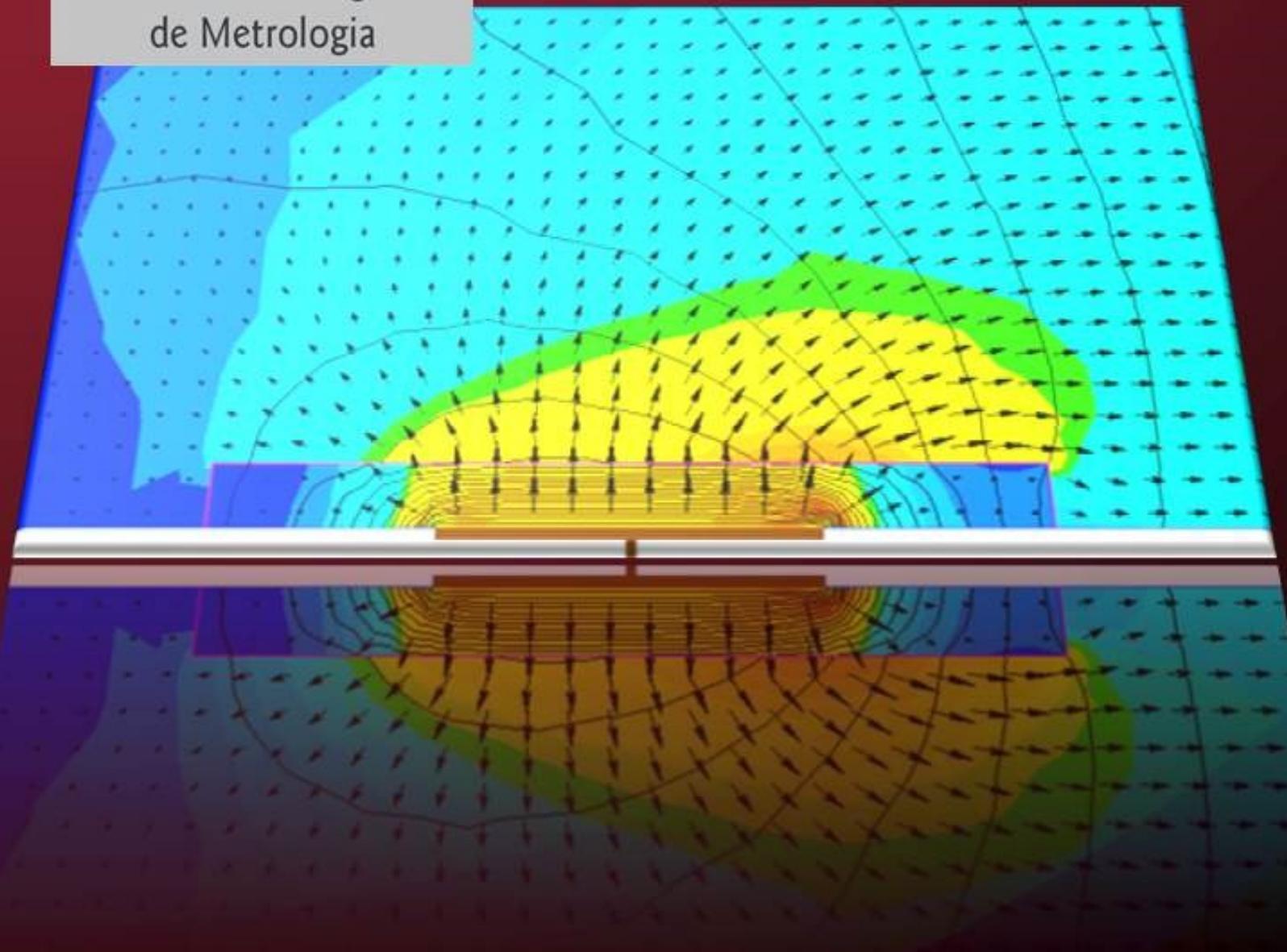


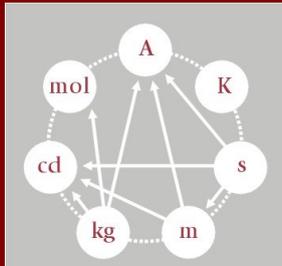
Revista
MEDIÇÕES E ENSAIOS

www.spmet.pt

SPMet

Sociedade Portuguesa
de Metrologia





SPMet

Sociedade Portuguesa
de Metrologia

Conselho Editorial

Eduarda Filipe
Álvaro Ribeiro
Pedro Girão
Isabel Godinho
Olivier Pellegrino

Propriedade e Redação

Sociedade Portuguesa de Metrologia

Contactos

Sede:
Rua Filipe Folque, 2 - 6º Dto.
1050-113 Lisboa
Tel. 213 139 840
Fax: 213 139 841

Secretariado:
Av. do Brasil, 101
1700-066 Lisboa PORTUGAL
Tel.: +351 - 218 443 201
Fax: +351 - 218 443 011
N.I.F. 506 461 696

E-mail: geral@spmet.pt
Internet: www.spmet.pt

Periodicidade

Quadrimestral

Distribuição

Eletrónica

ISSN 2182-5424

Os artigos assinados são da responsabilidade dos seus autores.

Foto de Capa

G. Coelho, J. Palma,
E. Alves (LNEC, 2012)

Índice

EDITORIAL 2

A IMPORTÂNCIA DAS COMPARAÇÕES INTERNACIONAIS NA CREDIBILIDADE DO SISTEMA NACIONAL DE METROLOGIA

António Cruz

Perito SMTQ da UNIDO 3

DESENVOLVIMENTO DE UM PADRÃO DE MICRO CAUDAL DE FLUIDOS

Elsa Batista¹, João Gala², Luís Ribeiro¹, Nelson Almeida¹, Eduarda Filipe¹, Rui F. Martins²

¹Instituto Português da Qualidade

²Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa/DEMI 16

MEDIÇÃO NÃO-INTRUSIVA DA DENSIDADE SUPERFICIAL DE DEPÓSITOS DE SEDIMENTOS EM CAMADA FINA

Gustavo E. Coelho¹, João Palma¹, Elsa Alves²

¹Lab. Nacional de Engenharia Civil (LNEC), Centro Instrum. Científica

²Lab. Nacional de Engenharia Civil (LNEC), Dep. Hidráulica e Ambiente 27

DESENVOLVIMENTO DE UM NOVO TIPO DE ARTEFACTO PARA SUPORTE ÀS VERIFICAÇÕES INTERMÉDIAS DE MÁQUINAS DE MEDIÇÃO POR COORDENADAS TRIDIMENSIONAIS DE APOIO À INDÚSTRIA

Fernando Ferreira

Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica (CATIM) 43

NOTÍCIAS E EVENTOS DA METROLOGIA 51

Publicação apoiada por:

FCT Fundação para a Ciência e a Tecnologia

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E CIÊNCIA

Editorial

Caro leitor/a,

Com este número, a Revista “Medições e Ensaios” entra no terceiro ano de publicação regular de trabalhos efetuados pela nossa comunidade da Metrologia. Abrimos a revista com um artigo do Eng. António Cruz, antigo Diretor da Metrologia do IPQ, atualmente perito da UNIDO e com uma carreira brilhante nesta área científica e técnica, sob o tema “A importância das comparações internacionais na credibilidade do Sistema Nacional de Metrologia”. Neste número, publicamos também o segundo e último grupo de artigos do 5.º Encontro Nacional da SPMet “Metrologia na Segurança” realizado em novembro de 2012, em Coimbra no Centro Tecnológico da Cerâmica e do Vidro. Fechamos com a secção de “Notícias e Eventos da Metrologia” que inclui pequenas notas sobre os próximos eventos e a publicação de documentos de interesse para a nossa comunidade.

Gostaria de noticiar que a SPMet entregou na Ordem dos Engenheiros uma proposta de criação de uma Especialização em Metrologia a ser atribuída a engenheiros de diferentes colégios que se dedicam profissionalmente a este setor. Já existem muitos cursos superiores que incluem a Metrologia nas suas áreas principais de formação pelo qua a criação desta especialização permitirá que as instituições do ensino superior a integre como formação complementar, tal como ocorre em muitos países.



Noticio ainda que o Conselho Diretivo da SPMet vai propor à próxima Assembleia Geral a criação do “Prémio de Inovação em Metrologia” com o objetivo de premiar trabalhos realizados em 2013 por jovens profissionais ou alunos do ensino superior.

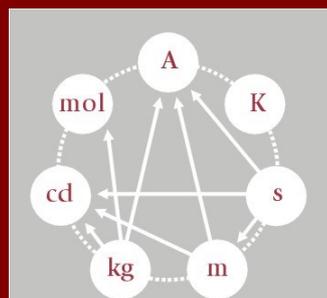
A Comissão Redatora agradece aos autores que nos facultaram os seus trabalhos e à Comissão Científica que desde sempre tem zelado pela qualidade das publicações da SPMet.

Desejamos uma leitura proveitosa deste sétimo número cheio de interesse da Revista Medições e Ensaios.

Lisboa, 13 de fevereiro de 2014

Eduarda Filipe

Presidente do Conselho Diretivo da SPMet



SPMet

Sociedade Portuguesa
de Metrologia

SPMet

ISSN 2182-5424

| n.º 7 | janeiro 2014

FAÇA-SE SÓCIO

A SPMet tem quatro categorias de associados:

- **ASSOCIADOS HONORÁRIOS** - pessoas singulares ou coletivas às quais, pela sua categoria científica, a SPMet entenda dever conferir este testemunho de consideração.
- **ASSOCIADOS EFETIVOS** - pessoas singulares cuja atividade se processe no domínio da Metrologia ou das Ciências.
- **ASSOCIADOS INSTITUCIONAIS** - as entidades com atividade no domínio do ensino, da investigação, da indústria ou outros de algum modo relacionados com a Metrologia
- **ASSOCIADOS ESTUDANTES** - as pessoas singulares que frequentam o ensino superior e se interessam pelo estudo da Metrologia ou das Ciências afins

O número de associados de qualquer das categorias mencionadas nos números anteriores não será limitado.

Estão disponíveis no seguinte endereço http://www.spmet.pt/inscricao_1024.htm

As respetivas fichas de inscrição que, depois de devidamente preenchidas e enviadas para o secretariado de direção, serão analisadas para validação.

A IMPORTÂNCIA DAS COMPARAÇÕES INTERNACIONAIS NA CREDIBILIDADE DO SISTEMA NACIONAL DE METROLOGIA

Por António Cruz

Perito SMTQ da UNIDO

A base da credibilidade

A credibilidade internacional de todo o edifício metrológico que suporta as medições e ensaios necessários à avaliação da conformidade de produtos e serviços, no âmbito das trocas reconhecidas pela Organização Mundial do Comércio (OMC), assenta num acordo internacional celebrado em 3 de Novembro de 2001 (reafirmado em 2012) por duas organizações internacionais: o BIPM – Bureau Internacional de Pesos e Medidas e o ILAC – Cooperação Internacional na Acreditação de Laboratórios.



MEMORANDUM OF UNDERSTANDING (MoU)
BETWEEN
THE COMITÉ INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES (CIPM)
AND
THE INTERNATIONAL LABORATORY ACCREDITATION COOPERATION (ILAC)

Para se chegar a este resultado um longo caminho foi percorrido por estas organizações mas que podemos sumariar em dois parágrafos.

O BIPM, fundado pela Convenção do Metro de 1875, no qual participam hoje 55 Estados membros e 38 Estados Associados, através dos Laboratórios Nacionais de Metrologia (NMI), impulsionou o estabelecimento de um Acordo de Reconhecimento Mútuo (MRA). Este foi celebrado em 14 de Outubro de 1999, entre os NMI e o Comité Internacional de Pesos e Medidas (órgão director da Convenção do Metro, entre as Conferências Gerais quadrienais), adiante referidos pela sigla CIPM-MRA. Este Acordo permite reconhecer o grau de equivalência das medições efectuadas nos diversos países signatários, mediante a satisfação de dois requisitos: a participação regular dos NMI (e de outros laboratórios designados (DI) pelos NMI) em comparações internacionais organizadas pelo BIPM e o estabelecimento nos participantes de

sistemas de gestão, reconhecidos inter pares em conformidade com a norma ISO/IEC 17025.

Entretanto, já nos anos sessenta do século passado, os NMI concebiam um sistema que permitisse avaliar e validar a competência técnica dos laboratórios de calibração que viria mais tarde a ser o embrião da criação das organizações de cooperação dos então designados “serviços de calibração” (na Europa Ocidental, sempre na liderança deste esforço, foi criada a WECC) que deu origem depois à criação da figura da “acreditação”. Criadas organizações congêneres da acreditação em outras regiões do globo, foi estimulada a criação de uma organização a nível internacional. Em 1977, seria criado o ILAC (primeiro, com “C” de “Conferência”) e mais tarde (1996) instituído como Cooperação dos NAB – os “organismos nacionais de acreditação”. O acordo de reconhecimento mútuo do ILAC possui hoje 83 signatários.

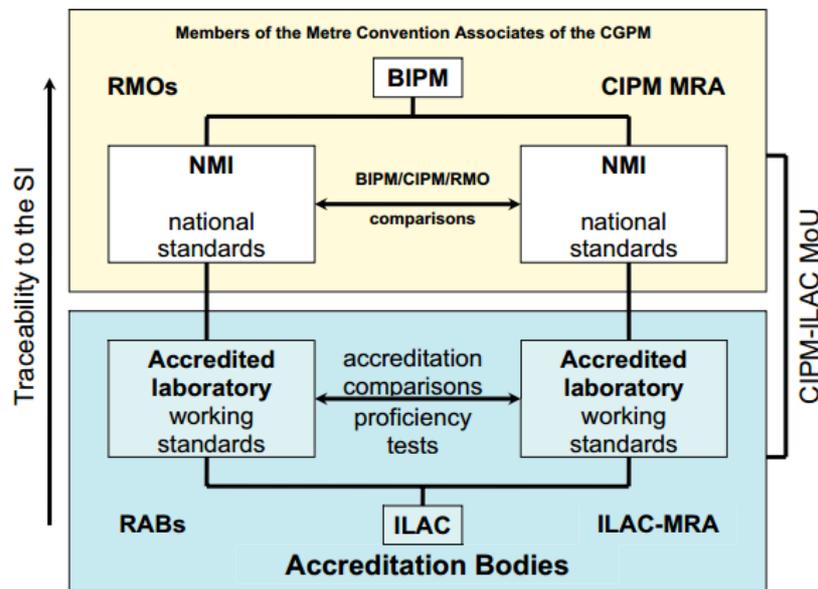
Como funciona a cooperação BIPM-ILAC

O acordo BIPM-ILAC estabelece os termos de cooperação que permitem estabelecer, avaliar e evidenciar essa credibilidade. Cada uma das organizações tem o seu papel claramente definido bem como os das respectivas comunidades, os NMI e os NAB, por forma a garantir a rastreabilidade das medições ao SI – Sistema Internacional de unidades. Da conjugação das actividades destas duas organizações resulta a integridade, eficiência e imparcialidade do sistema metrológico internacional e dos serviços prestados aos utilizadores finais na indústria, comércio, investigação, organismos públicos e comunidades em geral. Esse esforço conjunto consiste na conjugação das actividades:

- dos NMI realizando os padrões nacionais, validados mediante as comparações monitoradas através do CIPM-MRA;
- dos NAB, a vários níveis de competência técnica dos laboratórios de calibração e de ensaio, acreditados segundo a norma ISO/IEC 17025 ou outras, por um NAB signatário do ILAC/MRA.

Os MRA do CIPM e do ILAC são assim complementares, por forma a assegurarem a confiança e consistência das medições e ensaios a nível internacional, permitindo reduzir as barreiras técnicas ao comércio, no âmbito do acordo da OMC.

O diagrama seguinte evidencia as relações e funcionamento do Acordo:



O sistema de avaliação do CIPM-MRA

As capacidades de medição e ensaio (CMC), reclamadas pelos NMI e anunciadas como as suas competências, têm de ser suportadas pela participação num certo número de comparações internacionais (denominadas comparações-chave ou comparações suplementares) que permitem avaliar essas CMC, após o seu exame por peritos técnicos das diversas organizações metrológicas regionais (RMO) que constituem a rede do BIPM, finalmente validado por um Comité conjunto das RMO – o JCRB. Os relatórios dessas comparações são então tornados públicos e acessíveis a todos os interessados através da revista METROLOGIA e na base de dados do CIPM-MRA – a KCDB (Key Comparison Data Base) no sítio do BIPM www.bipm.org.

Aos signatários do CIPM-MRA é exigido que operem segundo um sistema da Qualidade em conformidade com a ISO 17025 ou outra norma relevante para a actividade que exercem, nomeadamente o Guia ISO 34 aplicável aos produtores de materiais de referência certificados.

Aquela base de dados KCDB está em permanente alargamento, dada a actividade contínua dos NMI e DI participantes e tem presentemente cerca de 1245 (866+379) comparações registadas, entre comparações-chave e suplementares. A estas 1240 comparações realizadas a que correspondem cerca de 24 460 CMC registadas por cerca de uma centena de laboratórios nacionais dos diferentes NMI e de cerca de centena e meia de DI e de 4 organizações internacionais que cobrem os domínios da

metrologia na física e vários domínios da metrologia química. Está em desenvolvimento uma base de dados separada para a metrologia na medicina para padrões de elevada ordem.

Em consequência do CIPM-MRA, os certificados emitidos pelos NMI no âmbito das CMC devem possuir o logotipo apropriado e ser aceites em todo o mundo.

O papel do ILAC

O ILAC organiza hoje cerca de 83 NAB e outros 17 organismos associados e 18 afiliados e na qual participam ainda 23 outras organizações interessadas. Possui organizações regionais e sub-regionais que cobrem todo o globo, organizando os organismos nacionais de acreditação nos domínios da calibração e ensaios e da inspecção. São signatários do seu Acordo de Reconhecimento Mútuo 83 NAB após avaliação inter pares e reconhecimento da sua competência técnica segundo os critérios do ILAC. Estes reconhecimentos permitem aos industriais a aceitação de produtos ensaiados ou inspecionados no seu país ou noutros países e aos governos estabelecer acordos de comércio numa base de reciprocidade, segundo o princípio “produto ensaiado ou inspecionado uma vez é aceite em todo o lado”. Não é publicado o número actual de laboratórios de calibração e de ensaios e de organismos de inspecção acreditados pelos signatários do MRA mas, em 2005, 45 signatários do MRA abrangiam 26 000 laboratórios acreditados o que dá uma ideia da vastidão do universo de entidades envolvidas.

Cada signatário do MRA é avaliado inter pares, segundo regras e procedimentos contidos em diversas publicações do ILAC e compromete-se a:

- manter a conformidade com a norma ISO/IEC 17011 e as directivas ILAC relacionadas e outros requisitos suplementares e a
- assegurar que todos os laboratórios por si acreditados mantem a conformidades com a norma ISO/IEC 17025 ou a norma ISO 15189 (aplicável aos laboratórios clínicos) ou a ISO/IEC 17020 e a política e directivas do ILAC relacionadas.

O trabalho conjunto dos NMI e NAB

Em cada país e região, os laboratórios nacionais (NMI e DI) e os organismos de acreditação devem:

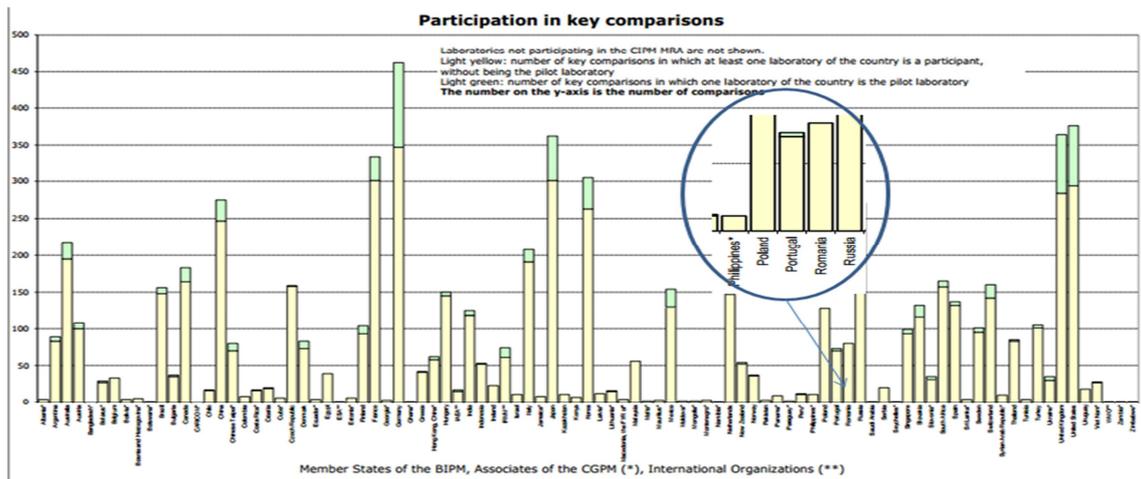
- colaborar por forma a se tire partido das infraestruturas e experiência metrológicas par que o sistema nacional de medições se reforce; esta desejável colaboração não interfere com o modelo de organização nacional das duas actividades;
- organizar encontros regulares entre os especialistas de ambas as actividades para discussão de matérias de interesse comum;
- proporcionar aos auditores de avaliação da conformidade a necessária e actualizada competência técnica, segundo as melhores práticas metrológicas, nomeadamente em matéria de incertezas;
- manter informados os auditores sobre os desenvolvimentos do CIPM-MRA e da KCDB e da terminologia específica actualizada;
- assegurar a consistência e a coerência das melhores capacidades de medição reclamadas pelos laboratórios acreditados ou em acreditação com as internacionalmente aceites pelos NMI;
- promover a aceitação pelo governos e reguladores dos mecanismos criados no âmbito do Acordo BIPM-ILAC e dos papéis respectivos das organizações nacionais signatárias.

A participação nacional no CIPM-MRA

Portugal foi um dos primeiros signatários do Acordo através do IPQ e a sua participação nos mecanismos do Acordo tem vindo a ser incrementada ano a ano. Os gráficos seguintes ilustram essa participação. Neste momento, Portugal regista cerca de 70 participações em comparações-chave nas quais foi laboratório piloto em algumas (assinaladas a verde) e cerca de 15 participações em comparações suplementares nas quais foi laboratório piloto também (assinaladas a rosa). Na maioria esmagadora das participações os resultados têm sido bons ou muito bons (ver Anexo). Dessas participações resultaram cerca de 177 CMC registadas na KCDB, com a seguinte distribuição:

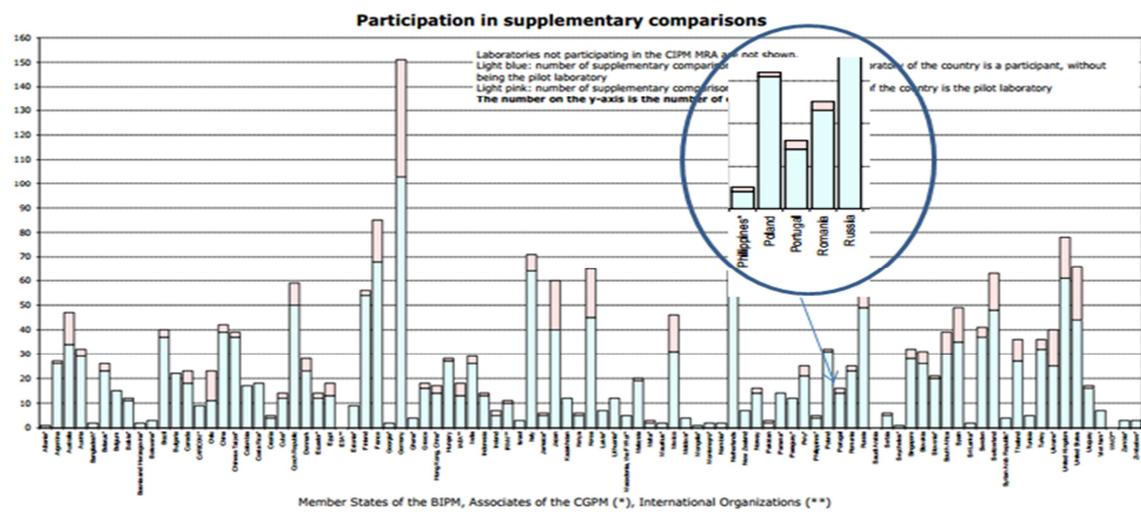
Grandeza	Acústica e vibrações	Massa e grandezas relacionadas	Comprimento	Fotometria e radiometria	Termometria	Tempo e frequência	Electricidade e magnetismo	Radiações ionizantes	Química	Total
Nº	2	36	16	0	47	0	12	43	21	177

É de referir ainda que o IPQ participa, com os seus 3 relógios atómicos, há vários anos ininterruptamente, no domínio do Tempo/Frequência, na realização da escala do Tempo Universal Coordenado (UTC), coordenada pelo BIPM, bem como comparações bilaterais com o sistema TwoWay.



Participação nas comparações-chave

Participação nas comparações suplementares



A consistência do sistema da qualidade com os requisitos aplicáveis – a norma ISO/IEC 17025 e o Guia ISO 34, vem sendo auditada regularmente inter pares no âmbito de um projecto EURAMET em que participam além do IPQ e do IST-CTN o Centro Español de Metrologia e o Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica da Itália.

CONCLUSÕES

As conclusões a retirar incluem entre outras, necessariamente as seguintes:

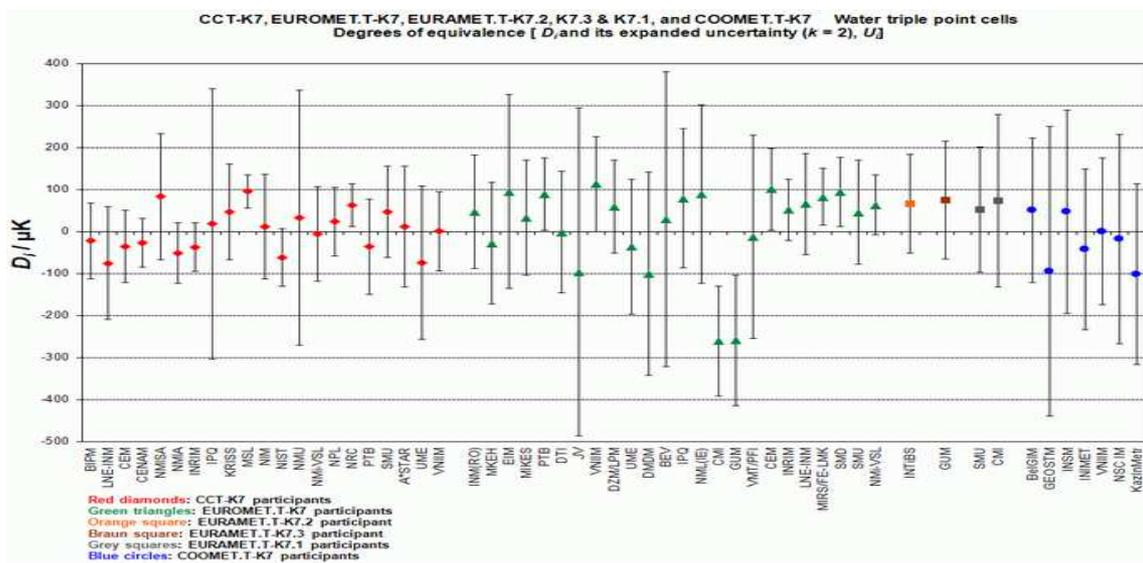
- a participação nas comparações é essencial para a evidência da credibilidade do Sistema Nacional da Metrologia (SNM) e tem de continuar a alargar-se progressivamente a outros domínios de actividade, apesar dos significativos recursos envolvidos;
- as comparações lideradas pelo IPQ são muito importantes, pois permitem um maior reconhecimento internacional, consolidam o SNM e promovem o desenvolvimento das competências nacionais;
- uma melhor articulação entre os recursos humanos do NMI e do NAB é desejável para ambos os serviços e para o reforço do SNM, seja através da melhoria das auditorias técnicas, seja para o desenvolvimento das competências individuais, seja ainda para um melhor conhecimento recíproco de ambas as realidades.

ANEXO - Alguns exemplos de participações

Seleccionámos alguns exemplos, sem grande preocupação de escolha, apenas para ilustrar algumas situações reveladoras de lições que importa tirar.

1) Comparação-chave de pontos triplos da água

O gráfico seguinte ilustra os resultados obtidos numa comparação complexa que agrupou várias circulações. O IPQ participou em duas, na no Comité Consultivo da Termometria do BIPM e na da EURAMET:



Os resultados são bons em ambas, havendo margem de progresso na melhoria da incerteza de medição. De notar que alguns laboratórios que reclamam incertezas muito pequenas tiveram resultados menos satisfatórios ou aparentemente não conformes com essas incertezas.

O Quadro parcial seguinte contém as diferenças das referências nacionais para a referência do BIPM e as respectivas incerteza-padrão combinada.

Key comparisons CCT-K7, EUROMET.T-K7, COOMET.T-K7, EURAMET.T-K7.2, EURAMET.T-K7.3 and EURAMET.T-K7.1

Key comparison CCT-K7

MEASURAND : Temperature of triple point of water

NOMINAL VALUE : 273.16 K

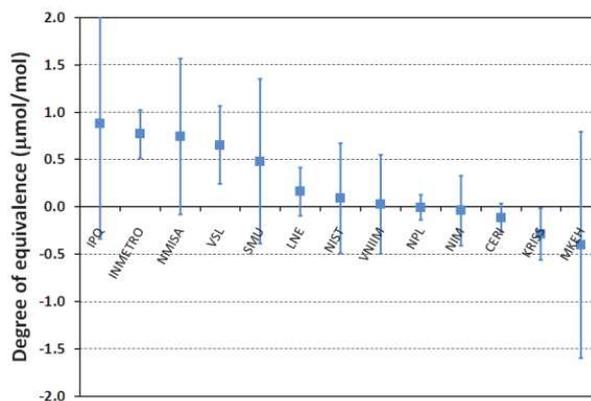
x_i : temperature difference between the national reference of laboratory i and the BIPM reference, $T(\text{Lab } i) - T(\text{BIPM})$, where T is the temperature

u_i : combined standard uncertainty of x_i

Lab i	x_i / μK	u_i / μK
BIPM	0	44
LNE-INM	-54	66
CEM	-14	41
CENAM	-5	27
NMISA	105	74
NMIA	-29	34
INRIM	-15	27
IPO	40	160
KRISS	69	56
MSL	117	16
NIM	33	61
NIST	-40	33
NMIJ	54	151
NMI-VSL	16	55
NPL	45	39
NRC	85	23
PTB	-14	56
SMU	89	53
A*STAR	34	71
UME	-53	91
VNIM	22	46

2) Comparação-chave de uma mistura de etanol em azoto

Os resultados são também satisfatórios havendo igualmente margem de progresso na incerteza de medição e de notar a aparente influência da relação de rastreabilidade estabelecida com o organismo holandês VSL de quem se recebem os gases primários. Há a registar igualmente resultados menos satisfatórios em outros laboratórios que reclamam muito baixas incertezas.



Calibration Standards:

It was used three primary standard mixtures from VSL and two primary standard mixtures from NPL.
Composition of calibrants:

Ethanol cylinder	Assigned value(x) (mol/mol)	Standard uncertainty (u(x))
VSL9946	80,1 x10 ⁻⁶	0,4 x10 ⁻⁶
NPL0296	120,0 x10 ⁻⁶	0,5 x10 ⁻⁶
VSL3559	220,0 x10 ⁻⁶	1,3 x10 ⁻⁶
NPL1718	315,0 x10 ⁻⁶	1,0 x10 ⁻⁶
VSL9944	520,0 x10 ⁻⁶	1,3 x10 ⁻⁶

Key comparison CCQM-K93

Pilot laboratory: NPL

Measurement at NPL in December 2011 and January 2012

MEASURAND : Amount of substance fraction of ethanol in nitrogen

NOMINAL VALUE : 120 µmol/mol

- $x_{Lab i}$ submitted (certified) amount of substance fraction of ethanol in nitrogen in Lab *i* standard
- $u_{Lab i}$ combined standard uncertainty of $x_{Lab i}$
- x_i amount of substance fraction of ethanol in nitrogen in Lab *i* standard as measured at the Pilot Laboratory
- x_{wrs} amount of substance fraction of ethanol in nitrogen in the Pilot Laboratory working reference standard
- r_i x_i / x_{wrs}

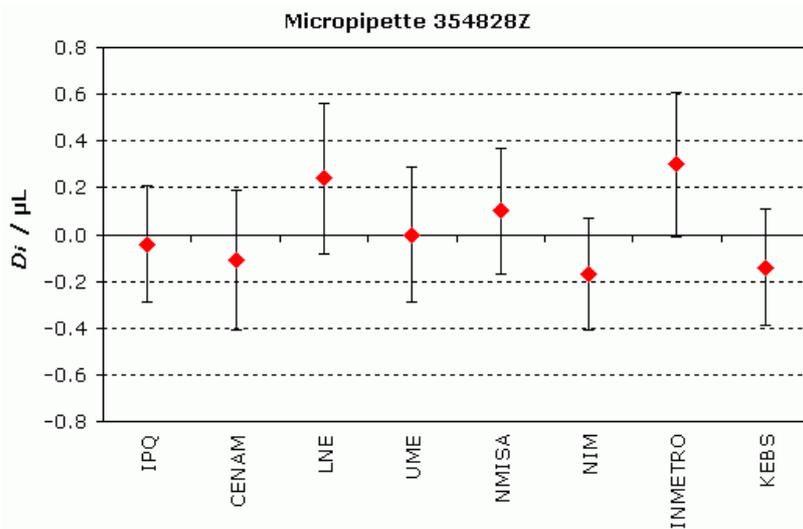
Lab <i>i</i>	$x_{Lab i}$ / (µmol/mol)	$u_{Lab i}$ / (µmol/mol)	r_i
IPQ	120.89	0.60	1.0010
INMETRO	119.693	0.12	0.9920
NMISA	120.08	0.40	0.9954
VSL	119.49	0.20	0.9913
SMU	120.72	0.43	1.0029
LNE	119.31	0.12	0.9938
NIST	121.29	0.31	1.0109
VNIIM	120.30	0.21	1.0032
NPL	120.03	0.054	1.0013
NIM	119.38	0.18	0.9961
CERI	118.68	0.065	0.9909
KRISS	119.87	0.13	1.0023
MKEH	120.03	0.6	1.0045

3) Comparação-chave de micropipetas

Foram utilizadas 5 micropipetas, em que se obtiveram resultados muito semelhantes, aqui exemplificados no gráfico para apenas uma delas. Os resultados são muito bons e o nível de desempenho é muito semelhante em todos os laboratórios.

MEASURAND: Water volume measured using five micropipettes
NOMINAL VALUE: 100 µL
TRANFERT INSTRUMENTS: Five micropipettes, serial numbers 354828Z, 354853Z, 354864Z, 354868Z and 354872Z

Graphs of equivalence obtained for each micropipette:
 offset D_i and expanded uncertainty U_i ($k = 2$) expressed in µL



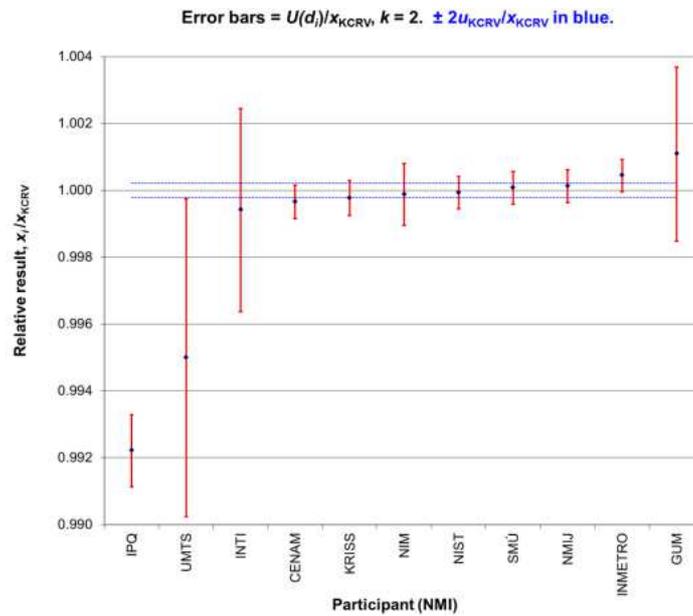
MEASURAND: Water volume measured using five micropipettes
NOMINAL VALUE: 100 µL
TRANFERT INSTRUMENTS: Five micropipettes, serial numbers 354828Z, 354853Z, 354864Z, 354868Z and 354872Z

Degrees of equivalence relative to the key comparison reference value obtained for each micropipette: D_i and U_i ($k = 2$) expressed in µL

Lab i	354828Z		354853Z		354864Z		354868Z		354872Z	
	D_i / µL	U_i / µL								
IPQ	-0.04	0.25	0.00	0.25	-0.08	0.25	0.05	0.26	0.03	0.24
CENAM	-0.11	0.30	-0.31	0.33	-0.34	0.29	-0.07	0.27	-0.31	0.33
LNE	0.24	0.32	0.15	0.32	0.07	0.32	0.26	0.32	0.21	0.31
UME	0.00	0.29	0.10	0.30	-0.01	0.29	0.14	0.29	0.13	0.29
NMISA	0.10	0.27	0.09	0.27	0.03	0.30	0.09	0.27	0.19	0.26
NIM	-0.17	0.24	-0.10	0.24	-0.09	0.24	-0.15	0.25	-0.13	0.23
INMETRO	0.30	0.31	0.29	0.41	0.30	0.29	0.56	0.37	0.48	0.44
KEBS	-0.14	0.25	-0.07	0.26	0.18	0.26	-0.18	0.25	-0.40	0.50

4) Comparação-chave de pH

Os resultados não foram satisfatórios nesta comparação de 2009 e merecem uma análise quanto às suas origens.



Como se evidencia no gráfico, o resultado está completamente afastado do valor de referência, com uma incerteza declarada baixa, indiciando erro sistemático, cujas origens poderão ser várias, desde o padrão ao método que têm de ser validados. Outro laboratório está também insatisfatório.

É de referir que se trata de uma área nova, muito recente no IPQ, que vem sendo criada com origem no núcleo e sob a orientação de um grupo de investigação da Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa.

Key comparison CCQM-K73

MEASURAND : Amount content of H⁺ in hydrochloric acid solutions
 NOMINAL VALUE : 0.1 mol/kg

x_i : result of measurement carried out by laboratory i
 $U_{Lab i}$: expanded uncertainty of x_i ($k = 2$), $U_{Lab i} = 2 u_i$

Lab i	x_i / (mol/kg)	$U_{Lab i}$ / (mol/kg)	Date of measurement
IPQ	0.100 143	0.000 092	Jul - Aug 09
SE "Ukrmetrteststandard"	0.100 42	0.000 48	Sep 09
INTI	0.100 87	0.000 30	Aug 09
CENAM	0.100 894	0.000 013	Sep 09
KRISS	0.100 906	0.000 018	Sep 09
NIM	0.100 917	0.000 080	Sep 09
NIST	0.100 922 4	0.000 004 5	Sep 09
SMU	0.100 936 7	0.000 007 8	Sep 09
NMIJ	0.100 941 5	0.000 005 8	Sep 09
INMETRO	0.100 974 1	0.000 004 9	Aug - Sep 09
GUM	0.101 04	0.000 26	Sep 09

5) Comparação-chave de mistura de monóxido de azoto em azoto

Os resultados obtidos pelo IPQ e evidenciados no gráfico seguinte são muito satisfatórios; de uma forma geral há concordância em geral nas várias circulações (CCQM, EURAMET e APMP) com poucas exceções:

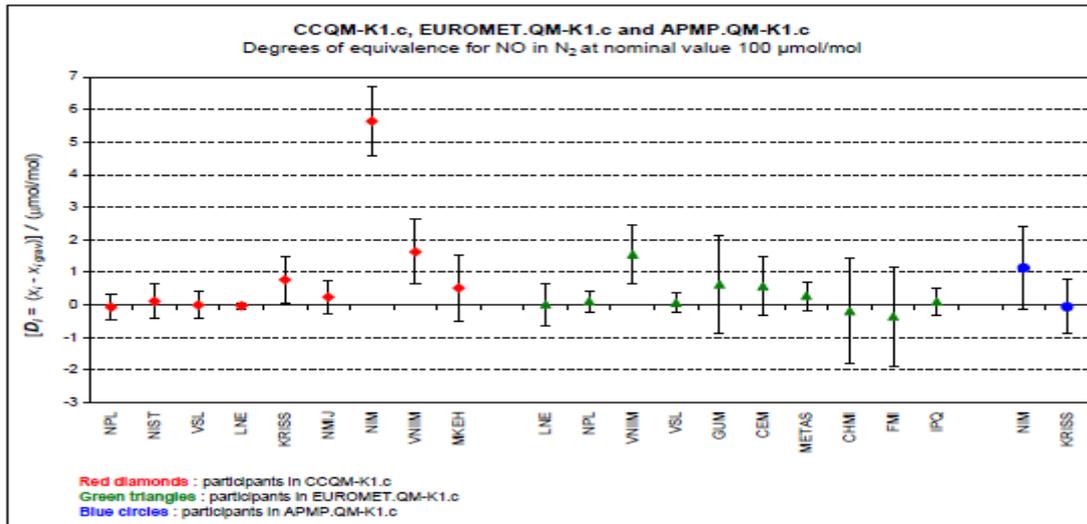


Tabela de equivalência ligando os participantes nas várias circulações:

Linking APMP.QM-K1.c to CCQM-K1.c

In order to link the APMP.QM-K1.c results to those of CCQM-K1.c, a small uncertainty term is added to the uncertainty of the gravimetric value delivered by KRISS for the transfer standard. The gravimetric value used to calculate the degrees of equivalence is equal to 97.94 µmol/mol with standard uncertainty 0.40 µmol/mol. No pair-wise degrees of equivalence are computed from the APMP.QM-K1.c results.

Full set of degrees of equivalence (with laboratory acronyms as on January 2010)

Lab /	D_i	U_i	
	/ (µmol/mol)		
NPL	-0.07	0.40	CCQM-K1.c
NIST	0.11	0.53	
VSL	0.00	0.40	
LNE	-0.03	0.08	
KRISS	0.77	0.70	
NMIJ	0.24	0.50	
NIM	5.64	1.06	
VNIM	1.63	1.00	
MKEH	0.52	1.01	
LNE	0.01	0.66	EURAMET.QM-K1.c linked to CCQM-K1.c
NPL	0.11	0.32	
VNIM	1.55	0.91	
VSL	0.07	0.32	
GUM	0.63	1.51	
CEM	0.57	0.91	
METAS	0.28	0.44	
CHMI	-0.19	1.61	
FMI	-0.36	1.51	
IPQ	0.10	0.41	
NIM	1.13	1.28	APMP.QM-K1.c linked to CCQM-K1.c
KRISS	-0.06	0.83	

DESENVOLVIMENTO DE UM PADRÃO DE MICRO CAUDAL DE FLUIDOS

Elsa Batista¹, João Gala², Luís Ribeiro¹, Nelson Almeida¹, Eduarda Filipe¹, Rui F. Martins²

¹Instituto Português da Qualidade

²Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa/DEMI

RESUMO

O Laboratório de Volume (LVO) do Instituto Português da Qualidade (IPQ), em parceria com o Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial (DEMI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT/UNL), desenvolveu um padrão gravimétrico [1] de medição de caudal de fluidos com capacidade entre 10 mL/min e 100 nL/min, que irá permitir a rastreabilidade e a calibração de caudalímetros e equipamentos infusores no Laboratório Central de Metrologia do IPQ.

O padrão tem como base três elementos principais: um gerador de fluxo/caudal (seringa automática), um dispositivo coletor (comparador de massa) e um sistema de medição e aquisição de dados (em ambiente *LabView*). Durante as fases de conceção e desenvolvimento do padrão foram estudados vários fatores de influência, tais como: a influência da temperatura, o efeito de evaporação, o efeito de capilaridade, os efeitos de tensão superficial (ponta não mergulhada) e gota, os efeitos sobre a balança, as variações de pressão e o factor da técnica de medição do tempo.

Após a montagem do sistema de medição de microfluidos no LVO, foi desenvolvido um módulo aplicativo em ambiente de desenvolvimento gráfico *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. Para além do referido, o módulo aplicativo permite a salvaguarda dos dados obtidos para futuras análises.

O sistema de medição de caudal foi ensaiado e validado para vários caudais distintos, nomeadamente: 10 mL/min, 3 mL/min, 1 mL/min, 330 µL/min, 100 µL/min e 33 µL/min, verificando-se uma boa repetibilidade para caudais superiores a 330 µL/min com incertezas entre 0,1 % e 0,5 %.

Palavras Chave: Micro caudal, Calibração, Medição, Incerteza, Fluidos

ABSTRACT

The Volume Laboratory (LVO) of the Portuguese Quality Institute (IPQ), in partnership with the Department of Mechanical and Industrial Engineering (DEMI) of the Faculty of Sciences and Technology of Universidade Nova of Lisbon (FCT / UNL) developed a gravimetric standard for measuring fluid flow between 10 ml / min and 100 nl/min, allowing traceability and calibration of equipments at the Central Laboratory of Metrology of IPQ.

The development of this standard was based on three main elements: a flow generator (Syringe pump), a collector device (mass comparator) and a system for measuring and data acquisition (in "LabView"). Several influence factors were also study, namely: evaporation, capillarity, thermal influences, surface tension, drop effect, balance, pressure variation and time measurement.

After conception, modeling and assembly the standard of micro fluids in LVO, a applicational "LabView" module was developed to automate the acquisition, validation, statistical treatment of data and the determination in "run time" of errors and the correspondent uncertainties, as well as to safeguard the data for future analysis. The flow measuring system was subsequently tested and validated to several different flow rates: 10 mL/min, 3 mL/min, 1 mL/min, 330 μ L/min 100 μ L/min and 33 μ L/min, verifying uncertainties in the range of 0.1% to 0.5%.

Keywords: Micro flow, Calibration, Measurement, Uncertainty, Fluid

1. Introdução

Com o desenvolvimento da ciência e da nanotecnologia, o limite mínimo de medição 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 a nível nacional mas também internacional [2] [3] [4] , do desenvolvimento de padrões de medição de micro caudal.

A Associação Europeia dos Laboratórios Nacionais de Metrologia, designada por EURAMET, (*European Association of National Metrology Institutes*), iniciou em 2007, um Programa Europeu de Investigação Metrológica (*European Metrology Research Programme - EMRP*) financiado pelo 7º Programa-Quadro da Comissão Europeia. Este programa, que terá término em 2017, abre anualmente Projetos de Investigação Conjuntos (*Joint Research Programme - JRP*) em temáticas estratégicas definidas pelo EMRP. Estes JRP são dirigidos aos países-membros e neles podem associar-se universidades e entidades que atuem em sectores onde a medição seja crítica e fundamental.

Em 2011, um dos temas escolhidos pelo EMRP foi a "Metrologia na Saúde". A escolha deste tema tem como objetivo desenvolver a ciência e a tecnologia de medição na área da saúde. Mais especificamente, garantir a rastreabilidade dos dados médicos, permitindo a comparabilidade da informação de diagnósticos e tratamentos.

Um dos JRP aceites no tema "Metrologia na Saúde" intitula-se "Metrologia para Administração de Fármacos" (MeDD - *Metrology for Drug Delivery*). Este projeto tem como objetivo fazer o desenvolvimento de um padrão primário de medição de caudais entre os 150 microlitros por minuto e 1 nanolitro por minuto e caracterizar caudalímetros e geradores de fluxo existentes no mercado, assegurando desta forma

a rastreabilidade das medições realizadas por bombas e seringas infusoras utilizadas na administração de fármacos. Este trabalho irá, num futuro próximo, permitir um aumento da eficiência e da confiança nos caudais debitados pelos sistemas de administração de fármacos, peça fundamental na terapia dos pacientes.

O IPQ é um dos colaboradores do projeto e nesse sentido criou-se a necessidade de desenvolvimento e instalação de um padrão primário de micro caudal, de forma a dar resposta às necessidades nacionais nesta área.

2. Conceção do padrão gravimétrico

As leis usadas para o estudo de fluidos, à escala macro, nem sempre são aplicáveis ao estudo de micro fluidos. Isto acontece porque o impacto de fenómenos físicos, como a capilaridade, as influências térmicas e de evaporação, tem uma influência maior na medição de micro caudais do que nos grandes caudais.

Com base nos estudos realizados recentemente, [2] [3] [4], foram identificados e analisados os parâmetros relacionados com o comportamento dos fluidos e com as componentes de incerteza associadas à medição de caudal, tais como: influências térmicas; *dead volume* – “volume morto”; sistema de escoamento e recolha do fluido; escoamento contínuo e pulsação da máquina geradora de fluxo; efeitos de evaporação; efeitos de tensão superficial/gota e capilaridade; efeitos sobre a balança (flutuabilidade, impactos); contaminação e bolha de ar; variações de pressão e medição do tempo.

Antes de se iniciar a conceção do projeto para a instalação de um padrão de micro caudal no LVO, foi analisado o espaço, as condições de trabalho e os equipamentos necessários, tendo-se verificado que o método de medição gravimétrico seria o que mais se ajustava à realidade do laboratório. Posteriormente foram analisadas as várias opções técnicas do projeto, nomeadamente o gerador de caudal, tubagem, tipo de líquido padrão e respetivo tratamento, a balança e o programa de aquisição de dados, tendo em conta a incerteza alvo de 0,5 %.

Uma explicação sucinta sobre cada uma das soluções escolhidas que melhor se adequavam as necessidades do projeto, é feita de seguida.

2.1 Geração de Caudal

Tendo em conta os valores de caudal em estudo, variável entre 10 mL/min e 100 nL/min, assim como a estabilidade necessária do escoamento, escolheu-se como

gerador de caudal a *Syringe Pump Nexus 3000* da *Chemys*. Com uma resolução na amplitude de movimento de 300 incrementos, este dispositivo permite um avanço suave do atuador sobre a seringa, diminuindo significativamente o efeito da pulsação no escoamento. Foram utilizadas seringas de aço inoxidável com a capacidade de 20 mL e de 5 mL.

2.2 Tubagem

As principais alternativas para material da tubagem – vidro, PTFE e aço inoxidável – foram analisadas. Optou-se pela escolha de tubagem em material do tipo aço inoxidável, que é um material suficientemente rígido, resistente à corrosão e com uma taxa de absorção praticamente nula [2].

O vidro também é uma boa solução, uma vez que apresenta um coeficiente de expansão térmica mais baixo do que o do aço inox; no entanto, o tubo de aço tem a vantagem de poder ser facilmente dobrado para fazer as curvas, o que não acontece com o vidro. Deste modo, evita-se o uso de mais componentes, tais como ligações e cotovelos, o que também contribui para a diminuição da possibilidade de ocorrência de perdas e de volume morto.

2.3 Desarejamento do fluido e sistema de purga

De maneira a minimizar a existência de impurezas e a formação de bolhas de ar, implementou-se um sistema de purga, que está posicionado a jusante da seringa, de modo a drenar o fluido antes de se iniciar o processo de determinação de caudal. Para além da purga, com a realização da purificação inicial do fluido - aquecimento e ultrassons -, reduz-se a probabilidade de existência de impurezas, bolhas de ar e bactérias em todo o sistema experimental, diminuindo operações de manutenção e evitando alterações à secção de passagem do fluido, que pode ser causa de variação do caudal.

2.4 Controle da evaporação e queda da gota

A fase crítica de controlo da evaporação ocorre durante a recolha da amostra na balança por esta estar em maior contacto com o ar.

Usou-se um sistema designado por *evaporation trap*, que promove a saturação do ar envolvente ao recipiente de recolha. Esta solução é usada e recomendada para a calibração de micropipetas, com resultados positivos, sendo que pode diminuir até 59

vezes o efeito da evaporação [5]. O estudo realizado mostra que, para uma temperatura de referência a 20 °C, o volume evaporado raramente ultrapassa 1 % do volume nominal debitado.

Também com vista a reduzir a evaporação, mas principalmente para atenuar os efeitos da queda da gota, o tubo foi colocado abaixo da superfície do fluido.

2.5 Balança

A balança utilizada foi uma *Mettler Toledo AX26 Comparator*, porque possui a resolução de 1 µg, as características adequadas para o projeto, e por já se encontrar instalada no LVO.

Depois de efetuados alguns ensaios, verificou-se que o método de pesagem “*Dosing*” e “*Unstable*” era o que melhor se adequava às necessidades do projeto.

2.6 Sistema de aquisição e tratamento de dados

Foi desenvolvida uma aplicação em *LabView* para automatizar a recolha dos dados experimentais, fazer a sua validação, permitir a visualização gráfica da evolução das medições, efetuar o tratamento estatístico de dados e o respetivo cálculo de incertezas. A recolha de dados é feita diretamente da balança, através de protocolo de comunicação série, com intervalos passíveis de serem programados. A aplicação calcula o caudal para uma temperatura de referência de 20 °C e as respetivas incertezas. Os dados recolhidos são gravados e ficam disponíveis para análise futura.

3. Montagem do padrão primário de caudal

Após a seleção de todo o equipamento e dos programas computacionais associados ao projeto, foi realizado um primeiro esboço da montagem do sistema experimental, o qual está indicado na figura 1.

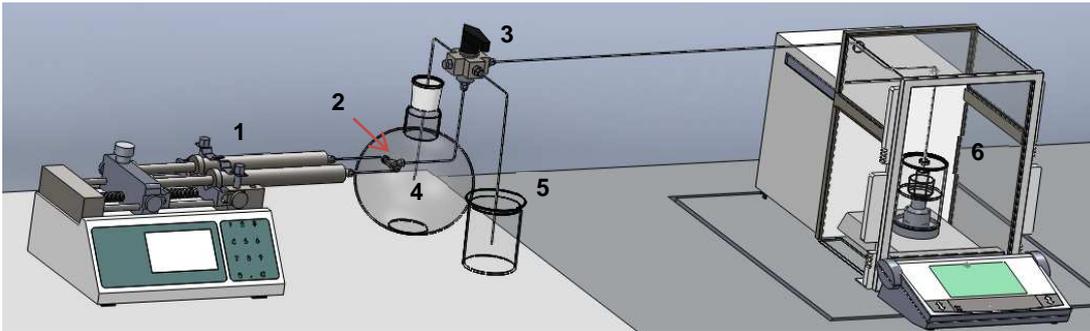


Figura 1 – Esboço inicial do padrão: (1) *Syringe Pump*; (2) Ligação-T; (3) válvula de distribuição de 4 vias; (4) Reservatório com água; (5) Purga; (6) Balança com recipiente incorporado, que permite diminuir a evaporação do fluido (técnica *evaporation trap*).

Após a aquisição do equipamento, foi efetuada a montagem final do padrão de acordo com a figura 2.

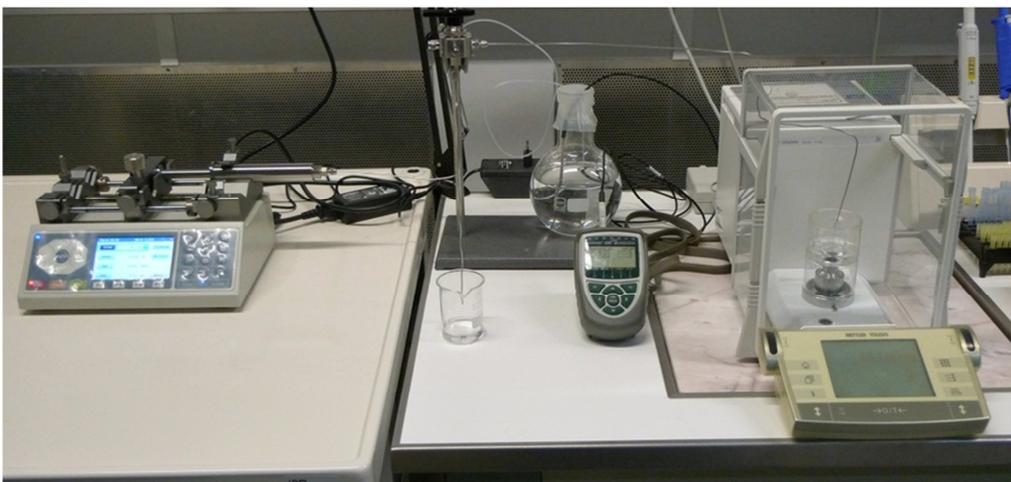


Figura 2 – Montagem final de todos os componentes do padrão gravimétrico de medição de microcaudal.

4. Procedimento experimental

4.1 Fase preparatória

A seringa infusora é ligada a um tubo com um diâmetro nominal de 1/16", o qual está ligado, na extremidade oposta à válvula de distribuição. Esta permite escolher o circuito ativo, sendo possível uma de três opções: purga, enchimento das seringas e escoamento para o recipiente.

O fluido utilizado é água ultra pura, que foi produzida no laboratório por aquecimento a 80 °C e desarejada através de submissão a um banho de ultrassons. A

água é colocada em recipiente apropriado para estabilização térmica sendo a sua temperatura medida utilizando uma Pt100, antes de cada medição.

O tubo é introduzido abaixo da superfície do fluido no recipiente de recolha, que tem uma capacidade de 6 mL, previamente colocado na balança.

4.2 Calibração

Dependendo do caudal em estudo, escolhe-se a seringa que se pretende utilizar (20 ml, 10 mL, 5 mL ou 1 mL).

Efectua-se a purga de forma a retirar qualquer ar do sistema. Com a seringa e toda a tubagem cheia com água, selecciona-se no gerador o caudal a debitar e o tempo de escoamento do ensaio. Dá-se início ao doseamento da seringa para o recipiente colocado na balança e simultaneamente procede-se à recolha automática de dados. O valor do caudal é obtido diretamente a partir dos cálculos realizados pela aplicação desenvolvida.

4.3 Equação de cálculo do caudal

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: A equação do caudal volúmico pode ser representada pela seguinte forma (Eq.1):

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

onde:

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

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

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

δV_{evap} – Evaporação em mL

5. Cálculo de Incertezas

No cálculo da incerteza da calibração do padrão gravimétrico usou-se a metodologia descrita no GUM [6]. O modelo de cálculo associado foi baseado na Eq. 1. Os componentes de incerteza identificados e a respetiva avaliação são apresentados na tabela 1.

Tabela 1 - Componentes de Incerteza relativamente ao cálculo do caudal.

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

A incerteza combinada é assim determinada através de:

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

A incerteza expandida será determinada através da equação 3 para $k = 2$, para um intervalo de confiança de 95%.

$$U = k \times u(Q) \quad \text{Eq.3}$$

6. Resultados experimentais

Depois de implementado o sistema padrão de medição de caudal no LVO, realizou-se a validação do processo. Os primeiros resultados de repetibilidade obtidos são os seguintes:

Tabela 2 – Resultados de repetibilidade utilizando a seringa de 5 mL.

	Caudal nominal (mL/min)	Caudal obtido (mL/min)	Erro (%)	Desvio Padrão (%)	Incerteza expandida (mL/min)	Incerteza expandida (%)
seringa 5 mL	0,033	0,0349	5,6153	0,25	$1,7 \times 10^{-4}$	0,50
		0,0346	4,7480		$1,7 \times 10^{-4}$	0,50
		0,0347	5,2219		$1,7 \times 10^{-4}$	0,50
	0,1	0,1050	5,0089	0,20	$1,1 \times 10^{-4}$	0,11
		0,1048	4,8249		$1,1 \times 10^{-4}$	0,11
		0,1043	4,3289		$1,1 \times 10^{-4}$	0,11
	0,33	0,3448	4,4962	0,10	$3,8 \times 10^{-4}$	0,11
		0,3439	4,2008		$3,8 \times 10^{-4}$	0,11
		0,3448	4,4762		$3,8 \times 10^{-4}$	0,11
	1	1,0286	2,8563	0,07	$1,1 \times 10^{-3}$	0,11
		1,0296	2,9633		$1,1 \times 10^{-3}$	0,11
		1,0309	3,0943		$1,1 \times 10^{-3}$	0,11

Tabela 3 – Resultados de repetibilidade utilizando a seringa de 20 mL.

	Caudal nominal (mL/min)	Caudal obtido (mL/min)	Erro (%)	Desvio padrão (%)	Incerteza expandida (mL/min)	Incerteza expandida (%)
seringa 20 mL	0,1	0,1007	0,7018	0,15	$1,2 \times 10^{-4}$	0,12
		0,1002	0,1978		$1,2 \times 10^{-4}$	0,11
		0,1005	0,5428		$1,2 \times 10^{-4}$	0,12
	0,33	0,3331	0,9511	0,15	$3,8 \times 10^{-4}$	0,11
		0,3336	1,0856		$3,8 \times 10^{-4}$	0,11
		0,3319	0,5847		$3,8 \times 10^{-4}$	0,12
	1	1,0017	0,1703	0,005	$1,2 \times 10^{-3}$	0,12
		0,9982	0,1816		$1,2 \times 10^{-3}$	0,12
		0,9983	0,1658		$1,2 \times 10^{-3}$	0,12
	3,3	3,2602	1,2068	0,13	$3,8 \times 10^{-3}$	0,12
		3,2714	0,8659		$3,9 \times 10^{-3}$	0,12
		3,2742	0,7811		$3,9 \times 10^{-3}$	0,12
	10	9,9349	0,6512	0,018	$1,2 \times 10^{-2}$	0,12
		9,9167	0,8333		$1,3 \times 10^{-2}$	0,13
		9,9796	0,2043		$1,2 \times 10^{-2}$	0,12

Verifica-se pela análise dos resultados que a incerteza obtida é mais elevada para caudais mais pequenos, nomeadamente os inferiores a 0,33 mL/min, devido, tal como esperado nesta fase de desenvolvimento, ao comportamento instável do líquido e a vários fatores de influência que não estão totalmente controlados.

7. Conclusões

O sistema padrão de medição de caudais foi desenvolvido, ensaiado e validado a distintos caudais: 10 mL/min, 3 mL/min, 1 mL/min, 330 μ L/min, 100 μ L/min e 33 μ L/min. O sistema padrão apresenta valores de incerteza expandida entre 0,1 % a 0,5 %.

Os resultados obtidos demonstram que o sistema padrão desenvolvido pode ainda ser melhorado no futuro. Para tal estão já projetadas algumas modificações no sistema experimental, nomeadamente: o uso de 2 seringas em paralelo, o que tornaria o escoamento mais uniforme permitindo o aumento do tempo de ensaio com a respetiva maior estabilização do caudal e a utilização de uma válvula automática, reduzindo a influência direta do operador, diminuindo o tempo de manuseamento.

É necessário também fazer um estudo mais intensivo sobre a evaporação e sobre a impulsão do tubo dentro do copo de pesagem.

De futuro este sistema poderá ser utilizado na calibração de caudalímetros, bombas infusoras e seringas infusoras.

8. Referências

- [1] NP EN ISO 4787:2011 - Vidraria de laboratório. Instrumentos volúmetricos. Métodos para ensaio da capacidade e para utilização, 2ª ed., Caparica, 2011.
- [2] C. Melvad, U. Kruhne e J. Frederlkesen, "Desing considerations and initial validation of a liquid microflow calibration setup using parallel operated serynge pumps," *IOP Publishing*, n.º Measurement Science and Techonology, 2010.
- [3] C. David, "Water Flow Facility in France Range extension to low flow rates," em *EURAMET TC Flow Meeting 2011*, 2011.
- [4] K. v. Bindsbergen, "Precision micro- and nanoflow measurement and calibration," 2011.
- [5] Mettler-Toledo GmbH, Laboratory & Weighing Technologies, Operating Instructions, Suíça: Greifensee, 2000.
- [6] JCGM 2008, Evaluation of measurement data - Guide to expression of uncertainty in measurement, 1ª ed., 2008.

MEDIÇÃO NÃO-INTRUSIVA DA DENSIDADE SUPERFICIAL DE DEPÓSITOS DE SEDIMENTOS EM CAMADA FINA

Gustavo E. Coelho¹, João Palma¹, Elsa Alves²

¹Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC), Centro de Instrumentação Científica

²Laboratório Nacional de Engenharia Civil (LNEC), Departamento de Hidráulica e Ambiente

RESUMO

O processo de medição de espessuras e de densidades superficiais de sedimentos depositados em modelos físicos tem sido motivo de investigação, conhecendo-se alguns métodos para o efeito, mas todos eles exibindo limitações sérias, em especial quando se pretendem medir depósitos em camada fina, isto é, com poucos milímetros de espessura.

O presente estudo refere-se a um método para realizar este tipo de medição, baseado na variação de resistência elétrica entre elétrodos que fiquem cobertos com a camada de sedimentos. Pretende-se aplicar um método de medição que não perturbe o processo de sedimentação, com sensibilidade para medição de camadas finas (até 1cm) de sedimento, que permita a medição ao longo do tempo, robusto aos efeitos eletroquímicos da água e robusto às perturbações do meio (variação de temperatura, salinidade e nível da água).

Inicialmente é feito um resumo sucinto do estado de arte dos métodos de medição de sedimentos, com a descrição das vantagens e limitações de cada um e salientando a sua aplicabilidade à medição de sedimentos em camadas finas. Segue-se uma descrição do princípio de medição adoptado, identificam-se diversos fatores de influência que, na abordagem convencional, perturbam ou dificultam a medição pretendida, propondo-se soluções para os compensar ou os retirar da cadeia de transdução. É feita uma descrição do circuito eletrónico desenvolvido que permite implementar o método de medição proposto.

Finalmente são apresentados os resultados de um estudo experimental feito em protótipo que mostram a viabilidade do método com as inovações introduzidas para superar as limitações do princípio de medição.

ABSTRACT

Techniques to measure the thickness and the superficial density of sediments that accumulates on the bottom of a water tank have been subject of several studies. However, most of the implementations were restrictive and prone to error, particularly when applied to the measurement of thin layers of sediments, less than a few millimeters.

This study aims to develop a technique to measure thin layers of sediment under water, based in the electrical resistance variation between electrodes placed in the bottom of a tank. The goal is to develop a non-intrusive measuring method that minimizes the natural sedimentation

process, that is robust to electrochemical and physical variations of the water (temperature, salinity and level variations), and able to measure accurately the density of thin layer sediments, up to 10 millimeters range, as well as its time evolution.

A brief summary of the state-of-the-art is presented, describing the advantages and restrictions of each approach and their applicability for thin layer density measurements. The proposed approach is then presented, describing the measurement principle. The restrictions in the previous measurement methods are addressed and solutions are proposed in order to compensate or eliminate the limitations in the actual measurement chain. A description of the developed electronic circuit to implement the measurement method is also presented.

Finally, the experimental results obtained with a prototype validate the proposed method and the presented solutions to overcome previous restrictions.

1. Introdução

A medição da sedimentação de partículas transportadas pela água assume um papel importante no estudo e modelação física desse tipo de fenómenos em zonas costeiras, estuários, rios e albufeiras. Neste último caso é particularmente relevante a sedimentação causada por correntes de turbidez [1], cuja modelação física pretende, entre outros aspetos, avaliar a quantidade de sedimento que se deposita ao longo do tempo no fundo de um canal de ensaios, onde aflui água com materiais em suspensão de granulometria fina (20 μm), de forma a poder definir medidas de controlo da sedimentação em albufeiras.

Conhecem-se vários métodos de medição dos depósitos de sedimentos em modelos físicos [2]. A maioria apresenta sérias limitações quando aplicados a situações como aquela que se pretende, com sedimentos de granulometria fina, depositados em camadas de espessura reduzida, de poucos milímetros. No presente caso ainda acresce a necessidade de, eventualmente, se poderem fazer também medições em camadas que atinjam cerca de 20 mm.

Os seguidores de perfis de fundo consistem em mecanismos servo-controlados que conduzem uma haste dotada de eléctrodos que, ao descer, deteta a superfície do sedimento por variação da condutividade [3]. Este método (ligeiramente intrusivo), embora tenha uma boa resolução espacial, não é adequado para seguir perfis de sedimentos em camadas de espessura reduzida ou facilmente destrutíveis com a aproximação da ponteira da haste.

As técnicas que implementam a medição com laser apresentam boas características metrológicas mas requerem o esvaziamento dos reservatórios, o que não só pode destruir o perfil dos depósitos dos sedimentos como também não permite obter uma evolução temporal contínua do processo de sedimentação.

Os métodos utilizando sondas ultrassônicas são viáveis em perfis de fundo com variações suaves. Por outro lado, em meios opacos a qualidade deste tipo de medição pode ficar comprometida pelas partículas em suspensão.

O método baseado na medição da resistência elétrica entre elétrodos colocados no fundo, sob os sedimentos, constitui uma abordagem não-intrusiva viável para a medição da deposição de sedimentos em camada de espessura reduzida [4]. No entanto, este método é muito influenciado pela variação da resistência elétrica da água e do material do sedimento em causa, uma vez que, na condução iônica da água, a variação de temperatura e de salinidade afetam fortemente a sua condutividade elétrica. Além disso, os fenómenos eletroquímicos que originam, por um lado, forças eletromotrizes de polarização e, por outro, produção de bolhas de hidrogénio e de oxigénio na face dos elétrodos (aumentando a resistência na interface dos mesmos com a água), também criam dificuldades à medição da parte da resistência elétrica exclusivamente devida ao sedimento e à água.

2. Princípio de medição

A água, em condições normais, comporta-se como um meio condutor elétrico com uma determinada resistividade ($10 - 10^4 \Omega\text{m}$). Fatores como a variação de temperatura e variação de salinidade afetam a resistividade da água [5] e por consequência a resistência elétrica medida. O sedimento usado é constituído por pó fino de sílica com granulometria variável ($2 - 90\mu\text{m}$) e com uma resistividade tipicamente muito superior à da água ($10^{12} - 10^{14} \Omega\text{m}$).

O princípio da medição tira partido das diferentes propriedades condutoras elétricas da água e do sedimento (cuja matéria é, por si só, isolante), para medir a variação da resistência elétrica na presença de depósitos de sedimento. A técnica de medição baseia-se na colocação de elétrodos na face inferior do tanque ou do canal, sob o sedimento, e no facto de a resistência elétrica entre pares de elétrodos aumentar com o aumento da espessura de sedimento sobre os mesmos. A geometria da água dentro do canal é fixa e a sua altura constante, no entanto, verifica-se que é possível determinar condições para as quais a variação da altura da água não afeta significativamente a medição do sedimento pelo método proposto.

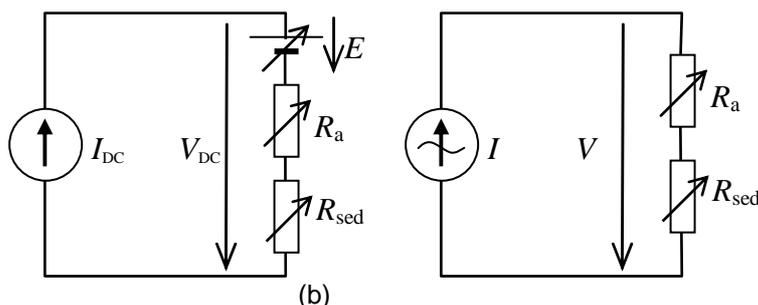
2.1. Fenómenos elétricos em presença

É necessário salvaguardar as consequências da passagem de corrente elétrica através da água (dentro e fora do sedimento) que, nomeadamente, desencadeiam fenómenos de electrólise e que se traduzem em dois efeitos: por um lado o aparecimento de forças eletromotrizes (f.e.m.) de polarização e, por outro, a formação de bolhas de hidrogénio e de oxigénio na face dos eléctrodos. Ambos os efeitos dificultam a transdução da resistência elétrica entre eléctrodos. Para minimizar estes efeitos eletroquímicos realiza-se a medição de resistência através da injeção de corrente alternada com uma frequência de alguns quilohertz; deste modo evita-se o desenvolvimento da electrólise ficando, todavia, ainda abaixo das frequências que dão relevo aos efeitos das capacidades parasitas (o que aconteceria com dezenas ou centenas de quilohertz).

O modelo de parâmetros concentrados correspondente à medição entre dois eléctrodos, através da injeção de corrente contínua, representa-se na Fig. 1(a), a qual contém, para além das resistências da água livre e do sedimento molhado, uma f.e.m. de polarização. A resistência da camada de sedimento molhado (R_{sed}) varia fortemente com a espessura do sedimento, mas a resistência da água livre (R_a) também varia com a salinidade e com a temperatura, conforme se assinala. O valor da resistência total entre eléctrodos (R_m) obtêm-se pelo quociente entre a tensão medida e a intensidade de corrente injetada. A aplicação de excitação em corrente alternada permite suprimir a presença da f.e.m. de polarização e o correspondente modelo de parâmetros concentrados passa a ser aquele que se representa na Fig. 1(b), ficando:

$$R_m = R_a + R_{sed} = \frac{V}{I}$$

onde V e I podem representar simultaneamente quer valores eficazes quer valores de pico. A eliminação da f.e.m. de polarização nunca será a ideal, como se refere adiante, dado que pode existir sempre alguma componente contínua residual; tal facto motivará outros requisitos de implementação que se expõem mais adiante.



(a) (b)
Fig. 1 Modelos de parâmetros concentrados: (a) com injeção de corrente contínua entre eléctrodos; (b) com injeção de corrente alternada.

2.2. Compensação da variação de salinidade e temperatura

A aplicação básica do princípio de medição consiste na utilização de um par de eléctrodos, dos quais pelo menos um fique coberto pelos sedimentos. No entanto, a abordagem proposta inclui um par de eléctrodos adicionais com o qual se pretende efetuar a compensação de variações de condutividade da água que aconteçam ao longo dos processos de sedimentação a estudar. A Fig. 2 ilustra como se concretiza esta abordagem, mostrando a disposição dos eléctrodos num volume paralelepípedo de água: o par de medição propriamente dito encontra-se na fronteira inferior, onde se depositam os sedimentos (neste caso, sobre ambos os eléctrodos), para efetuar a medição da resistência R_m ; o par de compensação situa-se na face de uma das paredes verticais, destinando-se a medir uma resistência R_c não afetada pela deposição de sedimentos. Os dois pares não necessitam de ter igual dimensão nem igual disposição geométrica.

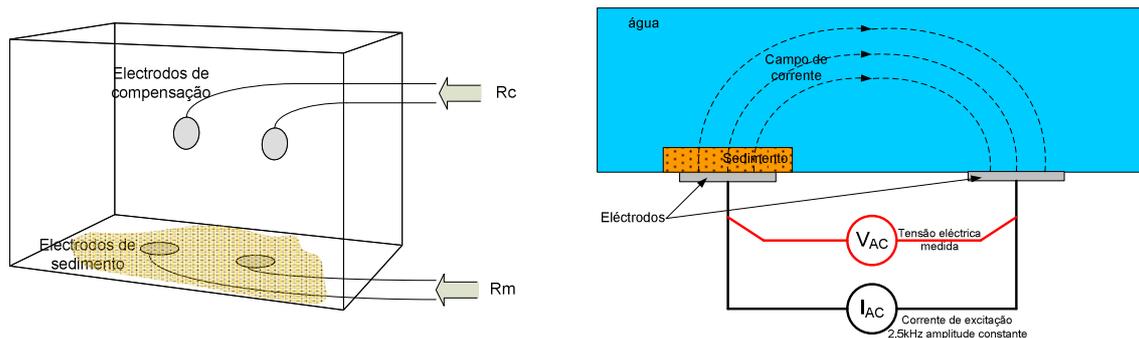


Fig. 2 Esquema de princípio de medição proposto utilizando dois pares de eléctrodos.

As resistências medidas no par principal de eléctrodos (eléctrodos de sedimento) e no par de compensação valem, respetivamente, de acordo com o modelo de medição em corrente alternada:

$$R_m = R_a + R_{sed} \quad e \quad R_c = R'_a \quad 1$$

O primeiro valor inclui uma parcela de resistência da água e outra do sedimento molhado, enquanto que o segundo apenas inclui a resistência de água (não tendo que se verificar necessariamente igualdade entre R_a e R'_a).

Efetua-se uma primeira medição, R_{m0} , antes de iniciar o depósito de sedimentos, a qual fornece diretamente o valor da componente de resistência da água no par principal:

$$R_{m0} = R_a \quad 2$$

Seguidamente, já com a presença de sedimentos a cobrir os elétrodos principais, a medição dará outro valor:

$$R_m = R_a + R_{sed} \quad 3$$

Subtraindo-lhe o valor R_{m0} anteriormente medido pode-se obter a parte de interesse, R_{sed} :

$$R_{sed} = R_m - R_{m0} \quad 4$$

No entanto, para que o método tenha efetivo interesse prático, há que resolver o problema da variação de condutividade da água durante o processo de sedimentação, que a experiência mostra ocorrer inevitavelmente, em consequência de variações de temperatura, de salinidade (frequentemente motivada pelo próprio sedimento), bem como de turbidez da água (presença do sedimento em suspensão). Admite-se que as dimensões do volume de água não se alteram ao longo do processo de sedimentação; no entanto, e como será discutido posteriormente, para certas condições geométricas quanto às dimensões relativas de elétrodos e de água envolvente, é possível admitir a hipótese de que a variação de nível de água não afeta as medições de resistência elétrica medida.

A solução proposta consiste em proceder também a uma medição de resistência elétrica R_c com o par de compensação sempre que seja feita uma medição R_m com o par principal. Admitindo que a condutividade da água é isotrópica e homogénea em todo o volume do líquido da Fig. 2, pode considerar-se que a sua variação ocorre em igual proporção entre os dois pares de elétrodos, isto é, se na medição inicial sem sedimentos se obtiver com cada par, respetivamente,

$$R_{c0} = R'_a, \quad R_{m0} = R_a \quad 5$$

numa medição posterior, com sedimentos, obter-se-á

$$R_c = kR'_a, \quad R_m = kR_a + kR_{sed} \quad 6$$

O fator de variação da condutividade da água, k , é dado pelo quociente entre as duas medições feitas no par de compensação:

$$k = \frac{R_c}{R_{c0}} \quad 7$$

A resistência elétrica devida ao sedimento depositado sobre os elétrodos principais obter-se-á por

$$R_{sed} = \frac{R_m}{k} - R_{m0} \quad 8$$

2.3. Método de medição por injeção de corrente alternada

O processo de medição envolve a excitação dos elétrodos com uma corrente alternada, para minimizar o impacto dos fenômenos de hidrólise da água como já foi referido. A resistência elétrica é obtida indiretamente pela medição da amplitude da tensão elétrica, uma vez que a amplitude da corrente de excitação é constante durante todo o processo de medição. Na medição da tensão elétrica determina-se a amplitude pico-a-pico. Esta abordagem permite ter em consideração apenas a resistência elétrica, eliminando a influência de efeitos eletroquímicos da componente contínua do sinal que se manifestam na forma de f.e.m.

Pelo que já foi enunciado, e de acordo com o modelo de parâmetros concentrados da Fig. 1 (b), em cada ocasião de medição excita-se o par de elétrodos de medição e o de referência, com a mesma amplitude I de corrente, medindo-se as amplitudes de tensão, V_m e V_c , respetivamente. O primeiro par de valores, V_{m0} e V_{c0} , é medido ainda sem a presença de sedimentos e depois passam a medir-se novos pares V_m e V_c sucessivos, com a cadência pretendida, à medida que a deposição decorre.

De acordo com (6), como $R_m = V_m / I$, $R_a = R_{m0} = V_{m0} / I$ e k é dado por (7), tem-se:

$$\frac{V_m}{I} = \frac{V_c}{V_{c0}} \left(\frac{V_{m0}}{I} + R_{sed} \right) \quad 9$$

ou seja,

$$\frac{V_m}{V_c} = \frac{V_{m0}}{V_{c0}} + \frac{I}{V_{c0}} R_{sed} \quad 10$$

Em conclusão, o quociente entre as tensões medidas nos dois pares de elétrodos, de cada vez, é proporcional à resistência do sedimento existente, aparte um termo constante que corresponde ao valor do quociente obtido na primeira medição, feita sem sedimento.

O valor adimensional V_m / V_c será usado como resultado da transdução da densidade superficial de sedimento.

2.4. Determinação da densidade superficial de sedimentos

Admite-se que o sedimento depositado apresenta isotropia e homogeneidade das suas propriedades elétricas e que a espessura da camada depositada é uniforme. No entanto, a relação entre a espessura de sedimento depositada sobre o par de elétrodos principais e a resistência R_{sed} não é linear em virtude de o campo de

correntes elétricas não atravessar a camada de sedimento na direção perpendicular à superfície de contacto dos elérodos, nem com intensidade uniforme ao longo da mesma, De facto, como se ilustra na Fig. 3 com um perfil de linhas de campo na proximidade de um elédrodo, existe uma assimetria entre a zona mais próxima e a zona mais afastada do outro elédrodo e existem efeitos de aresta com forte inclinação das direções dos vetores no bordo dos elérodos.

Para além da relação não-linear entre os valores de resistência R_{sed} e as espessuras de sedimento (ou, alternativamente, densidades superficiais), depende também do tipo de sedimento considerado.

Para certos casos de disposição de elérodos já foi usado um modelo que assume distribuição tronco-cónica de linhas de corrente no atravessamento da camada de sedimento [4]. A sua validade é obviamente restrita mas, após parametrização experimental, pode ser útil para realizar interpolações entre os pontos de parametrização. Para o presente caso, poderão propor-se outras geometrias simplificadas de distribuição das linhas de campo de corrente através do sedimento que procurem ajustar-se melhor à distribuição real das linhas de campo, mas será sempre necessário proceder a ensaios experimentais por forma a efetuar a parametrização dos correspondentes modelos teóricos.

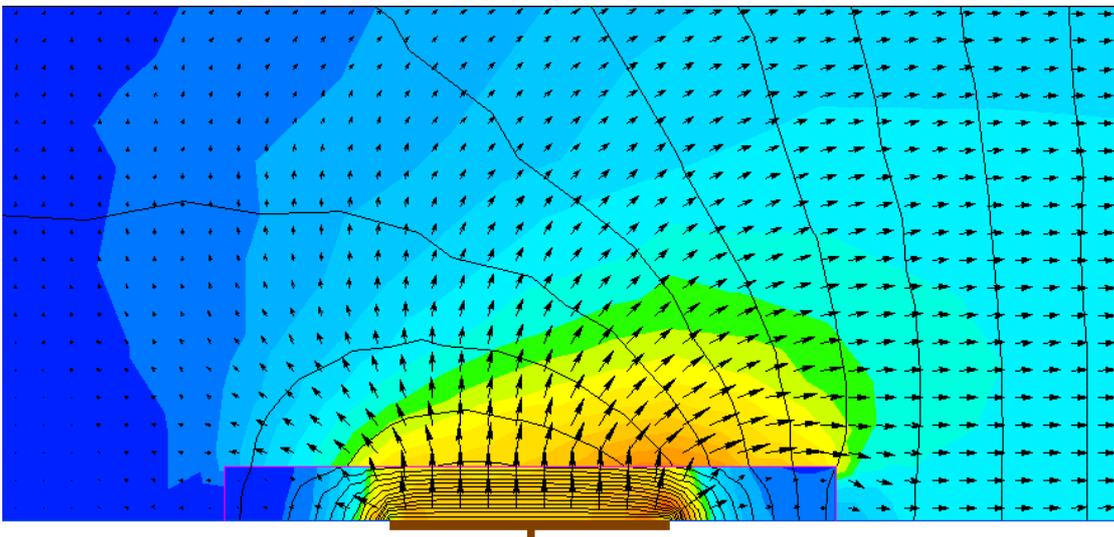


Fig. 3 Perfil longitudinal ilustrativo das linhas de campo da corrente elétrica num dos elérodos principais, mostrando o atravessamento da camada de sedimento; o elédrodo não representado situa-se à direita, com uma distribuição simétrica da representada. Apenas se simulou a presença de sedimento numa zona envolvente do elédrodo. Os vetores, com o seu sentido e intensidade, representam densidades (pontuais) de corrente; as cores representam regiões com diferentes escalões de intensidade. As linhas contínuas são equipotenciais. [A representação foi produzida com o software *QuickField*].

De acordo com [4] as linhas de campo de correntes na proximidade dos elétrodos podem ser simplificadas por linhas retas sobre um superfície cônica com origem num ponto virtual a uma distância a do centro dos elétrodos de raio r . O ângulo α representa o menor ângulo entre as linhas de corrente e a superfície horizontal, como esquematizado na Fig. 4.

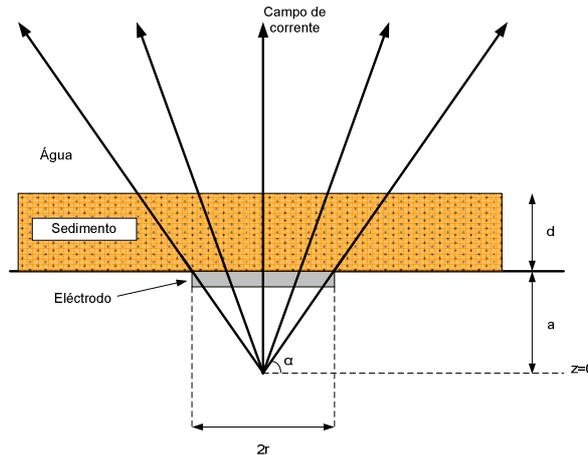


Fig. 4 Modelo aproximado da distribuição do campo de corrente na vizinhança do elétrodo [4].

Sendo ρ_{sed} a resistividade do sedimento, para cálculo da resistência da camada do sedimento, é necessário calcular a secção transversal do cone ao longo da distância d . A equação para o cálculo da resistência do sedimento (R_{sed}) é dado por:

$$R_{sed} = \int_a^{d+a} \frac{\rho_{sed}}{A(z)} dz \tag{11}$$

Integrando a secção $A(z) = \pi r^2 (z/a)^2$ do cone fica-se com:

$$R_{sed} = \frac{\rho_{sed} d}{\pi r^2} \left(1 + \frac{d}{r \tan \alpha} \right)^{-1} \tag{12}$$

Da equação 12 pode-se concluir que, embora a variação da resistência seja não linear, para camadas muito finas de sedimento, ou seja $d \ll r$, existe uma aproximação linear dado por:

$$R'_{sed} = d \frac{\rho_{sed}}{\pi r^2} \tag{13}$$

Como a altura d do sedimento é proporcional à quantidade massa por unidade de área, podemos escrever a resistência do sedimento da equação 12 em função da massa do sedimento, como:

$$R_{sed}(m) = \frac{K_1 m}{1 + K_2 m} \tag{14}$$

Sendo que K_1 e K_2 são as constantes proporcionais a $\rho_{\text{sed}}/\pi r^2$ e $(r \tan \alpha)^{-1}$, respectivamente, e são obtidas por ajuste da curva resultante da equação do modelo teórico aos dados experimentais para cada um dos elétrodos.

Da expressão 10 e 14 pode-se definir a tensão compensada em função da massa de sedimento por:

$$\frac{V_m}{V_c}(m) = \frac{V_{m0}}{V_{c0}} + \frac{I}{V_{c0}} R_{\text{sed}}(m) = \frac{V_{m0}}{V_{c0}} + \frac{K_1 I}{V_{c0}} \frac{m}{1 + K_2 m} = K_0 + \frac{K_3 m}{1 + K_2 m} \quad 15$$

Sendo $K_0 = V_{m0}/V_{c0}$ e $K_3 = K_1 I/V_{c0}$.

Pode ainda optar-se por um processo empírico que consiste na medição experimental de valores de R_{sed} (devidamente compensados das variações de condutividade da água) para um número considerável de densidades de sedimento (vide Fig. 5) e obter uma função de ajuste que será posteriormente utilizada para determinação da densidade mássica de sedimento (m) para cada valor R_{sed} que for medido.

Como a relação entre os valores de resistência R_{sed} e as densidades superficiais de sedimento depositado depende do tipo de sedimento considerado, bem como da geometria do volume de água na proximidade dos elétrodos, o conjunto de medições a realizar para parametrização do modelo deve ser feito no mesmo local, com o mesmo tipo de sedimentos e com o mesmo sistema de pares de elétrodos com que se irão realizar posteriormente as medições durante os ensaios com correntes de turbidez.

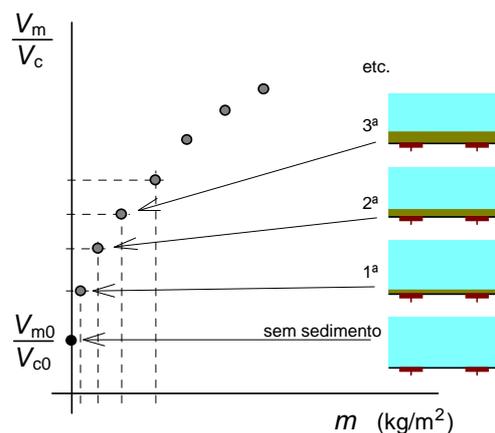


Fig. 5 Sequência de medições experimentais com diferentes densidades mássicas de sedimento.

2.5. Influência da variação da altura de água

É importante que este sistema de medição não se apresente sensível a eventuais variações da altura da água no canal onde irá funcionar, que tipicamente são superiores a 50 cm. Este aspeto é determinante para que as medições de sedimento

sejam independentes quer do nível absoluto de água quer dos efeitos da variação do mesmo durante os ensaios.

Dado que a intensidade do campo de um dipolo elétrico varia na razão inversa do cubo da distância ao dipolo [6] é esperado que o efeito da variação do nível de água seja minimizado com o aumento deste. Com efeito, a intensidade dos vetores do campo de densidade de corrente elétrica no volume de água, ilustrada na Fig. 3, diminui com a distância aos elétrodos de tal forma que o contributo da condução na água se torna desprezável em zonas suficientemente afastadas dos elétrodos.

Desta forma é esperado que o efeito da variação do nível de água na resistência global vista entre os elétrodos de fundo se torne insignificante com o aumento da altura de água.

Experimentalmente, esta condição foi verificada para alturas de água superiores a 8 cm, que são amplamente superados nas condições de ensaio pretendidas, no que diz respeito aos elétrodos inferiores. A altura de água terá de ser ainda um pouco maior para que as variações da mesma também não influenciem, de modo sensível, as medições feitas com os elétrodos da face lateral (de compensação); mas com as alturas previstas (acima de 50 cm) essa condição fica largamente salvaguardada.

3. Implementação do sistema de medição

Para a medição da densidade de sedimento em ensaios de turbidez é instrumentado o fundo do canal com um total de 10 elétrodos. O elétrodo consiste num disco em aço inox com 30mm de diâmetro e 2mm de espessura. Os elétrodos são embutidos por encaixe numa matriz em acrílico com dimensões 500x300 mm e 4 mm de espessura, criando uma superfície plana, sem irregularidades, de forma a não perturbar processo de sedimentação. Os elétrodos são colocados em pares equidistantes, a 10cm, perfazendo um total de 5 pares de elétrodos para medição da densidade superficial de depósito de sedimento. Esta placa de acrílico é posteriormente colocada no fundo do canal, formando a superfície horizontal plana devidamente instrumentada.

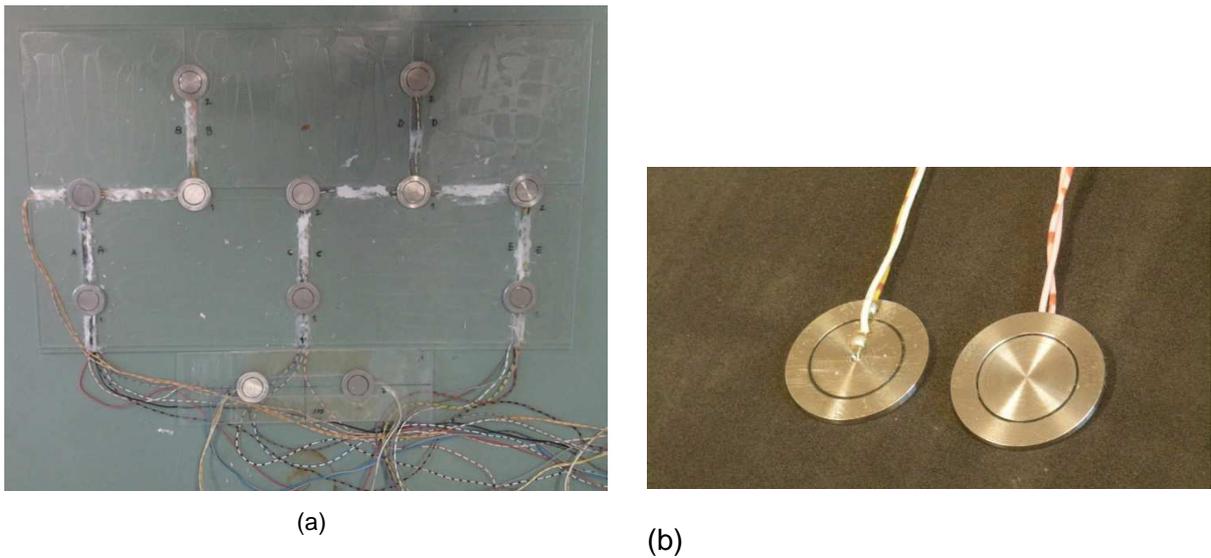


Fig. 6 (a) Placa de acrílico com os elétrodos; (b) pormenor dos elétrodos

Os elétrodos são ligados a um circuito eletrónico que implementa as funções de excitação dos elétrodos com uma corrente alternada de amplitude constante, condicionamento de sinal [7], medição da amplitude pico-a-pico da tensão alternada, interface com o sistema de aquisição e ainda a multiplexagem individual dos elétrodos por meio de relés. O circuito foi desenvolvido para permitir uma fácil e expedita utilização no local dos ensaios, necessitando apenas de uma fonte de alimentação e interface para o sistema de aquisição.

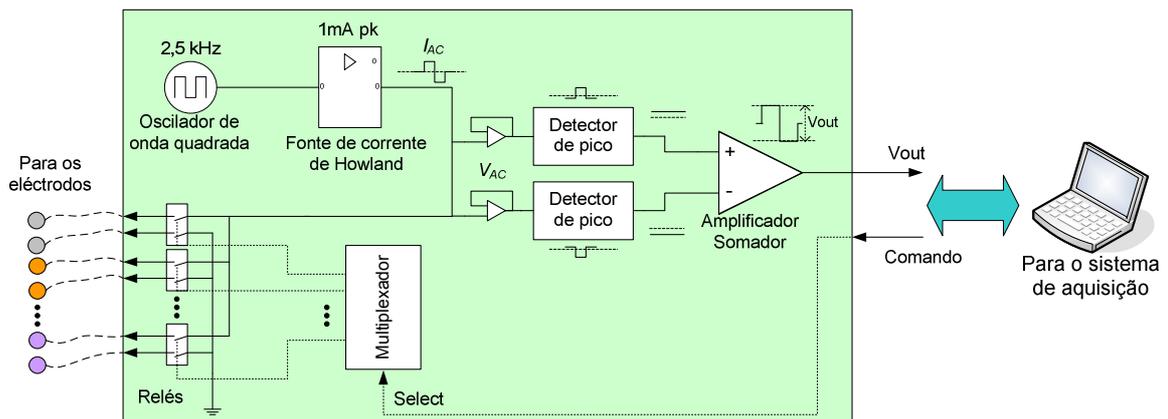


Fig. 7 Diagrama do circuito eletrónico e interface com os periféricos.

A tensão de onda quadrada que excita a fonte de corrente é implementada por circuito clássico de oscilador de relaxação [8]. A corrente de excitação é executada por uma fonte de *Howland* dimensionada para produzir um onda quadrada de 1mA de amplitude de pico. A vantagem desta fonte de corrente é permitir aplicar uma corrente

constante a uma carga variável (a resistência entre os elétrodos) e com referência à massa do circuito. Os detetores de pico são executados com retificadores de precisão, que desmodulam a amplitude positiva e negativa da onda quadrada. O amplificador-subtrator elabora uma tensão DC proporcional à amplitude da tensão AC dos elétrodos, ou seja a tensão resultante dos elétrodos excitados pela corrente I_{AC} . Esta abordagem de medição da amplitude AC permite implementar medições do sedimento insensíveis a componentes contínuas de sinal, normalmente causados por efeitos eletroquímicos.

A energização dos 6 relés é comandada por multiplexagem de 3 sinais binários provenientes do sistema de aquisição.

O sistema de aquisição é implementado com um módulo de saídas binárias e um módulo de entradas analógicas, ambos da *National Instruments*. O programa de comando-aquisição é implementado em *Labview* (da *National Instruments*) e permite comandar a seleção de pares de elétrodos e realizar a medição e o armazenamento de dados, em modo automático, durante os ensaios de experimentais.

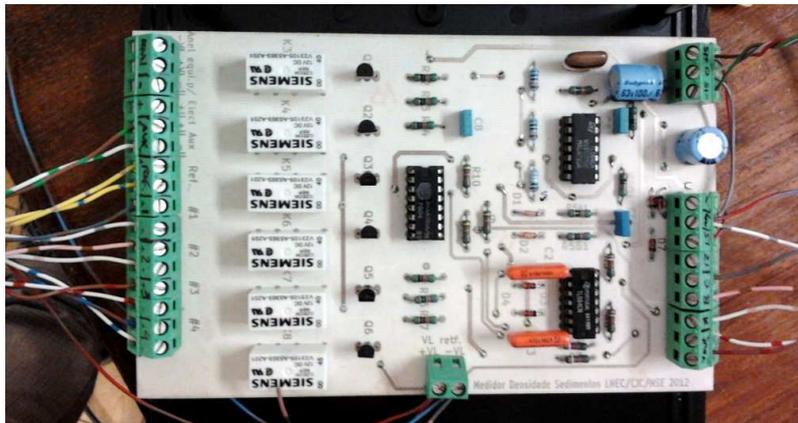


Fig. 8 Realização do circuito em placa de circuito impresso

4. Ensaio experimentais e principais resultados

Para validação e parametrização do modelo teórico anteriormente enunciado, foram levados a cabo vários ensaios experimentais em variadas condições ambientais devidamente monitorizadas. Cada ensaio consistiu em adicionar várias porções de sedimento, cuidadosamente pesadas e depositadas, com auxílio de um tubo guia de dimensões conhecidas. Para assegurar uma distribuição uniforme do depósito sobre os elétrodos, o sedimento em pó foi adicionado por intermédio de um espalhador, como ilustrado na Fig. 9. Este método pretende estabelecer as condições padrão na determinação da densidade superficial de sedimento em g/cm^2 e garantir os

pressupostos necessários de distribuição uniforme do sedimento sobre os elétrodos. Foram utilizados nestes ensaios tubos guia com diâmetros de 65 e 80mm que, por serem superiores ao diâmetro dos elétrodos, permitiram obter depósitos uniformes na vizinhança dos elétrodos mesmo depois de ser retirado o tubo, condição necessária para se efetuarem as medições da tensão elétrica.

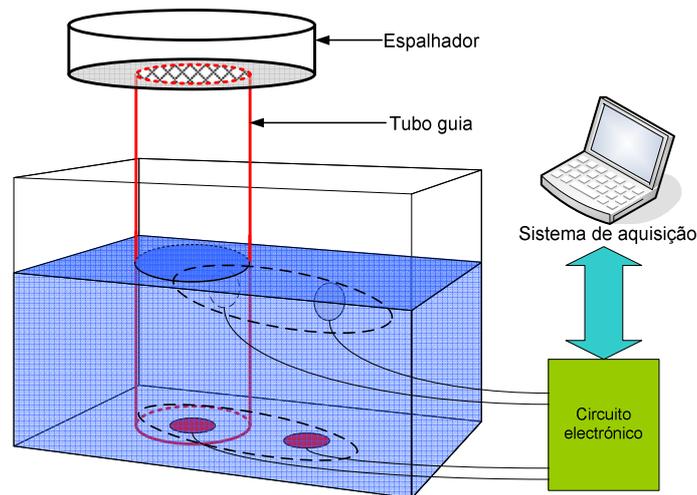


Fig. 9 Método experimental de deposição de sedimento nos elétrodos imersos em água.

O modelo teórico foi parametrizado com os resultados experimentais pelo método dos mínimos quadrados e o resultado apresenta-se no gráfico da Fig. 10. Da parametrização resulta um ajuste do modelo teórico aos dados experimentais obtidos com um coeficiente $R^2=0,98$.

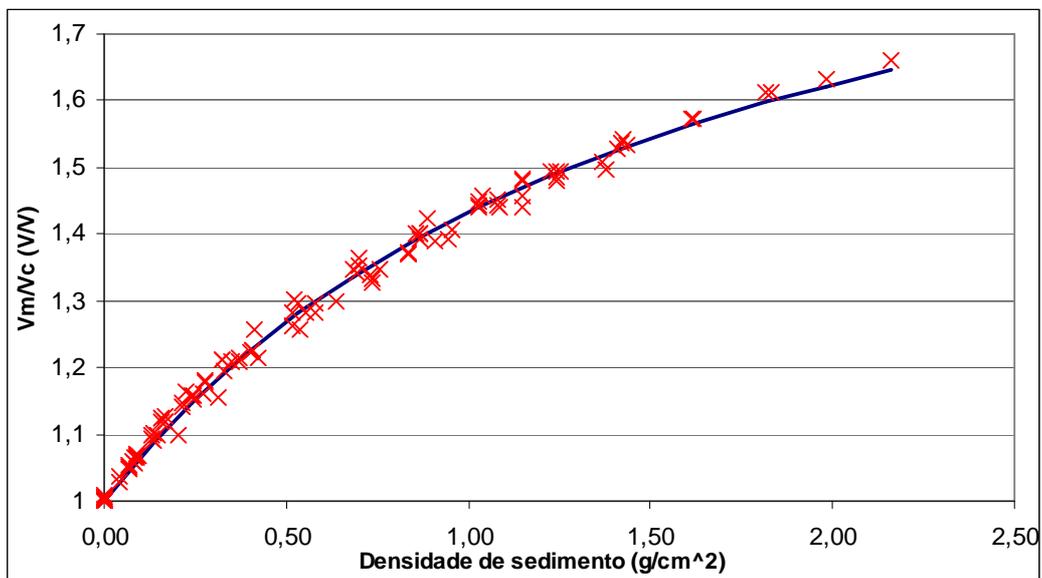


Fig. 10 Resultados experimentais (pontos X vermelhos) e ajuste da curva teórica (azul).

O gráfico da Fig. 10 mostra ainda que a sensibilidade da medição vai diminuindo com o aumento da densidade superficial como era esperado, em virtude da área de sedimento disponível sobre os elétrodos aumentar com a espessura deste.

Experimentalmente foi verificado que a densidade volúmica do sedimento seco era de, aproximadamente, 1g/cm^3 , pelo que o gráfico da Fig. 10 pode ser diretamente interpretado em função da espessura do sedimento em cm. Nessa perspetiva, o método de medição proposto é aplicável a espessuras $<1\text{cm}$ satisfazendo os requisitos iniciais. Verifica-se, além disso, que o método proposto ainda apresenta sensibilidade para medição de espessuras até pelo menos o dobro da escala inicial, i.e. até 2cm .

5. Discussão e conclusões

O sistema proposto permite medir densidades superficiais de sedimentos de forma não intrusiva e ao longo do tempo com uma incerteza máxima de 10% do valor estimado pelo modelo teórico usado. A dispersão de resultados resulta na dificuldade de estabelecer a densidade superficial padrão cumprindo o pressuposto de camadas homogéneas de sedimento que, por ser de difícil execução, pode introduzir erros na parametrização da curva teórica. Os resultados experimentais corroboram esta interpretação, por se verificar uma maior dispersão dos mesmos no início de escala, onde a sensibilidade deste método evidencia uma maior variação não linear, apresentando-se mais sensível no início de escala, i.e. para quantidades reduzidas de sedimento.

A solução de instrumentação desenvolvida permite atenuar os efeitos eletroquímicos nos elétrodos, eliminar os efeitos das forças eletromotrizes residuais e compensar as perturbações da condutividade da água. Os resultados experimentais evidenciam que o sistema proposto permite executar as medições mesmo quando existe sedimento em suspensão e compensar os efeitos de variação da condutividade da água (essencialmente devidos a variação de salinidade e/ou variação de temperatura) com o recurso a elétrodos de compensação. Com efeito, verificou-se experimentalmente que o método de medição proposto permite compensar variações da salinidade da água de modo a ter uma variação da grandeza $V_m/V_c < 1\%$ mesmo para situações em que ocorra uma variação de 50% na condutividade da água. Quanto à compensação do efeito da temperatura nas medições de sedimento verificou-se uma variação da grandeza $V_m/V_c < 2\%$ para amplitudes térmicas de 20K .

Referências Bibliográficas

- [1] E. Alves, “Sedimentação em albufeiras por correntes de turbidez,” Dissertação de Doutoramento, Universidade Técnica de Lisboa, Instituto Superior Técnico, Lisboa, 2008.
- [2] J. Palma, P. Morais, L. Guilherme, and E. Alves, “Positioning Systems for Bed Profiling in Hydraulics Physical Models,” in *Motion Control*, 2010.
- [3] J. Palma, L. Guilherme, and E. Alves, “Bed profile tracking and data acquisition system for hydraulics physical models,” *Proc. of the 14th IEEE Mediterranean Electrotechnical Conference. MELECON*, pp. 96–101, 2008.
- [4] F. de Rooij, S. B. Dalziel, and P. F. Linden, “Electrical measurement of sediment layer thickness under suspension flows,” *Experiments in Fluids*, vol. 26, no. 5, pp. 470–474, Apr. 1999.
- [5] T. S. Light, S. Licht, A. C. Bevilacqua, and K. R. Morash, “The Fundamental Conductivity and Resistivity of Water,” *Electrochemical and Solid-State Letters*, vol. 8, no. 1, pp. E16–E19, 2005.
- [6] D. K. Cheng, *Fundamentals of Engineering Electromagnetics*. Addison-Wesley Publishing Company, 1993.
- [7] R. Pallàs-Areny and J. G. Webster, *Sensors and Signal Conditioning (2nd Edition)*. John Wiley & Sons, 2001.
- [8] A. S. Sedra and K. C. Smith, *Microelectronic Circuits*. Oxford University Press, 1998.

DESENVOLVIMENTO DE UM NOVO TIPO DE ARTEFACTO PARA SUPORTE ÀS VERIFICAÇÕES INTERMÉDIAS DE MÁQUINAS DE MEDIÇÃO POR COORDENADAS TRIDIMENSIONAIS DE APOIO À INDÚSTRIA.

- Uma abordagem prática à avaliação da conformidade -

Fernando Ferreira

CATIM - Centro de Apoio Tecnológico à Indústria Metalomecânica

RESUMO

De uma forma geral, na indústria, quando um processo de medição, em máquinas de medição por coordenadas tridimensionais, é bem executado, e os resultados obtidos apresentam desvios anormais relativamente ao esperado, estamos perante um problema de produção de peças que não cumprem as especificações? Ou a máquina de medição por coordenadas não está devidamente calibrada?

Estas são as dúvidas que se colocam diariamente aos operadores de máquinas de medição por coordenadas.

Deste trabalho resulta uma série de contributos para minimizar este tipo de problemas e simultaneamente garantir segurança e fiabilidade aos processos de medição dentro das empresas, avaliando a performance das máquinas de medição por coordenadas tridimensionais recorrendo a um novo tipo de artefacto calibrado que pode e deve ser utilizado para realização das verificações intermédias, entre calibrações, ou sempre que existam dúvidas sobre os resultados obtidos num processo de medição.

Palavras-chave

Artefacto calibrado, Fiabilidade e Segurança nas medições, Máquina de Medição por Coordenadas, Medições na Indústria, Incertezas, Rastreabilidade.

ABSTRACT

In general, in the industry, when a measurement process in a coordinate measuring machine is well executed, and the results obtained have irregular deviations from the expected, we are facing a problem of production of parts that do not meet the specifications? Or the coordinate measuring machine is not properly calibrated?

These are the questions that arise every day to operators of coordinate measuring machines.

This article presents some contributions to minimize these problems and simultaneously aims to ensure confidence and reliability to the measurement processes in metrology laboratories in companies, evaluating the performance of the three-dimensional coordinate measuring machines

using a new type of calibrated artefact. This artefact should be used to make intermediate checks, between calibrations, or when there are doubts about the results obtained in the measurement process.

Keywords

Calibrated artefact, Confidence in the measurements, Coordinate Measuring Machines, Measurements in the Industry, Uncertainties, Traceability.

Introdução

As máquinas de medição por coordenadas (CMM), normalmente conhecidas como máquinas 3D, basicamente são equipamentos que medem as características dimensionais e geométricas de vários tipos de peças.

Este tipo de máquinas, cuja utilização se tem generalizado nas mais diversas áreas da indústria, com especial relevância nas exigentes indústrias automóvel, espacial e aeronáutica, têm vindo a desempenhar um papel fundamental nos avanços que a metrologia dimensional, aplicada à indústria, têm obtido nos anos mais recentes.

A melhoria na flexibilidade, exactidão e diminuição de tempo das medições (relativamente aos convencionais instrumentos de metrologia dimensional), veio justificar a rápida aceitação deste tipo de máquinas na indústria, onde dificilmente existem peças cujas formas e dimensões não possam ser medidas com uma máquina deste tipo. Como tal, passaram a ser parte integrante dos sistemas de controlo da qualidade das empresas.

O desenvolvimento deste tipo de máquinas de medição por coordenadas foi favorecido pela evolução dos sistemas de medição de deslocamento electrónico, que contribuíram para aumentar a qualidade das mesmas e viabilizaram a sua integração nos sistemas automatizados de fabricação e controlo.

Face a uma reduzida oferta de artefactos calibrados para verificação de máquinas de medição por coordenadas, desenvolveu-se um novo tipo de artefacto para dar suporte aos laboratórios de metrologia dimensional com máquinas deste tipo, calibrado por uma máquina de medição por coordenadas de alta exactidão e capaz de reproduzir a generalidade dos elementos geométricos que normalmente são medidos numa máquina de medição por coordenadas.

Este trabalho procura também desenvolver um método prático e intuitivo, de monitorizar e avaliar a conformidade das máquinas de medição por coordenadas, para que os operadores

deste tipo de máquinas possam realizar análises rápidas e conclusivas sempre que se confrontem com dúvidas sobre os resultados obtidos de uma medição.

Artefactos e peças padrão utilizadas na indústria

Nos laboratórios das empresas é comum encontrar peças de produção que ajudam os operadores a fazer uma análise rápida ao estado de uma máquina de medição por coordenadas. O ensaio dimensional e/ou geométrico que efectuam, avaliando os resultados de medição de elementos específicos da mesma peça, ao longo dos tempos, permite acompanhar a evolução e a coerência de resultados.

A utilização de uma peça de produção como referência, efectuando sempre a mesma rotina de medição, permite controlar e monitorizar a estabilidade de uma máquina de medição por coordenadas.

No entanto, em muitos casos, o tipo de peças produzidas são pouco adequadas a este tipo de ensaios, devido a características dimensionais, geométricas e de estado de superfície sofríveis, obrigando a recorrer a artefactos calibrados.

Entre os principais artefactos calibrados, existentes na actualidade, utilizados como artefactos de referência estão as barras, os tetraedros, os cubos e as placas, todos com esferas padrão.



Figura 1 – Tipo de artefactos calibrados existentes na actualidade.

Todos os artefactos referidos apresentam boas características de dureza, baixos erros de forma e uma geometria relativamente simples. Estes equipamentos são fabricados com especificações técnicas bem definidas, apresentando boa rigidez e boa estabilidade térmica.

Os condicionalismos encontrados na maioria dos artefactos existentes passam por apresentarem limitações quando se pretende executar uma análise rápida e intuitiva aos resultados obtidos numa verificação intermédia, acerca do estado da máquina, referentes às dimensões e geometrias avaliadas.

Como tal, por vezes é necessário desenvolver outro tipo de artefactos, com elementos geométricos similares aos das peças medidas regularmente (vindas do processo de produção), reproduzindo mais fielmente os elementos e características que se pretendem avaliar.

Um novo tipo de artefacto

Face aos condicionalismos referidos, foi desenvolvido um novo modelo de artefacto que contempla a maioria dos elementos geométricos possíveis de medir e avaliar numa peça, utilizando uma máquina de medição por coordenadas.

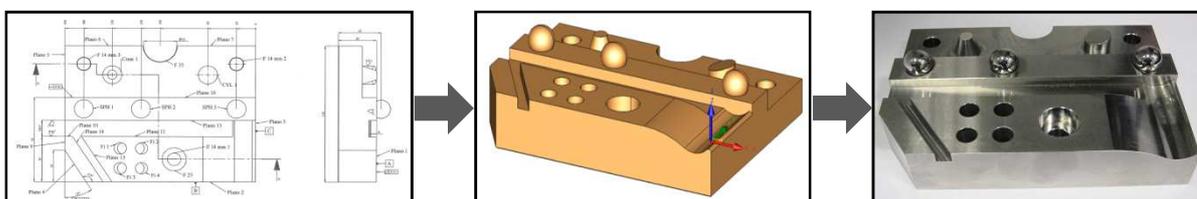


Figura 2 – Desenvolvimento do artefacto proposto.

De seguida, o artefacto proposto foi medido utilizando para o efeito a máquina de medição por coordenadas, de alta exactidão e seguindo o método da multi-orientação (plano XY, XZ e YZ), conforme ilustra a figura 3.



Figura 3 – Artefacto calibrado em CMM de alta exactidão (plano XY, XZ e YZ).

As máquinas de medição por coordenadas, de alta exactidão, podem dar suporte aos processos de calibração de padrões e ao desenvolvimento de novos produtos de elevado rigor dimensional e geométrico.

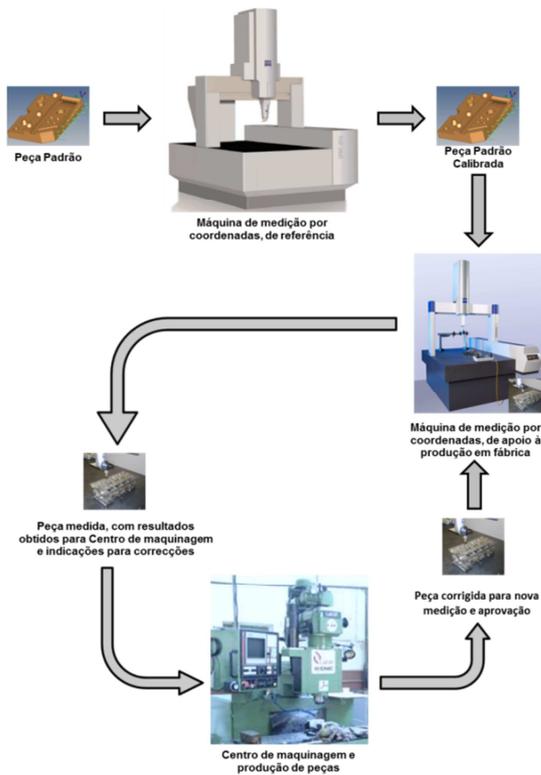


Figura 4 - Objectivo do artefacto.

Com o desenvolvimento deste artefacto, o objectivo a alcançar, foi desenvolver uma peça possível de medir em máquinas de coordenadas de apoio à produção (ambiente industrial), cujos valores obtidos fossem rastreáveis a uma máquina de coordenadas, de alta exactidão, e que o resultado dessa análise fosse de fácil interpretação, conclusivo e sobretudo intuitivo para que o operador possa validar com fiabilidade a própria máquina, e por conseguinte validar com segurança os resultados obtidos nos processos de ensaio dimensional e geométrico.

Utilizando o mesmo protocolo de ensaio, o artefacto deverá ser sujeito a medição numa máquina de medição por coordenadas de apoio à produção (incertezas ligeiramente mais altas), que apresentará desvios relativamente aos resultados obtidos pela máquina de medição

por coordenadas de referência, garantindo desta forma rastreabilidade.

Da análise dos desvios encontrados, comparando com os resultados obtidos (no processo de medição com a máquina de alta exactidão) e apresentados nos relatórios de ensaio dimensional e geométrico, poder-se-á efectuar a validação da máquina e do processo de medição, ou não.

Os principais factores que influenciam os resultados obtidos e a sua exactidão

Conhecer bem as potencialidades de um sistema de medição é de especial importância, pois permite definir todo o processo de medição que será responsável pelo controlo das especificações de um determinado produto específico referente a um projecto, no entanto, é também importante conhecer bem as limitações que esses mesmos sistemas apresentam.

No desenvolvimento deste trabalho, foi considerado importante como fonte de influência, para os resultados finais obtidos, o seguinte:

- A influência do erro derivado da máquina de medição por coordenadas (referência):

Incerteza da CMM-3D - Tipo B-R			
$u(x_2)$	c_2	$u_2(y)$	GL

$$u(x_2) = \sqrt{\frac{1}{12} \times (a_+ - a_-)^2}$$

$$c_2 = 1$$

$$u_2(y) = u(x_2) \times c_2 = \sqrt{\frac{1}{12} \times (a_+ - a_-)^2} \times 1$$

$$\text{Graus de Liberdade} = 50$$

- A influência da componente por falta de reprodutibilidade da máquina de medição por coordenadas (referência):

Componente por falta de reprodutibilidade da CMM		
Alcance Max-Min	Alcance / U(X)	U reprodutibilidade

$$u(x_r) = \sqrt{\frac{1}{12} \times (a_+ - a_-)^2}$$

$$c_r = 1$$

$$u_r(y) = u(x_r) \times c_r = \sqrt{\frac{1}{12} \times (a_+ - a_-)^2} \times 1$$

- A influência da dispersão dos valores obtidos na calibração do artefacto:

Dispersão - Tipo A			
$u(x_1)$	c_1	$u_1(y)$	GL

$$u(x_1) = \sqrt{\frac{\sigma^2}{n}}$$

$$c_1 = 1$$

$$u_1(y) = u(x_1) \times c_1 = \sqrt{\frac{\sigma^2}{n}} \times 1$$

$$\text{Graus de Liberdade} = 4$$

- A influência da temperatura:

Temperatura - Tipo B-R			
$u(x_3)$	c_3	$u_3(y)$	GL

$$u(x_3) = \sqrt{\frac{1}{12} \times (a_+ - a_-)^2}$$

$$c_3 = \alpha \times \Delta t$$

$$u_3(y) = u(x_3) \times c_3 = \sqrt{\frac{1}{12} \times (a_+ - a_-)^2} \times \alpha \times \Delta t$$

$$\text{Graus de Liberdade} = 50$$

A definição de critérios de aceitação e validação das máquinas de medição por coordenadas, na indústria

Este ponto é sem dúvida um dos mais críticos de abordar, pelas mais variadas razões.

Por um lado, em ambiente industrial encontramos diferentes marcas e diferentes modelos de máquinas de medição por coordenadas, que obviamente apresentam

diferentes características. Por outro lado, enquanto alguns procuram cumprir com as especificações dos fabricantes, procurando obter sempre a incerteza mais baixa possível, outros procuram garantir que os erros que a máquina de medição por coordenadas, mesmo estando fora das especificações do fabricante, não comprometam a avaliação da conformidade das peças produzidas.

Como é difícil definir um compromisso que sirva para todas as máquinas deste tipo, a recomendação aqui apresentada procura ser exequível, prática, intuitiva, fiável e representa uma abordagem possível para a avaliação da conformidade das máquinas de medição por coordenadas tridimensionais na indústria, recorrendo a um novo tipo de artefacto calibrado.

O artefacto depois de calibrado na máquina de medição por coordenadas, de alta exactidão, terá relatórios (plano XY, XZ e YZ) dos vários elementos medidos e respectivas características avaliadas, que servirão de suporte comparativo para as verificações intermédias efectuadas nas máquinas de medição por coordenadas da indústria.

Com os dados obtidos, será possível determinar um coeficiente de multiplicação para avaliação da conformidade das máquinas de medição por coordenadas tridimensionais na indústria, recorrendo a artefactos calibrados, sendo considerado para o cálculo desse coeficiente a incerteza expandida apresentada nos certificados de calibração do novo artefacto e o erro máximo admissível da máquina de medição por coordenadas.

$$\text{Coeficiente multiplicação} = \frac{u_{\text{certificado}}}{MPE_{CMM}}$$

Este coeficiente deverá ser aplicado a todos os resultados apresentados nos certificados, permitindo validar as máquinas de medição por coordenadas e a sua performance.

$$|\text{Valor medido} - \text{Valor referência}| \leq MPE_{CMM} \times \text{Coeficiente multiplicação}$$

O trabalho desenvolvido, que aqui se encontra resumido, procura chegar a conclusões sobre uma abordagem possível para avaliar a performance das máquinas de medição por coordenadas tridimensionais na indústria, recorrendo a artefactos calibrados, daí ter resultado estas fórmulas que nos permitem efectuar essa avaliação.

Principais conclusões

Ao longo deste estudo, ficou evidente que face à reduzida variedade deste tipo de produtos, existe ainda a necessidade de desenvolver mais artefactos, nalguns casos adequados ao tipo de produto que cada empresa produz e controla, de forma a avaliar o desempenho metrológico das máquinas de medição por coordenadas.

Ficou também evidente que com a implementação destes processos de controlo, na indústria, será possível, por um lado controlar a estabilidade e o desempenho da máquina de medição por coordenadas através da análise dos valores obtidos ao longo do tempo, e por outro lado comparar esses mesmos valores com os valores obtidos (do mesmo artefacto e com o mesmo protocolo de medição) numa máquina de medição por coordenadas de alta exactidão (referência).

A abordagem prática deste trabalho demonstra que existe adequabilidade operacional e metrológica na utilização de máquinas de medir por coordenadas, de alta exactidão, para a calibração de artefactos com geometrias diversas, e como tal, todo este processo será mais um contributo para implementar uma boa cultura metrológica nos meios industriais, utilizando um método simples, eficaz e fiável para garantir rastreabilidade, fiabilidade e segurança nos processos de medição e sobretudo uma correcta avaliação da performance das máquinas de medição por coordenadas tridimensionais na indústria.

PRINCIPAIS REFERÊNCIAS

- [1] NIELSEN, Henrik S., "The ISO Geometrical Product Specifications Handbook", USA
- [2] SÁNCHEZ PÉREZ, Ángel María, "Fundamentos de Metrología", UPM-ETSII, Madrid, Espanha
- [3] VICENTE, Jesús Oliva, "Incertidumbres en Metrología por Coordenadas", UPM-ETSII, Madrid, Espanha
- [4] TRAPET, Eugen, "Estimación y aplicación de incertidumbres para mediciones por coordenadas", INNOVALIA, Madrid, Espanha
- [5] FERREIRA, Fernando, "Challenges to Prove the Quality of Measurements in High-Accuracy Coordinate Measuring Machines - A Practical Approach", IXth International Scientific Conference, Bielsko-Biala, Poland

NOTÍCIAS E EVENTOS DA METROLOGIA



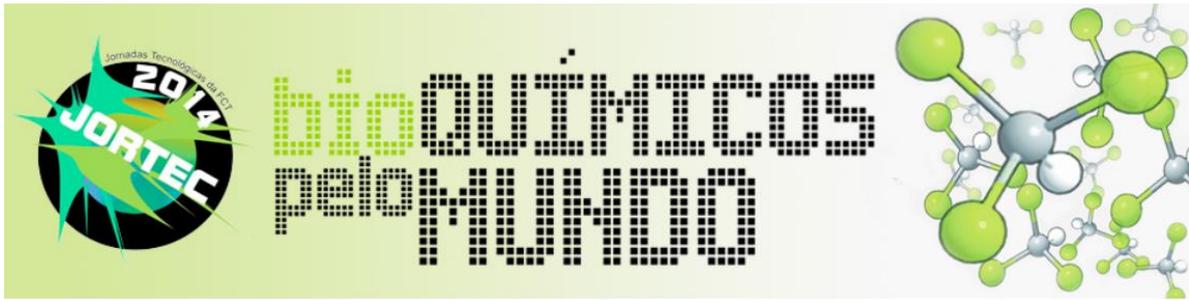
Programa Europeu de Metrologia para a Inovação e Investigação - EMPIR Convite à apresentação de propostas

No início de fevereiro, o **EMPIR**, no âmbito do programa-quadro Horizonte 2020, lançou o convite à apresentação de propostas de PRT (*Potential Research Topics*), para as áreas de *Metrology for Industry* e *Research Potential*, que decorre até finais de março do corrente ano (18 e 25 de março, respetivamente).



3 - 5 de fevereiro de 2014: Conferência Internacional IMEKO no âmbito do **TC3, TC5 e TC22** nos domínios da Massa, Força, Torque, Dureza e Vibração, realizada em **Cape Town – África do Sul**.

<http://conferences.imeko.org/index.php/tc3-5-22/2014>



Jornadas Tecnológicas da Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa, FCT-UNL (JORTEC), **10 - 17 de fevereiro de 2014.**

<http://eventos.fct.unl.pt/jortechem2014>



XXVII Jornadas de Engenharia Química do Instituto Superior Técnico, de 24 a 26 de março de 2014, no Centro de Congressos do IST (Pólo da Alameda)

https://www.facebook.com/JEQIST?ref=stream&hc_location=timeline

2014 European Flow Measurement Workshop:
Ultrasonic & Coriolis Metering

Lisbon, Portugal - March 2014
Conducted by VSL and CEESI



European Flow Measurement Workshop: Ultrasonic & Coriolis Metering

25 - 27 de março de 2014, Sintra - Portugal

<http://www.ceesi.com/Training/EuropeanFlowMeasurementWorkshop.aspx>

MATHMET 2014



MATHMET 2014

International Workshop on

Mathematics and Statistics for Metrology

24 – 26 de março de 2014, PTB – Berlim

<http://www.ptb.de/cms/fachabteilungen/abt8/fb-84/mathmet-2014.html>



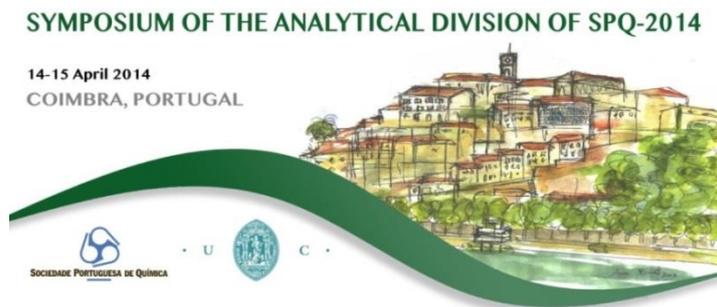
10th International Conference on Industrial Dimensional Metrology, 27th March – 28th March 2014 / Bilbao – Spain

<http://www.metromest.org/en/index.php>



5.^a Conferência Internacional de Metrologia – CAFMET 2014, 31 de março a 3 de abril 2014, Pretoria, África do Sul.

<http://www.cafmet2014.com/en/>

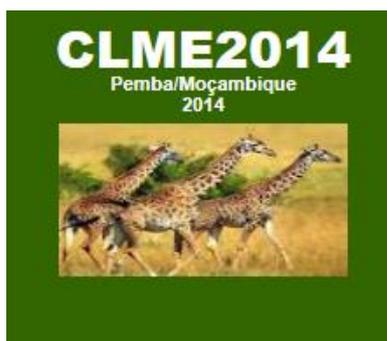


14-15 de abril de 2014: Simpósio SPQ-Analítica-2014

Datas Importantes:

- Data limite para submissão de *abstracts*: 15 de dezembro 2013
- Notificação aos autores de aceitação: 1 de janeiro de 2014
- Inscrição a custo reduzido : 1 de fevereiro de 2014

<http://analytical2014.eventos.chemistry.pt/>



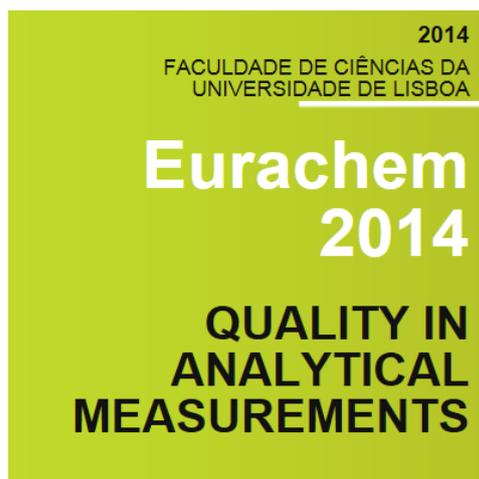
A Metrologia e o Controlo da Qualidade na Indústria

7.º Congresso Luso-Moçambicano de Engenharia,
14 - 18 de abril de 2014, Pemba, Moçambique,

Datas Importantes:

- Data limite para submissão de *abstracts*: 15 de outubro de 2013
- Carta de aceitação: 31 de outubro de 2013
- Inscrição a custo reduzido : 15 de novembro de 2013
- Receção dos artigos: 31 de dezembro de 2013
- Data do Congresso: de 14 a 18 de abril de 2014

<http://paginas.fe.up.pt/clme/2014>



Workshop on Quality in Analytical Measurements

Lisboa, 19-21 de maio de 2014

Datas Importantes:

- Data limite para submissão de *abstracts*: 31 de março de 2014
- Notificação de aceitação: 15 de abril de 2014
- Inscrição a custo reduzido : 31 de março de 2014

<http://www.fc.ul.pt/conferencia/eurachem-2014>



Datas Importantes:

- Data limite para submissão de *abstracts*: 31 de janeiro de 2014
- Notificação de aceitação: 1 de março de 2014
- **Simpósio: 11 - 12 de junho de 2014.**

<http://memea2014.ieee-ims.org/>

Conferência Nacional - **CONFMET 2014**

Lisboa, 26 e 27 de junho de 2014

Organizada por: **LNEC, LNEG, SPMet e RELACRE**



Measurement Science Behind Safety and Security



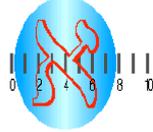
O Simpósio **IMEKO TC1-TC7-TC13** é organizado pela RELACRE, com o apoio do Governo Regional da Madeira (LREC, DRCIE, IGA) e da SPMet. Este evento será realizado no VIDAMAR Resort Hotel, Funchal - Madeira, de **3 - 5 de setembro de 2014**.

Datas Importantes:

- Data limite para submissão de *abstracts*: 15 de fevereiro de 2014
- Notificação de aceitação: 8 de março 2014
- Inscrição a custo reduzido : 15 de junho 2014
- Receção dos artigos: 22 de abril 2014

www.imekotc7-2014.pt

International Conference
Advanced Mathematical and Computational Tools
in Metrology and Testing
(AMCTM 2014)



São Petersburgo, Rússia
10-12 de setembro de 2014

<http://www.vniim.ru/AMCTM-first.html>



International workshop on
Metrology for Meteorology and Climate

15th September – 17th September, 2014, Portorož, Slovenia

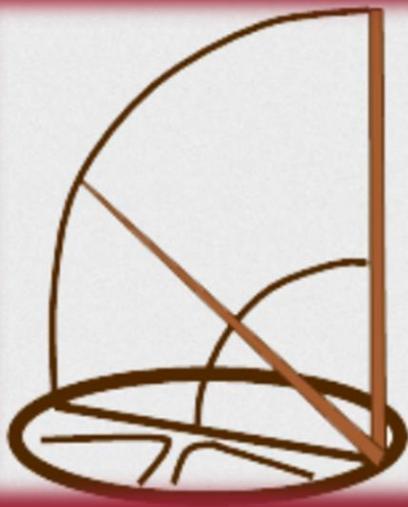
<http://www.mmc-2014.org/>

Fórum Metrologia e Calibração

Metrologia_e_Calibracao · [Fórum Metrologia & Calibração]

Continuamos a contar com o Fórum Metrologia & Calibração como espaço da SPMet para a divulgação de notícias, troca de informações técnicas e resposta a questões sobre Metrologia, Instrumentação, Incertezas, Acreditação, Qualidade, Normalização e temas relacionados.

<http://www.spmet.pt>



IMEKO joint
Symposium 2014
TC1 - TC7 - TC13

Measurement Science Behind Safety and Security



**2014 Joint IMEKO TC1-TC7-TC13 Symposium will take place at VIDAMAR
Resort Hotel, Funchal, Madeira Island in 3 - 5 September 2014**

The Symposium is organised by RELACRE, with the support of the Regional
Government of Madeira Autonomous Region (LREC, DRCIE, IGA) and SPMet

www.imekotc7-2014.pt