27298233	0,323696021	0,015466	0,030936
6	5	2	6,278381074	0,18907778	0,213744118	0,015427	0,030859
6	5	3	6,276095787	0,23384548	0,310073562	0,015472	0,030948
6	5	4	6,269833875	0,14970692	0,184553168	0,015398	0,030799

**QUADRO 2 - Resultados de Ensaios efectuados com sistema que opera entre 10 mL/min e 0.001 mL/min com tubagem 1/16” e uma seringa em vidro de 1 mL e 10 mL respectivamente**

Caudal Nominal (mL)	Seringa (mL)	Ensaio n°	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h) Com correcção da impulsão	Desvio Médio	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (%)	Incerteza Expandida (%)
2	1	1	1,913782913	0,046778541	0,076035891	0,048883	0,097788
2	1	2	1,914201375	0,049991181	0,076170521	0,048727	0,097463
2	1	3	1,910342548	0,042069327	0,050111176	0,048886	0,097783
6	10	1	5,89061575	0,217286375	0,27517183	0,016432	0,032871
6	10	2	5,9477889	0,118305533	0,1441026	0,016275	0,032554
6	10	3	5,965432742	0,231249634	0,278597514	0,016234	0,032474

Os resultados obtidos apresentam uma boa repetibilidade ao longo dos vários ensaios. Verifica-se também que a repetibilidade do ensaio de 2 mL/h com a seringa de vidro de 1 mL são bastante melhores que para a seringa de metal de 5 mL, isto porque quanto menor a seringa melhor será o resultado num caudal pequeno.

As incertezas combinadas obtidas encontram-se dentro dos valores expectáveis, inferiores a 0,05%.

### **3.2. Instalação da válvula automática**

Os resultados obtidos com a válvula automática comparativamente aos obtidos sem a mesma foram os ilustrados no Quadro 3:

**QUADRO 3 – Resultados comparativos de ensaios feitos para o mesmo caudal e com a mesma seringa mas com válvulas diferentes.**

Tipo de válvula	Caudal Nominal (mL)	Seringa (mL)	Ensaio n°	Valor Médio Caudal Mássico (mL/h) Com correcção da impulsão	Desvio Médio	Desvio Padrão	Incerteza Combinada (%)	Incerteza Expandida (%)
Manual	2	1	1	1,913782913	0,0467785	0,0760359	0,048883	0,097788
Manual	2	1	2	1,914201375	0,0499912	0,0761705	0,048727	0,097463
Automatica	2	1	1	2,003648273	0,0438992	0,0520803	0,048449612	0,0969205
Automatica	2	1	2	2,000090955	0,0288181	0,0359147	0,04852623	0,0970727

Verifica-se pela análise dos resultados que a instalação da válvula automática permite um melhoramento da repetibilidade dos ensaios assim como reduz o tempo de trabalho permitindo a sua automatização.

---

## 4. Conclusão

De forma a validar o sistema de medição de microcaudal instalado no LVO foram realizados vários ensaios a diferentes caudais utilizando seringas com diferentes características. Verificou-se que a escolha da seringa, nomeadamente características e volume, pode influenciar significativamente os resultados.

A utilização de uma válvula automática também permite um melhoramento no tempo de ensaio e nos resultados obtidos.

Outra situação de melhoramento da exatidão dos resultados foi a inclusão de uma correcção à impulsão do tubo.

De futuro será também utilizada a balança AX205 que irá permitir a extensão da capacidade deste padrão para 100 mL/min.

## Referências Bibliográficas

1. Batista, E., Calibração de material volumétrico por gravimetria, LCM - Instituto Português da Qualidade, 2011.
2. Batista, E., Determination of uncertainty in gravimetric microflow calibration, LCM - Instituto Português da Qualidade, 2012.
3. Batista, E., Paton R. The selection of water property formulae for volume and flow calibration, *Metrologia*, 2007, 44, 453-463
4. BIPM et al, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), 2nd ed., International Organization for Standardization, Genève, 1995
5. International Organization for Standardization, International Electrotechnical Commission - ISO/IEC GUIDE 99:2007(E/F) International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM). Genebra. 2007.
6. Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies, Operating Instructions, Suíça: Greifensee, 2000.
7. Gala, J. (2012). Desenvolvimento de Padrão Gravimétrico de medição de caudal de fluidos entre 10 mL/min e 100 nL/min. Tese de Mestrado em Engenharia Mecânica. Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa.

## Curriculum Vitae:

André Filipe Cortez Bandeira frequenta o mestrado integrado em Engenharia Mecânica na Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa. Está actualmente num estágio, no Laboratório de Volume (LVO) do Instituto Português da Qualidade (IPQ) a desenvolver o Projecto que sustenta a tese de mestrado.

Elsa Batista é Mestre em Química Analítica, pela Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa em 2007 e licenciada em Química Aplicada, pela Faculdade de Ciências da Universidade Nova de Lisboa em 1999. Desde 1999 que trabalha no Laboratório de Volume do Instituto Português da Qualidade como técnica superior e responsável de laboratório. É a *contact person* e presidente do comité técnico do caudal da EURAMET.

Maria Eduarda de Carvalho Pamplona Côrte-Real Filipe é Diretora do Departamento de Metrologia do Instituto Português da Qualidade (IPQ) na Caparica, que gere o Laboratório Nacional de Metrologia e a Unidade de Metrologia Legal. É licenciada Engenharia Eletrotécnica - Ramo Telecomunicações e Eletrónica do Instituto Superior Técnico (IST), Lisboa e Mestre em Instrumentação, Manutenção Industrial e Qualidade da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa.

Helena V. G. Navas é doutorada em Engenharia Mecânica pela Universidade Nova de Lisboa. É Professora Auxiliar do Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial, Faculdade de Ciências e Tecnologia (FCT) da Universidade Nova de Lisboa (UNL) e investigadora do UNIDEMI – Unidade de Investigação em Engenharia Mecânica e Industrial. Os interesses de investigação abrangem as áreas de metrologia e toleranciamento, inovação sistemática e projeto mecânico.

## Authors Profiles:

André Filipe Cortez Bandeira frequents the integrated MSc in Mechanical Engineering in the Faculty of Science and Technology, New University of Lisbon. Is currently at a stage in the Laboratory Volume (LVO) of the Portuguese Institute for Quality (IPQ) to develop the project that supports the master's thesis.

Elsa Batista has a master degree in Analytical Chemistry from the Faculty of Science of Lisbon University–Portugal, Lisbon in 2007 and a degree in Applied Chemistry from the Faculty of Science of New Lisbon University– Portugal, Lisbon in 1999. She is the head of the volume laboratory of the Portuguese Institute for Quality since 1999. She is also the contact person and Chair of the Technical committee for flow of EURAMET.

Maria Eduarda de Carvalho Pamplona Côrte-Real Filipe is Director of Metrology Department of IPQ (Instituto Português da Qualidade) Caparica, that manages the National Metrology Laboratory and the Legal Metrology Unit. Electrotechnical Engineer – Telecommunication and Electronic branch by Instituto Superior Técnico (IST), Lisbon and Master in Instrumentation, Industrial Maintenance and Quality by Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa.

Helena V. G. Navas has received a PhD in Mechanical Engineering from Universidade Nova de Lisboa. Is an Assistant Professor at the Department of Mechanical and Industrial Engineering, Faculty of Science and Technology (FCT) of the Universidade Nova de Lisboa (UNL) and a researcher at the UNIDEMI - Research Unit in Mechanical and Industrial Engineering. The research interests cover the areas of metrology and tolerancing, systematic innovation and mechanical design.