

Desenvolvimento de um Sistema de Medição de Caudal com recurso a Métodos Ópticos

Miguel Álvares

m.alvares@campus.fct.unl.pt

Universidade Nova de Lisboa

Elsa Batista

ebatista@ipq.pt

Instituto Português da Qualidade

Rui F. Martins

rfspm@fct.unl.pt

Universidade Nova de Lisboa, UNIDEMI

Isabel Godinho

igodinho@ipq.pt

Instituto Português da Qualidade

Resumo:

Com o avançar da tecnologia, a utilização de instrumentos que doseiam líquidos a caudais muito reduzidos tem vindo a aumentar. Existe, assim, a necessidade de melhorar as infraestruturas de metrologia através do desenvolvimento de métodos de medição de micro caudal e o cálculo da respetiva incerteza. Este trabalho tem como objetivo apresentar o desenvolvimento de um método óptico para medição de micro caudal. O método óptico utilizado tem como princípio a medição do aumento de volume de uma gota que se encontra na extremidade de um tubo ligado ao instrumento de medição, ao longo do tempo. Esse volume é determinado geometricamente através do processamento das imagens sequenciais, captadas por um microscópio, utilizando um software desenvolvido em Python. Foram realizados ensaios com o método óptico desenvolvido e com o método gravimétrico, de forma a validar o método desenvolvido. Verificou-se que os resultados obtidos por ambos os métodos são consistentes, sendo que em geral as incertezas pelo método óptico são superiores.

Palavras-chave: Caudal, incerteza, método óptico, processamento de imagem, *Python*

Abstract:

With the advancement of technology, the use of instruments that dose liquids at very low flow rates has been increasing. There is a need to improve the metrology infrastructures through the development of micro flow measurement methods and the calculation of the respective uncertainty. This work aims to develop an optical method for measuring micro flow. The optical method used uses the principle of measuring the volume increase over time of a hanging drop that is at the end of a

tube connected to the measuring instrument. This volume is determined geometrically through the processing of sequential images captured by a microscope, using an image processing software developed in Python. Tests were performed with the developed optical method and with the gravimetric method in order to validate the developed method. It was verified that the results obtained by both methods are consistent and that in general the uncertainties by the optical method are higher.

Keywords: Flow, image processing, Python, optical method, uncertainty

1. Introdução

Atualmente existe um grande número de áreas onde são utilizados instrumentos que doseiam líquidos na ordem dos microlitros por hora, tais como na indústria química, alimentar, automóvel e, especialmente, na área da medicina.

A administração de medicamentos por perfusão é uma das tecnologias mais utilizadas para o tratamento de pacientes [Lucas, *et al*, 2015], e consiste na administração de uma solução por via intravenosa. Dispositivos de perfusão, máquinas de diálise, bombas de insulina são alguns exemplos de aparelhos que trabalham segundo este princípio. Muitas vezes estes tratamentos são efetuados em situações críticas, onde a administração de uma dose de fármaco incorretamente pode provocar danos físicos ou até levar à morte do paciente.

A tecnologia de perfusão é uma das maiores fontes de erros médicos e grande parte destes erros podem ser evitados se os equipamentos utilizados estiverem calibrados e a funcionar corretamente. Para tal, foi criado um projeto, *Metrology for Drug Delivery* (MeDDII), no âmbito do EURAMET - EMPIR (*European Metrology for Drug Delivery Association of National Metrology Institutes, European Metrology Programme for Innovation and Research*), coordenado pelo Instituto Português da Qualidade (IPQ) e que conta com a participação de 15 parceiros a nível mundial. Com início em junho de 2019, a segunda edição do MeDD tem a duração de 3 anos e tem como objetivo melhorar a exatidão e permitir a rastreabilidade das medições do caudal, volume e pressão dos equipamentos utilizados no doseamento de medicamentos [Batista, *et al*, 2020].

Atualmente, o método primário para a medição de micro caudal é o método gravimétrico; contudo, devido às suas limitações instrumentais e dificuldades em baixar o intervalo de medição de caudal com uma incerteza aceitável, estão a ser investigados novos métodos que recorrem a princípios diferentes, tais como os métodos ópticos.

Este trabalho tem como objetivo desenvolver e implementar um sistema de medição de caudal no Laboratório de Volume e Caudal do IPQ (LVC-IPQ), com rastreabilidade ao sistema internacional de unidades e com base num método óptico tendo como princípio o aumento de volume de uma gota suspensa por tempo. Foram realizados ensaios com o método gravimétrico de forma a ser possível comparar e validar os resultados obtidos pelo novo método desenvolvido.

2. Medição de caudal

A definição de caudal volumétrico é a quantidade de volume de um determinado fluido que atravessa uma determinada área por unidade de tempo.

$$Q = \frac{V}{t}$$

Onde:

Q – Caudal volumétrico (m^3/s)

V – Volume de fluido que atravessa determinada área (m^3)

t – Intervalo de tempo (s)

O método gravimétrico é reconhecido há mais de meio século como método padrão para a calibração de volumes e caudais de líquido em laboratório e na indústria [Bissig, *et al*, 2015]. Atualmente, existem 6 laboratórios europeus que fornecem serviços de calibração de instrumentos geradores de caudais entre 10 $\mu\text{L}/\text{min}$ e 10 mL/min , sendo o Instituto Português da Qualidade um destes laboratórios.

Devido às limitações instrumentais do método gravimétrico (nomeadamente a exatidão das balanças e a evaporação), a necessidade de baixar o intervalo de medição de caudal medido e a obtenção de uma incerteza mais baixa, estão a ser desenvolvidos novos métodos, com base noutros princípios.

2.1. Método gravimétrico

O método gravimétrico consiste na pesagem de um recipiente vazio, sendo de seguida cheio com líquido de calibração e pesado novamente. Através do cálculo da diferença entre as duas pesagens, é obtido o valor da massa de líquido contido no recipiente, convertida em volume através das fórmulas adequadas descritas na norma NP EN ISO 4787:2015. Ao medir o tempo

entre duas medições de massa e calcular a variação de volume neste intervalo de tempo é possível calcular o caudal.

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

Onde:

Q – Caudal volúmico (mL/s)

t_f – Tempo final (s)

t_i – Tempo inicial (s)

I_L – Resultado da pesagem com recipiente cheio com líquido de calibração (g)

I_E – Resultado da pesagem com recipiente vazio (g)

ρ_w – Massa volúmica do líquido de calibração (g/mL)

ρ_A – Massa volúmica do ar (g/mL)

ρ_B – Massa volúmica de referência das massas da balança (g/mL)

γ - Coeficiente de expansão térmico do material do recipiente a calibrar ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)

T – Temperatura do líquido utilizado na calibração ($^{\circ}\text{C}$)

δV_{evap} – Evaporação (mL)

Este método apresenta algumas limitações maioritariamente relacionadas com a evaporação, que impede que sejam medidos caudais mais pequenos, sendo uma das maiores contribuições para a incerteza do método.

2.2. Métodos ópticos

Alguns métodos ópticos estão a ser estudados como alternativas ao método gravimétrico, de forma a tentar baixar o intervalo de medição de caudal com uma incerteza aceitável. Os métodos ópticos têm como princípio a utilização de uma câmara de forma a determinar geometricamente o volume doseado utilizado posteriormente para obter o valor de caudal.

Método *Front Tracking*

O método *Front Tracking* consiste na utilização de uma câmara que acompanha o deslocamento do menisco do fluido contido num tubo. Medindo o deslocamento do menisco e sabendo o diâmetro interno do tubo é possível calcular o caudal escoado ao longo do tempo.

$$Q = \frac{\Delta x}{\Delta t} \times \pi \times r^2$$

Onde:

Q - Caudal volumétrico (mm³/s)

Δx - Deslocamento do líquido (mm)

Δt - Intervalo de tempo da amostra (s)

r - Raio interno do tubo (mm)

O *Centre Technique des Industries de l'Aéroulrique et da la Thermique* (CETIAT), França, em parceria com o *Laboratoire National Henri Becquerel* (LNHB), França, e a *Sorbonne Université*, França, com a metodologia explicada em [Ogheard, Cassette, & Boudaoud, 2019], conseguiu validar a medição de volumes de 0,2 µL e 1 µL, com uma incerteza relativa de 1 %. A *Lübeck University of Applied Sciences*, Alemanha, obteve valores de incerteza expandida de 2% para a medição de caudais até 5 nL/min, descrito em [Ahrens, et al, 2014].

Método da expansão da gota

Este método consiste na medição da variação de volume de uma gota suspensa ao longo do tempo. É colocada uma câmara a capturar imagens consecutivas da gota que se forma. De seguida, as imagens são tratadas num software desenvolvido em linguagem Phyton, onde são determinados os contornos da gota e calculado volume. Sabendo o tempo em que cada imagem foi captada e a respetiva variação de volume, é possível calcular o caudal.

Este método foi utilizado para medir o volume de gotas nos trabalhos desenvolvidos por [Thurow, et al, 2009] e [Boonsang & Lertkittiwattanakul, 2017], tendo sido utilizado o modelo de cálculo de integração do volume, considerando a gota simétrica em torno do seu eixo. O volume é dividido em várias camadas e é feito o somatório do volume de cada camada.

$$V_n = \pi \times r_n^2 \times d$$

Onde:

d – Espessura de cada camada (px)

r_n – Raio de cada camada (mm)

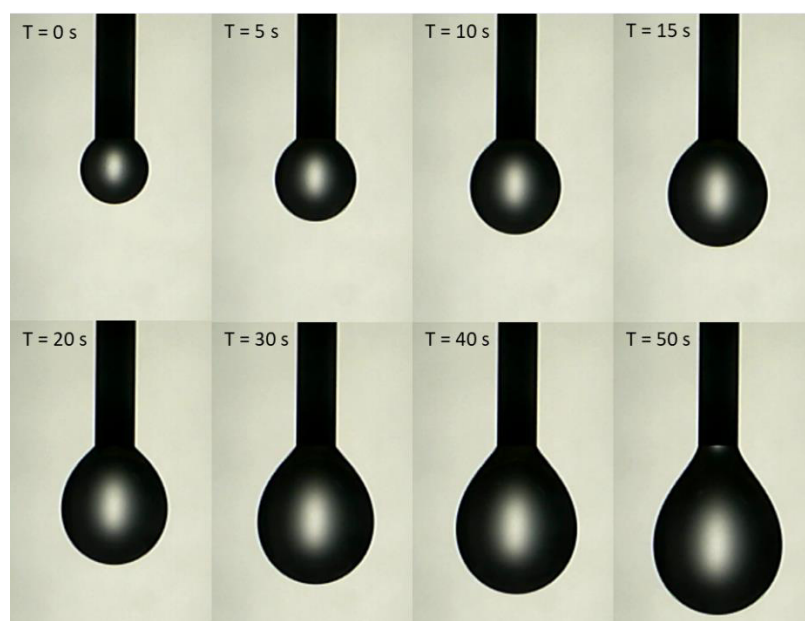
O volume total da gota é dado pela equação:

$$V_{drop} = \sum_{n=1}^L V_n$$

3. Métodos e materiais

O método de medição de caudal estudado neste trabalho foi o método de expansão da gota por unidade de tempo. O procedimento consiste em captar imagens de uma gota suspensa através de uma câmara, com um intervalo fixo entre imagens, durante 15 a 30 minutos, dependendo do caudal a medir. Na Figura 1 é apresentado um exemplo das imagens captadas pela câmara para o caudal de 1 mL/h, com um intervalo de 5 s entre cada aquisição de imagem. As fotos são processadas no computador, através de um programa escrito em linguagem Python, que permite o cálculo do volume de cada gota. Os valores de volume e o intervalo de tempo entre gotas correspondente são posteriormente introduzidos numa folha de cálculo que realiza do cálculo do caudal médio e a incerteza associada.

Figura 1 - Gota suspensa (1 mL/h)



3.1. Programa de processamento de imagem

Um programa informático em linguagem Python foi desenvolvido especificamente para este trabalho, recorrendo à biblioteca de processamento de imagem OpenCV (Open Source Computer Vision Library). Este programa tem como objetivo identificar o contorno da gota e calcular o seu volume.

O algoritmo utilizado consiste em 4 passos: definição da escala, segmentação da imagem, determinação dos contornos e cálculo do volume. Os quatro passos são realizados para cada imagem captada durante o ensaio, sendo que no final é obtido um ficheiro de texto com os volumes das gotas do ensaio.

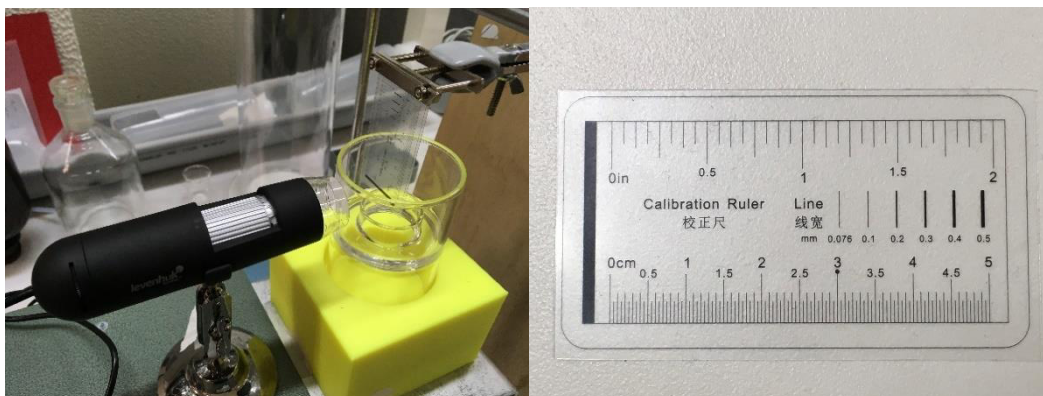
Definição da escala

A definição da escala é um ponto crítico para a realização da medição pois, todas as medidas serão baseadas neste valor. Com esta calibração é garantida a rastreabilidade da medição à unidade de base do sistema internacional “o metro”.

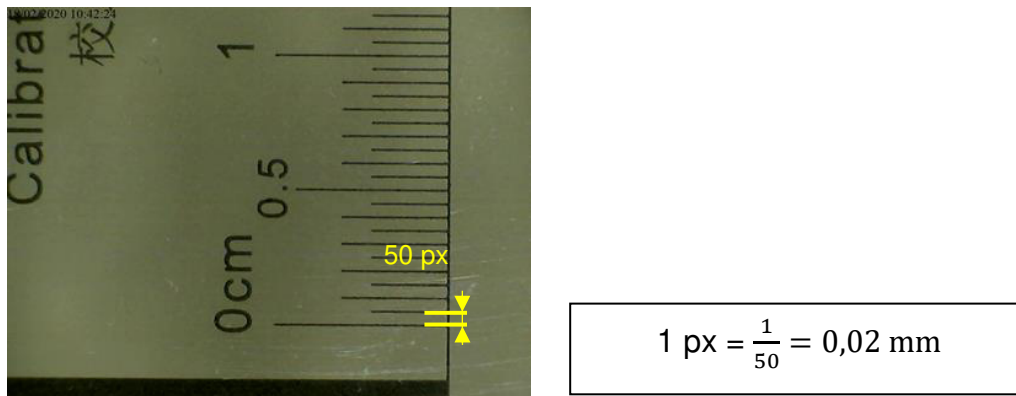
Este ponto consiste em dizer ao algoritmo quanto mede um pixel, para que o programa realize os cálculos e devolva o resultado na unidade pretendida.

Um dos métodos utilizados para definir a escala é através de uma régua calibrada, ilustrada na Figura 2.

Figura 2 – À esquerda - montagem com régua calibrada, á direita - régua calibrada



O processo consiste em tirar uma fotografia à régua e, por exemplo, dizer ao algoritmo quantos pixéis equivalem a 1 mm, selecionando na imagem a dimensão correspondente (representado a amarelo na Figura 3):

Figura 3 - Seleção da escala

Desta forma, o algoritmo irá utilizar a escala definida para converter pixéis em milímetros.

Apesar de ser o método mais utilizado, existe uma desvantagem, para que esta escala possa ser utilizada em todas as medições, é necessário que a régua esteja sempre presente no sistema ou que a montagem do sistema permaneça inalterada de medição para medição. Uma pequena alteração da posição dos equipamentos utilizados irá alterar a escala, sendo necessário repetir a calibração sempre que isto acontece.

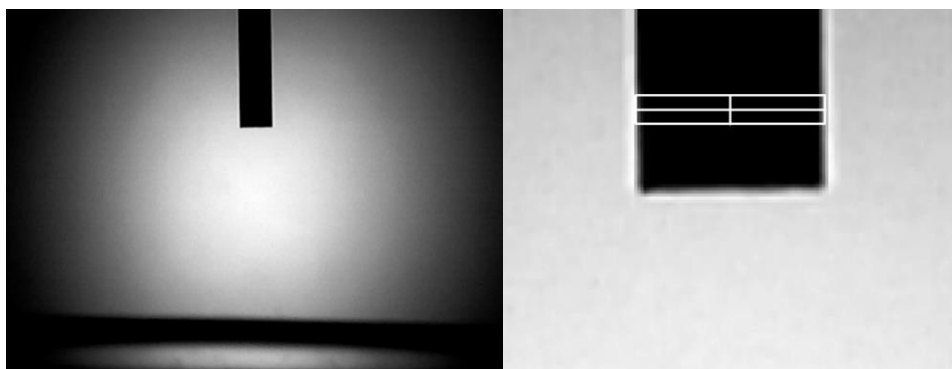
De forma a contornar este problema optou-se por utilizar o diâmetro do tubo para definir a escala. Sendo o tubo, um elemento sempre presente no sistema de medição, é possível efetuar a calibração da escala no início de cada medição, com base no seu diâmetro. O valor do diâmetro externo do tubo foi calibrado por interferometria ($d = 0,91188$ mm com uma incerteza expandida de $10 \mu\text{m}$).

Assim, de forma manual, é selecionado a dimensão em pixel correspondente ao diâmetro do tubo (ver Figura 4), de seguida é atribuído o valor real do diâmetro do tubo aos pixéis selecionados, sendo obtido a dimensão de cada pixel em milímetros.

Exemplo:

- Diâmetro do tubo selecionado: 61 pixéis
- Diâmetro do tubo real: 0,91188 mm
- Dimensão de um pixel: $1 \text{ px} = \frac{0,91188}{61} = 0,01495 \text{ mm}$

Figura 4 - Seleção do diâmetro do tubo



Foi verificado que a repetibilidade da definição da escala, através do método descrito anteriormente, era baixa, devido ao facto de a seleção do tubo ser feita de forma manual. A Tabela 1 contém valores que exemplificam a situação, sendo que as duas primeiras colunas correspondem à dimensão da seleção correspondente ao diâmetro do tubo, as duas colunas seguintes apresentam o raio e o volume de uma esfera com raio de 100 pixéis. É possível verificar que uma pequena variação na quantidade de pixéis selecionados (desvio padrão = 0,3) introduz um desvio padrão de 0,21 mm³ no volume calculado.

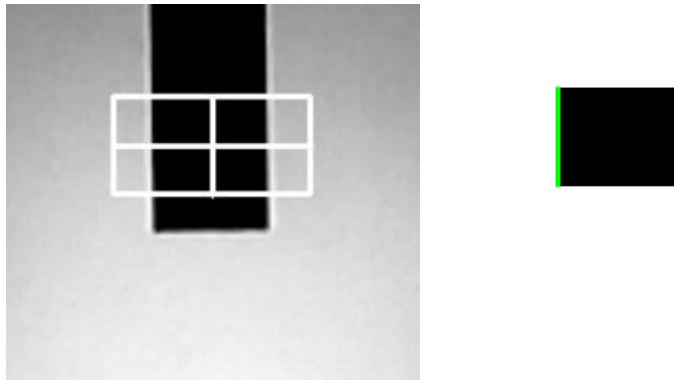
Tabela 1 - Repetibilidade da definição da escala

Repetição	Dimensão selecionada		Esfera com raio 100 px	
	px	mm	Raio (mm)	Volume (mm ³)
1	60,75	0,01501	1,5010	14,1665
2	60,25	0,01513	1,5135	14,5221
3	60,00	0,01520	1,5198	14,7044
4	60,50	0,01507	1,5072	14,3429
5	60,25	0,01513	1,5135	14,5221
6	60,75	0,01501	1,5010	14,1665
7	60,75	0,01501	1,5010	14,1665
8	60,25	0,01513	1,5135	14,5221
9	60,50	0,01507	1,5072	14,3429
10	61,00	0,01495	1,4949	13,9930
Desvio Padrão	0,30	0,00007	0,007	0,210

Para evitar esta situação, introduziu-se no algoritmo a seleção da dimensão correspondente ao diâmetro do tubo de forma automática, ver Figura 5. O utilizador seleciona uma ROI (*region of interest*) que contenha uma secção do tubo e o programa segmenta a imagem e determina os

contornos do tubo, devolvendo as coordenadas dos pontos correspondentes ao contorno. O diâmetro do tubo é obtido selecionando as coordenadas correspondentes ao diâmetro externo do tubo. De seguida é atribuída a dimensão real do tubo à quantidade de pixels selecionados, tal como no método anterior.

Figura 5 - Seleção da ROI, determinação dos contornos do tubo

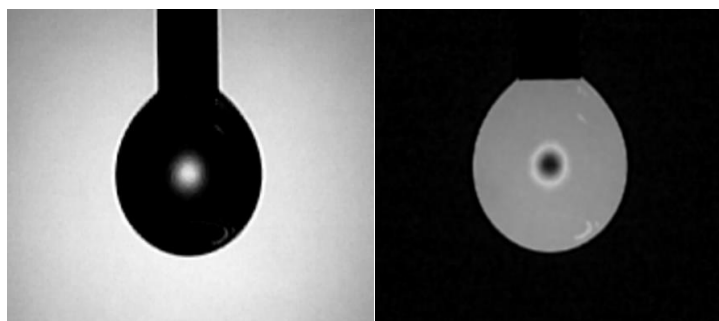


Segmentação da imagem

A segmentação da imagem consiste na decomposição da imagem em segmentos mais simples, de forma a simplificar a sua análise. Foram utilizadas duas técnicas, subtração do fundo e *Thresholding*, com o objetivo de isolar os objetos de interesse para a análise.

A subtração do fundo (*Background subtraction*), consiste em eliminar o fundo da imagem, de forma a isolar a gota. Esta técnica requer uma foto do tubo sem a gota (*Background*), que é tirada no início de cada medição, procede-se à subtração da foto do fundo à foto da gota, obtendo-se o resultado ilustrado na Figura 6.

Figura 6 - Subtração do fundo (antes/depois)



O método de *Thresholding* é realizado a partir de uma imagem monocromática e consiste em escolher um valor limite, para o qual, todos os pixels com uma intensidade superior ao valor

são substituídos por um pixel preto, e todos os pixels com uma intensidade inferior ao valor são substituídos por um pixel branco.

Esta técnica foi utilizada tanto para segmentar a secção do tubo utilizada na definição da escala, explicado no subcapítulo 1.1.1, como para segmentar a imagem da gota para a determinação do seu contorno. As Figuras 7 e 8 ilustram o antes e depois da aplicação do método de *Thresholding* nos dois casos.

Figura 7 - *Thresholding* da secção do tubo (antes/depois)

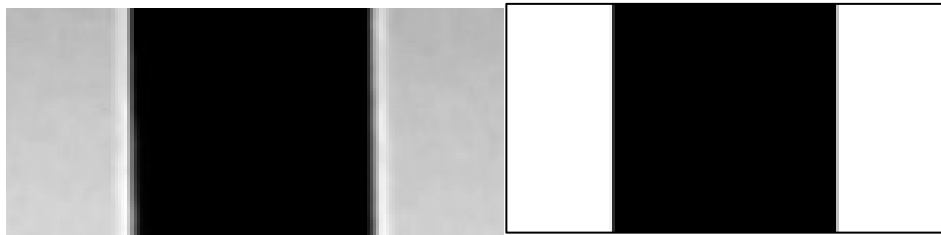
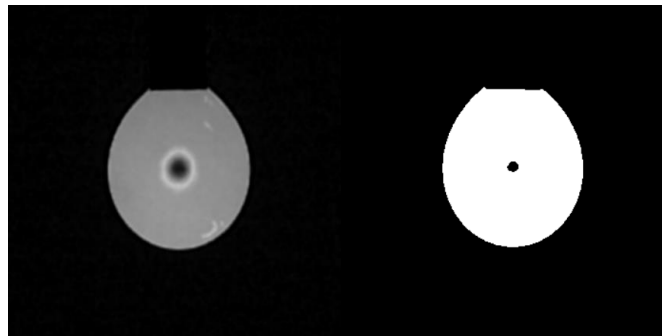


Figura 8 - *Thresholding* da gota (antes/depois)

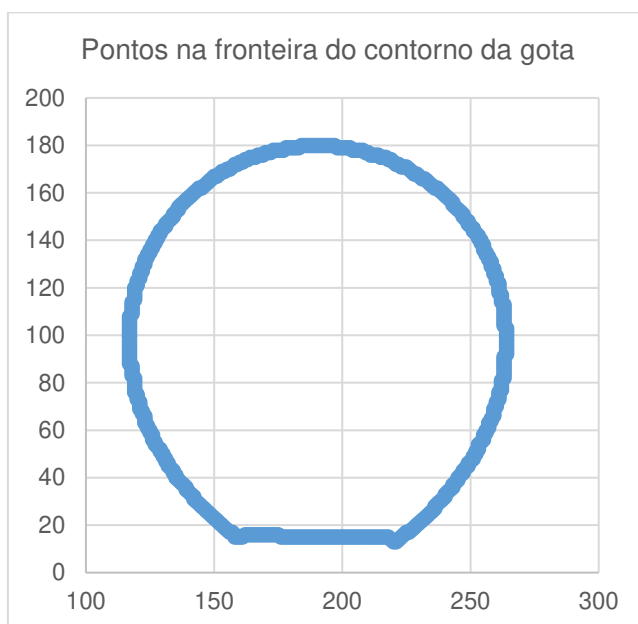


A escolha do valor limite utilizado no método de *Thresholding* é crítico para que este funcione corretamente. O valor depende das condições de iluminação da montagem experimental, sendo que para valores diferentes a imagem binária pode não corresponder à imagem real.

Determinação dos contornos

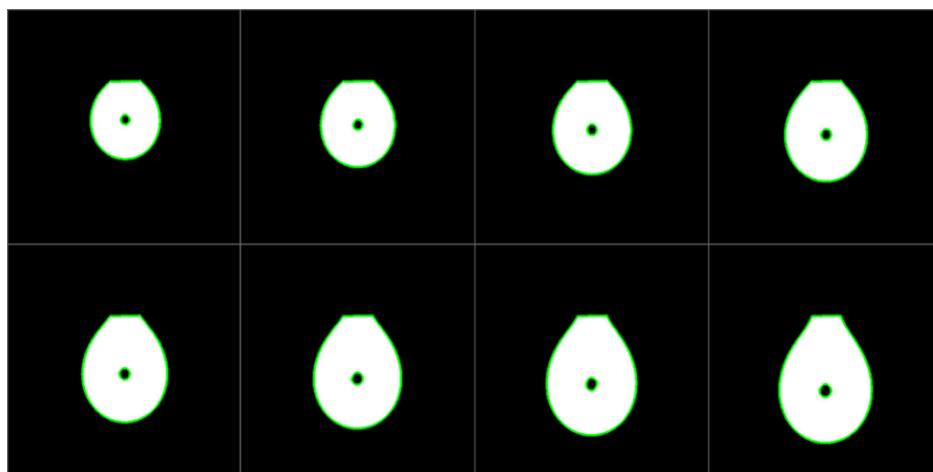
Neste passo o algoritmo identifica os contornos da gota da imagem segmentada através das operações referidas anteriormente. O resultado da função utilizada nesta operação devolve as coordenadas, em pixels, de todos os pixels brancos na fronteira do contorno da gota. A Figura 9 contém o resultado obtido para uma gota, contendo 459 pontos.

Figura 9 - Coordenadas dos pontos no contorno da gota (px)



A função identifica todos os contornos presentes na imagem, sendo escolhido o contorno maior, que corresponde ao contorno da gota. Na Figura 10 pode-se ver os contornos identificados para diferentes tamanhos de gota. Outros contornos identificados pelo algoritmo, para além do contorno da gota, causados pela iluminação, não são contabilizados para os cálculos.

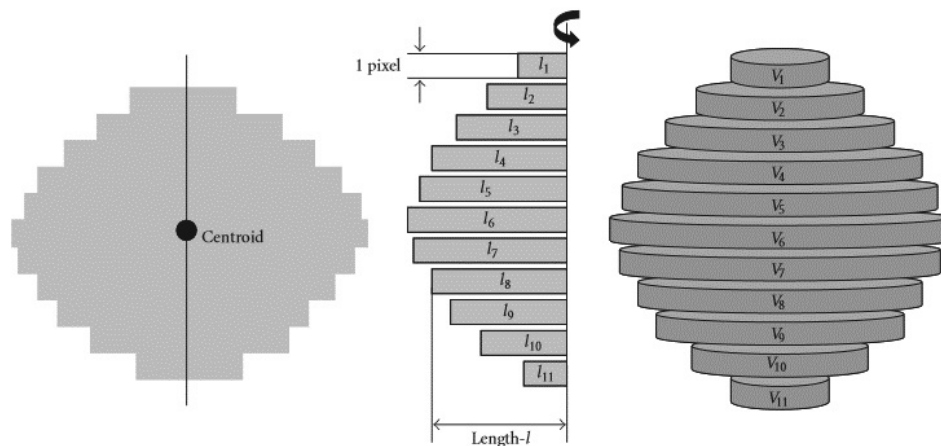
Figura 10 - Contornos identificados para diferentes tamanhos de gota



Cálculo do volume

O volume é calculado através do somatório de parcelas cilíndricas com 1 px de altura, ao longo do volume da gota, considerando que esta é simétrica em torno do seu eixo de revolução [Thurow, Krüger, & Stoll, 2009], ilustrado na Figura 11.

Figura 11 - Princípio de cálculo do volume



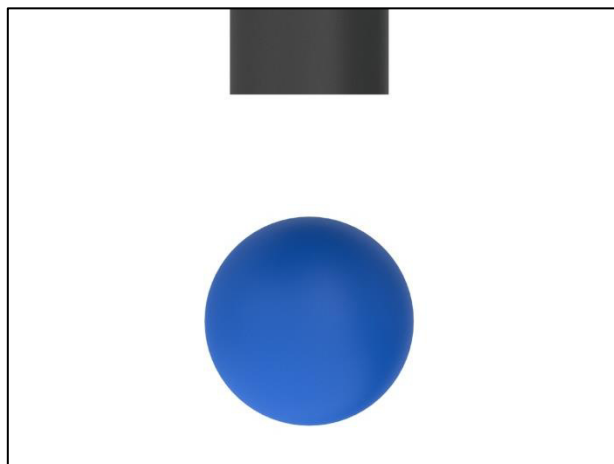
É determinada a média das coordenadas x dos pontos coincidentes com o contorno da gota. Com este valor médio são calculados os raios, subtraindo o valor médio às coordenadas x dos pontos, considerando apenas os pontos do lado direito. Obtendo o raio, é calculado o volume de cada parcela com 1 px de altura ($h = 1$). Obtém-se o volume da gota somando todas as parcelas.

$$V = \sum_{i=1}^n \pi \times r_i^2 \times h_i$$

De seguida são efetuados os mesmos cálculos, considerando apenas os pontos da esquerda. Obtém-se um segundo valor para o volume da gota. O volume final é obtido através da média dos dois volumes calculados.

Para verificar se o volume calculado pelo algoritmo é o correto, foi criado um modelo virtual da montagem experimental, utilizando um *software* de modelação 3D, ver Figura 12.

O modelo é composto por um tubo com o diâmetro conhecido ($d = 0,91188$ mm) e uma esfera de volume conhecido. Foram modeladas esferas com diâmetro de 1 mm a 2 mm, com um incremento de 0,1 mm, obtendo-se 11 fotos.

Figura 12 - Modelo da gota em *SolidWorks*

Verificou-se que o volume calculado varia com o valor de *Threshold* escolhido, tendo sido testado o algoritmo com vários valores; a Tabela 2 apresenta o erro relativo médio do cálculo do volume da gota para diferentes valores de *Threshold*.

Tabela 2 - Escolha do valor de *Threshold* para o modelo virtual

<i>Threshold</i>	Erro relativo médio (%)
55	-0,35
50	-0,21
45	-0,06
44	-0,03
43	0,005
42	0,03
20	0,83

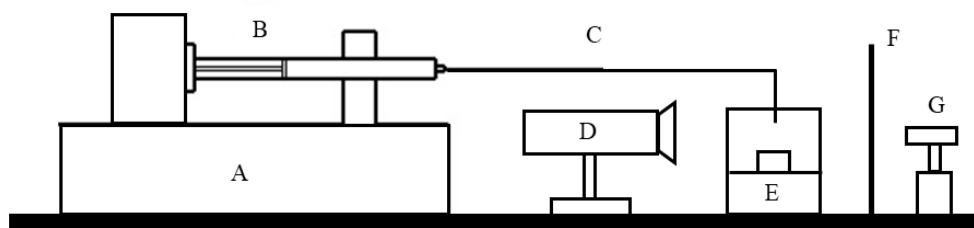
Verifica-se que para um *Threshold* de 43, o erro relativo obtido é de 0,005 %, sendo um valor admissível, o que confirma que o algoritmo é capaz de realizar corretamente o cálculo do volume, quando o valor de *Threshold* é bem selecionado.

3.2. Montagem experimental

A montagem experimental é ilustrada na Figura 13. Foi utilizado um microscópio digital para captar as imagens (*Levenhuk DTX 50* com 1.3 MPx), uma luz LED para fazer a retroiluminação e uma folha de papel translúcido para dispersar a luz, um gerador de caudal, neste caso foram feitos ensaios com uma seringa perfusora de alta exatidão *Nexus 3000* do

fabricante *Chemyx* e a seringa perfusora *Perfusor Space* do fabricante *BBraun*, utilizada em hospitais. Foram utilizadas seringas de vidro com 1 mL e 100 µL no gerador de caudal *Nexus 3000* e uma seringa de plástico de 10 mL na seringa perfusora da *BBraun*. A extremidade do tubo de cada gerador de caudal foi colocada dentro de uma cápsula de vidro para minimizar a evaporação (*evaporation trap*).

Figura 13 - Esquema de montagem



Legenda: (A) gerador de caudal, (B) seringa vidro/plástico, (C) tubo de teflon, (D) microscópio digital, (E) *evaporation trap*, (F) papel translúcido, (G) LED.

3.3. Cálculo de incertezas

Componentes de incerteza

Na Tabela 3 são apresentadas as componentes de incerteza associadas à determinação do caudal de líquidos pelo método da gota.

Tabela 3 – Componentes de incerteza

Fonte de Incerteza	Incerteza-padrão	Processo de avaliação	Tipo de avaliação	Distribuição
Volume	u_v	Experimental e Certificado de calibração	B	Retangular
Tempo	u_t	Certificado de calibração	B	Normal
Evaporação	u_{evap}	Experimental	A	Normal
Repetibilidade	u_{rep}	Desvio padrão dos ensaios	A	Normal

Coefficientes de sensibilidade

A função do coeficiente de sensibilidade (c_i) permite saber a relação entre a incerteza combinada $u(Q)$ e a incerteza associada a cada componente.

$$U_i(Q) = c_i \times u(x_i), \text{ em que } c_i = \frac{\partial f(Q)}{\partial x_i}$$

Para cada variável temos o respetivo coeficiente de sensibilidade:

$$\text{Volume: } \left(\frac{\partial Q}{\partial V}\right) = \frac{1}{t}$$

$$\text{Tempo: } \left(\frac{\partial Q}{\partial t}\right) = -\frac{V}{t^2}$$

$$\text{Evaporação: } \left(\frac{\partial Q}{\partial evap}\right) = 1$$

$$\text{Repetibilidade: } \left(\frac{\partial Q}{\partial rep}\right) = 1$$

Incertezas padrão

Para o cálculo da incerteza associada à determinação do volume (u_v) da gota, são tidas em conta três componentes:

- Incerteza associada à calibração da escala utilizando o diâmetro do tubo (u_{escala}), determinado por interferometria, tendo o valor de 0,01 mm, convertido em volume para 0,000001 mm³.
- Incerteza associada à focagem ($u_{focagem}$), com o valor de 0,01%.
- Incerteza associada ao método de determinação do contorno ($u_{contorno}$), com o valor de 0,005%.

O cálculo da incerteza associada ao volume é feito através da Equação:

$$u_v = \sqrt{\left(\frac{u_{escala}}{2}\right)^2 + \left(\frac{u_{focagem} \times V}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{u_{contorno} \times V}{\sqrt{3}}\right)^2} \text{ (mm}^3\text{)}$$

Para o cálculo da incerteza associada à determinação dos intervalos de tempo entre fotos da gota (u_t), são contabilizadas duas componentes:

- Incerteza do cronómetro (u_{crono}), com o valor de 0,0014 s.
- Incerteza associada ao delay (u_{delay}), com o valor de 0,01 s.

$$u_t = \sqrt{\left(\frac{u_{crono}}{2}\right)^2 + \left(\frac{u_{delay}}{\sqrt{3}}\right)^2} \text{ (s)}$$

Para o cálculo da incerteza associada à evaporação é utilizado o desvio padrão do valor médio do caudal de evaporação medido Q_{evap} .

$$u_{evap} = \frac{s(Q_{evap})}{\sqrt{n}} \text{ (}\mu\text{L/s)}$$

Para o cálculo da incerteza associada à repetibilidade é utilizado o desvio padrão do valor médio do caudal de uma série de resultados $s(Q)$.

$$u_{rept} = \frac{s(Q)}{\sqrt{n}} (\mu\text{L/s})$$

A incerteza combinada associada à determinação do caudal $u(Q)$, é calculada através da Equação:

$$u(Q) = \sqrt{(u_V \times c_{iV})^2 + (u_t \times c_{it})^2 + u_{evap}^2 + u_{rept}^2}$$

De acordo com o GUM, [JCGM 100:2008], esta incerteza é expressa pela incerteza combinada multiplicada pelo fator de expansão k .

$$U = k \times u(Q)$$

4. Resultados

Foram realizados ensaios com dois geradores de caudal, *Chemyx Nexus 3000* e *BBraun Perfusor Space*, para diferentes intervalos de medição de caudal. Os ensaios foram realizados nas mesmas condições que o método gravimétrico, de forma a avaliar a viabilidade do método desenvolvido, ou seja, com temperatura a $20\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ e humidade superior a 50%.

Chemyx Nexus 3000

Nas Tabelas 4 e 5 apresentam-se os resultados obtidos através do método gravimétrico, utilizando uma seringa de 1 mL e 100 μL de volume.

Tabela 4 - Resultados método gravimétrico Nexus 1 mL

Caudal nominal ($\mu\text{L/h}$)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Incerteza ($\mu\text{L/h}$)	Erro (%)	Incerteza (%)
1	0,92	0,23	-8,00	25,00
10	10,80	0,50	8,00	4,63
100	99,30	2,40	-0,70	2,42
500	496,80	5,80	-0,64	1,17
1000	994,50	23,70	-0,55	2,38

Tabela 5 - Resultados método gravimétrico Nexus 100 μL

Caudal nominal ($\mu\text{L/h}$)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Incerteza ($\mu\text{L/h}$)	Erro (%)	Incerteza (%)
1	1,6	0,4	-37,5	25,0
10	11,11	0,30	-10,03	2,73
100	118,78	1,67	-15,81	1,41

As Tabelas 6 e 7 são relativas ao método óptico, com as mesmas seringas de 1 mL e 100 μL de volume.

Tabela 6 - Resultados método óptico Nexus 1 mL

Caudal nominal ($\mu\text{L/h}$)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Incerteza ($\mu\text{L/h}$)	Erro (%)	Incerteza (%)
1	1,0	1,2	3,0	125,7
10	10,6	3,2	-5,7	30,6
100	104,6	10,0	-4,4	9,6
500	496,7	35,6	0,7	7,2
1000	1084,9	49,5	-7,8	4,6

Tabela 7 - Resultados método óptico Nexus 100 μL

Caudal nominal ($\mu\text{L/h}$)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Incerteza ($\mu\text{L/h}$)	Erro (%)	Incerteza (%)
1	0,79	0,82	26,6	103,80
10	9,60	3,02	4,2	31,46
100	108,25	17,86	-7,6	16,50

As Figuras 14 e 15 apresentam uma comparação entre os erros relativos ao caudal nominal para os diferentes caudais testados, utilizando o gerador *Nexus*.

Figura 14 – Comparação Nexus 1 mL

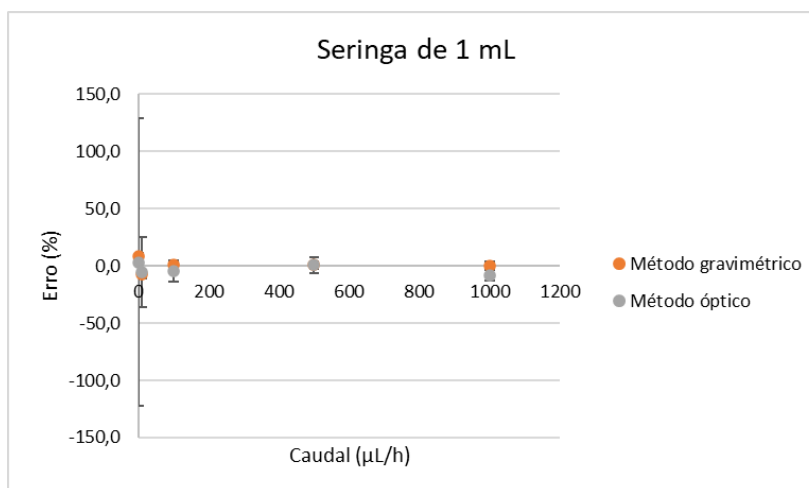
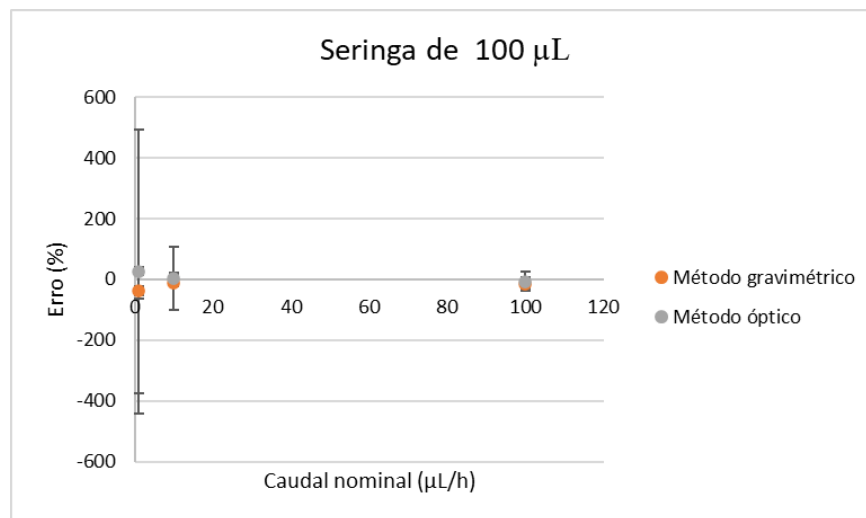


Figura 15 – Comparação Nexus 100 μL 

Verifica-se que o método gravimétrico permite obter um erro, relativo ao caudal nominal, menor para os caudais de 1000 mL/h e 100 mL/h, utilizando a seringa de 1 mL, quando comparado com o método óptico. Para caudais menores que 10 $\mu\text{L/h}$ o método óptico apresenta um erro menor, tanto na seringa de 1 mL como na seringa de 100 $\mu\text{L/h}$. Verifica-se ainda que os resultados obtidos para ambos os métodos se encontram dentro da incerteza mútua, sendo por isso consistentes.

Relativamente à incerteza obtida, as incertezas do método gravimétrico são menores que as obtidas pelo método óptico. Isto deve-se sobretudo à incerteza relativa à determinação do volume, que está dependente da componente de focagem do método. Esta componente, tal como o erro, podem ser melhorados através da utilização de uma câmara de maior resolução e de uma melhor iluminação, de forma a permitir obter um contorno mais bem definido.

BBraun Perfusor Space

Nas Tabelas 8 e 9 são apresentados os resultados obtidos para o gerador de caudal *BBraun* utilizando o método gravimétrico e o método óptico respetivamente. Os ensaios foram realizados utilizando uma seringa de 10 mL de volume.

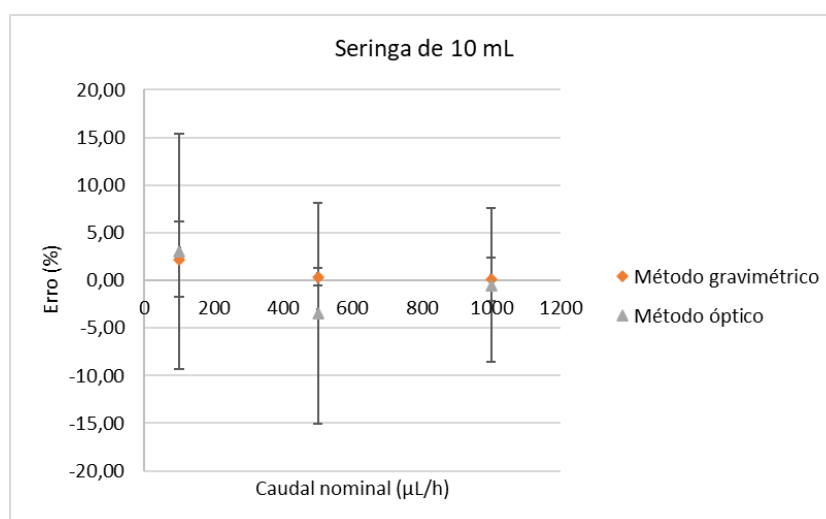
Tabela 8 - Resultados método gravimétrico BBraun

Caudal nominal ($\mu\text{L/h}$)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Incerteza ($\mu\text{L/h}$)	Erro (%)	Incerteza (%)
100	97,83	3,89	2,2	4,0
500	498,27	4,54	0,3	0,9
1000	998,85	22,3	0,1	2,2

Tabela 9 - Resultados método óptico BBraun

Caudal nominal ($\mu\text{L/h}$)	Caudal medido ($\mu\text{L/h}$)	Incerteza ($\mu\text{L/h}$)	Erro (%)	Incerteza (%)
100	97,1	12,0	3,0	12,4
500	518,0	60,2	-3,5	11,6
1000	1005,1	81,3	-0,5	8,1

Na Figura 16 é apresentada a comparação entre os erros relativos ao caudal nominal para os diferentes caudais testados, utilizando o gerador *BBraun*.

Figura 16 – Comparação BBraun

Através da análise dos resultados obtidos utilizando a seringa perfusora Perfusor Space verifica-se que o método óptico apresenta erros e incertezas ligeiramente maiores que o método gravimétrico e que os valores são consistentes encontrando-se dentro da incerteza mútua.

5. Conclusões

Neste trabalho foi desenvolvido um novo método de medição no LVC-IPQ, o método óptico da gota suspensa, que foi utilizado para a calibração de instrumentos geradores de caudal. Foi também criado um *software* de tratamento de imagem em linguagem *Python* que permitiu automatizar a determinação do volume da gota. De forma a validar a nova metodologia desenvolvida foram calibrados dois tipos de geradores de caudal e os resultados foram comparados com os obtidos pelo método gravimétrico, método primário. Verificou-se que os resultados entre ambos os métodos são consistentes, sendo que em geral, as incertezas obtidas pelo método óptico são superiores, sendo a maior fonte de incerteza relacionada com a câmara utilizada. Este novo método poderá ser assim melhorado com a aquisição de uma câmara de alta resolução permitindo realizar medições de microcaudal até 1 mL/h com incerteza de 1% e uma forma mais expedita que o método gravimétrico.

6. Referências

- Ahrens, M., Klein, S., Nestler, B., & Damiani, C. (2013). Design and uncertainty assessment of a setup for calibration of microfluidic devices down to 5 nL min⁻¹. *Measurement Science and Technology*, (25)
- Batista, E., Furtado, A., Pereira, J., Ferreira, M., Bissig, H., Graham, E., Niemann, A., Timmerman, A., Ogheard, F., & Alves e Sousa (2020), *New EMPIR project - Metrology for Drug Delivery*, *Flow Measurement and Instrumentation*, (72), 101716
- Bissig, H., Petter, H.T., Lucas, P., Batista, E. et al., (2015), *Primary standards for measuring flow rates from 100 nL/min to 1 mL/min – gravimetric principle*, *Biomedical Engineering*, 60 (4); 301-316
- Boonsang, S., & Lertkittiwattanakul, W. (2017). A flash photography method for the measurements of the fluid flow dynamic of a fluid dispensing system. *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation*, (102) pp. 57-63.
- JCGM 100:2008, Evaluation of measurement data - Guide to expression of uncertainty in measurement (GUM), 1^a ed.
- Lucas, P., Klein, S., (2015) *Metrology for drug delivery*, *Biomedical Engineering*, 60(4); 271-275
- NP EN ISO 4787 (2011) - Vidraria de laboratório. Instrumentos volumétricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização.
- Ogheard, F., Cassette, P., & Boudaoud, A. W. (2020). Development of an optical measurement method for “sampled” micro-volumes and nano-flow rates. *Flow Measurement and Instrumentation*, (73), 101746.
- Thurrow, K., Krüger, T., & Stoll, N. (2009). An Optical Approach for the Determination of Droplet Volumes in Nanodispensing. *Journal of Automated Methods and Management in Chemistry*, 1–10.

Authors Profiles:

Miguel Álvares is currently doing his thesis to obtain a master's degree in Mechanical Engineering from *Faculdade de Ciências e Tecnologia of Universidade Nova de Lisboa*.

Elsa Batista holds a master's degree in Analytical Chemistry from the *Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa* in 2007 and as a degree in Applied Chemistry from the *Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa* in 1999. Since 1999, she has worked at the *Laboratório de Volume* of *Instituto Português da Qualidade* as a superior technician and laboratory manager. She is the contact person and head of the volume subgroup of the EURAMET flow technical committee.

Rui F. Martins holds a PhD degree in Mechanical Engineering from Instituto Superior Técnico since 2005 and a MSc degree in Mechanical Engineering, from Instituto Superior Técnico, since 1999. Between 1991 and 1996, he graduated in Mechanical Engineering, also at Instituto Superior Técnico. He is teaching at Nova School of Science and Technology, The New University of Lisbon, since 1999.

Isabel Godinho is head of *Departamento de Metrologia* of *IPQ*. In 1991, joined the *Laboratório de Medidas Elétricas* of *Laboratório Nacional de Engenharia e Tecnologia Industrial (LNETI)*, as a Designated Institute, within the scope of the *Sistema Português da Qualidade (SPQ)*, as the national laboratory for electrical quantities. Between June 2007 and May 2008, she took over the direction of the Electrical Measurement Laboratory at LNETI, until its integration with IPQ, in June 2008. From June 2008 to March 2014, she was the coordinator of the *Laboratório de Eletrecidade, Temperatura e Acústica* of the *Laboratório Nacional de Metrologia* of IPQ. Has a degree in Physics from Faculty of Science and Technology, University of Lisbon, and since 2011 as a PhD in Physics, in the Metrology branch, by the same university.