

AVALIAÇÃO DE CONFIABILIDADE NA MEDIÇÃO DE VELOCIDADE UTILIZANDO A TÉCNICA DE VELOCIMETRIA POR IMAGEM DE PARTÍCULAS APLICADA A MICROCANAIS

Ingrid Vasconcelos Curcino

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientadora: Carolina Palma Naveira Cotta

Rio de Janeiro Março de 2020

AVALIAÇÃO DE CONFIABILIDADE NA MEDIÇÃO DE VELOCIDADE UTILIZANDO A TÉCNICA DE VELOCIMETRIA POR IMAGEM DE PARTÍCULAS APLICADA A MICROCANAIS

Ingrid Vasconcelos Curcino

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA MECÂNICA.

Orientadora: Carolina Palma Naveira Cotta

Aprovada por: Profa. Carolina Palma Naveira Cotta Profa. Juliana Braga Rodrigues Loureiro Dra. Maria Helena Farias Prof. Marcio da Silveira Carvalho

> RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL MARÇO DE 2020

Curcino, Ingrid Vasconcelos

Avaliação de confiabilidade na medição de velocidade utilizando a técnica de velocimetria por imagem de partículas aplicada a microcanais/ Ingrid Vasconcelos Curcino. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2020. XXIII, 249 p.: il.; 29,7 cm. Orientador: Carolina Palma Naveira Cotta Dissertação (mestrado) - UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Mecânica, 2020. Referências Bibliográficas: p. 203-215. 1. μPIV. 2. Incerteza. 3. Microcanais.I. Cotta, Carolina Palma Naveira. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Mecânica. III. Título.

"Sapere aude" Horácio

A Deus, minha família e amigos.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus cujo amor sempre foi meu sustento e nos momentos de aflição sempre encontrei amparo em sua misericórdia.

Aos meus pais, Maria Elenice Curcino e Ivan Curcino, sempre serei grata por todo o apoio, suporte e amor que vocês proporcionaram a mim. Obrigada por todo o sacrifício realizado, por todas as doses de saudade congeladas e por se fazerem presentes durante esta etapa da minha vida acadêmica mesmo a 3121,1 km de distância. É uma honra ser filha de vocês!

A minha família, obrigada por tanto amor, torcida, apoio, preocupação e carinho que vocês sempre tiveram por mim. Obrigada por fazerem eu me sentir em casa sempre que possível e por me incluírem de alguma forma em todos os eventos familiares que estive ausente.

A minha orientadora, Profa. Dra. Carolina Naveira Cotta, agradeço a orientação durante a execução desta dissertação, pelos ensinamentos e questionamentos propostos. E por ser um exemplo da presença feminina na academia.

Agradeço ao Prof. Valter Aibe pela inestimável contribuição na etapa de calibração dos equipamentos, pela sua disponibilidade em compartilhar um pouco do seu imenso conhecimento em metrologia, sempre quando solicitado.

Agradeço ao Diego Busson pela contribuição em diversas etapas durante a elaboração deste trabalho, em especial na etapa de fabricação. Obrigada por compartilhar comigo seu conhecimento sobre usinagem e pela amizade.

Ao Douglas Garcia, agradeço as discussões sobre a técnica de medição e sobre metrologia, pelo auxílio ofertado durante a realização dos experimentos e pela amizade.

Aos professores da UFPA, João Quaresma e Emanuel Negrão, pelo incentivo e apoio durante o período de graduação e mestrado.

Ao professor da UFPA e amigo, Nielson Ribeiro, meu agradecimento especial por todos os conselhos, ensinamentos e amizade que contribuem para minha formação profissional e acadêmica desde a graduação.

Aos amigos Keise Leitão, Péricles Pontes, Nilton Pereira e Luiz Macêdo agradeço pela amizade, conselho e presença nos momentos de alegrias e tristezas. Vocês foram essenciais durante este período.

Agradeço ao meu namorado Marcello Neves pelo carinho, cuidado e paciência. Obrigada por respeitar minha ausência em alguns momentos e ser presente sempre quando necessário. Em especial, obrigada pelas caronas nos momentos que foi necessário extrapolar o horário comercial.

Aos amigos do LabMEMS/COPPE/UFRJ, agradeço pela amizade, contribuições, discussões e suporte oferecidos durante o período do mestrado: Juliana Damasceno, Cistiane Mesquita, Adam Reis, Jordana Colman, Thiago Saraiva, Kleber Lisbôa, José Roberto Souza, Ana Oliveira, Kelvin Chen, Luelen Barbosa, Marcel Fehr e Raquel Fedrizzi. Em especial agradeço aos alunos de iniciação científica Bruno Peclat pela confiança e auxílio durante as medições; e a Gabriel Rodrigues, Mylena Timm e Patrick Simões por toda a ajuda na elaboração de desenhos esquemáticos e fabricação.

Agradeço aos laboratórios LRAP/COPPE/UFRJ, NIDF/COPPE/UFRJ, DOPOLAB/EQ/UFRJ e ENGEPOL/PEQ/UFRJ, pelas medições e fornecimentos de equipamentos necessários neste estudo. Agradeço ao Marcelo Queiroz e Marcelo Melo pela caracterização das propriedades dos fluidos e a Nathalie Silva pelo apoio na dispersão das partículas. Agradeço a amizade e por auxílios diversos no NIDF ao Cristian Rosero, Felipe Reis e Priscilla Badega.

Agradeço ao Prof. Dr. Helcio Orlande por permitir minha estadia no LTTC/COPPE/UFRJ durante o período de disciplinas. E aos meus amigos do LTTC: Raphael Carvalho, Iasmin Herzog, Bruno Jaccoud, Felipe Yamaguchi, Felipe Santana e Henrique Massard.

Aos técnicos e funcionários, Evanise Silva, Julio Cezar, Paulo Veiga e Vera Noronha por ajudas variadas.

Aos amigos Sérgio Lira, Fábio Galvão, Gilmar Quirino, Denilson Rangel pela amizade e auxílio no LTEP.

Agradeço a Capes e Faperj pelo suporte financeiro.

vi

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

AVALIAÇÃO DE CONFIABILIDADE NA MEDIÇÃO DE VELOCIDADE UTILIZANDO A TÉCNICA DE VELOCIMETRIA POR IMAGEM DE PARTÍCULAS APLICADA A MICROCANAIS

Ingrid Vasconcelos Curcino

Março/2020

Orientadora: Carolina Palma Naveira Cotta Programa: Engenharia Mecânica

A técnica de velocimetria por imagem de partícula de microrresolução (µPIV) é um método aplicado para a caracterização de escoamentos em sistemas microfluídicos devido ao seu caráter não-intrusivo, resolução espacial e medição de campo de velocidade atraentes para análise de escoamento em microescala. Todavia, para avaliar a qualidade das medidas quantitativas de velocidade obtidas por meio desta técnica, a estimativa das fontes de incerteza de medição e as interações de diversos parâmetros experimentais e característicos da aplicação da própria técnica apresentam-se como tarefas desafiadoras. Sendo assim, este trabalho tem como objetivo a análise da confiabilidade nas medições de velocidade com o uso da técnica µPIV, por meio da quantificação das fontes de incerteza em escoamentos em microcanais retos. Utilizou-se diferentes fluidos (água deionizada, glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve) com vazões volumétricas entre 0,02 e 199 µL/min. A influência dos parâmetros de processamento, ópticos, dinâmicos e experimentais sobre a medição de velocidade foi avaliada por meio da comparação com a solução analítica para um escoamento laminar de um fluido newtoniano, obtendo-se uma concordância maior que 95% entre os dados experimentais e teóricos, na região de velocidade máxima. Além disso, verificou-se a eficiência da técnica de medição na caracterização do escoamento em um microcanal em zigzag observando a capacidade de técnicas adaptativas de correlação nas estimativas de velocidade.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

RELIABILITY ASSESSMENT OF VELOCITY MEASUREMENTS USING PARTICLE IMAGE VELOCIMETRY TECHNIQUE APPLIED TO MICROCHANNELS

Ingrid Vasconcelos Curcino

March/2020

Advisor: Carolina Palma Naveira Cotta Department: Mechanical Engineering

The Micro-Resolution Particle Image Velocimetry (µPIV) is a method used for the flow characterization in microfluidic systems due to its non-intrusive nature, spatial resolution and velocity field measurement capability; interesting for microscale flow analysis. However, in order to evaluate the quality of quantitative velocity measurements obtained through this technique, estimation for the measurements uncertainty sources and the interactions of several experimental and typical parameters of its application is a challenging task. Therefore, this study aims to analyze the reliability in velocity field measurements using the µPIV technique through uncertainty sources quantification in flows inside straight microchannels using different fluids (deionized water, glycerol solution 78% and light mineral oil) and volumetric flow rates between 0.02 and 199 μ L/min. The influence of processing, optical, dynamic and experimental parameters on the measurements of velocities was evaluated comparing it with the analytical solution for Newtonian fluid laminar flow, obtaining an agreement of more than 95% between experimental and theoretical data in the region of maximum speed. In addition, after evaluating the influence of the aforementioned parameters, it was verified the efficiency of measurements of velocity field of the flow in a microchannel in zigzag considering the experimental uncertainties, observing the capability of adaptive correlation techniques on experimental velocity fields measurement.

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS. xv NOMENCLATURA. xx NOMENCLATURA. xx 1 INTRODUÇÃO. 1 1.1 Motivação. 1 1.2 Objetivo. 9 1.3 Organização da Dissertação. 10 2 REVISÃO DA LITERATURA. 12 2.1 Quantificação de Incerteza en microvazão 13 2.1.1 Propagação de incerteza en microvazão 16 2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microfabricação. 16 3.1.1 Partículas traçadoras. 26 3.1.2 Fonte de iluminação. 36 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.3.2 Neotimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV). 34 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV). 33 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.3.5 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. <	LISTA DE FIGURAS	xi
NOMENCLATURA. xx 1 INTRODUÇÃO. 1 1.1 Motivação. 1 1.2 Objetivo. 9 1.3 Organização da Dissertação. 10 2 REVISÃO DA LITERATURA. 12 2.1 Quantificação de Incerteza na Medição de Escoamentos em Microescala. 12 2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão 13 2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microvazão 16 2.1.4 Análise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza sem µPIV. 17 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA. 26 3.1.1 Partículas traçadoras. 26 3.1.2 Fonte de iluminação. 36 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição 60 4.1.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Aplicações.<	LISTA DE TABELAS	xvi
1 INTRODUÇÃO. 1 1.1. Motivação 1 1.2 Objetivo. 9 1.3 Organização da Dissertação. 10 2 REVISÃO DA LITERATURA. 12 2.1 Quantificação de Incerteza na Medição de Escoamentos em Microescala. 12 2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão. 13 2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microfabricação. 16 3.1.3 Quantificação de incerteza em µPIV. 17 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA. 26 3.1.1 Partículas traçadoras. 26 3.1.2 Fonte de iluminação. 36 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3	NOMENCLATURA	XX
1 INTRODUÇÃO		
1.1 Motivação	1 INTRODUÇÃO	1
1.2 Objetivo. 9 1.3 Organização da Dissertação. 10 2 REVISÃO DA LITERATURA. 12 2.1 Quantificação de Incerteza na Medição de Escoamentos em Microescala. 12 2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão 13 2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microvazão 13 2.1.4 Análise de incerteza em microvazão 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microvazão 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microvazão 16 3.1.4 Partículas traçadoras. 26 3.1.1 Partículas traçadoras. 28 3.1.2 Fonte de iluminação. 30 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 32 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV). 43 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.3.5 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. 60 4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL. 64 4.1.1 Capilar circular. 65	1.1 Motivação	1
1.3 Organização da Dissertação	1.2 Objetivo	9
2 REVISÃO DA LITERATURA. 12 2.1 Quantificação de Incerteza na Medição de Escoamentos em Microescala. 12 2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão. 13 2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza em microvazão 16 2.1.4 Análise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incerteza sem µPIV. 17 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA. 26 3.1.1 Partículas traçadoras. 28 3.1.2 Fonte de iluminação. 30 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV). 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 46 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Iluminação de volume. 56 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.3.5 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. 64 4.1 Capilar circular. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal retangular 67<	1.3 Organização da Dissertação	10
2 REVISAO DA LITERATURA 12 2.1 Quantificação de Incerteza na Medição de Escoamentos em Microescala 12 2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão 13 2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação 16 2.1.3 Quantificação de incerteza sem µPIV 17 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA 26 3.1 Velocimetria por Imagem de Partículas 26 3.1.1 Partículas traçadoras 28 3.1.2 Fonte de iluminação 36 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento 32 3.1.4 Processamento PIV 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras 44 3.3.2 Movimento Browniano 46 3.3.3 Ruminação de volume 46 3.3.4 Processamento das imagens 56 3.3.5 Aplicações 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição 64 4.1.1 Capilar circular 64 4.1.2 Microcanal zigzag 65 4.1.3 Microcanal zigzag 65 4.2 Fabricação dos Dispositivos 70 4.2.1 Fabr		10
2.1 Quantificação de incerteza na Medição de Escoamentos em Microescala	2 KEVIJAU DA LITEKATUKA. 21. Overtigenese de Incentere Madra de Esser	12
Microescala	2.1 Quantificação de Incerteza na Medição de Escoamentos em	10
2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão 13 2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação 16 2.1.3 Quantificação de incertezas em μPIV 17 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA 26 3.1 Velocimetria por Imagem de Partículas 26 3.1.1 Partículas traçadoras 28 3.1.2 Fonte de iluminação 30 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento 32 3.1.4 Processamento PIV 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 34 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano 46 3.3.3 Iluminação de volume. 46 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.3.5 Aplicações 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição 64 4.1 Dispositivos Microfluídicos. 64 4.1.1 Capilar circular. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos dispositivos do capilar circular. 70 <		12
2.1.2 Analise de incerteza em microfabricação. 16 2.1.3 Quantificação de incertezas em µPIV. 17 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA. 26 3.1 Velocimetria por Imagem de Partículas. 26 3.1.1 Partículas traçadoras. 28 3.1.2 Fonte de iluminação. 30 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV). 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Iluminação de volume. 46 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.3.5 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. 60 4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL 64 4.1 Dispositivos Microfluídicos. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos 70 4.2.1 Fabricação dos dispositivos de capilar circular. 70 4.2.1 Fabricação dos dispositivos de capilar circular. 72	2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão	13
2.1.3 Quantificação de incertezas em μPIV. 17 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	2.1.2 Analise de incerteza em microfabricação	16
3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	2.1.3 Quantificação de incertezas em μPIV	17
3.1 Velocimetria por Imagem de Partículas. 26 3.1.1 Partículas traçadoras. 28 3.1.2 Fonte de iluminação. 30 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Iluminação de volume. 46 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.5.4 plicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. 60 4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL. 64 4.1 Dispositivos Microfluídicos. 64 4.1.1 Capilar circular. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos em PDMS. 72 4.3 Caracterização dos Fluidos. 84 4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada. 84 4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido. 85 4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos. 93	3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	26
3.1.1 Partículas traçadoras. 28 3.1.2 Fonte de iluminação. 30 3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Iluminação de volume. 46 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.3.5 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. 60 4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL. 64 4.1.1 Capilar circular. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos em PDMS. 72 4.3 Caracterização dos Fluidos. 84 4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido. 85 4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos. 64 4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido. 85 4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos. 93 4.5 L Bremocação do Bescoament	3.1 Velocimetria por Imagem de Partículas	26
3.1.2 Fonte de illurinação	3.1.1 Partículas tracadoras	28
3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento. 32 3.1.4 Processamento PIV. 34 3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (µPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Iluminação de volume. 46 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.5.4 Processamento das imagens. 56 3.5.5 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. 60 4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL. 64 4.1 Dispositivos Microfluídicos. 64 4.1.1 Capilar circular. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos do capilar circular. 70 4.2.1 Fabricação dos fluidos. 84 4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada. 84 4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido. 85 4.4.2 Caracterização dispositivos microfluídicos. 93 4.5 L Brenero das supenencional dos dispositivos microfluídicos. 93 4.5 L Brenero das supene	3.1.2 Fonte de iluminação	30
3.1.4 Processamento PIV	3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento	32
3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional. 42 3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (μPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras. 44 3.3.2 Movimento Browniano. 46 3.3.3 Iluminação de volume. 46 3.3.4 Processamento das imagens. 56 3.3.5 Aplicações. 57 3.4 Análise de Incerteza de Medição. 60 4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL. 64 4.1 Dispositivos Microfluídicos. 64 4.1.1 Capilar circular. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos do capilar circular. 70 4.2.1 Fabricação dos Gispositivos em PDMS. 72 4.3 Caracterização dos Sistemas de infusão de fluido. 84 4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada. 84 4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido. 85 4.4.2 Caracterização dos Sistemas de infusão de fluido. 85 4.5 L Prence das supersonal dos dispositivos microfluídicos. 98	3.1.4 Processamento PIV	34
3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (μPIV) 43 3.3.1 Partículas traçadoras	3.2 Sistemas PIV para Medicão Tridimensional	42
3.3.1 Partículas traçadoras	3.3 Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (uPIV)	43
3.3.2 Movimento Browniano	3.3.1 Partículas tracadoras	44
3.3.3 Iluminação de volume	3.3.2 Movimento Browniano	46
3.3.4 Processamento das imagens	3.3 3 Iluminação de volume	46
3.3.5 Aplicações	3 3 4 Processamento das imagens	56
3.4 Análise de Incerteza de Medição	3 3 5 Anlicações	57
4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL	3 4 Análise de Incerteza de Medição	57
4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL	3.4 Ananse de Intel leza de Micução	00
4.1 Dispositivos Microfluídicos	4 METODOLOGIA EXPERIMENTAL	64
4.1.1 Capilar circular. 65 4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos 70 4.2.1 Fabricação do dispositivo do capilar circular. 70 4.2.2 Fabricação dos dispositivos em PDMS. 72 4.3 Caracterização dos Fluidos 84 4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada 84 4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido. 85 4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos. 93 4.5 L Brenario das suspansãos de partículas tracadoras fluorescentes 96	4.1 Dispositivos Microfluídicos	64
4.1.2 Microcanal retangular 67 4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos 70 4.2.1 Fabricação do dispositivo do capilar circular 70 4.2.2 Fabricação dos dispositivos em PDMS 72 4.3 Caracterização dos Fluidos 84 4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada 84 4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido 85 4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos 93 4.5 L Brenario das suspansãos de partículas traca doras fluorescentes 96	4.1.1 Capilar circular	65
4.1.3 Microcanal zigzag 69 4.2 Fabricação dos Dispositivos 70 4.2.1 Fabricação do dispositivo do capilar circular	4.1.2 Microcanal retangular	67
4.2 Fabricação dos Dispositivos 70 4.2.1 Fabricação do dispositivo do capilar circular	4.1.3 Microcanal zigzag	69
 4.2.1 Fabricação do dispositivo do capilar circular	4.2 Fabricação dos Dispositivos	70
 4.2.2 Fabricação dos dispositivos em PDMS	4.2.1 Fabricação do dispositivo do capilar circular	70
4.3 Caracterização dos Fluidos	4.2.2 Fabricação dos dispositivos em PDMS	72
4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada	4.3 Caracterização dos Fluidos	84
4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido	4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada	84
4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos	4.4.1 Calibração dos sistemas de infusão de fluido	8.5
4.5 L Prenaro das suspansões de partículas tracadoras fluorescentos	4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos	93
151 Prenaro das suspansões de nartículas tracadoras fluorescentes	4.5 Caracterização do Escoamento.	98
4.J.1 ETEDUTO AUS SUSDETISÕES DE DUFTICUIUS TRACADORAS HUORESCENTES	4.5.1 Preparo das suspensões de partículas tracadoras fluorescentes	99

4.5.2 Aparato experimental	103
4.5.3 Medição dos campos de velocidades	105
4.5.4 Tratamento dos resultados	116
4.6 Campo de Velocidades	126
5 MODELOS TEÓRICOS	129
5.1 Formulação Matemática do Escoamento	129
5.1.1 Capilar circular	130
5.1.2 Microcanal retangular	131
5.1.3 Microcanal zigzag	132
5.2 Cálculo da Incerteza Expandida dos Perfis Teóricos	134
6 RESULTADOS E DISCUSSÃO	136
6.1 Caracterização Dimensional	136
6.1.1 Capilar circular	136
6.1.2 Microcanal retangular	136
6.1.3 Microcanal zigzag	139
6.2 Calibração do Sistema de Infusão	142
6.2.1 Caracterização dos fluidos	143
6.2.2 Calibração do sistema de infusão	144
6.3 Caracterização do Escoamento	146
6.3.1 Capilar circular	147
6.3.2 Microcanal retangular	166
6.3.3 Microcanal zigzag	191
7 CONSIDERAÇÕES FINAIS	201
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	203
A CALIBRAÇÃO DA BALANÇA ANALÍTICA	216
B CALIBRAÇÃO DO SISTEMA DE INFUSÃO	221

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Distribuição de publicações por áreas sobre dispositivos microfluídicos entre os anos de 1945 a 2020 na base de dados Web	
	of Science com a palavra chave " <i>microfluidic devices</i> ".	2
Figura 1.2	Sistema de iluminação utilizados na PIV em macroescala e uPIV.	4
Figura 1.3	Número de publicações por ano com tema de quantificação de	
1.8010 110	incertezas em PIV ("PIV uncertainty quantification") em pesquisa	
	realizada na base de dados Web of Science	5
Figura 1 /	Principais fontes de erro no processo de medição por meio da	5
Figura 1.4	tánico DIV	6
Eigung 21	Dringénie de equisição e processomente de dedes por DIV	27
Figura 5.1	Principio de aquisição e processamento de dados por FIV.	21
Figura 3.2	Processo de medição com a tecnica PIV.	28
Figura 3.3	Diagrama temporal de aquisição de imagens no modo multiplos	~ ~
	quadros/exposição única com emissão de luz em pulso de laser.	32
Figura 3.4	Modo de registro de imagens quadro único/múltiplas exposições.	34
Figura 3.5	Modo de registro de imagens quadro múltiplo/única exposição	34
Figura 3.6	Etapas de processamento PIV.	35
Figura 3.7	Processamento por autocorrelação de imagens registradas no	
	modo quadroúnico/dupla exposição	38
Figura 3.8	Processamento por correlação cruzada de imagens registradas no	
C	modo quadro duplo/única exposição	39
Figura 3.9	Sistema uPIV com microscópio epi-fluorescente invertido para	
8	medicões bidimensionais.	44
Figura 3 10	Sistema de iluminação de volume utilizado em uPIV com efeito	
119010 2110	da profundidade de correlação	$\overline{47}$
Figura 3 11	Efeito de profundidade de correlação sobre a função de correlação	50
Figura 3.11	Microcanais de geometria tortuosa	50
Figure 4.1	Desenhos asqueméticos des geometries des dispositives	57
Figura 4.1	microfluídicos (a) conilar (b) microconal retengular o (a)	
	microrutations. (a) capital, (b) microcanal letangulai e (c)	65
E' 4.0	Di ili di ili i i i i i i i i i i i i i i	03
Figura 4.2	Dispositivos microfluídico reto circular: (a) desenho esquemático	~
T ' ()	e (b) dispositivo real.	66
Figura 4.3	Dispositivos microfluídicos retos de seção transversal retangular:	
	(desenho esquemático e (b) dispositivo real.	67
Figura 4.4	Desenho esquemático do projeto dos microcanais com as	
	dimensões de projeto.	68
Figura 4.5	Dispositivo microfluídico para medidas do escoamento em	
	microcanal zigzag.	69
Figura 4.6	Recipiente de imersão do capilar.	70
Figura 4.7	Moldes metálicos utilizados na fabricação dos dispositivos em	
C	PDMS: (a) MC1.1 e MC 1.2, (b) MC2.1, (c) MC3.1 e (d) ZZ.	72
Figura 4.8	Microfresadora CNC Minitech Mini-Mill/OX	74
Figura 4.9	Desenho esquemático da sequência de fabricação por litografia	
0	macia.	80
Figura 4.10	Deposição do PDMS sobre o molde: (a) desenho esquemático com	20
	corte longitudinal e (b) PDMS depositado sobre os moldes	81
Figura 4 11	Anlicação da descarga corona na etana de selagem	83
1 iguia 4.11	Apricação da descarga corona na clapa de selagem.	05

Figura 4.12	Desenho esquemático do aparato experimental de calibração do sistema de infusão.	86
Figura 4.13	Aparato de calibração do sistema bomba de infusão e seringa.	87
Figura 4.14	Microscópio Hirox para caracterização dimensional dos	
C	microcanais.	95
Figura 4.15	Regiões de caracterização dimensional dos microcanais	96
Figura 4.16	Regiões de medição dimensional do microcanal zigzag.	98
Figura 4.17	Desenho esquemático do aparato experimental utilizado nas	
0	medições de campo de velocidades por meio da técnica uPIV.	104
Figura 4.18	Desenho esquemático do microscópio epi-fluorescente e fonte de	
0	laser.	104
Figura 4.19	Sistema uPIV instalado no LabMEMS/PEM/COPPE/UFRJ	105
Figura 4.20	Imagem de calibração.	106
Figura 4.21	Imagem do plano central estimado visualmente para o capilar de	
8	0.447 mm preenchido e submerso em: (a) solução de glicerina	
	78% e tamanho de imagem 640 x 696 px e (b) óleo mineral leve e	
	tamanho de imagem de 384 x 760 px.	108
Figura 4.22	Imagem do escoamento no capilar de 0.44704 mm com uma vazão	
0	de 2 µL/min de solução de glicerina	110
Figura 4.23	Relógio apalpador analógico acoplado ao microscópio	
U	epifluorescente.	112
Figura 4.24	Região de medição referente ao vale 9 do microcanal zigzag.	115
Figura 4.25	Imagem de calibração para determinação do fator de conversão.	117
Figura 4.26	Fluxograma do pré-processamento das imagens do escoamento.	118
Figura 4.27	Definição da máscara para as imagens do escoamento	119
Figura 4.28	Média das imagens do escoamento no capilar.	120
Figura 4.29	Imagem pré-processada.	121
Figura 4.30	Campo de velocidades instântaneo.	125
Figura 4.31	Campo de velocidades instântaneos após substituição dos vetores	
	espúrios	125
Figura 4.32	Campo de velocidades médio no tempo.	126
Figura 4.33	Região do campo médio (temporal) de velocidades, da qual foram	
	extraídos os perfis de velocidade.	127
Figura 5.1	Representação da geometria do capilar com o eixo de	
	coordenadas.	131
Figura 5.2	Representação da geometria do microcanal retangular com o eixo	
	de coordenadas cartesianas.	132
Figura 5.3	Malha do microcanal zigzag utilizada para solução numérica pelo	
	método de volumes finitos: (a) visão geral do microcanal e (b)	
	detalhe da malha na região de entrada do microcanal.	133
Figura 6.1	Perfil 3D do microcanal MC3.1.	137
Figura 6.2	Seção transversal dos microcanais retangulares: (a) MC1.1 e (b)	
	MC3.1.	138
Figura 6.3	Microcanal em zigzag: (a) molde em latão e (b) dispositivo	
	fabricado em PDMS.	
		140

Figura 6.4	Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,142 mm com a solução de glicerina 78%: (a)	
	iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após	
	pré-tratamento	148
Figura 6.5	Comparação entre os perfis de velocidades teorico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,1422 mm: (a)0,2025 μ L/min (vm = 0,0127 m/min); (b)5,1632 μ L/min (vm = 0,3249 m/min) e (c) 10,1240 μ L/min (vm = 0,6271 m/min)	150
Figura 6.6	10,1240 μL/min (vm – 0,05/1 m/min). Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro.	130
rigura 0.0	interno de 0,447 mm com a solução de glicerina 78 %: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-tratamento	153
Figura 6.7	Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental	155
I Iguiu 0.7	para o escoamento com glicerina 78% (V/V) em capilar com diâmetro interno de 0,447 mm: (a)2 μ L/min (vm = 0,0127 m/min); (b)51 μ L/min (vm = 0.3249 m/min) e (c) 100 μ L/min (vm =	
	0.6371 m/min.	155
Figura 6.8	Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro	
-	interno de 0,556 mm com a solução de glicerina 78 %: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após	
	pré-tratamento.	157
Figura 6.9	Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) em capilar com diâmetro interno de 0,556 mm: (a)3,0966 μ L/min (vm = 0,0127 m/min); (b)78,964 μ L/min (vm = 0,3249 m/min) e (c) 154,832 μ L/min (vm = 0,6371 m/min).	159
Figura 6.10	Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com soluçãod e glicerina 78% (V/V), diferentes diâmetros internos e velocidades médias de escoamento.	161
Figura 6.11	Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,447 mm com óleo mineral leve (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser	162
Figura 6.12	e (c) imagens das particulas traçadoras apos pre-processamento. Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com óleo mineral leve em capilar com diâmetro interno de 0,4470 mm: (a) 2 μ L/min (vm = 0,0127 m/min); (b)51 μ L/min (vm = 0,3249 m/min) e (c) 100 μ L/min (vm = 0.6371	163
	m/min).	164
Figura 6.13	Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve para o capilar de 0,4470	
	mm de diâmetro interno e dferentes vazões volumétricas.	166

Figura 6.14	Imagens de partículas visualizadas no plano central do escoamento de suspensão em água deionizada em $Re = 0.5$ dos	
	microcanais MC1.1 e MC1.2 com profundidade de $0,080$ mm com as magnificações de 20X e $40X$: (a) MC1.1 e lente de 20X: (b)	
	MC1.1 e lente de 40X; (c) MC1.2 e lente de 20X e (d) MC1.2 e	
	lente de 40X.	167
Figura 6.15	Perfis tridimensionais para escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal MC1 1 com profundidade de 0.080 mm	
	para as lentes de 20X e 40X para os $Re = 0.5$ $Re = 1$ e $Re = 5$: (a)	
	lente de 20X e Re Re = 0.5 ; (b) lente de 40X e Re = 0.5 ; (c) lente	
	de 20X e Re = 1; (d) lente de 40X e Re = 1; (e) lente de 20X e Re	
	= 5; (f) lente de 40X e Re $= 5$.	169
Figura 6.16	Perfis tridimensionais para o escoamento de suspensão em água	
	deionizada no microcanal MC1.2 com profundidade de 0,080 mm	
	para as lentes de 20X e 40X para os Re=0,5, 1 e 5: (a) lente de	
	20X e Re=0,5; (b) lente de $40X e Re=0,5$; (c) lente de $20X e Re=1$; (d) lente de $40X \text{ e } \text{Re}=1$; (e) lente de $20X \text{ e } \text{Re}=5$	171
Figura 6 17	(d) feille de 40A e Re-1, (e) feille de 20A e Re-5.	1/1
1 1guia 0.17	para o escoamento com água deionizada em microcanal com razão	
	de aspecto 1 e profundidade de 0,080 mm para os seguintes Re e	
	magnificações: (a)Re=0,5 e 20X; (b) Re=0,5 e 40X; (c) Re=1 e	
	20X; (d)Re=1 e 40X; (e)Re=5 e 20X e (f) Re=5 e 40X	173
Figura 6.18	Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental	
	para o escoamento com água deionizada em microcanal com razão	
	de aspecto 0,25 e profundidade de 0,080 mm para os seguintes Re	
	e magnificações: (a)Re=0,5 e 20X; (b) Re=0,5 e 40X; (c) Re=1 e $20X$; (d)Ro=1 e $40X$; (c)Ro=5 e 20X	176
Figura 6 10	20A; (U)Ke=1 e 40A; (e)Ke=5 e 20A.	1/0
Tigura 0.17	e velocidade máxima teórica para os escoamentos com água	
	deionizada para os canais com razão de aspecto 1 e 0.25 para	
	diferentes magnificaçãos e Re: (a) microcanal de razão de aspecto	
	1 e profundidade 0,080 mm e (b) microcanal de razão de aspecto	
	0,25 e profundidade 0,080 mm.	177
Figura 6.20	Imagens de partículas visualizadas no plano central do	
	escoamento de suspensão em água deionizada em Re=0,5 do	170
Eigung 6 21	microcanal MC2.1.	1/8
Figura 0.21	deionizada no microcanal rentangular com razão de aspecto igual	
	a 0.5 e profundidades de 0.500 mm para lente de $10x$: (a) Re= 0.5 :	
	(b) $Re=1$: (c) $Re=5$.	179
Figura 6.22	Comparação entre os perfis de velocidade teórico e experimental	
C	com escoamento com água deionizada em microcanal com razão	
	de aspecto 0, 5 e profundidade de 0,500 mm e magnificação de	
	10X para os seguintes Re: (a) Re=0,5; (b) Re=1 e (c) Re=5.	180
Figura 6.23	Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental	
	e velocidade maxima teorica para os escoamentos com água	
	magnificação de 10X e diferentes Re	127
	maginneação de tox e difetênces Ne.	102

Figura 6.24	Perfis tridimensionais para escoamento de suspensão em água	
	defonizada no microcanal fentangular com razao de aspecto igual	
	(0, 75, a) and a $(0, 500 mm, b)$ let $(0, 200 e)$ para os seguintes Re:	100
E	(a) $Re=0.5$; (b) $Re=1$ e (c) $Re=5$.	182
Figura 6.25	Comparação entre os pertis de velocidades teorico e experimental	
	do escoamento com agua deionizada em microcanal com razao de	
	aspecto $0,75$ e profundidade de $0,500$ mm e magnificação de 20X	104
E: ()(para os seguintes Re: (a) Re= $0,5$; (b) Re= 1 e (c) Re= 5 .	184
Figura 6.26	Comparação entre a razão entre velocidade maxima experimental	
	e velocidade maxima teorica para os escoamentos com agua	
	deionizada para o canal com razao de aspecto 0,/5 com	105
F' ()7	magnificação de 20X e diferentes Re.	185
Figura 6.27	Comparação da razão entre velocidade maxima experimental e	
	velocidade maxima teorica para os escoamentos com agua	
	deionizada para o microcanal MC3.1, com razao de aspecto 0,/5,	
	magnificação de 20X, $Re = 0.5$ e diferentes metodos de	107
E	correlação.	18/
Figura 6.28	Imagens de particulas visualizadas no plano central do microcanal	
	em zigzag para $Re = 129,105$: (a) sem tratamento e (b) apos a etapa	100
E' (0 0	de pre-tratamento.	192
Figura 6.29	Campos de velocidades medios no tempo na região externa a	
	curva 9 no Ke: (a) $\text{Ke} = 5$, (b) $\text{Ke} = 43,0349$, (c) $\text{Ke} = 64,5523$ e (d)	104
E	Re=129,105	194
Figura 6.30	Linnas de corrente dos campos de velocidades medios no tempo	
	na regiao externa a curva 9 no Ke: (a) $Ke=5$, (b) $Ke=43,0349$, (c)	105
E	Re=64,5523 e (d) Re=129,105.	195
Figura 0.51	Campos de velocidades a partir de solução numerica na região externo à exercica partir de solução numerica na região	
	externa a curva 9 no Re: (a) $\text{Re} = 5$, (b) $\text{Re} = 45,0549$, (c) $\text{Re} = 64,5522$ a (d) $\text{Re} = 120,105$	107
Eigung (22)	64,5525 e (d) $Re = 129,105$.	197
Figura 0.52	Campos de velocidades medios no tempo na região externa a surva 0 no $D_{2} = 120.105$ processo dos através dos técnicos (c)	
	curva 9 no $Re = 129,103$ processados anaves das tecnicas. (a)	
	correração adaptativa, (b) Media de correração e (c) Correração	100
Eiguro 6 22	cruzada. Linhos de corrente dos compos de valocidados módios no tempo	199
Figura 0.55	Linnas de corrente dos campos de velocidades medios no tempo	
	tácnicos: (a) correlação adaptativa (b) Mádia da correlação a (a)	
	Correlação cruzada	200
Figure A 1	Curva de calibração para a balança analítica do LabMEMS	200 210
riguia A.I	Cui va un canoração para a varança anantica do LaviviENIS	219

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Classificação de microcanais.	16
Tabela 2.2	Principais fontes de erro na PIV.	19
Tabela 2.3	Métodos de quantificação de incerteza disponibilizados em	
	softwares comerciais.	21
Tabela 3.1	Corantes fluorescentes utilizados em aplicações de µPIV.	45
Tabela 4.1	Dimensões dos capilares circulares.	67
Tabela 4.2	Dimensões dos microcanais retangulares	69
Tabela 4.3	Dimensões do microcanal com geometria zigzag ZZ.	69
Tabela 4.4	Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde	
	associado aos microcanais MC1.1 e MC 1.2	77
Tabela 4.5	Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde	
	associado ao microcanal MC2.1.	77
Tabela 4.6	Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde	
	associado ao microcanal MC3.1.	77
Tabela 4.7	Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde	
	associado ao microcanal zigzag.	78
Tabela 4.8	Equipamentos e materiais utilizados no aparato experimental de	
	calibração do sistema de infusão.	86
Tabela 4.9	Tipos de microdispositivos e respectivas vazões selecionadas	
	para a análise de escoamentos.	88
Tabela 4.10	Instrumentos padrões que integraram o aparato utilizado na	
	calibração do sistema de infusão.	92
Tabela 4.11	Concentração de suspensão de partículas traçadoras.	101
Tabela 4.12	Características ópticos das lentes objetivas.	105
Tabela 4.13	Parâmetros de aquisição de imagens do sistema µPIV para cada velocidade média.	110
Tabela 4.14	Quantidade de planos de medição na direção normal à base do	
	microcanal para a caracterização do escoamento em microcanais	
	retangulares.	114
Tabela 4.15	Parâmetros de aquisição de imagens do sistema µPIV para cada	
	Re no escoamento microcanal zigag.	116
Tabela 4.16	Tamanhos das janelas de interrogação selecionadas para o	
	processamento das imagens.	122
Tabela 6.1	Diâmetro interno fornecido pelo fabricante e incerteza padrão	
	associada.	136
Tabela 6.2	Resultado da caracterização dimensional dos moldes de latão	
	utilizados na fabricação dos microcanais retangulares com	
	incerteza expandida (U) devido a repetiblidade das medidas com	
	95% de confiança (k=2,1448) e v = 14 graus de liberdade.	138
Tabela 6.3	Resultado da caracterização dimensional dos microcanais	
	retangulares com incerteza expandida (U) devido a repetiblidade	
	das medidas com 95% de confiança (k95%=2,1448) e v = 14	
	graus de liberdade.	139
Tabela 6.4	Resultado da caracterização dimensional do molde metálico	
	referente ao microcanal em zigzag com incerteza expandida para	
	um nível de confiança de 95%.	141

Tabela 6.5	Resultado da caracterização dimensional do microcanal em zigzag com incerteza expandida para um nível de confiança de	
	95% e comparação com as dimensões de projeto.	142
Tabela 6.6	Resultado da caracterização dimensional do microcanal em	
	zigzag com incerteza expandida para um nível de confiança de	
Tabala 67	95% e comparação com as dimensões médias do molde metálico. Propriadadas físicas da solução da glicarina 78% ($V(V)$ com	142
Tabela 0.7	incortaza expandida para um nível de confignes de 05 %	1/2
Tabala 6 9	Dromindo dos físicos do áleo mineral leve cominança de 95 %.	145
Tabela 0.8	propriedades físicas do oleo filmeral leve com incenteza	142
Tabala 6.0	Expandida para uni nivel de contrança de 95 %.	145
Tabela 0.9	Resultados da calibração do sistema de infusão para uma termoretura de 25 % e incortora evidencial de norme um nível de	
	configned de 25 °C e incerieza expandida para um nivel de	145
Tabala 6 10	Connaliça de 95,45%.	143
Tabela 0.10	(2000) nora lantas chiatiyas com imarsão em or	147
Tabala 6 11	(2000) para tentes objetivas com intersao em ar.	14/
Tabela 0.11	Razao entre velocidade maxima experimental e velocidade	
	maxima teorica para escoamento confinados em microanais	100
T-1-1- (12)	com diferentes razoes aspectos, magnificação e Re.	180
Tabela 6.12	Razao entre velocidade maxima experimental e velocidade	
	maxima teorica para todos os escoamentos em dipositivos retos e	100
T 1 1 <i>C</i> 12	os respectivos parametros opticos e de processamento utilizados.	189
Tabela 6.13	Densidade de imagens de particulas no plano de medição com	
	uma janela de interrogação de 32 x 32 px para os Re	102
T 1 1 <i>C</i> 1 4	investigados no escoamento no microcanal em zigzag.	193
Tabela 6.14	Analise de convergencia da solução numerica para escoamento	100
m 1 1 4 1	em microcanal zigzag Re = $129,105$.	196
Tabela A.I	Especificações têcnicas da balança analítica do	01.0
T 1 1 4 0	LabMEMs/NIDF/COPPE/UFRJ.	216
Tabela A.2	Condições ambientais durante o procedimento de calibração da	0 10
T 1 1 4 0	balança analitica.	218
Tabela A.3	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	0 10
T 1 1 4 4	da balança analítica.	219
Tabela A.4	Incerteza de calibração da balança analítica.	219
Tabela A.5	Massa específica do ar durante o processo de calibração da	•••
T 1 1 D 4	balança.	220
Tabela B.I	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	
	do sistema de infusão de solução de Glicerina /8% para a vazão	
	de 0,20248 μ L/min.	222
Tabela B.2	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	
	do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão	
	de 5,1632 μ L/min.	223
Tabela B.3	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	
	do sistema de infusão de solução de Glicerina /8% para a vazão	
T 1 1 D 4	de 10,124 μ L/min.	224
Tabela B.4	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	
	do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão	o o -
m 1 1 5 -	de $2 \mu L/min$.	225
Tabela B.5	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	
	do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão	00-
	de 51 µL/min.	226

Tabela B.6	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão	
Tabela B.7	de 100 μL/min. Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	227
	do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 0,3,0966 µL/min.	228
Tabela B.8	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 78 964 uL/min	229
Tabela B.9	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão	220
Tabela B.10	de 154,832 µL/min. Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de Óleo Mineral Leve para a vazão de 2	230
Tabela B.11	μL/min. Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	231
	do sistema de infusão de Óleo Mineral Leve para a vazão de 51 μL/min.	232
Tabela B.12	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de Óleo Mineral Leve para a vazão de 100	222
Tabela B.13	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de	233
Tabela B.14	2,2488µL/min. Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de	234
Tabala D 15	4,49768µL/min.	235
Tabela B.15	do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 22.4884uL/min.	236
Tabela B.16	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 5,4248	007
Tabela B.17	μL/min . Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de	237
Tabela B.18	10,8496 μL/min . Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza	238
	to sistema de infusão de agua deformada para a vazao de 54,2479 μ L/min.	239
Tabela B.19	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 19,965 uL/min	240
Tabela B.20	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 39 9299 µL/min	240
Tabela B.21	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água dejonizada para a vazão de 100.65	∠ + 1
	μ L/min.	242

Tabela B.22	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água dejonizada para a vazão de 9.3948	
	μ L/min.	243
Tabela B.23	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de	
	18,7896 μL/min.	244
Tabela B.24	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de	
	93.9481 µL/min.	245
Tabela B.25	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão	
	de92,9479 µL/min.	246
Tabela B.26	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 800	
	μL/min.	247
Tabela B.27	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 1200	
	μL/min.	248
Tabela B.28	Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 2400	
	μL/min.	249

NOMENCLATURA

Abreviaturas

ASTM	American Society for Testing and Materials
CCD	Dispositivo de carga acoplada (do inglês: Charge Coupled Device)
CFD	Dinâmica de fluidos computacional (do inglês: Computational Fluid
	Dynamics
CMOS	Semicondutor de Óxido Metálico Complementar (do inglês:
	Complementary Metal Oxide Semicondutor)
CNC	Comando numérico computacional
DEHS	Sebacato de Dioctilo (do inglês: Di-Ethyl-Hexyl-Sebacat)
FFT	Transformada Rápida de Fourier
GUM	Guia para a Expressão de Incerteza de Medição (do inglês: Guide to the
	Expression of Uncertainty in Measurement)
I.R.	Índice de Refração
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
MED	Número de medidas
MR	Resina de Melanina (do inglês: Melanine Resin)
NA	Abertura numérica da lente da objetiva (do inglês: Numerical Aperture)
Nd:YAG	Neodímio dopado com Ítrio Alumínio Garneto (do inglês: Neodymium-
	dopped Yttrium Aluminium Garnet)
PDMS	Polidimetilsiloxano
PIV	Velocimetria por Imagem de Partícula (do inglês: Particle Image
	Velocimetry)
PMMA	Polimetmetacrilato
PS	Poliestireno
UA	Uretano Acrilato
μPIV	Velocimetria por Imagem de Partícula de Microrresolução (do inglês:
	Micron-Resolution Particle Image Velocimetry)

Símbolos

A _{ST}	Área da seção transversal
a	Diferença entre os limites de possíveis valores de uma grandeza
С	Concentração de partículas em suspensão
Ci	Coeficiente de sensibilidade
CL	Coeficiente de contribuição da temperatura do líquido
D	Difusividade da partícula traçadora
Da	Diâmetro de abertura da lente
Di	Diâmetro interno
D _h	Diâmetro hidráulico
d _p	Diâmetro da patícula
d_{τ}	Diâmetro da imagem de partícula no plano focal
f	Modelo de medição
f [#]	Número de abertura da lente
g	Aceleração da gravidade
Н	Altura do microcanal retangular
h _r	Umidade relativa do ar
Ι	Distribuição de intensidade de luz
J_P	Fluxo de luz emitido pela superfície da partícula
k	Fator de abrangência
L _C	Comprimento do capilar
Le	Comprimento de entrada
L _p	Comprimento do molde
М	Magnificação da lente
Mevap	Massa de líquido perdida por evaporação
M_{f}	Massa final após o fim do período da corrida de medição
M_i	Massa inicial antes da corrida de medição
Nv	Número de esferas por mL de suspensão
nf	Índice de refração do fluido
n _i	Índice de refração do meio de imersão da lente
р	Pressão atmosférica
$Q_{calculado}$	Vazão calculada

R	Raio do capilar
Re	Parâmetro adimensional número de Reynolds
r	Distância em relação ao centro da partícula
$r(x_i, x_j)$	Coeficiente de correlação estimado
S 0	Distância da lente em relação ao plano da imagem;
T _{amb}	Temperatura ambiente
TL	Temperatura do líquido no momento da calibração
T _{ref}	Temperatura de referência da calibração
T _{Seringa}	Temperatura do material da seringa
t	Tempo
t _p	Variável t com p nível de confiança
U	Incerteza expandida
UG	Velocidade induzida pela gravidades
u(x _i)	Incerteza-padrão associada à x _i
$u_c(y)$	Incerteza-padrão combinada associada à y
V	Volume
Vc	Volume do capilar
v _m	Velocidade média do escoamento
W	Largura do microcanal retangular
WP	Largura do molde
XN	Estimativa da grandeza N de entrada
у	Estimativa da grandeza de saída
Z _{CORR}	Profundidade de correlação
$Z_{\textit{CORR}_{E.Browniano}}$	Profundidade de correlação considerando o movimento Browniano
Z	Distância da partícula em relação ao plano do objeto

Letras Gregas

β^2	Constante de valor igual a 3,67
γseringa	Coeficiente de dilatação volumétrica do material que compõe a seringa
Δt	Intervalo de tempo entre registro de imagens
ΔT_L	Variação de temperatura do líquido no início e fim da corrida de calibração

$\delta\rho_{Ar}$	Desvio estimado em relação às condições da fórmula na estimativa da
	massa específica do ar
$\delta \rho_L$	Desvio estimado em relação às condições da fórmula ou curva de
	calibração na estimativa da massa específica do fluido
δ_{CORR}	Altura de correlação
δQ	Desvio aleatório relacionado à repetibilidade das medições de vazão
δt	Desvio relacionado ao tempo de acionamento da bomba e o efetivo início
	do bombeamento
3	Limite para a intensidade de luz da imagem da partícula que contribuem
	para a correlação espacial mensurada
θ	Ângulo do passo do microcanal zigzag
λ	Comprimento de onda da fonte de iluminação
λEmissão	Comprimento de onda de emissão das partículas fluorescentes
$\lambda_{ ext{Excitação}}$	Comprimento de onda de excitação das partículas fluorescentes
$\mu_{_f}$	Viscosidade do fluido
ν	Grau de liberdade
ν_{eff}	Graus de liberdade efetivos
ρ_{Ar}	Massa específica do ar no momento da calibração do sistema de infusão
ρ_{ab}	Massa específica do ar no momento da calibração da balança analítica
$ ho_b$	Massa específica do material dos pesos-padrão utilizados na calibração a
	balança analítica
$ ho_{f}$	Massa específica do fluido
$ ho_p$	Massa específica da partícula traçadora

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Neste capítulo são introduzidas as motivações que conduziram ao estudo da quantificação de incertezas relacionadas às medidas de velocidades obtidas por meio da técnica de velocimetria por imagem de partículas na microescala, os objetivos que norteiam a realização deste trabalho e a organização desta dissertação.

1.1 Motivação

O avanço da miniaturização de processos proporcionou o desenvolvimento de dispositivos microfluídicos com aplicações biológicas, químicas e biomédicas, como: cromatografia, sistema de separação eletroforética, sistemas de bombeamento eletrosmótico, micromisturados e microrreatores (COTTA *et al.*, 2016).

Em uma pesquisa na base de dados *web of Science* com a palavra-chave "*microfluidic devices*" pode-se constatar a diversidade de áreas temáticas desenvolvendo pesquisas sobre o tema desde 1945 até os dias atuais, conforme é apresentado na Figura 1.1. Como pode-se observar na figura, a nanociência e nanotecnologia é a área com maior número de publicações, o que é coerente pois o desenvolvimento dessa área está intrinsecamente relacionado com o desenvolvimento de dispositivos microfluídicos, os quais permitiram a exploração de fenômenos de transporte em escala micrométrica, intermediando a sua extensão para a nanoescala.

A química analítica aparece na Figura 1.1 como a segunda área com maior número de publicações, este número de publicações pode ser atribuído ao seu pioneirismo na utilização das vantagens da redução da escala de operação no favorecimento da performance de dispositivos microfluídicos integrados. Sendo atribuída a esta área o primeiro microssistema de análise total utilizado em cromatografia gasosa (CONVERY e GADEGAARD, 2019).

Outras áreas aparecem com menor número de publicações relacionadas a disposistivos microfluídicos, porém destaca-se que isso não indica propriamente que tais áreas façam menos uso de tecnologias microfluídicas, podendo ser reflexo da

1

interdisciplinaridade do tema, ou seja, um estudo é associado a uma área específica, mas diversas áreas estão envolvidas para a obtenção do resultado final.



Figura 1.1 - Distribuição de publicações por áreas sobre dispositivos microfluídicos entre os anos de 1945 a 2020 na base de dados Web of Science com a palavra chave "microfluidic devices": A-Nanociência e nanotecnologia; B - Química analítica; C - Instrumentação; D -Métodos Bioquímicos; E - Química multidisciplinar; F - Engenharia elétrica e eletrônica; G - Física aplicada; H - Ciências dos materiais; I - Física do fluido de plasma; J - Engenharia Biomédica; K - Físico-química; L - Óptica; M - Eletroquímica; N - Biofísica; O - Engenharia mecânica, P - Biotecnologia aplicada à microbiologia e Q - Engenharia Química.

O interesse de diversas áreas de conhecimento na utilização de tecnologias microfluídicas reside nas seguintes vantagens apresentadas por estas tecnologias: rapidez de operação, utilização de pequenas quantidades de amostras e reagentes, redução na geração de resíduos, separações e detecções de alta resolução, sensibilidade e dispositivos de pequenas dimensões (WHITESIDES, 2006).

A microfluídica lida com fenômenos de transporte em fluidos no interior de dispositivos em escala microscópica e as vantagens supracitadas são decorrentes da exploração do comportamento de fluidos em microcanais (ex.: escoamento laminar), o que proporciona maior controle na concentração de moléculas no espaço e tempo e capacidade de integração de diversas etapas de um processo (NGUYEN e WERELEY, 2006; WHITESIDES, 2006).

Microcanais são componentes básicos de dispositivos microfluídicos, efeitos viscosos são favorecidos em detrimento dos efeitos de inércia devido à redução da escala de operação promover maior relação entre a área de contato da superfície do microcanal com o volume de fluido em escoamento (YAZICIOGLU e KAKAÇ, 2016). Essa

característica exerce significativa influência no campo de velocidades no interior de microcanais e permite a exploração de fenômenos negligenciáveis em escoamentos em macroescala (ex.: escoamento eletrosmótico).

Sendo assim, faz-se necessário a utilização de técnicas de medição com resolução suficiente para permitir a investigação dos fenômenos que ocorrem em escoamentos no interior de dispositivos microfluídicos, com o intuito de promover a validade de modelos matemáticos e teorias que justifiquem a importância de tais fenômenos em microescala e suas implicações em projetos de microdispositivos.

Até o desenvolvimento de técnicas como a velocimetria por imagem de partículas de microrresolução (do inglês, *Micron-Resolution Particle Image Velocimetry* - μ PIV) a maioria dos experimentos realizados em microescala consistia na medição de quantidades globais do escoamento. Por esse motivo, a μ PIV apresenta-se como uma alternativa comumente empregada nos estudos de fenômenos de escoamento em diversas estruturas de geometrias na microescala (WERELEY e MEINHART, 2005; WILLIAMS *et al.*, 2010).

A μ PIV é uma adaptação da técnica de Velocimetria por Imagem de Partícula (do inglês, *Particle Image Velocimetry* - PIV) utilizada quando deseja-se estimar campos de velocidades com elevada resolução espacial, como é o caso de escoamentos em microescala. A PIV é uma técnica bem estabelecida para aplicações na macroescala que possui caráter considerado não-intrusivo e domínio de medição global, é utilizada para medição de campos de velocidades instantâneos utilizando técnicas estatísticas de correlação no processamento de imagens obtidas através do registro, no sensor de uma câmera digital, de imagens de partículas traçadoras em suspensão no fluido em escoamento e iluminadas por uma fonte de luz de alta intensidade em tempos precisamente definidos e controlados (RAFFEL *et al.*, 2018).

WERELEY *et al.* (2002) destacam as três principais características que diferenciam a μ PIV da PIV em macroescala, sendo estas: o tamanho das partículas traçadoras, o efeito do movimento Browniano nas estimativas de velocidade e o método de iluminação das partículas traçadoras.

Na PIV tradicional, usualmente, são utilizadas partículas grandes o suficiente para garantir o espalhamento da luz (em água são utilizadas partículas com diâmetros de 10-30 µm) o que permite negligenciar erros decorrentes do efeito do movimento Browniano. Além disso, a iluminação de tais partículas é realizada por um plano de luz finamente espesso, oriundo da passagem do feixe de laser por um conjunto de lentes cilíndricas e esféricas.

Entretanto, devido à resolução espacial (mícrons ou nanômetros) exigida para escoamentos em microescala, na μ PIV podem ser utilizadas partículas com diâmetros menores que o comprimento de onda do laser, e assim inviabilizando o uso da propriedade de espalhamento de luz e recorrendo-se à utilização de partículas fluorescentes. A redução do tamanho das partículas traçadoras para diâmetros menores que 1 μ m torna o efeito do movimento Browniano significativo nas estimativas de velocidade (a depender da velocidade do escoamento) (SINTON, 2004).

A terceira característica que diferencia a µPIV da PIV, é o método de iluminação que, devido à dificuldade decorrente da escala de operação, torna difícil o alinhamento de um plano de luz como é realizado na macroescala, por isso é utilizada a iluminação de um volume do escoamento, conforme apresentado na Figura 1.2. Nesta figura é ilustrado como a diferença do sistema de iluminação influencia a qualidade das imagens de partículas traçadoras registradas. Na PIV o plano do laser é ajustado para estar contido dentro da profundidade de campo do sistema óptico, ou seja, todas as partículas iluminadas possuiriam uma boa definição.

Contudo, na µPIV a iluminação de volume provoca a iluminação de partículas além da profundidade de campo e este fato tem como consequência o registro de partículas fora de foco juntamente com partículas em foco.



Figura 1.2 - Sistema de iluminação utilizados na PIV em macroescala e µPIV.

Quando a concentração de partículas é alta, o ruído de fundo das partículas fora de foco apresenta elevada influência nas estimativas de vetores de velocidade. Todavia, tratando-se de uma técnica que associa o deslocamento de partículas traçadoras aos

campos de velocidades de um escoamento, é necessária uma densidade de partículas adequadas para promover a estimativa de velocidade com a resolução espacial necessária para escoamentos em microescala, mas que permita o registro de imagem de partículas com definição.

Tendo em vista a quantidade de informação que se pode extrair de um escoamento a partir da capacidade de medição de campos de velocidades instantâneos e, considerando as diversas fontes de incertezas as quais as medições de velocidade oriundas da técnica PIV estão sujeitas, ao longo dos anos o número de publicações relacionadas à quantificação de incertezas de medidas por PIV tem aumentado, conforme apresentado na Figura 1.3 resultante da pesquisa na base de dados *web of Science* com a palavra-chave "*PIV uncertainty quantification*" entre os anos de 2000 e 2020.

Embora o interesse a respeito da quantificação de fontes de incerteza nas medidas obtidas com a utilização da técnica PIV seja crescente, verifica-se que existem poucos estudos relacionados a este tema quando comparado à quantidade de publicações a respeito de dispositivos microfluídicos (Figura 1.1), considerando que a sua adaptação para a microescala (µPIV) também está sujeita a fontes de erro comuns da classe de técnica de medição baseada no rastreamento do deslocamento de grupos de imagens de partículas traçadoras.



Figura 1.3 - Número de publicações por ano com tema de quantificação de incertezas em PIV ("*PIV uncertainty quantification*") em pesquisa realizada na base de dados Web of Science.

As principais fontes de erro da técnica PIV como: tamanho efetivo da imagem de partícula, densidade de imagem de partículas, ruídos de câmera, oscilações de hardware

e distorções ópticas são expostas na Figura 1.4. Nesta figura pode-se observar as inúmeras fontes de erros que as medições obtidas por meio da técnica PIV e seus derivados estão sujeitas em diferentes estágios do procedimento de medição. Destaca-se que as fontes de erros coloridas em amarelo na Figura 1.4 representam as fontes de erro investigadas nesta dissertação.

Observando a Figura 1.4 pode-se ter uma noção da complexidade da estimativa de erros associados às medidas de velocidades obtidas a partir da PIV devido à interação de diversos parâmetros distintos ao longo das etapas com compõem o processo de medição. Por exemplo, distorções ópticas provocadas pelo sistema físico no qual ocorre o escoamento podem ser propagadas para a estimativa de velocidade devido a sua influência sobre a etapa de formação da imagem.

Neste sentido, estudos relacionados à quantificação de incerteza de medição da técnica PIV apresentam diversas abordagens que variam desde a estimativa de incerteza avaliando o processamento de imagens simuladas (o que minimiza incertezas inerentes à implementação experimental), métodos probabilísticos a análise do plano de correlação oriundo de processamento de imagens obtidas experimentalmente e comparadas com outras técnicas de medição (FARIAS *et al.*, 2016; SCIACCHITANO, 2019).



Figura 1.4 - Principais fontes de erro no processo de medição por meio da técnica PIV (SCIACCHITANO, 2019).

Em adição aos erros apresentados na Figura 1.4, as medidas em microescala sofrem os efeitos de movimento Browniano. Devido ao modo de iluminação, efeitos de imagens de partículas fora de foco em um determinado volume de medição (profundidade de correlação) podem proporcionar desvios significativos no campo de velocidades principalmente em casos de escoamentos com gradientes de velocidade como ocorre em escoamentos em microcanais tortuosos utilizados em microtrocadores de calor.

Em consequência da inexistência de um método de medição equivalente e devido aos ruídos presentes nas imagens de partículas obtidas para escoamentos em microescala e propagados para o plano de correlação, métodos de quantificação de incerteza utilizados em PIV, usualmente, não são utilizados para a quantificação de incerteza de medidas de velocidade obtidas através da técnica µPIV.

Neste contexto, a maioria dos estudos tem se concentrado na comparação entre modelos teóricos bem estabelecidos e os dados obtidos experimentalmente, associando a incerteza de medição de velocidade às diferenças obtidas nesta comparação. Efeitos de interação de partículas traçadoras próximas à parede do microcanal, fricção, tensão de cisalhamento e determinação da posição axial do plano focal foram relatados como justificativas para alguns erros que contribuíram para a diferença entre dados teóricos e medidas experimentais (SUGI e OKAMOTO, 2004; BOWN *et al.*, 2005).

Sendo assim, a quantificação das incertezas em medições μ PIV está sujeita às fontes de erros para escoamentos em microescala, dentre as quais destacam-se incertezas associadas ao sistema de bombeamento e caracterização dimensional, visto que diversos trabalhos comparam os dados de velocidade experimentais obtidos com a técnica μ PIV com modelos teóricos, e a falta de confiança nessas variáveis de entrada pode conduzir a associações inconsistentes de incerteza devido a técnica de medição (BRYANT *et al., 2014*; PUCECETTI *et al.*, 2014; PINHEIRO, 2016; DAI *et al.*, 2015a e 2015b).

Conforme apresentado no decorrer deste capítulo introdutório, a técnica µPIV é uma opção para a caracterização de escoamentos em microescala que proporciona resultados com uma significativa riqueza de informação devido a sua resolução espacial e capacidade de proporcionar a visualização de características do escoamento em diversos pontos resultando em medidas instantâneas de campos de velocidade.

Entretanto, o completo potencial da técnica μ PIV como uma ferramenta de investigação confiável em microescala só pode ser obtido a partir de resultados quantitativamente acurados e com repetibilidade (BRYANT *et al.*, 2014).

Apesar da complexidade da identificação e quantificação das possíveis fontes de incerteza das medidas obtidas através da aplicação da técnica µPIV que além das fontes de erro decorrentes do sistema de medição também são sensíveis à erros decorrentes do aparato experimental sob análise do escoamento, para atingir a confiança nos dados obtidos a partir de tais medidas e elevar o caráter qualitativo da técnica ao quantitativo, o rastreamento de tais fontes de incerteza faz-se necessário.

Nesse contexto, o presente estudo é uma extensão dos esforços desenvolvidos com o propósito de quantificar as fontes de incerteza em medições de campos de velocidades a partir da técnica de medição não-intrusiva de velocimetria por imagem de partícula de microrresolução em escoamentos em sistemas microfluídicos.

Nesse estudo serão avaliados os efeitos de parâmetros geométricos na caracterização do escoamento em sistema microfluídicos como a curvatura da seção transversal em escoamentos em capilares e a razão de aspecto de microcanais retangulares.

Para os escoamentos confinados em capilares, foi verificado o efeito das propriedades físicas de fluidos newtonianos (solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve) sobre as estimativas de velocidades em escoamentos em capilares com diferentes diâmetros internos, provocando a análise em diferentes condições de gradientes de velocidade na direção perpendicular ao plano focal.

Além dos parâmetros geométricos, para os escoamentos em microcanais retangulares foram analisadas as influências da utilização de diferentes parâmetros ópticos (lentes objetivas com diferentes magnificações e número de abertura), método de correlação e vazões volumétricas (2 a 199 µL/min).

Os resultados experimentais foram comparados com a solução analítica para um escoamento laminar de um fluido newtoniano, considerando as incertezas dos parâmetros de entrada do aparato experimental por meio da calibração do sistema de bombeamento e caracterização dimensional dos microdispositivos.

Após a verificação da influência dos fatores acima mencionados, avaliou-se o escoamento em um microcanal em zigzag considerando as incertezas experimentais e submetendo as estimativas de velocidades pela técnica µPIV a um escoamento com significativo gradiente de velocidade no plano de medição. Os dados obtidos experimentalmente foram comparados com solução numérica para um escoamento em microcanal zigzag realizado de acordo com OLIVEIRA (2020).

Este estudo foi realizado no Laboratório de Nano e Microfluídica e Microssistemas (LabMEMS/NIDF/PEM/COPPE), com o apoio do Laboratório de Recuperação Avançada de Petróleo (LRAP/COPEE/UFRJ), Laboratório de Desenvolvimento e Otimização de Processos Orgânicos (DOPOLAB/EQ/UFRJ) e Laboratório de Engenharia de Polimerização (ENGEPOL/PEQ/COPPE/UFRJ).

1.2 Objetivos

O estudo elaborado nesta dissertação teve como objetivo principal a análise da confiabilidade nas medições de campos de velocidades estimados pela técnica óptica nãointrusiva de velocimentria por imagem de microrresolução aplicada a escoamentos em microescala.

Considerando as diversas fontes de incerteza que escoamentos em microescalas e a técnica de medição µPIV estão sujeitos, o objetivo principal deste estudo foi subdividido nos seguintes objetivos específicos:

- i) Comparar as medidas experimentais obtidas com a utilização da técnica µPIV para escoamentos em dispositivos microfluídicos retos de seção transversal constante com soluções analíticas para escoamento incompressível de fluidos newtonianos considerando a região de incerteza decorrente da propagação de incertezas de parâmetros experimentais de entrada relacionados à caracterização dimensional e incertezas de microvazão;
- ii) Avaliar o efeito da curvatura da seção transversal e concordância do índice de refração entre o fluido e material da superfície através da caracterizão experimental de escoamento de fluidos com diferentes propriedades físicas (solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve) em capilares com diferentes diâmetros;
- iii) Verificar os efeitos dos parâmetros geométricos, características do sistema óptico e métodos de correlação estatísticas em medidas de velocidade com o uso da técnica µPIV para escoamentos em microcanais retangulares com diferentes razões de aspectos e número de Reynolds; e
- iv) Verificar o efeito da presença de gradientes de velocidade no plano de medição e avaliar o desempenho de diferentes técnicas de correlação na comparação de campos de velocidades obtidos através da técnica µPIV com solução numérica.

1.3 Organização da Dissertação

Esta dissertação apresenta a análise da confiabilidade nas medições de campos de velocidades por meio da utilziação da técnica µPIV. Com a finalidade de proporcionar melhor compreensão sobre o estudo realizado, a estrutura deste trabalho foi organizada da forma apresentada a seguir.

No Capítulo 1 é apresentado as motivações que incentivaram a elaboração desse estudo, introduzindo a importância do tema em estudo;

O Capítulo 2 contém a revisão de literatura na qual são reportados os principais estudos relacionados a quantificação de incertezas em escoamento em microescala, considerando os estudos que avaliam as incertezas experimentais dos parâmetros de entrada, como a incerteza do sistema de infusão de fluido e incerteza de microfabricação. Por fim, são reportados os estudos de quantificação de incertezas em sistemas µPIV.

O Capítulo 3 contém a os princípios básicos do procedimento de medição de campos de velocidades com a técnica de velocimetria por imagem de partículas e, especialmente, as características específicas da sua extensão aplicada no estudo de escoamentos em microescala (velocimetria por imagem de partículas de microrresolução). Neste mesmo capítulo são apresentadas as aplicações e desafios das análises de escoamento em microdispositivos.

A metodologia experimental utilizada na elaboração dessa dissertação é apresentada no Capítulo 4, no qual é abordado desde os métodos de fabricação dos microdispositivos, quantificação das componentes de incerteza e metodologia adotada durante a caracterização dos escoamentos.

A formulação matemática dos modelos teóricos utilizados na comparação com os dados experimentais são apresentados no Capítulo 5, assim como o cálculo da incerteza expandida para os modelos matemáticos considerando as incertezas dos parâmetros experimentais.

Os resultados obtidos através da execução da metodologia experimental adotada são apresentados no Capítulo 6, no qual uma análise e discussão sobre os resultados obtidos nesse estudo é apresentada. Expondo os resultados obtidos para os microdispositivos fabricados, a calibração do sistema de infusão e a propagação desses parâmetros na comparação dos resultados oriundos da medição dos campos de velocidades através da técnica µPIV com modelos teóricos.

O Capítulo 6 apresenta, resumidamente, as principais conclusões resultantes do estudo realizado assim como sugestões para estudos futuros que possam agregar mais informações nos estudos da quantificação das fontes de incertezas nas medições de campos de velocidades através da técnica µPIV.

No Apêndice A dessa dissertação é apresentada a calibração da balança analítica e o Apêndice B apresenta as planilhas de calibração resultantes do procedimento de calibração do sistema de infusão utilizado neste estudo.

CAPÍTULO 2

REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo é apresentada a revisão de literatura sobre a quantificação de incerteza em escoamentos em microescala. Inicialmente é apresentado os estudos que investigaram a propagação de incertezas em sistemas de microvazão e fabricação de dispositivos microfluídicos, sendo estes considerados parâmetros de entrada no cálculo indireto de quantidades do escoamento. Por fim, são apresentados os estudos de quantificação de incerteza em sistemas µPIV, considerando brevemente os métodos atuais para para quantificação de incerteza de sistemas PIV de forma geral.

2.1 Quantificação de Incerteza na Medição de Escoamentos em Microescala

A versatilidade das aplicações de tecnologias microfluídicas em diversas áreas científicas, conforme apresentado no Capítulo 1, promoveu o desenvolvimento e consolidação da fabricação de dispositivos microfluídicos como: microbombas (EZKERRA, 2011), microválvulas (AU *et al.*, 2011), microrreatores (NAVEIRA-COTTA *et al.*, 2015), microtrocadores de calor (DATTA e CHOI, 2015) e outros microcomponentes utilizados em processos químicos, biomédicos e sistemas de resfriamento em microeletrônica, por exemplo.

Entretanto, o projeto e inserção integrada desses dispositivos em sistemas microeletromecânicos exige o conhecimento dos fenômenos que acontecem em seu interior. Neste sentido, diversos estudos experimentais foram conduzidos com o propósito de investigar os padrões de escoamentos, efeitos de mistura e reações que ocorrem em dispositivos microfluídicos (EHRFELD *et al.*, 1994; SUDARSAN e UGAZ, 2006; GOBERT *et al.*, 2017; AL-MUHAMMAD *et al.*, 2018).

Inicialmente, algumas discrepâncias (ex.: queda de pressão e fator de fricção) entre os resultados experimentais de escoamento de fluidos em microcanais publicados e a teoria clássica tiveram sua origem justificada por incertezas experimentais (HETSRONI *et al.*, 2005). Todavia, conforme MORINI *et al.* (2011) relataram, nos últimos anos a

melhoria nas técnicas de microfabricação, inovação e surgimento de técnicas de medição de escoamentos em microescala mais acuradas proporcionaram maior confiabilidade em dados experimentais reportados na literatura e maior concordância com a teoria clássica.

Este estudo também destaca a necessidade do desenvolvimento de técnicas de medição específicas para o campo da microfluídica e/ou refinamento de técnicas utilizadas na macroescala para medições de escoamentos em dispositivos microfluídicos. O que promoveria, portanto, a minimização de erros decorrentes da técnica de medição e permitiria a investigação dos efeitos da escala de operação propriamente.

Devido a redução das dimensões dos canais para microescala e escassez de técnicas experimentais quantitativas com sensibilidade adequada para medição de variáveis dinâmicas como a velocidade, a maioria dos estudos relacionados às medidas de escoamento de fluidos em microescala têm consistido em medições de quantidades globais como vazão volumétrica ou mássica, pressão e empuxo (MEINHART *et al.*, 2000a).

Sendo possível o cálculo indireto da velocidade média do escoamento considerando a área da seção transversal do microcanal, propriedades do fluido e vazão, desta forma submetendo a medição da velocidade média do escoamento às incertezas associadas à vazão em microescalas e geometria do microcanal. Portanto, nesta seção são apresentados alguns estudos que lidaram com a quantificação de incerteza em microvazões (subseção 2.1.1) e de microfabricação (subseção 2.1.2).

Nesse contexto, técnicas ópticas consideradas não-intrusivas como a µPIV apresentam-se como uma alternativa adequada para medição de campos de velocidades instantâneos, com a resolução espacial necessária para a caracterização de escoamento em microescala em dispositivos com acesso óptico.

Contudo, assim como todas as técnicas de medição, a μ PIV está sujeita a fontes de erros que podem ter sua origem em diferentes etapas do procedimento de medição, e introduzem incertezas nos dados experimentais obtidos por meio da utilização da técnica e os estudos acerca deste tema serão abordados na subseção 2.1.3.

2.1.1 Propagação de incerteza em microvazão

Devido à importância em se estabelecer rastreabilidade e confiabilidade em dispositivos propulsores de microvazão tanto para aplicações científicas, com o advento da microfluídica e nanotecnologia (VIKSE *et al.*, 2012), como no transporte de fármacos
(BAERT *et al.*, 2008), a comparação de padrões para microvazão é tema recorrente em estudos realizados por institutos de metrologia.

KÖNING *et al.* (2010) utilizaram o método de velocimetria laser-Doppler nas medidas de campo de velocidade em um microcanal retangular com dimensões de (1595 \pm 5) µm x (107 \pm 1) µm para um escoamento laminar de fluido newtoniano induzido por pressão hidrostática a fim de determinar vazões de 30 µL/min. As medidas foram comparadas com o método gravimétrico e obteve-se uma incerteza nas medidas de velocidade igual a 0,18%. As principais fontes de incerteza mencionadas no estudo foram na estimativa da frequência Doppler, resolução espacial devido o diâmetro das partículas e evaporação da água (no método gravimétrico).

SAIRANEN e HEINONEN (2014) propuseram uma alternativa ao método gravimétrico (significativamente influenciado pela evaporação da água na pesagem) para calibração de bombas de infusão para uma faixa de vazão de 0,1 a 10 µL/min, baseado nas propriedades higroscópicas de uma mistura ar/água formada a partir da mistura da água oriunda da bomba e uma corrente de ar seco. Para essa metodologia, foi relatado que as principais fontes de incerteza encontradas foram a vazão de ar seco e a medida da pressão da mistura. O valor da incerteza aumentou conforme diminuiu-se as vazões testadas, o que foi justificado pelas flutuações da evaporação da água no misturador.

JEON e CHUA (2018) calibraram um escoamento em microvazão gerado por um filamento condutor de eletricidade através do monitoramento da diferença de potência de saída do sistema indicando um método alternativo tanto para a calibração quanto para a infusão de fármacos.

Bombas de seringa são tipos de bombas de infusão destinadas à infusão controlada de líquidos por meio de uma seringa de acionamento único na qual a propulsão da vazão é gerada por um motor de passos instalado no sistema, que movimenta o êmbolo da seringa, dispensando o fluido a ser bombeado. Esse tipo de sistema de infusão é amplamente utilizado em aplicações clínicas, e sua capacidade em gerar a vazão de líquido em microlitros pode variar para diferentes fabricantes e faixa de vazão de interesse. A qualidade do bombeamento usualmente é função da velocidade de escoamento e nas dimensões da seringa (ABNT NBR IEC 60601-2-24:2015; SAIRANEN e HEINONEN, 2014).

Utilizando uma bomba de seringa para provimento de microvazão em um dispositivo microfluídico implantável para o transporte de fármacos para ação neurônios

in vivo, RATHNASIGHAM e KIPKE (2004) calibraram o sistema de infusão por meio da análise de perda de carga.

Apesar de algumas alternativas estudadas, as investigações acerca de medições de microvazão concentram-se na determinação dessa grandeza integrada de forma indireta. Comumente, métodos gravimétricos são utilizados na rastreabilidade de escoamento em microvazões (BISSIG *et al.*, 2015; OGHEARD *et al.*, 2015 e DIAS *et al.*, 2016), para os quais a principal fonte de erro é a evaporação da água durante a determinação da massa de líquido transportado e oscilações no sistema de bombeamento.

KOVAC *et al.* (2002) verificaram a confiabilidade na utilização de uma bomba de seringa em relação aos efeitos de campo magnético na administração de contraste para exame de imagem de ressonância magnética através a aplicação do método gravimétrica em diferentes distâncias.

A maioria dos estudos envolvendo a utilização do método gravimétrico na calibração de bombeamento por bombas de seringa utiliza água como fluido de referência, todavia, tendo em vista a utilização desse sistema de infusão em fármacos e fluidos com propriedades físicas diferentes da água, BATISTA *et al.* (2015) avaliaram o efeito da utilização de outros fluidos sobre as estimativas de incerteza do sistema e verificaram que não existe diferenças significativas.

DIAS *et al.* (2016) avaliaram um método para prover rastreabilidade metrológica em um sistema de medida de microvazão através de método gravimétrico utilizando modelo matemático de conversão de massa para volume apresentado na ISO 4787, considerando os efeitos de evaporação, térmicos e influências ambientais. Em sua conclusão sugere a utilização de tal sistema como referência para experimento utilizando µPIV.

Tendo em vista que a maioria dos ambientes clínicos, onde a bomba de seringa é bastante empregada, não possuem todo o aparato necessário para calibração segundo o método gravimétrico, e utilizam um método de calibração secundário, dispositivos medidores de vazão, a fim de avaliar a acurácia desse sistema de infusão. BATISTA *et al.* (2017) comparam o método gravimétrico e um dispositivo medidor de vazão na calibração de um sistema de infusão composto por uma bomba de seringa, e concluíram que o método gravimétrico apresenta menores valores de incerteza para baixos valores de vazão quando comparado aos resultados oriundos do método secundário.

LEE *et al.* (2018) também compararam os dois métodos de calibração, mas nesse caso utilizando o método gravimétrico dinâmico para a quantificação das incertezas em três métodos de bombeamento sendo um deles a bomba de seringa.

Conforme relatado na literatura, pode-se observar que apesar de alternativas mais práticas ou modernas, o método gravimétrico ainda é o método mais empregado nas análises em microvazão devido estar baseado na medição de grandezas físicas fundamentais.

2.1.2 Análise de incerteza em microfabricação

Microfluídica é a ciência e tecnologia de sistemas microfabricados para processamento e manipulação de pequenas quantidades (10⁻¹⁵L a 10⁻⁹L) de fluidos, utilizando canais com dimensões de dezenas a centenas de micrometros. São componentes básicos de dispositivos microfluídicos: reservatórios, câmaras e microcanais (NGE et al., 2013).

Segundo a classificação apresentada por SOBHAM e PETERSON (2008), a classificação de microcanais baseia-se na dimensão da maior dimensão da seção transversal, conforme apresentado na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Classificação de microcanais.		
Canais convencionais	$5 \text{ mm} < D_{I}$	
Minicanais	$1 \text{ mm} < D_I < 5 \text{mm}$	
Microcanais	$D_I < 1 mm$	

D_I - maior dimensão da seção transversal do microcanal ou diâmetro hidráulico em caso de canais com formatos irregulares.

Nos estudos iniciais era comum a utilização de vidro ou silício na fabricação dos microcanais presentes em dispositivos microfluídicos (WHITESIDES, 2006). Entretanto, devido as diversas aplicações dessa tecnologia em áreas biomédicas e a necessidade de acesso óptico para a observação dos fenômenos internos, a utilização do polímero PDMS (Polidimetilsiloxano) (ou outros polímeros como policarbonato) como material de fabricação para dispositivos microfluídicos tem sido muito bem explorado pela comunidade científica (NG *et al.*, 2002).

MADOU (2011) apresenta algumas das diversas técnicas utilizadas na fabricação de dispositivos microeletromecânicos como: fotolitografia, litografia, gravura a seco e molhada, deposição química ou física de vapor e outras e impressão laser. Destacando que algumas técnicas embora rápidas não fornecem a resolução e qualidade necessária para fabricação de dispositivos que operarão na microescala, com erros decorrentes das dimensões da máscara do fotoresistor ou velocidade em procedimentos de gravura.

JALURIA (2018) ressalta que as incertezas oriundas das etapas de fabricação de microcanais para uso em microfluídica são particularmente críticas, pois podem afetar os formatos e as dimensões finais do microcanal e assim tais erros em relação às dimensões nominais podem ter efeitos catastróficos em projetos que integram esses microcanais como dissipadores de calor ou microrreatores.

BADASH *et al.* (2014) verificaram o efeito da etapa de cura do PDMS sob as dimensões de projeto de microcanais fabricados através de litografia macia, observando uma contração nas dimensões em função da temperatura de cura.

COLMAN (2017) também observou diferenças entre as dimensões nominais e as medidas nos microcanais fabricados em UA (Uretana acrilato) e PDMS por litografia macia. A justificativa para as diferenças nas dimensões foi atribuída à etapa de usinagem dos moldes, viscosidade dos polímeros utilizados e erros decorrentes da própria etapa de caracterização dimensional.

PUCCETTI *et al.* (2014) reportaram a diferença entre o formato de uma microcanal nominalmente retangular e o microcanal real. A partir de medições de campos de velocidades utilizando a técnica µPIV verificaram a geometria real do microcanal utilizando a técnica como um método não destrutivo de caracterização dimensional e constataram uma seção transversal trapezoidal.

Então, PINHEIRO (2016) aplicou problemas inversos nas medidas obtidas no trabalho anterior, utilizando a técnica da transformada integral generalizada como solução do problema direto do escoamento a fim de caracterizar a geometria do microcanal.

2.1.3 Quantificação de incertezas em µPIV

A medição bidimensional do campo de velocidades pela técnica PIV é resultante da estimativa (com o uso de técnicas estatísticas de correlação) do deslocamento ΔX no plano de imagem de um grupo de imagens de partículas traçadoras durante o tempo entre registros dos quadros (Δt) que compõem os pares de imagem e a magnificação proporcionada pelo sistema óptico (M), conforme apresentada na Equação 2.1.

$$\mathbf{v}(x,y) = \frac{\Delta X}{M\Delta t} \tag{2.1}$$

SCIACCHITANO (2019) apresenta uma expressão para o cálculo da incerteza da velocidade estimada com o uso da técnica PIV (Equação 2.2), considerando a propagação de incertezas e assumindo ΔX , Δt e M como variáveis independentes.

$$\left(\frac{U(\mathbf{v})}{\mathbf{v}}\right)^2 = \left(\frac{U(\Delta \mathbf{X})}{\Delta \mathbf{X}}\right)^2 + \left(\frac{U(\Delta t)}{\Delta t}\right)^2 + \left(\frac{U(\mathbf{M})}{M}\right)^2$$
(2.2)

sendo $U(x_i)$ a incerteza expandida referente à estimativa de velocidade, estimativa de deslocamento, intervalo de aquisição de imagens e magnificação do sistema óptico.

No mesmo estudo é destacado que a incerteza associada às medições de velocidades, por meio da técnica PIV bidimensional, é dominada pela incerteza relacionada ao deslocamento $(U(\Delta X))$. Pois, a modernização de sistemas de emissão de pulsos de laser proporcionou sistemas com incertezas associadas ao intervalo de aquisição de imagens $(U(\Delta t))$ em torno de 1 ns (o que pode ser considerado desprezível frente a medições com período de separação entre pulso de laser acima de 1 µs), e a realização de um procedimento de calibração conduzido adequadamente é suficiente para permitir o negligenciamento da incerteza de calibração e magnificação (U(M)).

Sendo assim, os métodos de quantificação de incertezas relacionadas às medições de velocidades utilizando a técnica PIV concentram-se na estimativa da incerteza de deslocamento.

WIENEKE (2017) resume na Tabela 2.2 as principais fontes de erros que contribuem para incertezas nas medições realizadas com o uso da PIV e destaca que fontes de erro como tamanho de imagem de partícula, densidade de imagem de partícula, ruído de câmera, distorções ópticas e outros tipos de ruído de imagem são codificadas de alguma forma nas imagens registradas.

Contudo, erros sistemáticos como a cronometragem, desvio de sincronização, variações de componentes de hardware envolvidos (câmeras, laser e outros) devem ser corrigidos para não serem propagados desnecessariamente.

Além disso, ressalta-se que são destacadas na Tabela 2.2 as fontes de erro que serão estudadas nesta dissertação.

Etapa	Cadeia de medida	Problemas críticos	Fonte de erro
Características	Compo do accomento	Escalas de tempo e	Cisalhamento, rotação,
experimentais	Campo de escoamento	espaço	descontinuidades
Sistema de aquisição de imagem	Sistema físico	Acesso óptico	Distorções, índices de refração
Sistema de aquisição de imagem	Sistema fisico	Ambiente	Densidade, pressão, umidade
	Partículas traçadoras	Resposta da partícula Imagem de partícula	Tempo de relaxamento, espalhamento ou emissão de luz, densidade de partícula Partícula fora de foco
	Iluminação	Não uniformidade	Reflexão, ruído de fundo, temporizador, sincronização
	Registro de imagem	Câmera Lentes	Resolução, calibração, sincronização Aberrações ópticas
Estimativa de velocidade		Pré-processamento	Filtros
	Processamento	Estimativa de velocidade	Correlação, deslocamento sub- pixel, gradientes de velocidade
	Validação de dados	Detecção de outliers	Refinamento de vetores
Física	Redução de dados	Quantidades derivadas	Resolução espacial
		Estatísticas	Convergência estatística

Tabela 2.2 - Principais fontes de erro na PIV (WIENEKE, 2017).

As estratégias abordadas pelos métodos de quantificações de incertezas nas medidas realizadas pela técnica PIV podem ser divididas em dois grupos: o primeiro grupo baseia-se na determinação de todos os parâmetros que influenciam a medida de incerteza, e determinam seus efeitos na estimativa final (método *a priori*); o segundo grupo reúne as abordagens que analisam a função de correlação e conjunto de imagens de escoamento registradas, considerando que essa etapa é resultante da contribuição de todos os parâmetros que influenciam na medida de incerteza (método *a posteriori*) (RAFFEL *et al.*, 2018; SCIACCHITANO, 2019).

BHATTACHARYA *et al.* (2018) classificou os métodos *a posteriori* de quantificação de incerteza em PIV em métodos indiretos e diretos. Os métodos indiretos recorrem às informações de calibração pré-calculadas para estimar a incerteza de medição. Os métodos de superfície de incerteza (TIMMIS *et al.*, 2012) e métrica de razão sinal-ruído de correlação cruzada (CHARONKO e VLACHOS, 2013) são exemplos de métodos desta categoria.

No primeiro método, uma superfície de incerteza é construída por meio do processamento de imagens sintéticas geradas a partir da análise de possíveis fontes de erros e os limites de incerteza para o vetor de velocidade é estimado através do exame das imagens experimentais considerando a superfície de incerteza gerada.

O método de razão sinal-ruído de correlação cruzada está baseado nas informações contidas no plano de correlação cruzada, o erro do deslocamento da imagem de partícula estimado é baseado na razão sinal-ruído da função de correlação. Quanto maior a razão sinal-ruído, menor será a incerteza de medição estimada por esse método.

Os métodos diretos estimam a incerteza de medição a partir de informações *a priori*, obtidas diretamente do plano da imagem. No método de disparidade de partícula (SCIACCHIATANO *et al.*, 2013), a incerteza padrão é obtida pela análise estatística oriunda da comparação entre informações do campo de velocidades e algoritmo de processamento para verificar a concordância entre os vetores estimados e o deslocamento das imagens de partículas registrado nos quadros de imagens.

O método de correlação estatística apresentado por WIENEKE (2015), inclui a avaliação da contribuição dos pixels para o pico de correlação à análise da contribuição das imagens de partículas na estimativa da incerteza de medição do deslocamento das imagens de partículas.

O método do momento do plano de correlação apresentado por BHATTACHARYA *et al.* (2018) considera o plano de correlação como uma representação de todos os padrões de deslocamento das imagens de partículas combinados com as várias fontes de erros. A incerteza padrão do deslocamento medido é estimada considerando o momento de segunda ordem da função de densidade de probabilidades da região do pico principal.

Esses métodos foram comparados no sistema PIV para medidas com dados experimentais por SCIACCHIATANO *et al.* (2015) e BOOSMA *et al.* (2016) utilizando validação com medidas de anemometria a fio quente e velocimetria a laser-Doppler, respectivamente.

Tendo em vista a importância da quantificação de incertezas nas medições de velocidade pela técnica PIV, alguns métodos *a posteriori* apresentados nesta seção foram incluídos em softwares comerciais, conforme exposto na Tabela 2.3, na qual consta as empresas, denominação do pacote computacional e método de quantificação de incerteza incluído.

Empresa	Software	Método de quantificação de incerteza	Autores
LaVision GmbH	DaVis®	Correlação estatística	Wieneke (2015)
TCI	Insigth 4C®	Bazão da pias da correlação.	Charonko e Vlachos
151	Ilisigui 40	Razao de pico de correlação	(2013)
DANTEC Dynamic Studio [®]		Disparidada da partícula a	Sciacchiatano et al. (2013)
	Dynamic Studio [®] 6.7	Razão de pico de correlação	e Charonko e Vlachos
			(2013)

 Tabela 2.3 - Métodos de quantificação de incerteza disponibilizados em softwares comerciais.

Em termos de propagação de incerteza das medidas de velocidade estimadas na técnica PIV, SCIACCHITANO *et al.* (2016) apresentaram um método para estimativa de incerteza de quantidades derivadas de medidas de velocidades e quantidades médias utilizando a equação de incerteza combinada e o método estatístico de correlação destacando o efeito de número de amostras independentes.

Os métodos de quantificação de incerteza *a posteriori* apresentaram alternativas poderosas para a investigação da confiabilidade nas estimativas de velocidade experimentais obtidas com a técnica PIV. Entretanto, a necessidade de imagens com elevada qualidade e plano de correlação com elevada razão sinal-ruído ainda são desafios para a efetivação destas técnicas na quantificação de incerteza de medidas obtidas na caracterização de escoamento em microescala pela técnica µPIV, cujas imagens de partículas refletem os efeitos do método de iluminação de volume (ruído de fundo), pequenas dimensões dos microcanais que provocam a redução da densidade de partículas e tais efeitos são propagados para o plano de correlação e, consequentemente, para a razão sinal-ruído.

Em acréscimo às fontes de erro apresentadas na Tabela 2.2, em um sistema µPIV, erros devido ao movimento Browniano das partículas (partículas pequenas e baixas velocidades de escoamento) (OLSEN e ADRIAN, 2000a; DEVASENATHIPATHY *et al.*, 2003), resolução espacial (fortemente influenciada na direção axial pela profundidade de correlação devido o modo de iluminação) e distorções ópticas decorrentes de flutuações no índice de refração (KOUKOURAKIS *et al.*, 2016) devem ser consideradas como fontes de incerteza.

Contudo, ao contrário do que foi apresentado para as estimativas de incerteza para o sistema PIV em macroescala, devido a ausência de uma técnica de medição mais acurada correspondente e a ocorrência de escoamentos com baixo número de Reynolds na microescala, a maioria dos estudos que investigam a acurácia das estimativas de velocidade recorreram ao método *a priori* baseado na comparação das medidas de campo de velocidades nos sistemas fluídicos com soluções analíticas ou numéricas do escoamento para as geometrias estudadas na análise de incerteza de medição da técnica µPIV.

Devido à geometria simples e conceitos fluidodinâmicos bem estabelecidos, estudos comparativos entre os perfis de velocidades obtidos experimentalmente e teóricos para escoamentos de fluidos newtonianos em microcanais de seção transversal constante foram realizados avaliando o efeito de fatores como: profundidade de campo e resolução fora do plano focal em um escoamento confinado em um microcanal retangular com partículas fluorescentes suspensas em água (MEINHART *et al.* 1999); distorções ópticas decorrentes de curvatura da superfície da seção de teste e concordância de índice de refração do fluido em escoamento com material do microcanal (KOUTSIARIS *et al.*, 1999) e SUGI e OKAMOTO, 2004).

Com o propósito de simplificar estudos relacionados a escoamento de fluidos biológicos (ex.: sangue), experimentos *in vitro* são comumente realizados utilizando microtubos como modelos representativos de artérias e capilares presentes no sistema circular de seres vivos. Todavia, a visualização de escoamentos em seções transversais com paredes curvas está sujeita a distorções ópticas decorrentes de curvatura e índice de refração do fluido em escoamento com material da superfície, podendo provocar pontos cegos nas regiões próximas à parede e múltiplas imagens, diminuindo a acessibilidade óptica nas regiões de borda (LOEW e KUTT, 1992).

BUDWIG (1994) indicou a imersão da superfície curva em um recipiente com paredes planas preenchido com um fluido com índice de refração correspondente ao índice de refração do fluido em escoamento a fim de minimizar efeitos citados no parágrafo anterior.

Nesta perspectiva, KOUTSIARIS *et al.* (1999) utilizaram a técnica μ PIV na caracterização do escoamento de uma solução de glicerol e água com partículas traçadoras de vidro suspensas em um capilar de vidro imerso na mesma solução e comparam os perfis de velocidade experimentais com resultados teóricos considerando um perfil parabólico para um escoamento incompressível de um fluido newtoniano.

OKUDA *et al.* (2003) e SUGII e OKAMOTO (2004) recorreram a um microtubo fabricado em polímero de etileno flueoretado (PEF) imerso em água com o intuito de aproximar os índices de refração entre a água, suspensão de células vermelhas de sangue e do material da superfície curva a fim de realizar medições de campos de velocidades médios através da técnica µPIV, verificando o comportamento reológico da água em relação a um perfil parabólico e da suspensão com células sanguíneas.

Considerando a potencial exploração de escoamentos bifásicos em microescala no favorecimento de reações e misturas, MIESSNER *et al.* (2008) investigaram o efeito da diferença entre índices de refração combinado com a curvatura da interface entre dois líquidos imiscíveis nas estimativas de velocidade através da técnica µPIV. Em seu estudo propuseram a combinação da proporção mássica da composição dos fluidos em escoamento, com o intuito de aproximar os índices de refração e assim diminuir o efeito de distorções ópticas que limitariam acessibilidade óptica e reduzindo os desvios entre a localização e velocidade mensurada em 0,5 % do valor obtido para condições de completa correspondência de índices de refração.

A partir da comparação dos perfis de velocidade de dados experimentais e dados simulados para escoamentos em microcanal reto e com ranhura, BOWN *et al.* (2005) reportaram que o fator determinante nas discrepâncias verificadas não foi a resolução espacial, com a qual os dados experimentais foram determinados, mas a precisão com a qual os parâmetros experimentais, como a determinação da distância axial, podem ser determinados.

SILVA *et al.* (2008) e SILVA *et al.* (2009) utilizaram a técnica μ PIV para determinação de características de microcanais como geometria e rugosidade, e para evitar erros na determinação da posição axial das medidas, determinaram diversos perfis de velocidade ao longo do eixo do canal através de uma espécie de uma varredura de medição (*Scanning PIV*) e verificaram a incerteza de medição através da comparação de um perfil parabólico teórico e o perfil parabólico ajustado para a velocidade máxima obtida experimentalmente.

A estratégia de escaneamento dos perfis de velocidade ao longo da profundidade do sistema microfluídico (*Scanning* PIV) também foi utilizada por KLOOSTERMAN *et al.* (2011) para a determinação da velocidade máxima no escoamento em um capilar, a fim de determinar a coincidência entre plano focal e o plano central do capilar, considerando o efeito da profundidade de correlação no volume de medida e as variações decorrentes da utilização de diferentes sistemas ópticos de magnificação.

BRYANT *et al.* (2014) tratam a estimativa da profundidade de correlação como uma importante "intuição" do volume de medição que influencia a estimativa do campo de velocidades, todavia, apresentam a abordagem de amostragem de volume considerando características do escoamento, as incertezas experimentais (geometria do canal, vazão da bomba e calibração do campo de visão da câmera, desalinhamento da câmera) para a estimativa do volume de medida e um perfil de velocidade acurado, efeito

de processamento e apresenta uma análise crítica à metodologia de varredura para a determinação das regiões centrais do escoamento.

CIERPKA *et al.* (2012) utilizaram medidas experimentais obtidas coma a μ PIV bidimensional e simulações numéricas para determinar a acurácia e incerteza das técnicas de reconstrução da terceira componente do vetor de velocidade, μ PIV estereoscópico e μ PTV por astigmatismo, verificando as limitações do sistema μ PIV bidimensional para regiões de significativos gradientes de velocidade e movimento perpendicular ao plano de medição. Destaca-se que nesse estudo foi utilizado um algoritmo de processamento de imagens com formato de janelas de interrogação fixa o que pode ter limitado o desempenho da técnica μ PIV bidimensional para as características do escoamento estudado.

As análises de padrão de escoamento foram extendidas para microcanais com geometrias tortuosas (ex.: microcanais senoidais, zigzag), as quais são utilizadas no projeto de micromisturadores, microtrocadores de calor e sistemas de microfiltração devido o favorecimento de aspectos termohidrodinâmico decorrentes da presença de escoamentos secundários e vórtices que favorecem a transferência de calor e massa.

Alguns estudos (XIONG e CHUNG, 2008; DAI *et al.*, 2015a) associam a incerteza experimental das medições obtidas com a técnica µPIV para escoamentos unidirecionais em microcanal reto às incertezas das medições em microcanais tortuosos na presença de vórtices e significativos movimentos de partículas fora do plano de medição.

Esta prática pode conduzir a valores de incerteza de medição inferiores ao valor correspondente para padrões de escoamento que exigem algoritmos de processamento capazes de caracterizar escoamentos com gradientes de velocidade e, consequentemente, sujeitando as medidas de velocidade a fontes de erro que não estão presentes em escoamentos unidirecionais em microcanais retos.

Estudos conduzidos por ZHENGYING *et al.* (2012) e DAI *et al.* (2015a, b) compararam as medidas experimentais de velocidade da técnica µPIV para escoamentos em microcanais tortuosos com soluções numéricas obtidas com CFD nas regiões em que gradientes de velocidades eram presentes.

Destaca-se que a partir dos resultados obtidos por DAI *et al.* (2015b) que indicaram que o microcanal com ângulo de zigzag igual a 45° foi o que proporcionou zonas de recirculação mais intensas e maiores, esse valor de ângulo foi selecionado para o projeto do microcanal em zigzag a ser utilizado na caracterização do escoamento na presença de gradientes de velocidade nesta dissertação. Entretanto, a geometria da seção transversal

foi diferente (nessa dissertação foi utilizada uma seção transversal quadrada) e as dimensões foram reduzidas devido o campo de visão do sistema óptico utilizado.

Verifica-se que a estimativa dos erros associados às medidas experimentais de velocidade através da técnica µPIV é um tema pertinente na literatura. Entretanto, a interação de diversos parâmetros experimentais e característicos da aplicação da própria técnica tornam a quantificação das fontes de incerteza de medição uma tarefa complexa, porém necessária para a qualidade das medidas quantitativas realizadas com aplicações em microfluídica.

Nesse contexto, a presente dissertação de mestrado se insere nos esforços relacionados à investigação da acurácia das medições de velocidade obtidas com a técnica µPIV, através da análise e quantificação das fontes de incerteza de entrada nas medições de campos de velocidades de escoamentos em geometrias simples utilizando a µPIV comparadas com a solução para um escoamento laminar de fluido Newtoniano, avaliando o efeito da variação da seção transversal e profundidade do sistema microfluídico, propriedades físicas características ópticas das objetivas e vazões volumétricas.

Posteriormente, a análise do escoamento em uma geometria mais complexa, um microcanal em zigzag, foi realizada a fim de avaliar a qualidade das medições em um sistema com escoamento secundário e os resultados experimentais foram comparadas com a solução numérica do escoamento através do método de volumes finitos conforme descrito em OLIVEIRA (2020).

CAPÍTULO 3

FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo são apresentados alguns conceitos básicos da medição de campos de velocidades através da velocimetria por imagem de partículas assim como extensão, para escoamento em sistemas microfluídicos. Conceitos relacionados à análise de incertezas também são abordados

3.1 Velocimetria por Imagem de Partículas

A Velocimetria por Imagem de Partículas é uma técnica óptica considerada nãointrusiva, na qual campos de velocidades instantâneos de toda a região de medição são inferidos a partir da visualização e registro em pares de imagens do deslocamento de grupos de partículas traçadoras dispersas homogeneamente no fluido em escoamento e iluminadas em instantes consecutivos (t, t+ Δ t) por uma fonte de luz de alta energia (usualmente utiliza-se laser com comprimento de onda a ser definido em função das partículas traçadoras a iluminar).

As imagens das partículas formadas no sensor digital da câmera (matriz de pixels) são transferidas para um computador, onde são subdivididas em pequenas janelas de interrogação e processadas. Conforme apresentado na Figura 3.1, com o uso da técnica estatística de correlação, são estimados os vetores de deslocamento das imagens de grupos de partículas localizadas em cada janela de interrogação para cada par de imagem adquirido (cuja calibração da imagem permite a conversão de pixels para unidades de medidas dimensionais), sabendo-se o intervalo de tempo entre os registros das imagens, o campo de velocidades é estimado, considerando-se as características ópticas da configuração experimental para aquisição dos dados. (ADRIAN, 1991; RAFFEL *et al.*, 2018).



Figura 3.1 - Princípio de aquisição e processamento de dados por PIV.

ADRIAN e WESTERWEEL (2011) e RAFFEL *et al.* (2018) apresentam uma extensa e rica quantidade de informações acerca dos princípios físicos, equipamentos, funcionamento e aplicações da técnica PIV e seus derivados. A seguir é apresentado, brevemente, as etapas básicas para a execução das medições de campos de velocidades por meio da técnica PIV.

A implementação da técnica PIV é dividida em quatro etapas principais: (1) inserção de partículas traçadoras uniformemente distribuídas no fluido em escoamento em uma seção de medição com acesso óptico; (2) iluminação do plano ou volume de medição através de uma fonte de luz de alta energia; (3) registro das imagens das partículas em movimento através de uma câmera de alta velocidade; e (4) obtenção do campo de velocidades através do processamento adequado das imagens adquiridas.

Na Figura 3.2 é apresentado o fluxograma do processo de medição de campos de velocidades através da técnica PIV. Os números indicados no fluxograma representam em que momento do processo as etapas principais supracitadas estão presentes. No início do processo tem-se um escoamento com as partículas traçadoras inseridas, a partir da iluminação do escoamento é possível realizar o registro das imagens das partículas traçadoras no sensor da câmera. Então, através do processamento das imagens, os campos de velocidades são estimados.



Figura 3.2 - Processo de medição com a técnica PIV.

3.1.1 Partículas traçadoras

Segundo ABRANTES *et al.* (2012), a seleção da partícula traçadora dependerá das características do experimento (ex.: padrão de escoamento, velocidade e massa específica do fluido em escoamento) e é um fator determinante para a qualidade das imagens e para a manutenção do caráter não-intrusivo de qualquer técnica baseada na PIV, uma vez que, embora seja necessário selecionar uma partícula grande que espalhe o máximo de luz possível (no caso de partículas fluorescentes, máxima emissão de luz), a mesma deve estar uniformemente distribuída no fluido e seguir o escoamento do fluido sem influenciar o movimento estudado, para que o campo de velocidades estimado represente o movimento do fluido.

Os principais efeitos físicos que devem ser considerados na seleção das partículas que rastrearão o escoamento estudado são os efeitos da gravidade e de inércia sobre as partículas traçadoras. Estes efeitos podem ter como consequência a sedimentação das partículas e atraso significativo da resposta da partícula em relação às variações na aceleração do escoamento, respectivamente. E dessa forma, descaracterizando a técnica e tornando inapropriada a consideração base da técnica PIV, ou seja, que o movimento das partículas representa o escoamento do fluido em estudo.

Segundo RAFFEL *et al.* (2018), considerando partículas esféricas e validade do arrasto de Stokes, as equações 3.1 e 3.2 podem ser utilizadas para verificar os efeitos da gravidade e inércia sobre as partículas, respectivamente.

$$\mathbf{U}_{G} = d_{p}^{2} \frac{\left(\rho_{p} - \rho_{f}\right)}{18\mu_{f}} \mathbf{g}$$
(3.1)

$$\tau_p = d_p^2 \frac{\rho_p}{18\mu_f} \tag{3.2}$$

sendo \mathbf{U}_{G} a velocidade induzida pela gravidade, d_{p} o diâmetro da partícula traçadora, ρ_{p} massa específica da partícula traçadora, ρ_{f} a massa específica do fluido, μ_{f} a vicosidade dinâmica do fluido, \mathbf{g} a aceleração da gravidade que age sobre o fluido e a partícula e τ_{p} representa o tempo de resposta da partícula traçadora em relação à mudança na aceleração do fluido em escoamento.

A partir da Equação 3.1 infere-se que um modo de evitar a sedimentação de partículas durante o escoamento, reside na utilização de partículas com massa específica próximas a do fluido em escoamento e redução do diâmetro das partículas traçadoras, sendo esta última ação também um modo de diminuir o tempo de resposta da partícula em relação às mudanças no escoamento (Equação 3.2).

A visibilidade de uma partícula traçadora no plano de imagem é função de diversos parâmetros como a propriedade de espalhamento ou emissão de luz da partícula, intensidade de luz, sensibilidade do instrumento de registro das imagens e sensor.

Para a obtenção de registros de imagens de escoamentos através da técnica PIV de elevada qualidade, MELLING *et al.* (1997) indicam a utilização de partículas uniformemente distribuídas no fluido com o maior diâmetro possível (respeitando os limites de sedimentação e inércia) e seleção de concentração de partículas no fluido que proporcione, aproximadamente, 15 imagens de partículas por janela de interrogação, com o propósito de promover elevada razão sinal-ruído (razão entre o sinal de maior pico de correlação e os picos de ruído) e consequente melhoria na qualidade das estimativas de velocidade.

Esta proposta de concentração de imagens de partículas por janela de interrogação foi indicada, inicialmente, no estudo realizado por KEANE e ADRIAN (1990) no qual foi verificado, a partir de simulações via Monte Carlo, que a otimização da densidade de imagens de partículas por janela de interrogação deve ser combinada com parâmetros relacionados ao deslocamento de imagens de partículas dentro de uma janela de interrogação e movimento fora do plano, para proporcionar condições de registro das imagens do escoamento que favoreçam o processamento dos sinais de intensidade de luz espalhadas ou emitidas pelas partículas traçadoras.

Entretanto, conforme será apresentado no decorrer deste texto, algumas derivações da técnica PIV (ex.: técnica µPIV) estão sujeitas às limitações físicas que inviabilizam o registro de imagens com essa densidade de imagens de partículas, o que provoca a diminuição da razão sinal-ruído. Nesses casos recorre-se a outras opções para a melhoria do sinal do pico de correlação, como a estimativa de velocidade através da sobreposição de imagens de partículas, planos de correlação ou campos de velocidades.

3.1.2 Fonte de iluminação

Devido à capacidade de emissão de luz monocromática com elevada densidade de energia e manipulação em finos planos de luz, lasers são amplamente utilizados para a iluminação e registro de partículas traçadoras sem aberrações cromáticas, ou seja, a utilização de uma fonte de luz com um comprimento de onda específico inibe a formação de pontos focais diferentes, os quais podem ser observados quando luz policromática é utilizada. Sendo constituído, basicamente, por um material laser (o qual contém os átomos ou moléculas a serem excitados e posteriormente emitirem energia na forma de luz), uma fonte de bombeamento responsável pela excitação do material laser e conjunto de espelhos e lentes (RAFFEL *et al.*, 2018).

Na técnica PIV, o laser de Nd:YAG (Neodímio dopado com Ítrio-Alumínio-Garneto) é extensamente utilizado devido sua estabilidade, durabilidade e adequação ao sistema temporizador. Esse laser emite energia na faixa do infravermelho com comprimento de onda de 1064 nm, e com o auxílio de um cristal não-linear a frequência é dobrada, resultando em uma emissão de luz de comprimento de onda de 532 nm, na faixa da cor verde.

A sincronia entre o tempo entre registros dos quadros de imagem (Δt) e a emissão e duração do pulso de luz (δt) é uma das variáveis mais importantes na implementação da técnica PIV, pois determina a faixa de velocidade do escoamento que pode ser mensurada. A relação entre Δt e δt determina o quanto a imagem da partícula é "paralisada" durante o pulso de energia e o tempo de exposição do sensor da câmera para registro da imagem sem de rastro de partículas (ADRIAN, 1991).

A forma de emissão do laser no sistema PIV pode ser contínua ou pulsada. A iluminação contínua exige significativa velocidade de registro de imagem para permitir a

aquisição de imagens de partículas sem o rastro da trajetória do seu movimento. Depositando sobre a câmera a responsabilidade da resolução temporal e qualidade das imagens registradas para aplicação da técnica.

Por exemplo, ZHANG *et al.* (2019) recorreu à utilização de um sistema customizado, com iluminação contínua por fibra óptica e uma câmera de alta velocidade para análise de um escoamento de emissão de vórtices em microescala.

Segundo ADRIAN e WESTERWEEL (2011), fontes de luz contínua usadas em sistemas PIV aplicados em macroescala podem ser combinadas com obturadores mecânicos, interruptores de feixe de laser ou obturadores eletro-ópticos em frente a lente da câmera, com o propósito de formar pulsos de luz e minimizar o registro de rastro de partículas e o tempo de exposição do sensor da câmera à luz espalhada pelas partículas.

O caminho percorrido pela luz do laser contínuo até a formação do plano de laser e iluminação do escoamento provoca significativo desperdício de energia, implicando em limitações à utilização desta forma de iluminação em escoamentos lentos, devido à fração de energia útil na formação do plano de laser ser proporcional ao tempo entre a emissão de luz e registro das imagens. Além disso, a contínua excitação do material laser impossibilita o acúmulo de energia no material utilizado, provocando menor emissão de energia quando comparado com a segunda forma de emissão de luz que permite acúmulo de energia entre a emissão de luz, a emissão em pulsos de luz.

A emissão de laser pulsada permite a emissão de luz em pulsos de períodos de nano a microssegundos, sem significativas perdas de energia na formação do plano de luz, o que permite a aquisição de pares de imagens em curtos intervalos de tempo, característica necessária na caracterização de escoamento de alta velocidade combinado a câmeras de alta velocidade.

Na Figura 3.3 a sincronização entre a emissão do pulso de laser e a exposição do sensor da câmera é exemplificada na aquisição de dois pares de imagem, sendo o registro de cada quadro realizado em cada emissão de luz. Ressalta-se que para o caso de emissão de luz contínua, sem nenhum artíficio para formação de pulsos, o tempo de exposição do sensor deve ser drasticamente reduzido e capaz de registrar o deslocamento das partículas sem o rastro de sua trajetória.

31



Figura 3.3 - Diagrama temporal de aquisição de imagens no modo múltiplos quadros/exposição única com emissão de luz em pulso de laser.

No sistema PIV (2C2D) tradicional aplicado para medidas bidimensionais na macroescala (Figura 3.1), o laser emitido é direcionado a um conjunto de lentes cilíndricas e esféricas que expande e comprime o feixe de laser, respectivamente, formando um plano de luz finamente espesso que ilumina as partículas traçadoras. Sendo a espessura desse plano de luz menor que a profundidade de campo do sistema óptico e responsável pela profundidade do domínio de medição.

Contudo, registros de escoamentos na microescala, tornam difícil o alinhamento do plano de luz sendo, então, utiliza-se a iluminação de volume na qual a profundidade de um microcanal, por exemplo, é iluminada. O plano de medida é definido pelas características da óptica do microscópio utilizado (BURGMANN *et al.*, 2011), conforme será abordado na seção 3.2.

3.1.3 Registro das imagens das partículas no escoamento

A luz espalhada pelas partículas traçadoras em movimento é registrada digitalmente em sensores de imagem eletrônicos de câmeras, sendo os tipos mais comuns os sensores CCD (do inglês *Charge Coupled Device*) e CMOS (do inglês *Complementary Metal Oxide Semicondutor*), a imagem digitalizada é transferida para um computador para processamento e estimativa dos vetores de velocidades. Sendo, as características temporais e espaciais do sensor em sincronia com o sistema de iluminação das partículas responsáveis pela resolução do sistema PIV.

Atualmente, sensores CCD e CMOS de alta sensibilidade, altas taxas de registro com grandes matrizes de pixels e circuitos de sincronização flexíveis permitem o registro, em alta qualidade, de dados em diversas configurações de escoamento (ABDELSALAM, *et al.*, 2014).

Sensores CCD e CMOS referem-se a uma matriz retangular ou quadrada constituída de pequenos sensores, pixels, que convertem fótons oriundos do plano de imagem em

sinal elétrico na forma de cargas elétricas armazenadas em cada pixel de um CCD ou voltagens do sensor de pixel ativo de um chip CMOS (ADRIAN e WESTERWEEL, 2011).

A principal diferença entre esses dois sensores de registro de imagem consiste no sistema de transferência da informação fotoelétrica convertida em sinal digital para o circuito eletrônico de armazenamento. As informações da imagem contidas em sensores CCD, por meio de cargas elétricas armazenadas em todos os pixels, é convertida sequencialmente em voltagem analógica, amplificada e digitalizada. Este procedimento demanda maior tempo de conversão e transferência do fluxo de dados para liberação do sensor da câmera para novo registro.

Em um sensor CMOS cada pixel contém um circuito eletrônico integrado que permite a conversão do sinal analógico da imagem em sinal digital, favorecendo a combinação de funções fundamentais da câmera (ex.: ampliação) com o sistema de conversão de sinal, aumentando a capacidade de fluxo de informação no próprio chip do sensor.

Segundo ABRANTES *et al.* (2012), sensores CCD são os mais utilizados em sistemas PIV. Todavia, para escoamento que exigem alta frequência de aquisição, os sensores CMOS são utilizados em detrimento de perda na resolução da imagem exigindo maior área de pixel.

A aquisição das imagens pode ser realizada no modo quadro único/múltiplas exposições, no qual o registro do deslocamento das partículas em diferentes tempos de iluminação é armazenado no mesmo quadro de imagem, conforme apresentado na Figura 3.4.

A Figura 3.4a apresenta o registro do deslocamento da imagem da mesma partícula em um período contínuo de emissão de luz e exposição da câmera durante o tempo t e t', nesta imagem pode-se observar o registro do traço do deslocamento da partícula decorrente do longo período de iluminação e exposição do sensor da câmera.

Nas Figuras 3.4b e c observa-se apenas o registro do deslocamento da imagem da partícula no mesmo quadro de imagem em diferentes tempos de iluminação.

33



Figura 3.4 - Modo de registro de imagens quadro único/múltiplas exposições (RAFFEL et al., 2018).

No modo de aquisição quadros múltiplos/única exposição (Figura 3.5), uma imagem das partículas no escoamento é registrada para cada emissão de luz. Proporcionando o registro sequencial do deslocamento das imagens de partículas traçadoras e facilitando a etapa de análise das imagens, o que permite a utilização de técnicas de correlação mais modernas (RAFFEL *et al.*, 2018). A conveniência proporcionada por esse método de aquisição de imagem para a etapa de processamento consiste na capacidade de inferir o sentido do deslocamento a partir da análise temporal da trajetória da imagem da partícula nos quadros registrados em diferentes tempos.



Figura 3.5 - Modo de registro de imagens quadro múltiplo/única exposição (RAFFEL et al., 2018)

O modo como a imagem das partículas traçadoras em movimento é registrada exerce imensa influência sob o procedimento de processamento das imagens utilizado para a estimativa dos campos de velocidades, conforme é apresentado na seção a seguir.

3.1.4 Processamento PIV

A análise das imagens registradas do escoamento é uma das etapas mais importantes e, juntamente com o processo de aquisição das imagens, determina a acurácia, confiabilidade e resolução espacial da medida (ADRIAN, 1991). A seleção do tamanho de janela de interrogação adequado, densidade de partículas e tempo entre pulsos de laser são fatores que podem determinar a eficiência da etapa de processamento.

A Figura 3.6 apresenta as etapas que constituem o processamento PIV e que são descritas, brevemente, a seguir. A sequência de etapa consiste, resumidamente, em uma etapa de pré-processamento das imagens, utilizada para melhorar a qualidade da imagem por meio da melhoria do contraste da intensidade de luz das partículas e seleção das regiões que realmente contém o escoamento e que será submetida ao processamento.

Na etapa de processamento o quadro de imagem é subdividido em janelas de interrogação, sendo a imagem de partículas contidas em tais regiões submetidas às técnicas estatísticas de correlação para estimativa do vetor de velocidade.

Por fim, após a estimativa dos vetores de velocidades, uma etapa de pósprocessamento é realizada no mapa vetorial estimado, a fim de validar a existência dos vetores de velocidade em relação às métricas que representam a qualidade e coerência dos mesmos.



Figura 3.6 - Etapas de processamento PIV.

- Pré-processamento das imagens de partículas traçadoras

Durante a aquisição das imagens das partículas traçadoras no escoamento pode acontecer o registro de objetos que não representam o movimento do fluido (ex.: paredes da tubulação e obstáculos do escoamento) e ruídos de iluminação ambiente ou mesmo luz espalhada por partículas em movimento perpendicular ao plano. Todos esses efeitos registrados na imagem podem diminuir a definição das imagens das partículas traçadoras e prejudicar a qualidade do processamento para estimativas do campo de velocidades. Sendo assim, as imagens podem ser submetidas a um pré-processamento para a melhoria da qualidade da imagem.

Esta etapa tem como propósito a diminuição da influência de objetos ou áreas que não representam o escoamento estudado (componentes estáticos), ruídos e efeitos de intensidade de luz não uniforme de imagens das partículas e movimento fora do plano. A remoção ou redução desses efeitos tem como objetivo melhorar o contraste das imagens de partículas e proporcionar intensidades de sinais das partículas com igual contribuição na função de correlação.

Os exemplos de pré-processamento das imagens citados em RAFFEL *et al.*(2018) são: subtração de imagem de fundo ou média, filtros passa alta ou passa baixa, binarização das imagens, seleção da região de interesse, etc. Contudo, o pré-processamento das imagens deve ser realizado com cautela, evitando significativos efeitos nas estatísticas da imagem e consequente aumento das incertezas das medidas.

A subtração de imagem de fundo é utilizada como uma opção para remoção dos objetos pertencentes à superfície que contém o escoamento e/ou intensidades de luz, que podem ser oriundas da iluminação do ambiente ou reflexões de luz que ocorrem sem a presença das partículas traçadoras. Uma imagem é registrada sem o escoamento com partículas traçadoras e tal imagem é subtraída das imagens do escoamento com partículas traçadoras na etapa de pré-processamento.

Outra alternativa de pré-processamento é a realização de uma média de todas imagens do escoamento, na qual ficará contida as informações de objetos estáticos e intensidades de luz de não representam a luz espalhada ou emitida pela partícula, e esta imagem é subtraída das imagens do escoamento.

Filtros podem ser utilizados a partir da seleção de um valor da escala de cinza que representa a luz das partículas durante a aquisição das imagens do escoamento, a partir do qual apenas intensidades de luz acima ou abaixo do valor selecionado serão consideradas. Mas, esta opção exige uma análise cautelosa da escala de cinza das imagens, a fim de não eliminar padrões de luz das partículas que possam representar algum padrão do escoamento analisado.

A seleção da região de interesse é usualmente realizada pela aplicação de uma "máscara" sobre as imagens do escoamento, essa alternativa permite remover os efeitos de objetos estáticos e diminuir o esforço computacional do processamento ao selecionar apenas a região de interesse do processamento.

- Processamento das imagens de partículas traçadoras

O processamento das imagens inicia-se a partir da divisão das imagens em pequenas subáreas, denominadas janelas de interrogação, nas quais são aplicados os métodos estatísticos de correlação a fim de determinar o deslocamento homogêneo do grupo de partículas associado a tais janelas de interrogação entre os dois instantes de aquisição do par de imagens, ou seja, assume-se que o campo de deslocamento das partículas é considerado uniforme dentro de cada janela de interrogação.

Conforme destacado por ADRIAN e WESTERWEEL (2011), na prática os dados da intensidade de luz espalhada ou emitida pelas partículas registrados nas imagens estão na forma discreta e a aplicação das técnicas estatísticas de correlação ocorrem de forma mais eficiente e rápida por meio da implementação de um algoritmo computacional de FFT (do inglês *Fast Fourier Transform*).

Quando a imagem é registrada no modo quadro único/duas exposições (Figura 3.3), usualmente, aplica-se o método estatístico de autocorrelação. Considerando o padrão de intensidade de luz emitido pelas partículas registrado no quadro de imagem digitalizado e discretizado, representado por τ [i,j], sendo i a posição de linha e j a posição de coluna da janela de interrogação.

A função de autocorrelação no domínio discreto para uma determinada janela de interrogação sobrepostas sobre si e é representada pela Equação 3.3.

$$R[p,q] = \frac{1}{M \times N} \sum_{i=1}^{M} \sum_{j=1}^{N} \tau[i,j]\tau[i+p,j+q]$$
(3.3)

sendo R[p,q]a função de autocorrelação, M e N as dimensões da janela de interrogação, respectivamente e p, q o deslocamento bidimensional.

Utilizando o teorema da convolução e a transformada rápida de Fourier para o cálculo da autocorrelação espacial no campo transformado, obtém-se a Equação 3.4.

$$F\left\{R\left[p,q\right]\right\} = F\left\{\tau[i,j]\right\}F^*\left\{\tau[i,j]\right\}$$
o símbolo * representa operação de convolução.
(3.4)

37

Então, a função de autocorrelação em variáveis espaciais é obtida por meio da aplicação da transformada inversa de Fourier (Equação 3.5).

$$R[p,q] = F^{-1} \left\{ F\left\{\tau[i,j]\right\} F^*\left\{\tau[i,j]\right\} \right\}$$
(3.5)

O procedimento de determinação do pico de correlação utilizado é resumido na Figura 3.7, na qual ilustra-se que após a divisão do quadro que contém o registro das partículas nos instantes t e t+ Δ t em janelas de interrogação, por meio do deslocamento e sobreposição da imagem sobre si, a função de autocorrelação de cada janela é calculada. A partir de algoritmos de FFT, obtém-se em um plano de autocorrelação, no qual o pico mais alto representa o pico autocorrelação e os dois segundos maiores e equidistantes, em relação ao pico de autocorrelação, são os picos que representam os possíveis deslocamentos das partículas (PRASSAD, 2000).



Figura 3.7 - Processamento por autocorrelação de imagens registradas no modo quadro único/dupla exposição (Adaptado de PRASSAD,2000 e RAFFEL *et al.*, 2018).

Essa técnica apresenta a desvantagem da ambiguidade na determinação do sentido do deslocamento das partículas, devido à existência de dois picos de igual distância em relação ao pico de autocorrelação e mesma magnitude, sendo necessário o conhecimento prévio do sentido de fluxo do escoamento. E a resolução da técnica não permite a determinação de deslocamento inferiores aos valores de diâmetro da imagem de partícula (MATAMOROS, 2013).

O modo de registro da imagem em quadro duplo/ exposição única permite a utilização da técnica de correlação cruzada na determinação do deslocamento das imagens de grupo de partículas (KEANE e ADRIAN, 1992). A utilização dessa técnica permite superar as limitações como a ambiguidade direcional e limite inferior de deslocamento das imagens de partículas, apresentadas pela autocorrelação das imagens.

Sendo $\tau_t[i,j]$ e $\tau_{(t+\Delta t)}[i,j]$ os padrões de intensidade de luz das imagens das partículas de uma janela de interrogação registrados em dois quadros diferentes nos

tempos t e t+ Δ t. A função de correlação cruzada (C[p,q]) no domínio discreto para uma determinada janela de interrogação, em quadros de imagens registrados em diferentes tempos é representada pela Equação 3.6.

$$C[p,q] = \frac{1}{M \times N} \sum_{i=1}^{M} \sum_{j=1}^{N} \tau_{t}[i,j]\tau_{(t+\Delta t)}[i+p,j+q]$$
(3.6)

Utilizando o teorema da convolução e a transformada rápida de Fourier para o cálculo da correlação cruzada espacial no campo transformado, obtém-se a Equação 3.7.

$$F\left\{C\left[\mathbf{p},\mathbf{q}\right]\right\} = F\left\{\tau_{t}[\mathbf{i},\mathbf{j}]\right\}F^{*}\left\{\tau_{t+\Delta t}[\mathbf{i},\mathbf{j}]\right\}$$
(3.7)

o símbolo * representa operação de convolução.

Então, a função de correlação cruzada em variáveis espaciais é obtida pela aplicação da transformada inversa de Fourier (Equação 3.8).

$$C[\mathbf{p},\mathbf{q}] = F^{-1}\left\{F\left\{\tau_{t}[\mathbf{i},\mathbf{j}]\right\}F^{*}\left\{\tau_{t+\Delta t}[\mathbf{i},\mathbf{j}]\right\}\right\}$$
(3.8)

A função de correlação cruzada entre as janelas de interrogação dos dois quadros de imagens aquisitados em tempos diferentes e com Δt conhecido é determinada pela aplicação da FFT, resultando no plano de correlação cruzada, no qual é possível observar a existência de um pico predominante que representa o valor mais provável do deslocamento da imagem do grupo de partículas da janela de interrogação correspondente nos quadros registrados no tempo t e t+ Δt , conforme apresentado na Figura 3.8, cuja posição é determinada por métodos de interpolação local e representa o deslocamento médio do grupo de partículas contidos na janela de interrogação.



Figura 3.8 - Processamento por correlação cruzada de imagens registradas no modo quadro duplo/exposição única (Adaptado de RAFFEL *et al.*, 2018)

ADRIAN e WESTERWEEL (2011) apresentam uma analogia simplória à análise de correlação espacial, considerando as imagens de partículas contidas em uma janela de interrogação para um dado par de imagens, todas as possíveis combinações para cada padrão de imagem de partícula do primeiro quadro são testadas, comparando-as com os padrões de imagens de partículas no segundo quadro. Essas combinações são representadas como picos em um plano para cada partícula testada, a superposição desses planos resulta em um plano com um pico mais proeminente, que representa o deslocamento mais provável correspondente aos deslocamentos testados para todas as partículas.

O maior pico no plano de correlação representa a combinação mais provável entre os padrões de imagem de partículas de uma janela de interrogação na primeira e segunda exposição. Essencialmente, a função de correlação cruzada mede estatisticamente o grau de concordância entre os padrões de imagens de partículas entre duas janelas de interrogação correspondentes dado um deslocamento. O maior valor no plano de correlação pode ser utilizado como uma estimativa direta do deslocamento da imagem da partícula (RAFFEL *et al.*, 2018).

A fim de melhorar a acurácia e resolução espacial na estimativa do campo de deslocamentos obtidos no processamento das imagens a partir de algoritmos baseados no cálculo da correlação de imagens, atualmente, são utilizadas técnicas iterativas, adaptativas e de refinamento entre janelas de interrogação, com o propósito de superar as limitações impostas por métodos de tamanho de janela de interrogação fixo como: deslocamento máximo das imagens de partículas nas janelas de interrogação (regra de ¼, KEANE e ADRIAN, 1990) e gradiente de velocidade no plano da imagem.

GUI e MERZKINECH (2000), MEINHART *et al.* (2000) e WERELEY e MEINHART (2001) apresentaram métodos iterativos de processamento de imagens que utilizam a informação de estimativas de campos de deslocamentos para um tamanho inicial de janela de interrogação para um novo processamento com tamanho de janela de interrogação menor. Este procedimento tem o intuito de melhorar a resolução espacial dos resultados e favorecer o deslocamento das janelas de interrogação para regiões de maior densidade de partículas.

Extendendo a capacidade dos métodos de passos múltiplos e iterativos, SCARANO (2002), THEUNISSEN *et al.* (2010), WIENEKE e PFEILLER (2010) e YU e XU (2016) propuseram métodos adaptativos de processamento de imagens. Nos métodos pertencentes a esta classe, além do refinamento do tamanho das janelas, o formato das

mesmas é gradativamente deformado em função do gradiente de velocidade estimado no processamento, com as dimensões de janela de interrogação incial. Esta estratégia diminui erros de estimativas decorrentes de perdas de partículas e favorece a utilização da técnica PIV na caracterização de escoamentos com gradientes de velocidades.

O vetor deslocamento é estimado pela localização do máximo do pico de correlação. A preocupação em relação à qualidade de imagem na etapa de registro tem o propósito de favorecer o sinal da intensidade da imagem das partículas, pois a acurácia das estimativas dos vetores de deslocamento consiste na capacidade do sistema em localizar este pico de correlação.

KEANE e ADRIAN (1992) indicam alguns valores que favorecem a detectabilidade do pico, como densidade de imagens de partículas maior que 15 partículas por janela de interrogação, deslocamento de partículas dentro de cada janela de interrogação menor que 25% do tamanho da janela. Além disso, PRASSAD (2000) destaca que a imagem da partícula deve ocupar ao menos 2 px, a fim de evitar erros devido *pixel locking* (tendenciamento a estimativa para valores inteiros).

Tendo em vista a discretização da imagem, atualmente, além da localização do máximo do pico de correlação ser realizada a nível sub-pixel, a interpolação do pico de correlação considerando o formato do pico (estimadores do tipo centroide, parabólico ou gaussiano) é utilziada com o intuito de evitar erros ao ignorar a parte fracional do deslocamento (ADRIAN e WESTERWEEL, 2011).

- Pós-Processamento das imagens de partículas traçadoras

Após a realização da estimativa do campo de velocidades, os vetores estimados são submetidos a critérios de validação que podem ser selecionados pelo usuário ou apresentam um valor mínimo automático em softwares comerciais, para permitir o prosseguimento de processamentos de imagem iterativos (ex.: razão de sinal-ruído de correlação, simetria do pico de correlação e limite mediano local) para detecção e remoção de possíveis vetores discrepantes do restante do campo medido.

A métrica de razão sinal-ruído está relacionada com a análise da qualidade do processamento, intrinsecamente relacionado com a qualidade das imagens registradas, em relação a existência de um pico de correlação com altura suficiente que o diferencie de picos de ruídos da imagem. Quanto maior a razão sinal-ruído, maior a probabilidade do

pico de correlação representar de fato o deslocamento do grupo de partículas de uma dada janela de interrogação.

Devido a localização do pico de correlação ser realizada através de métodos de interpolação subpixel que utilizam estimadores que assume um determinado formato para o pico, a simetria do pico de correlação está relacionada com a capacidade de tais estimadores em ajustar-se ao pico e permitir a localização do seu máximo. Usualmente, a análise de simetria do pico de correlação é uma métrica automática de validação das estimativas obtidas no processamento das imagens.

O limite mediano local é uma métrica de validação que minimiza a presença de vetores espúrios através da análise dos vetores presentes nas janelas de interrogação vizinhas e comparando-os com o vetor estimado.

Em seguida, tais vetores são substituídos por vetores provenientes da interpolação dos vetores válidos nas vizinhanças ou no campo inteiro, essa etapa é denominada pósprocessamento.

3.2 Sistemas PIV para Medição Tridimensional

Com o desenvolvimento de câmeras com altas taxas de aquisições, fontes de iluminação mais eficientes e computadores com maior capacidade de processamento outras configurações de sistemas PIV ultrapassam estimativas de campos de velocidades e permitem a caracterização de volumes de escoamentos, por exemplo. Nessa perspectiva, a seguir são apresentados sistemas PIV que permitem a estimativa da terceira componentes de velocidade e/ou campos de velocidades tridimensionais.

Para escoamentos a baixas velocidades, medidas tridimensionais podem ser realizadas através da técnica *Scanning* PIV (BRÜCKER, 1997), na qual o campo de velocidades tridimensional é obtido pela estimativa de vários campos de velocidades bidiomensionais obtidos com o uso do sistema PIV bidimensional e processamento de imagens do escoamento em várias posições na direção perpendicular ao plano de medição.

Outras configurações de sistemas PIV permitem a estimativa da componente perpendicular ao plano de medição, como é caso da configuração estereoscópica que registra as imagens dos escoamentos com duas câmeras digitais posicionadas de tal forma a registrar diferentes perspectivas do escoamento. Este sistema faz uso da distorção de perspectiva de um vetor deslocamento visto de diferentes direções para a reconstrução da terceira componente do vetor velocidade.

Quando elevada resolução temporal e medição tridimensional são necessárias, como em escoamentos turbulentos, a configuração holográfica (baseada no registro do padrão de interferência de partículas) ou tomográfica através da utilização de diversas câmeras (domínio de medição é modelado como um volume tridimensional) podem ser utilizadas para realização de medidas tridimensionais do campo de velocidades (HINSCH, 1995; RAFFEL *et al.*, 2018).

No PIV tomográfico, o escoamento é iluminado por um volume de luz e um sistema de câmeras em diferentes posições registram as imagens das partículas traçadoras e pares de volumes são reconstruídos os quais são submetidos à correlação tridimensional para obtenção das três componentes de velocidade tridimensionalmente.

3.3 Velocimetria por Imagem de Partículas de Microrresolução (µPIV)

Para medição em sistemas microfluídicos, usualmente, é empregada a iluminação de todo o volume da região de medição (MEINHART *et al.*, 2000). Um aparato experimental usual da aplicação da técnica µPIV para medição bidimensional é apresentado através da Figura 3.9.

Nesta configuração, as partículas fluorescentes uniformemente distribuídas no fluido em movimento são excitadas pela fonte externa de iluminação, o laser, que passa pelas lentes objetivas de um microscópio e emitem luz num comprimento de onda característico, adequado para excitar as partículas traçadoras. O espelho dicróico permite a iluminação aplicada e um filtro passa baixa permite apenas a passagem da luz emitida pelas partículas em direção ao sensor da câmera digital, a qual é sincronizada com a fonte de laser.

Então, assim como na PIV em macroescala, apresentada na seção 3.1, as imagens registradas são transferidas para um computador e submetidas à etapa de processamento, para estimativa do campo de velocidades (WILLIAMS *et al.*, 2010).



Figura 3.9 - Sistema µPIV com microscópio epi-fluorescente invertido para medições bidimensionais. Adaptado de RAFFEL *et al.* (2018).

Geralmente, um sistema microfluídico é composto de um microcanal (microduto, microtubo ou capilar) conectado a um sistema de bombeamento. O microcanal pode ser feito de materiais como vidro e/ou polímeros (ex.: PMMA e PDMS), que são transparentes e permitem o acesso óptico necessário para a passagem da luz e medição de velocidade através da técnica µPIV (KOUTSIARIS, 2012).

Conforme apresentado no capítulo 1, as três principais diferenças entre µPIV e PIV na macroescala, mencionadas por WERELEY *et al.* (2012), referem-se ao tamanho das partículas traçadoras, efeito do movimento Browniano e o método de iluminação. Estas características de sistemas µPIV são apresentadas a seguir.

3.3.1 Partículas traçadoras

Devido à elevada resolução espacial exigida para caracterização de escoamentos na microescala, partículas com diâmetros na faixa de 200 nm - 2 µm são utilizadas nas aplicações da µPIV, o que torna inviável a utilização da técnica de espalhamento de luz devido tais dimensões de partículas proporcionarem baixa intensidade de luz espalhada. Neste caso, partículas fluorescentes são extensamente utilizadas no rastreamento do escoamento em microdipositivos, com o objetivo de proporcionar maior intensidade de luz oriunda da partícula traçadora quando excitada pelo laser e redução do ruído de iluminação de fundo devido às pequenas dimensões dos sistemas microfluídicos (SINTON, 2004; LIDKEN *et al.*, 2009).

O caráter não-intrusivo da técnica µPIV é mantido ao utilizar-se partículas capazes de seguir o escoamento fielmente, selecionando-se partículas que apresentem massa

específica próxima ao fluido sob estudo. No estudo de escoamentos de líquidos em microcanais, comumente, utilizam-se partículas esféricas de Poliestireno (do inglês, *Polystyrene látex*-PSL) ($\rho_{PLS} = 1,05 \text{ g/cm}^3$), Resina de Melanina (do inglês, *Melanine Resin*-MR) ($\rho_{MR} = 1,51 \text{ g/cm}^3$) e Polimetilmetacrilato (do inglês, *Poly(methyl methacrylate)*-PMMA) ($\rho_{PMMA} = 1,19 \text{ g/cm}^3$) revestidas por corantes fluorescente. Os corantes mais utilizados são apresentados na Tabela 3.1 com seus respectivos comprimentos de onda de excitação e emissão.

Para escoamento de gases, são utilizadas gotas de água, etileno glicol, Sebacato de Dioctilo (do inglês, *Di-Ethyl-Hexyl-Sebacat*-DEHS) ou óleo de oliva misturadas com pigmentos fluorescentes, apresentados na Tabela 3.1, formadas por geradores de aerossol (BURGMANN *et al.*, 2011).

Tabela 3.1 - Corantes fluorescentes utilizados em aplicações de uPIV

Tablia 5.1 - Colances hubicscences utilizados em aplicações de µ11v.				
Corantes fluorescentes	λ _{excitação} (nm)	λ _{EMISSÃO} (nm)		
Rodamina B	560	584		
Azul de Nilo A	636	680		
Brometo de etídio	505	602		

Além da seleção de partículas micrométricas com massa específica próxima a do fluido e seleção de corantes fluorescentes, é necessário o preparo de uma suspensão com distribuição uniforme de partículas traçadoras monodispersas, com a finalidade de evitar regiões na imagem do escoamento com maior intensidade de luz devido a maior concentração de partículas ou partículas com superfície maiores que outras, o que insere erros nas estimativas de velocidade devido à heterogeneidade no padrão de luz emitidas pelas partículas.

A aglomeração de partículas pode acontecer devido à afinidade da superfície das partículas umas com as outras, afinidade entre a superfície da partícula e a superfície da seção de teste ou devido a dispersão de partículas que estavam originalmente em um meio em outro meio com propriedades químicas diferentes.

Por exemplo, ao verificar a aglomeração e adesão de partículas fluorescentes sobre a superfície do vidro que compunha a seção de teste, DAI (2014) adicionou uma solução surfactante (Igepal 60) e dispersou a suspensão em um banho ultrassônico, com o intuito de garantir uma boa distribuição de partículas na suspensão.

Destaca-se que a maioria das partículas estão disponíveis no mercado em suspensão aquosa. Por exemplo, as partículas *FluoSpheres*TM da InvitrogenTM apresentam uma

categoria de suspensão de partículas fluorescentes com tratamento superficial para favorecer a hidrofilicidade e dispersão em água. Entretanto, a seleção da partícula com tratamento superficial adequado dependerá das características do fluido em estudo, e poucas são as opções comerciais para dispersão em meio orgânico.

No estudo de escoamento multifásico realizado por CHINAUD *et al.* (2015) foi relatado a dificuldade na dispersão de partículas na fase orgânica composta por óleo de silicone. A alternativa realizada nesse estudo consistiu na secagem de uma suspensão obtida originalmente em fase aquosa em um desidrator à vácuo e posterior dispersão com o auxílio de um banho ultrassônico, a fim de romper aglomerados.

Portanto, a seleção de partículas para preparo de suspensão na técnica μ PIV não é uma tarefa simples e está sujeita a análise e considerações de diversos fenômenos ópticos e interfaciais que podem introduzir erros às estimativas de campos de velocidades.

3.3.2 Movimento Browniano

A redução do tamanho das partículas traçadoras pelos motivos supracitados combinada aos escoamentos com velocidades menores que 10 µm/s tornam os efeitos das interações individuais partícula-partícula e partícula-fluido (movimento Browniano) significativos em relação ao seguimento fiel do escoamento, caracterizando o efeito do movimento Browniano como uma fonte de erro aleatório de medição, o qual é comumente minimizado pela utilização da média espacial (considerando o vetor estimado como uma média do deslocamento de um grupo de partículas) e/ou temporal das medições de velocidade(SANTIAGO *et al.*, 1998; OLSEN e ADRIAN, 2000a; SINTON, 2004).

3.3.3 Iluminação de volume

A última característica que diferencia, significativamente, a técnica μ PIV da PIV tradicional é o método de iluminação das partículas traçadoras. Em um sistema PIV tradicional (2D2C) a profundidade de foco da câmera é ajustada para ser maior que espessura do plano de luz do laser a iluminar as partículas traçadoras. Alinhando-se esse plano de luz ao plano focal da câmera, todas as partículas iluminadas pelo plano de laser estarão em foco e a profundidade do volume de medição é definida pela espessura do plano de iluminação gerado pelo conjunto de lentes divergentes e convergentes.

Todavia, em sistemas microfluídicos, além do comprimento de escala de operação ser da ordem micrométrica, o acesso óptico do dispositivo pode ser restrito a uma única direção, tornando inviável a formação e alinhamento de um plano de luz na espessura exigida para o domínio de medição. O que torna vantajoso e adequada a iluminação de todo o volume da região de medição (MEINHART *et al.*, 2000), ou seja, a profundidade completa do sistema microfluídico, com acesso óptico, é iluminada (Figura 3.10) e a espessura do plano de medição é definida pelas características ópticas das lentes objetivas do microscópio, as quais integram o sistema óptico necessário para permitir a ampliação, visualização e caracterização do escoamento na microescala (BURGMANN *et al.*, 2011).

Conforme ilustrado na Figura 3.10, a distância em relação ao plano focal dentro da qual as partículas estarão em foco é estimado pela profundidade de campo, a qual é uma característica determinada pelo sistema óptico utilizado. Todavia, o método de iluminação utilizado em sistemas µPIV permite o registro de partículas fora de foco que influenciam significativamente os campos de velocidades mensurados. A distância em relação ao plano focal dentro da qual partículas fora de foco são registradas e influenciam a função de correlação é denominada profundidade de correlação e este assunto será abordado mais detalhadamente a seguir.



Figura 3.10 - Sistema de iluminação de volume utilizado em µPIV com efeito da profundidade de correação.

O registro de imagem em um sistema µPIV é caracterizado pela elevada magnificação da imagem, que combinada ao método de iluminação de volume resulta em

uma profundidade de campo menor que a profundidade de iluminação do escoamento. Essa característica promove o registro de imagens de partículas fora de foco juntamente com as imagens de partículas presentes no plano focal (ADRIAN e WESTERWEEL, 2011).

Conforme explicitado na Figura 3.10, as partículas que serão registradas com boa definição encontram-se dentro da região de profundidade de campo centralizada no plano focal, ao iluminar todo o volume do escoamento as partículas que estiverem fora da profundidade de campo, mas na direção de iluminação do feixe de laser também serão excitadas e a luz emitida por estas será registrada no sensor da câmera com menor intensidade. Devido estas partículas estarem localizadas fora da profundidade de campo, a definição da sua imagem será prejudicada, caracterizando o registro de partículas fora de foco.

MEINHART *et al.* (2000) destacaram que um dos efeitos do registro de partículas fora de foco é a diminuição da razão entre a intensidade de pico sinal da imagem de partículas em foco e intensidade média de fundo (razão sinal-ruído), decorrente do método de iluminação de volume.

Uma vez registradas partículas fora de foco juntamente com partículas em foco, a intensidade média de fundo possuirá valores mais elevados devido ao ruído decorrente do registro de imagens de partículas mal definidas e ruído de fundo, diminuindo a distância entre picos de intensidade de luz referentes à imagem de partículas em foco e picos de ruídos, o que provoca a diminuição da razão sinal-ruído.

Segundo o mesmo estudo, esta razão entre sinal da imagem de partícula e ruído pode ser melhorada pelo aumento da profundidade de campo, diminuição da profundidade da seção de tese ou diminuição da concentração de partículas favorecendo razão de partículas em foco em relação às partículas fora de foco. O que nem sempre é possível devido a características intrínsecas do escoamento ou dispositivo microfluídico.

O aumento da profundidade de medição pode ser realizado por alterações do aparato óptico, como utilização de lentes objetivas com menor número de abertura. Essa alteração permite o registro de maior quantidade de partículas em foco devido o aumento da profundidade de campo. Entretanto, isto seria prejudicial para estudos de escoamento com gradientes de velocidades devido o registro de partículas com diferentes velocidades na mesma imagem e conforme explicado anteriormente a estimativa dos vetores de velocidade basea-se na análise de grupos de imagens de partículas.

A diminuição da altura da seção de teste aumentaria a região do escoamento contida na profundidade de campo, o que favoreceria o registro de mais partículas em foco. E a diminuição da concentração de partículas minimizaria a quantidade de partículas a ser registrada, consequentemente, menos partículas fora de foco seriam registradas, mas também diminuiria a resolução espacial do campo de velocidades devido a diminuição da quantidade de imagens de partículas por janela de interrogação.

A profundidade de campo proporcionada pelas lentes objetivas de um microscópio padrão, é definida como duas vezes a distância, em relação ao plano focal, além da qual o objeto é considerado fora de foco em termos de qualidade de imagem. Esta profundidade pode ser calculada considerando as características do sistema óptico fornecido pelo fabricante (Equação 3.9) ou verificadas experimentalmente por observação da definição da imagem da partícula em relação para diferentes posições verticais do plano focal, o pode ser feito através da variação da altura das lentes objetvas de um microscópio.

$$Z_{CAMPO} = 2\delta_{CAMPO} = 2\left[\frac{n_l\lambda}{NA^2} + \frac{n_le}{NAM_0}\right]$$
(3.9)

sendo Z_{CAMPO} a profundidade de campo, δ_{CAMPO} a distância em relação ao plano focal dentro da qual as partículas estão em foco, n_i o índice de refração do meio de imersão da lente, λ comprimento de onda da luz no vácuo a ser registrada pelo sistema óptico, NA é a abertura numérica da lente, M_0 é a magnificação da imagem proporcionada pelo sistema óptico e "e" é a menor distância que pode ser diferenciada pelo detector da câmera no plano de imagem do microscópio.

Contudo, para medições de velocidade pela μ PIV, o interesse reside no conhecimento da distância em relação ao plano focal além da qual as partículas fora de foco não serão relevantes para a estimativa do vetor velocidade, ou seja, a profundidade de medição cujo valor, usualmente, diferencia-se da profundidade de campo, conforme destacado na Figura 3.9.

Nesse sentido, a resolução espacial na direção normal ao plano focal é estimada como sendo equivalente à profundidade de correlação (Z_{CORR}), a qual é definida como a profundidade do volume de medição (centralizado no plano focal) dentro da qual as imagens das partículas fora de foco contribuem significativamente para o pico de
correlação de deslocamento e, consequentemente, para os vetores de velocidade calculados, possuindo o plano focal como centro.

O efeito da profundidade de correlação é ilustrado na Figura 3.11, na qual estão representadas imagens de partículas em foco (partículas contidas na profundidade de campo) e imagens de partículas fora de foco, mas contidas na profundidade de correlação. Nesta figura é retratado um caso em que a velocidade varia ao longo do eixo perpendicular ao plano focal, ou seja, partículas com diferentes velocidades e intensidades de luz contribuirão para a função de correlação. Assim, a função de correlação resultante será a combinação da contribuição de todas as imagens de partículas regitradas, o que pode provocar a distorção do formato e localização do pico de correlação inserindo erros na estimativa de velocidade, representado no lado direito da Figura 3.11.



Figura 3.11 - Efeito da profundidade de correlação sobre a função de correlação.

OLSEN e ADRIAN (2000a) introduziram o parâmetro experimental Z_{CORR} , considerando os efeitos de difração, óptica geométrica, tamanho finito da partícula traçadora e função de correlação ponderada na estimativa deste parâmetro. Considerando as seguintes hipóteses:

- Todas as partículas possuem o mesmo diâmetro e são uniformemente distribuídas no volume de medição;
- A partículas traçadoras emitem luz isotropicamente;
- Todo o campo de visão é iluminado igualmente; e

- Os termos difrativo e óptico geométrico podem ser representados por uma gaussiana.

OLSEN e ADRIAN (2000a) e BOURDON *et al.* (2004a) formularam os seguintes modelos para representar o diâmetro da imagem de partícula em função da distância normal ao plano focal (d_r) (Equação 3.10) e distribuição de intensidade de luz emitida pela partícula (I(r, z))(Equação 3.11) resultando no modelo utilizado para a estimativa do parâmetro experimental profundidade de correlação (Z_{CORR}) (Equação 3.12).

$$d_{\tau}^{2}(z) = M_{0}^{2}d_{p}^{2} + 5,95(M_{0}+1)^{2}\lambda f^{\#2} + \frac{M_{0}^{2}z^{2}D_{a}^{2}}{\left[\left(n_{f}/n_{l}\right)\left(s_{0}+z\right)\right]^{2}}$$
(3.10)

$$I(r,z) = \frac{J_p D_a^2 \beta^2}{4\pi d_\tau^2 (s_0 + z)^2} \exp\left(\frac{-4\beta^2 r^2}{d_\tau^2}\right)$$
(3.11)

$$Z_{CORR} = 2\delta_{CORR} = 2\left[\frac{\left(1 - \sqrt{\varepsilon}\right)}{\sqrt{\varepsilon}} \left(f^{\#2}d_p^2 + \frac{5,95\left(M_0 + 1\right)^2\lambda^2 f^{\#4}}{M_0^2}\right)\right]^{1/2}$$
(3.12)

sendo d_t o diâmetro da imagem da partícula no plano da imagem para uma distância z em relação ao plano do objeto, d_p é o diâmetro da partícula traçadora, M₀ é magnificação nominal da lente, λ comprimento de luz emitido pela partícula, f^{\dagger} o número de abertura da lente que pode ser calculado através do número de abertura da lente objetiva pela relação NA=0,5 f^{\dagger} , D_a o diâmetro de abertura da lente, n_f o índice de refração do fluido, n_l o índice de refração do meio de imersão da lente da objetiva, S_0 a distância da lente em relação ao plano da imagem, z a distância da partícula em relação ao plano do objeto, I(r, z) é a distribuição da intensidade de luz emitida pela partícula (considerando um perfil Gaussiano), Z_{CORR} é a Profundidade de correlação, δ_{corr} a distância de correlação, J_p é o fluxo de luz emitido pela superfície da partícula e função da iluminação recebida pela partícula, β^2 é uma constante de valor igual a 3,67 obtida para a melhor aproximação de luz emitida por uma partícula pontual, r é a distância em relação ao centro da partícula e ε é o limite para a intensidade de luz da imagem da partícula que contribuem para a correlação espacial mensurada (usualmente assume-se valor igual a 0,01).

A análise da Equação 3.12 permite verificar que a profundidade de correlação é fortemente influenciada pelo número de abertura da lente e o diâmetro da partícula e fracamente influenciada pelo valor da magnificação do sistema. Sendo assim, a seleção dos parâmetros f^{\dagger} e d_p são mandatórios na seleção do sistema óptico adequado às condições experimentais do escoamento a ser investigado.

Embora a Equação 3.12 seja uma boa aproximação para a estimativa da Z_{CORR} , conforme verificado e validado por BOURDON *et al.* (2004a). Esta expressão não considera alguns fatores que podem ser significantes sobre o volume de medição, como o movimento Browniano e a componente de velocidade normal ao plano focal. Nesse sentido, OLSEN e ADRIAN (2000b) e OLSEN e BOURDON (2003) desenvolveram expressões matemáticas que englobam os fatores supracitados, respectivamente.

A Equação 3.13 elaborada por OLSEN e ADRIAN (2000b) considera o efeito do movimento Browniano sobre a estimativa da profundidade de correlação, envolvendo escoamentos para baixas velocidades e pequenas partículas traçadoras ($d_P < \lambda_{LASER}$).

$$Z_{corr_{E.Browniano}} = 2\delta_{CORR_{E.Browniano}} = 2\left[\frac{\left(1-\sqrt{\varepsilon}\right)}{\sqrt{\varepsilon}} \left(f^{\#2}d_{p}^{2} + \frac{5,95\left(M_{0}+1\right)^{2}\lambda^{2}f^{\#4}}{M_{0}^{2}}\right)\right]^{\frac{1}{2}} \times \left(1 + \frac{8M_{0}^{2}\beta^{2}D\Delta t}{M_{0}^{2}d_{p}^{2} + 5,95\left(M_{0}+1\right)^{2}\lambda^{2}f^{\#4}}\right)^{\frac{1}{2}}$$
(3.13)

sendo $Z_{corr_{E.Browniano}}$ a profundidade de correlação considerando o movimento Browniano, $\delta_{corr_{E.Browniano}}$ a distância de correlação em relação ao plano focal considerando o movimento Browniano, D a difusividade da partícula traçadora e Δt o intervalo de tempo entre as aquisições da imagem.

O termo adimensional
$$\left(1 + \frac{8M_0^2\beta^2 D\Delta t}{M_0^2 d_p^2 + 5,95(M_0 + 1)^2 \lambda^2 f^{\#4}}\right)^{\frac{1}{2}}$$
 é o parâmetro que

representa o aumento da Zcorr decorrente do movimento Browniano. Quando este parâmetro se aproxima de 1 o efeito do movimento Browniano sobre a estimativa de Zcorr pode ser ignorado.

Em relação ao efeito do movimento fora do plano focal (Δz), presente em escoamentos com elevado gradiente de velocidade na direção normal ao plano focal cuja

existência provoca uma redução na altura do pico de correlação e consequente redução na razão sinal-ruído, OLSEN e BOURDON (2003) formularam o modelo apresentado através da Equação (3.14), que considera o aumento da Z_{CORR} ao longo da direção perpendicular ao escoamento.

$$Z_{CORR_{\Delta z}} = 2\delta_{CORR_{\Delta z}} = 2\left\{ \left[\frac{\left(1 - \sqrt{\varepsilon}\right)}{\sqrt{\varepsilon}} \left(f^{\# 2} d_p^2 + \frac{5,95\left(M_0 + 1\right)^2 \lambda^2 f^{\# 4}}{M_0^2} \right) + \frac{1}{4} \frac{\left(4 - \sqrt{\varepsilon}\right)}{\sqrt{\varepsilon}} \left(\Delta z\right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} + \frac{\Delta z}{2} \right\}$$
(3.14)

sendo $Z_{CORR_{\Delta z}}$ a profundidade de correlação que considera o movimento perpendicular ao plano focal e $\delta_{CORR_{\Delta z}}$ a distância de correlação em relação ao plano focal considerando o movimento perpendicular ao plano focal das partículas.

Tendo em vista a diversidade de modelos de microscópios e métodos de iluminação e visualização, KLOOSTERMAN *et al.* (2011) verificaram que a Equação 2.5 é uma estimativa adequada para uma variedade de parâmetros ópticos correspondentes a um microscópio invertido padrão.

Contudo, para microscópios cujo método de iluminação (ex.: iluminação transmitida), ampliação (ex.: ampliação combinada, lentes com elevado NA ou lentes em imersão (BOURDON *et al.*, 2006) diferem deste modelo, a estimativa de Zcorr pode divergir do valor calculado com a Equação 3.12, e assim exigindo a formulação de modelos matemáticos que considere as hipóteses adequadas para tal sistema óptico.

Além disso, o estudo citado observou que a substituição do valor teórico do diâmetro da imagem da partícula pelo valor experimental do diâmetro da imagem da partícula no plano focal proporciona maior concordância entre os valores teóricos e experimentais para a velocidade devido a inclusão das particularidades experimentais do sistema óptico e que a média espacial na direção perpendicular ao plano de medição não é a forma mais adequada para quantificar a subestimação dos vetores de velocidade medidos mas a reconstrução da função de correlação baseada nos parâmetros experimentais.

Além do conhecimento e estimativa da profundidade do volume de medição, outros estudos foram realizados a fim de superar os efeitos da iluminação de volume recorrendo a abordagens variadas.

CUMMINGS (2000) utilizou um filtro não-linear baseado nas características do escoamento e um processamento de imagens baseado na função de densidade de probabilidade do deslocamento de partícula para analisar um escoamento eletrosmótico. Embora a metodologia apresentada no estudo tenha permitido a medição das componentes de velocidade na presença de gradientes de velocidade, a implementação da metologia exige o conhecimento prévio do tipo de escoamento estudado, o que tornaria inviável a sua utilização para medições com registro de imagens de partículas com diferentes gradientes de velocidade em um escoamento cujos os termos fontes são desconhecidos.

BOURDON *et al.*(2004b) apresentaram um filtro utilizado no pré-processamento das imagens, com o intuito de modificar a Z_{CORR} sem alterar a configuração óptica de formação a imagem. Este procedimento baseou-se na manipulação do expoente do termo \mathcal{E} (que representa o limite da intensidade de luz da imagem da partícula que contribuem para a correlação espacial mensurada) e, dessa forma, selecionando a intensidade de luz da imagem da partícula registrada que exercerá influência sobre a contribuição de partículas em diferentes posições perpendiculares ao plano focal. A partir da seleção desse valor, a subtração de intensidades que não correspondem ao limite estipulado, permitiu a alteração da profundidade de correlação sem modificações físicas do sistema

NGUYEN *et al.*(2010) reduziram o efeito da Z_{CORR} através da sobreposição de pares de imagens. Considerando que partículas em foco possuem maior intensidade de sinal, a sobreposição das imagens registradas intensifica o sinal das partículas em foco em detrimentos das partículas fora de foco, permitindo o processamento de imagens com maior acúmulo de informação de partículas contidas no plano focal. Entretanto, o procedimento não é adequado para escoamentos transientes visto que a a sobreposição de imagens poderia provocar a estimativa de um campo de velocidades incoerente.

FOURAS *et al.* (2009) aplicou a decomposição da função de correlação em diferentes contribuições de imagens de partículas em diferentes profundidas na estimativa de campos de velocidades 3D2C. Dessa forma o estudo aproveitou a informação contida em partículas em diferentes posições na direção vertical para a estimativa de um campo tridimensional de velocidade.

ROSSI *et al.*(2012) indicaram que a estimativa real do valor de Z_{CORR} deve ser realizada considerando o número de abertura efetivo do sistema óptico utilizado, o que deve ser verificado experimentalmente através da análise das imagens das partículas em diferentes posições ao longo da direção vertical. Além disso, verificaram que a utilização de um pré-processamento das imagens baseado na subtração de um valor mínimo de intensidade de luz para uniformização da imagem e intensificação das partículas em foco a partir de um filtro de histogramas de intensidade de luz não foi capaz de eliminar completamente os efeitos da profundidade de correlação que sempre estarão presentes.

Considerando o efeito que o registro de partículas fora de foco exercem sobre o plano de correlação resultante do processamento das imagens, MUSTIN e STOEBER (2014) avaliaram o efeito de diferentes métodos de pré-processamento das imagens sobre a função de correlação. Nesse estudo foram testados diferentes filtros lineares comumente utilizado em imagens de µPIV (ex.: filtro passa-baixa, filtro passa-alta e filtro passa-baixa de média móvel). Os resultados indicaram que filtros passa-baixa tendem a aumentar o efeito da profundidade de correlação enquanto filtros passa-alta (usualmente utilizados para remoção de reflexões de objetos indesejados em imagens µPIV) tendem a diminuir o efeito da profundidade de correlação. Outros filtros dependem dos parâmetros selecionados para o filtro.

Além de modificações no tratamento e processamento das imagens para lidar com o efeito da profundidade de correlação, alguns estudos modificaram os métodos dispersão das partículas traçadoras no escoamento, iluminação e formação de imagem a fim de obter uma Z_{CORR} adequada.

MIELNIK e SAETRAN (2006) contornaram o efeito da profundidade de correlação com a inserção de uma fina camada de suspensão de partículas traçadoras em meio ao fluido em escoamento, limitando a resolução máxima na direção da profundidade do microssistema ao diâmetro das partículas traçadoras. FOURAS *et al.* (2007) realizaram uma análise do pico de correlação considerando a igual contribuição das imagens de partículas, superando o efeito da iluminação de volume através da utilização de contraste de fase por imagem formada por raio-x.

A fim de melhorar o contraste e definição das imagens das partículas traçadoras, PARK *et al.* (2004) utilizaram um microscópio confocal como sistema óptico para a magnificação das partículas fluorescente inibindo o efeito da profundidade de correlação de sistemas µPIV tradicionais devido a capacidade de corte óptico.

3.3.4 Processamento das imagens

A seleção do tamanho de janela de interrogação adequado, densidade de partículas e tempo entre pulsos de laser são fatores que podem determinar a eficiência da etapa de processamento.

Geralmente, são selecionadas áreas de janela de interrogação que possam garantir pelo menos 5 pares de partículas e um deslocamento que não ultrapasse 25% do comprimento da janela, a fim de propiciar intensidade de luz adequada na imagem e correlação entre os pares de partículas (KEANE e ADRIAN, 1992; WEESTERWELL, 1998). Embora o processamento das imagens obtidas a partir da µPIV esteja baseado na mesma abordagem utilizada para um sistema PIV em macroescala, devido à escala de estudo, algoritmos que proporcionem maior resolução espacial favorecem a qualidade da estimativa de velocidade nas regiões próximas das paredes, diminuem efeitos do movimento Browniano e podem ser alternativas para processamento de imagens com baixa densidade de imagens de partículas que são comuns a escoamentos cem microescala.

Por exemplo, o estudo apresentado por MEINHART e SANTIAGO (2000) apresenta um método baseado na detecção do pico de correlação da média das funções de correlações instantâneas de uma série de pares de imagens, promovendo a diminuição dos efeitos de ruídos e baixas densidades de imagens de partículas (2,5 imagens de partículas por janela de interrogação). WESTERWEEL *et al.* (2004) apresentaram uma abordagem de refinamento da resolução espacial do processamento para 300 nm, utilizando informações de intensidade de luz e cada pixel da matriz da câmera.

Além disso, atualmente, técnicas de refinamento entre janelas de interrogação, deformação de janelas, passo múltiplos e iterativos são exemplos de metodologias de processamento de imagens que permitem superar as limitações impostas por processamentos tradicionais de tamanho de janela de interrogação fixo como: deslocamento máximo das imagens de partículas restritos à 25% do comprimento das janelas de interrogação, densidade de partículas e gradiente de velocidade no plano da imagem (SCARANO, 2002; THEUNISSEN *et al.*, 2010).

3.3.5 Aplicações

O estudo de SANTIAGO *et al.* (1998) foi o primeiro a utilizar um sistema μ PIV para medição de campo de velocidades instantâneo e médio em um escoamento através de um pequeno espaçamento entre placas paralelas ao redor de um cilindro (escoamento de Hele-Shaw). Apesar da sua significativa contribuição, sua análise se restringiu ao caráter qualitativo dos vetores de velocidade e baixas velocidades (100 μ m/s) devido utilizar iluminação contínua oriunda de uma lâmpada e arco de mercúrio.

A restrição de análise em baixas velocidades de escoamento foi superada com a mudança na fonte de iluminação no estudo apresentado por MEINHART *et al.* (1999), no qual foi utilizado um aparato semelhante aos utilizados atualmente com um microscópio invertido epi-fluorescente e iluminação a laser de Nd:YAG pulsátil acoplado a uma câmera CCD resfriada e partículas traçadoras fluorescentes, com diâmetro de 200 nm, o que permitiu a análise de escoamentos com velocidade maior (~ 10 mm/s) em um microcanal retangular. Utilizando-se o processamento de média de correlação, reportou a obtenção de um perfil de velocidade com concordância de 2% com a solução analítica para um escoamento laminar de fluido newtoniano e resolução espacial de 0,9 μm.

KOUTSIARIS *et al.* (1999) foram os primeiros a investigar o escoamento em capilares circular de vidro, com velocidade de escoamento de até 4 mm/s e partículas de vidro como traçador, suspensas em uma solução de glicerol e água, como fluido em escoamento e meio de imersão, a fim de minimizar o efeito da curvatura da parede do capilar. Como resultado, foram obtidos perfis de velocidade que concordaram com o formato parabólico esperado para o tipo de escoamento estudado.

A técnica µPIV não ficou restrita ao estudo de escoamentos em geometrias simples e fluidos newtonianos, a técnica tem sido empregada como uma ferramenta efetiva para a caracterização de escoamento complexos em diferentes regimes e geometrias.

SILVA *et al.* (2008) verificaram o efeito da rugosidade das paredes de um microcanal fabricado em PMMA de seção transversal irregular pela comparação entre as medidas experimentais, obtidas com a μ PIV, e a solução numérica considerando um escoamento laminar completamente desenvolvido de um fluido newtoniano (água deionizada) em um microcanal de superfície lisa. Nesse estudo, a informação dos campos de velocidades obtidos através de uma varredura em 61 planos de medição variando a posição axial, proporcionaram a reconstrução do campo de velocidades tridimensional e foram utilizadas para inferir a forma e dimensões da seção transversal do microcanal.

Segundo SILVA *et al.* (2009) tal método de estimativa de dimensão apresenta acurácia no plano de edição superior às obtidas através de um microscópio padrão.

A alteração em função do tempo de preparo da suspensão das características hidrodinâmicas do escoamento de um nanofluido composto por γ -Al₂O₃ com concentração entre 0,3 a 6,3% (V/V) em um microtubo de Teflon foi avaliada por WALSH *et al.* (2010). Apesar da suspensão em escoamento não ser completamente transparente, a razão sinal-ruído foi mantida constante, não provocando alterações na acurácia das medidas de velocidade, e permitindo que a técnica fosse utilizada no esclarecimento das características de escoamento e reológicas do nanofluido estudado. FU *et al*.(2016) também utilizaram a técnica para caracterização reológica *in line* de fluidos não-newtonianos determinando durante a análise do escoamento o índice característicos para esse tipo de fluidos. Sendo a avaliação da acurácia da aplicação da técnica µPIV para a investigação com nanofluidos demonstrada em PARK *et al*. (2019) na avaliação do escoamento de nanofluidos de α -Al₂O₃ e nanotubos de carbono.

SOTT *et al.* (2013) investigaram o escoamento em microestruturas heterogêneas, utilizando sistemas de modelos microfluídicos reproduzindo estruturas heterogeneas reais de gel biopolimérico fabricadas em PDMS, com padrão fractal e aleatórios por meio da comparação de dados experimentais obtidos na caracterização do escoamento de uma suspensão de água e partículas traçadoras fluorescentes de 700 nm de diâmetro com a técnica µPIV e a solução numérica obtida a partir do método de Lattice-Boltzmann, que resultou uma concordância global entre os resultados experimentais e simulados, mostrando a habilidade da técnica experimental em medir corretamente a direção e magnitude da velocidade do escoamento.

Tendo em vista a aplicabilidade de microcanais com geometrias tortuosas (ex.: canais senoidais ou em zigzag), conforme mostrado na Figura 3.12, alguns estudos foram desenvolvidos a fim de avaliar o desencadeamento de escoamento secundário. MIELNIK *et al.* (2005) utilizou a técnica µPIV para a análise quantitativa do escoamento secundário formado em microcanais senoidais permeáveis, utilizados para microfiltração de corrente cruzada utilizado em escoamento de fluidos biológicos, com o propósito de verificar o aumento da tensão de cisalhamento nesse tipo de canal e assim minimizar efeitos de incrustações comuns em membranas permeáveis.



Figura 3.12 - Microcanais de geometria tortuosa. DAI et al. (2015a).

A formação de vórtices de Dean também apresenta utilidade na aplicação de microcanais em zigzag, utilizandos em microtrocadores de calor compactos. DAI *et al.* (2015a) e DAI *et al.* (2015b) utilizaram a técnica µPIV na investigação do campo de velocidades em microcanais com esse tipo de geometria em escoamentos com Re no regime laminar e de transição, observando zonas de recirculação como padrões do escoamento e os efeitos das características geométricas sobre a dinâmica de escoamento.

Tendo em vista a potencialidade da utilização de soluções poliméricas na recuperação avançada de petróleo, FLORIÁN GUTIÉRREZ (2018) utilizou a técnica µPIV para avaliar o campo de velocidades de solução polimérica de óxido de polietileno escoando em um micromodelo que simulava uma garganta de poro.

As aplicações da técnica μ PIV não foram restringidas apenas para investigações em escoamentos contínuos, considerando-se as vantagens em trabalhar com escoamentos discretos, principalmente no controle de misturas e reações químicas em microescala. KINOSHITA *et al.* (2007) utilizou um sistema μ PIV confocal no seu estudo de escoamento com gotas, verificando que a melhoria na mistura do escoamento discreto estudado reside na circulação do fluido dentro da gota devido forças de arrasto na superfície de contato durante o movimento da gota. Sendo os efeitos da mudança de índice de refração nos estudos com escoamentos discretos investigada por MIESSNER *et al.* (2008).

CHINAUD *et al.* (2015) utilizaram uma configuração da técnica µPIV composta por duas câmeras e duas fontes de emissão de laser em dois comprimentos de onda diferentes para iluminação de partículas fluorescentes com diferentes bandas de excitação e emissão suspensas em diferentes fases, a fim de quantificar simultaneamente o escoamento multifásico líquido-líquido durante a formação de gotas alongadas em microdispositivos, ou seja, os campos de velocidades foram medidos tanto dentro da gota como no fluido imiscível ao redor.

O estudo de misturas de fluidos em dispositivos microfluídicos também foi tema do estudo realizado por SINOHARA *et al.* (2004), o qual utilizou um sistema µPIV de alta velocidade para investigação de emissão de vórtices em um escoamento multifásico em contra-corrente. Um sistema com elevada resolução temporal também foi utilizado por ZHANG *et al.* (2019) no estudo de emissão de vórtices em um dispositivo microfluídico com pino com possível aplicação para promoção de misturas.

3.4 Análise de Incerteza de Medição

Segundo a definição apresentada no Guia para a Expressão de Incerteza de Medição (do inglês, *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* - GUM), documento que uniformiza mundialmente o tratamento dos dados medidos para expressão da incerteza de medição e difundido no Brasil através do INMETRO (INMETRO e JCGM, 2008), o objetivo de uma medição é determinar o valor de uma grandeza específica (mensurando). Contudo, o resultado de uma medição é uma estimativa do valor do mensurado, o qual só é completo quando acompanhado da incerteza dessa estimativa.

A incerteza pode ser definida como uma indicação do quanto a estimativa do mensurando difere do valor verdadeiro. Na teoria dos erros, o valor verdadeiro é desconhecido. Sendo assim, a incerteza de medição é um parâmetro não-negativo que caracteriza a dispersão dos valores atribuídos ao mensurando a partir do tratamento de erros sistemáticos e aleatórios em termos probabilísticos (VUOLO, 1996; INTROGUM, 2009).

Algumas componentes da incerteza de medição podem ser estimadas a partir da distribuição estatística de valores oriundos de uma série de medições e podem ser caracterizadas por desvios-padrão (Tipo A), outras componentes podem ser caracterizadas por desvios-padrão estimados a partir de funções de densidade de probabilidade baseada em um conjunto de informações confiáveis (Tipo B) ou através da combinação das incertezas tipo A e B, conforme estabelecido no GUM.

O documento denominado *Measurement of Fluid Flow - Procedure for the Evaluation of Uncertainties*, ISO-5168 (2005) apresenta as diretrizes para a estimativa de incerteza que podem ser estendidas a uma grandeza que não pode ser medida diretamente,

mas calculada a partir de uma relação funcional entre N grandezas de entrada do modelo de medição e a grandeza de saída (mensurando) conforme representado na Equação 3.14.

$$y = f\left(x_1, \dots, x_N\right) \tag{3.14}$$

Devido à dependência da grandeza de saída em relação às N grandezas de entrada, a incerteza-padrão associada a y é resultado da propagação de incertezas-padrão $(u(x_i))$ associadas às grandezas de entrada ponderadas pelos respectivos coeficientes de sensibilidades (c_i) , que representam o efeito de cada grandeza de entrada na determinação da incerteza padrão combinada de y conforme apresentado na Equação 3.15.

$$u_{C}(y) = \left[\sum_{i=1}^{N} c_{i}^{2} u^{2}(x_{i}) + 2\sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^{N} c_{i} c_{j} u(x_{i}) u(x_{j}) r(x_{i}, x_{j})\right]^{1/2}$$
(3.15)

Segundo FORNASINI (2008), a expressão convencional da incerteza padrão corresponde a um nível de confiança que tende a 68,26%, conforme o número de graus de liberdade tende ao infinito, correspondendo a um fator de abrangência (k) igual a 1. Entretanto, para algumas aplicações são necessários níveis de confiança maiores (95% ou 99%, por exemplo), nesses casos recorre-se à estimativa da incerteza expandida (U).

A incerteza expandida é um múltiplo da incerteza padrão pelo fator de abrangência para um dado nível de confiança desejado. Quando as incertezas padrão estimadas não são baseadas em avaliações tipo B ou tipo A determinadas a partir de um número de medidas (Med) tendendo ao infinito, o cálculo da incerteza expandida é realizado utilizando um fator de abrangência obtido a partir do nível de confiança desejado e número de graus de liberdade efetivos (v_{eff}) calculados com a equação de Welch-Satterthwaite (INMETRO e JCGM, 2008) (Equação 3.16), assumindo que a distribuição das incertezas padrão é normal.

$$v_{eff} = \frac{u_{C}^{4}(y)}{\sum_{i=1}^{N} \frac{\left[c_{i}u(x_{i})\right]^{4}}{v_{i}}}$$
(3.16)

Os graus de liberdade para incerteza do tipo A calculados pela Equação 3.17,

$$v_i = Med - 1 \tag{3.17}$$

Segundo o GUM (INMETRO e JCGM, 2008), para a determinação do número de graus de liberdade v_i para uma incerteza padrão do tipo B, recorre-se à definição de graus de liberdade na distribuição *t-Student*, na qual v_i é definido como uma medida da incerteza da variância amostral s²(\overline{q}) da média de "Med" observações q_i independentes de uma variável q aleatória. Considerando que a estatística s(\overline{q}) é o desvio padrão amostral da média que estima o desvio padrão da distribuição de probabilidades de \overline{q} ($\sigma(\overline{q})$), a variância relacionada ao desvio padrão experimental da média é dada aproximadamente por:

$$\sigma^{2} \left[s(\bar{q}) \right] \approx \frac{\sigma^{2}(\bar{q})}{2\nu}$$
(3.18)

sendo v = Med-1 o número de graus de liberdade de s(\overline{q}).

Todavia, como o desvio padrão pode ser utilizado como estimativa da incerteza padrão de uma variável x_i , a Equação 3.18 pode ser utilizada para definir o número de graus de liberdade v_i atribuído à incerteza padrão do tipo B, conforme apresentado a seguir:

$$v_i \approx \frac{\sigma^2(\bar{q})}{2\sigma^2[s(\bar{q})]} \approx \frac{\sigma^2(x_i)}{2\sigma^2[s(x_i)]} \approx \frac{u^2(x_i)}{2\sigma^2[u(x_i)]}$$
(3.19)

sendo a grandeza $\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)}$ correspondente à incerteza relativa de $u(x_i)$, que indica o quanto a avaliação de $u(x_i)$ é confiável. Esta "incerteza da incerteza" de x_i provém do fato de que a amostragem é limitada na prática.

Reescrevendo a Equação 3.19, o número de graus de liberdade atribuído a uma incerteza do tipo B poder ser calculado através da Equação 3.20:

$$\nu_i \approx \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta u(x_i)}{u(x_i)} \right]^{-2}$$
(3.20)

Após determinação do número de graus de liberdade efetivos, o valor da variável t_{Student p} na distribuição *t-Student* para um nível de confiança p desejado é determinado. Com o propósito de simplificar a quantidade de cálculos necessários para a combinação das distribuições de probabilidades das variáveis de entrada e considerando o Teorema Central do Limite, assume-se que o fator de abrangência (k_p) é igual ao valor de t_{Student p}, que é dependente de v_{eff} e do nível de confiança desejado. Então, a incerteza expandida (U_p) é calculada com a Equação 3.21, para um nível de confiança de p.

$$U_p = k_p u_C(\mathbf{y}) = \mathbf{t}_{Student \ p} u_C(\mathbf{y})$$
(3.21)

CAPÍTULO 4

METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Neste capítulo são apresentados os dispositivos microfluídicos utilizados nos escoamentos estudados. As etapas de fabricação dos moldes, dispositivos em PDMS e determinação das propriedades físicas dos fluidos utilizados, medida de incertezas decorrentes do aparato experimental e caracterização do escoamento a partir da técnica µPIV.

4.1 Dispositivos Microfluídicos

Inicialmente, as medidas quantitativas dos vetores de velocidades foram realizadas em dispositivos microfluídicos com seção transversal constante, porém com geometrias, materiais constituintes e processos de fabricação distintos, de modo a desafiar a técnica de medição de campo de velocidades, expondo-a aos efeitos de curvatura da superfície, mudança de índice de refração e razões de aspecto de microcanais.

Posteriormente, com o intuito de avaliar o desempenho da técnica μ PIV sobre medições de escoamentos com significativos gradientes de velocidade na direção paralela ao plano de medição, realizou-se a caracterização do escoamento em um microcanal zigzag, comumente utilizado em microtrocadores de calor devido a sua elevada área de troca térmica e renovação de fluido através de regiões de recirculação decorrentes de vórtices de Dean.

Na Figura 4.1 são apresentados os desenhos esquemáticos das geometrias dos microdispositivos utilizados nesse estudo. A Figura 4.1a representa o capilar circular, a Figura 4.1b representa o microcanal retangular e a Figura 4.1c representa o microcanal em zigzag.



Figura 4.1 - Desenhos esquemáticos das geometrias dos dispositivos microfluídicos: (a) capilar, (b) microcanal retangular e (c) microcanal zigzag.

4.1.1 Capilar circular

O primeiro tipo de dispositivo, cuja figura esquemática é apresentada na Figura 4.2a e o dispositivo real exposto na Figura 4.2b, foi selecionado com o objetivo principal de verificar o efeito da curvatura da parede da seção de teste sobre as medições de vetores de velocidade. É composto por um capilar de vidro circular fabricado pela Drummond Scientific Co. imerso no mesmo fluido em escoamento, a fim de evitar distorções ópticas devido à curvatura da parede do capilar, conforme descrito por KOUTSARIS *et al.* (1999).

Considerando os efeitos de curvatura e diferença entre os índices de refração do fluido em escoamento e do material da superfície curva relatados por LOEW e KUTT (1992) (diminuição da visibilidade nas regiões próximas às paredes e registro de múltiplas

imagens), para os estudos de caracterização de escoamento no interior de um capilar foi utilizada uma solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve devido à aproximação dos índices de refração desses fluidos com o índice de refração do vidro ($n_{vidro}=1,5$; $n_{glicerina 78\%}=1,473$; $n_{oleo mineral leve}=1,467$).

Além disso, conforme indicado por BUDWIG (1994), o capilar foi imerso em um recipiente preenchido com o mesmo fluido em escoamento cuja parede que permitiu o acesso óptico era plana, conforme apresentado na Figura 4.2.



(b)

Figura 4.2 - Dispositivos microfluídico reto circular: (a) desenho esquemático e (b) dispositivo real.

Além do objetivo principal susodito, utilizou-se capilares com diferentes dimensões com o intuito de avaliar, também, os efeitos de espessura da parede e gradiente de velocidade na direção perpendicular ao plano de medição. Os valores de diâmetro interno (D_I), diâmetro externo (D_E), espessura da parede (ϵ) e comprimento dos capilares (L) utilizados nesse microdispositivo são expostos na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Dimensões dos capilares circulares.									
Capilar	Volume do Capilar (µL)	Diâmetro Externo D _E (mm)	Diâmetro Interno D _I (mm)	Espessura do Capilar (mm)	Comprimento (L) (mm)				
C.1	0,5	0,5588	0,1422	0,4166	32				
C.2	5	0,9398	0,4470	0,4928	32				
C.3	10	0,8001	0,5563	0,2438	41				

4.1.2 Microcanal retangular

O segundo tipo de dispositivo consistiu em microcanais de geometria retangular fabricados em PDMS através da técnica de litografia macia e suportados por uma lâmina de vidro, conforme mostrado na Figura 4.3. Cada dispositivo continha dois microcanais de mesma profundidade, mas de razão de aspecto distintas. A medição do campo de velocidade aconteceu em um microcanal por corrida de medição, com o controle individual do valor da vazão volumétrica para a entrada de cada microcanal.



Figura 4.3 - Dispositivos microfluídicos retos de seção transversal retangular: (a) desenho esquemático e (b) dispositivo real.



(b)

Figura 4.3 - Dispositivos microfluídicos retos de seção transversal retangular: (a) desenho esquemático e (b) dispositivo real (continuação).

Conforme destacado por MEINHART *et al.* (2000), a profundidade da seção de teste influencia diretamente na razão sinal-ruído e, consequentemente, na estimativa de campos de velocidades pelo fato de poder proporcionar maior quantidade de partículas em foco. Nesse sentido, com o propósito de avaliar o efeito da profundidade e da razão de aspecto (H/W) da seção de teste, as dimensões de projeto apresentadas na Tabela 4.2 foram selecionadas para a fabricação dos microcanais retangulares, cujo desenho esquemático é apresentado na Figura 4.4 no qual R, W, L, H, LP e WP significam raio da região onde foi realizado o acesso com as mangueiras para conexão ao meio externo, largura dos microcanais, comprimento dos microcanais, altura dos microcanais, comprimento e largura da peça metálica onde foi fabricado o molde, respectivamente.



Figura 4.4 - Desenho esquemático do projeto dos microcanais com as dimensões de projeto.

Tabla 4.2 - Dimensoes dos microcanais retangulares.								
Molde	Canal	Largura (W) (mm)	Altura (H) (mm)	Comprimento (L) (mm)	Razão de aspecto (H/W)			
M1	MC1.1	0,080	0,080	33	1			
M1	MC1.2	0,320	0,080	33	0,25			
M2	MC2.1	1,000	0,500	33	0,5			
M3	MC3.1	0,400	0,300	9,52	0,75			

4.1.3 Microcanal zigzag

Após a análise das fontes de incerteza para escoamentos simples e unidirecionais nos dispositivos retos e de seção transversal constante, o terceiro dispositivo escolhido consistiu em um microcanal em zigzag fabricado em PDMS e suportado por uma lâmina de vidro, cuja figura esquemática é apresentada na Figura 4.5 com as dimensões de referência em milímetros e destacadas na Tabela 4.3.



Figura 4.5- Dispositivo microfluídico para medidas do escoamento em microcanal zigzag com as dimensões em mm.

Altura (mm)	Largura (mm)	Ângulo (θ)	Comprimento total do microcanal (mm)
0,300	0,400	45°	9,52

Dimensões do microcanal com geometria zigzag (77) Tabala 12

A seleção desse dispositivo teve a intenção de avaliar o desempenho da técnica µPIV, considerando as incertezas experimentais, em relação às medições de velocidade

em um escoamento no interior de um microcanal tortuoso com zonas de recirculação, conforme descrito em DAI *et al.* (2015a e b). A presença de recirculação impõe sobre a estimativa de velocidade a adversidade em lidar com gradientes de velocidade no plano de medição, exigindo maior esforço durante a caracterização do escoamento.

4.2 Fabricação dos Dispositivos

Nesta seção estão descritos os processos de fabricação dos dispositivos microfluídicos utilizados na etapa de caracterização do escoamento com a utilização da técnica µPIV. Inicialmente, é apresentada a metodologia utilizada na montagem do dispositivo referente ao capilar circular, e em seguida são apresentadas as fabricações dos moldes e microdispositivos em PDMS.

4.2.1 Fabricação do dispositivo do capilar circular

Primeiramente, fabricou-se o recipiente de imersão no qual o capilar foi inserido. O recipiente de imersão é apresentado na Figura 4.6, na qual é indicada a região do reservatório onde o capilar foi inserido posteriormente e imerso em fluido.



Figura 4.6 - Recipiente de imersão do capilar.

Para isso foi realizado um furo em formato circular com 1 cm de diâmetro na máquina de ablação a laser (GRAVOGRAPH LS 100) localizada no

LabMEMs/NIDF/COPPE/UFRJ em uma placa de acrílico de dimensão 2 x 4 x 0,5 cm (Largura x Comprimento x Altura).

Em seguida, a placa de acrílico perfurada foi fixada na morsa mecânica da microfresadora CNC Minitech Machinery localizada no LabMEMS/NIDF/COPPE/UFRJ com uma de suas laterais voltada para cima, e uma broca de 1 mm de diâmetro foi acoplada à fresadora para realizar os furos que permitiriam a inserção do capilar na placa de acrílico perfurada. Este procedimento foi realizado em uma microfresadora para evitar a perfuração da lateral da placa de acrílico em diferentes alturas, o que provocaria o desnível do capilar no interior do reservatório.

O furo lateral foi realizado a uma distância de 2 mm da base da placa de acrílico na direção do furo central, com rotação da broca igual a 12936 RPM e velocidade de corte de 43,81 mm/min. O mesmo procedimento foi realizado para a outra lateral da placa.

Após a perfuração da placa de acrílico, uma lamínula de vidro de 0,13-016 mm de espessura da fabricante Olen foi colada, com cola adesiva da TEKBOND, na base da placa de acrílico. Ressalta-se que a adesão da lamínula de vidro foi realizada com o cuidado de evitar o espalhamento da cola para a região do reservatório de imersão, com o intuito de evitar a obstrução do acesso óptico ao escoamento no interior do capilar.

Acoplou-se a uma das extremidades do capilar uma mangueira do tipo sonda de aspiração traqueal nº 4 da fabricante Mark Med e diâmetro externo de 1,3 mm, cortada em 25 cm de comprimento e inseriu-se o capilar no recipiente de acrílico. Então, a outra extremidade do capilar foi conectada a outra mangueira com as mesmas características apresentadas anteriormente.

Com o propósito de evitar vazamento do fluido de imersão do recipiente, preencheu-se os vazios entre o capilar e os furos laterais do recipiente de acrílico com cola de isopor e esperou-se a cura da cola para que o microdispositivo fosse considerado apto para uso.

Após a montagem do dispositivo microfluídico referente ao capilar, todos os experimentos para um determinado diâmetro interno de capilar foram realizados em um único dispositivo, ou seja, utilizando o mesmo capilar. No momento da caracterização do escoamento, para um dado capilar, apenas os valores da vazão volumétrica foram alterados em ordem decrescente. Desta forma nenhum capilar foi reutilizado. Esse procedimento teve o propósito de manter o caráter hidrofílico do vidro de borossilicato (BERNETT e ZISMAN, 1969), evitando a deposição de partículas ou outros materiais

que pudessem alterar essa característica que foi considerada nas condições de contorno do modelo teórico.

4.2.2 Fabricação dos dispositivos em PDMS

Esta seção se inicia com a descrição da etapa prévia à fabricação dos microdispositivos em PDMS, ou seja, a fabricação dos moldes a partir dos quais serão fabricados os microcanais utilizados nos dispositivos de seção transversal retangular.

O procedimento de fabricação dos microdispositivos em PDMS foi realizado por litografia macia utilizando moldes de liga metálica de cobre e zinco (popularmente conhecido como "Latão") fabricados na microfresadora CNC Minitech Machinery, localizada no LabMEMS/NIDF/PEM/COPPE/UFRJ.

A seleção do latão como constituinte do material da peça a ser usinada para fabricar os moldes dos microcanais ocorreu devido aos testes preliminares em acrílico indicarem deformação nas laterais dos relevos que seriam utilizados para espelhamento e fabricação dos microdispositivos em PDMS, desviando da seção transversal retangular desejada para os microcanais. Atribuiu-se como causa deste desvio a deformação térmica, provocada pelo corte da ferramenta quando em contato com o acrílico. Por isso, optou-se pela utilização de um material metálico, com o intuito de prevenir esses desvios.

- Fabricação dos moldes em metal

Os moldes fabricados em latão são apresentados na Figura 4.7, na qual pode-se observar os moldes referentes aos microcanais retangulares MC1.1 e MC 1.2 (Figura 4.7a), MC2.1 (Figura 4.7b), MC 3.1 (Figura 4.7c) e o microcanal em zigzag (Figura 4.7d).



Figura 4.7 - Moldes metálicos utilizados na fabricação dos dispositivos em PDMS: (a) MC1.1 e MC 1.2, (b) MC2.1, (c) MC3.1 e (d) ZZ.



Figura 4.7 - Moldes metálicos utilizados na fabricação dos dispositivos em PDMS: (a) MC1.1 e MC 1.2, (b) MC2.1, (c) MC3.1 e (d) ZZ (continuação).

Os padrões dos moldes em latão utilizados para a usinagem foram elaborados no software SolidWorks. Estes desenhos foram importados para o software MecSoft[®] Visual CAD 2012 no formato ".Dxf". Neste software, as etapas e os parâmetros de fabricação de cada molde foram determinados. Alguns desses parâmetros de usinagem são os seguintes: tipo, diâmetro e velocidade de rotação da ferramenta de usinagem (fresa), profundidade de corte, número de passos e avanço para cada etapa de fabricação.

Após a determinação das etapas e parâmetros de fabricação, a sequência de cortes e movimentos para a transferência do padrão à peça foi escrita e gerada no código de usinagem (GCODE), que é a linguagem de programação utilizada na máquina por Comando Numérico Computadorizado (CNC), por meio do software Mach3 que está instalado na microfresadora.

A microfresadora CNC da fabricante Minitech Mini-Mill/OX disponível no LabMEMS/PEM/COPPE/UFRJ, apresentada na Figura 4.8, possui três eixos motorizados na direção longitudinal ("x"), transversal ("y") e vertical ("z") e sistema de resfriamento por injeção de ar a fim de evitar danos térmicos durante a fabricação.

Durante a fabricação dos moldes de latão utilizados nesse estudo, a injeção do fluido de corte Nº 1 para todos os tipos de metais, da fabricante ROCAST, ocorreu manualmente, a fim de refrigerar, lubrificar e proteger a peça usinada.



Figura 4.8 - Microfresadora CNC Minitech Mini-Mill/OX

A microusinagem dos moldes foi realizada em peças constituídas de liga metálica de cobre e zinco cortadas a partir de uma chapa de 3 mm de espessura, com o auxílio de uma máquina de corte vertical de bancada, modelo LB1200F da fabricante Makita, disponível no LabMEMS/PEM/COPPE/UFRJ.

Após o corte das peças, as extremidades destas foram polidas em uma politriz lixadeira de velocidade variável PVV da fabricante TECLAGO, com lixa d'água P100 (DeWalt) e 459 RPM, com o objetivo de suavizar regiões sobressalentes do corte da peça que poderiam provocar danos à ponta da microfresa durante a usinagem.

A usinagem dos moldes referentes aos microcanais MC2.1 e MC3.1 com profundidade igual a 0,500 e 0,300 mm, respectivamente, foi realizada em duas etapas seguidas. Enquanto que a fabricação dos moldes referentes aos microcanais com altura de 0,080 mm e zigzag com altura de 0,300 mm, foi executada em três etapas seguidas, sendo a terceira etapa específica para cada molde e acabamento característico necessário.

As etapas e parâmetros de fabricação para todos os 4 moldes fabricados estão dispostos, resumidamente, nas tabelas 4.4-4.7 para os moldes associados aos microcanais MC1.1, MC1.2, MC2.1, MC3.1 e zigzag, respectivamente. As etapas de fabricação são descritas a seguir:

<u>1. Faceamento da peça:</u> o processo de fabricação iniciou-se com a etapa de faceamento que consistiu na remoção de uma camada de 0,1 mm de toda a superfície de cada peça, com a finalidade de planificar e suavizar toda a superfície por meio da microusinagem com uma fresa.

Para a realização da etapa de faceamento, primeiramente, a peça metálica foi fixada na microfresadora com o auxílio de uma morça mecânica tradicional (indicada na Figura 4.8) e uma fresa de topo reto (fabricada em metal duro HRC55 com cobertura de Altin) de 0,4 mm de diâmetro foi acoplada à microfresadora para facear a superfície da peça.

Em seguida, definiu-se os pontos referentes à origem das coordenadas "x", "y" e "z" da peça em relação à fresadora e o posicionamento da fresa. Destaca-se que a troca de ferramenta nas etapas subsequentes, inevitavelmente, modificaria a altura da ferramenta em relação à base da mesa e, assim, alteraria a origem da coordenada "z". Sendo assim, sempre que ocorreu a troca de ferramenta fez-se necessário ajustar a origem de "z" em relação à nova ferramenta.

Então, sucedeu-se com o faceamento utilizando a fresa indicada anteriormente, com rotação de 60000 RPM, velocidade de corte 75,3982, velocidade de avanço 120 mm/min e profundidade de corte de 0,1 mm. O faceamento foi seguido da usinagem do relevo da respectiva peça referente aos microcanais desejados, sem retirar a peça fixada na morça mecânica, e com a mesma fresa utilizada no faceamento, apenas alterando-se os parâmetros de fabricação específicos para cada molde, conforme exposto nas Tabelas 4.4-4.7.

<u>2. Usinagem do relevo:</u> a segunda etapa do processo de fabricação, comum à fabricação de todas as peças, consistiu na usinagem dos relevos referentes aos microcanais em cada peça metálica. Sendo esta etapa referente à usinagem do molde, o relevo é usinado, e na etapa de fabricação dos dispositivos em PDMS, as características dos moldes serão

espelhadas no polímero, ou seja, a altura do relevo será a altura do microcanal, e o mesmo acontecerá para as outras dimensões.

<u>3. Refinamento do relevo:</u> a terceira etapa do processo de fabricação dos moldes referentes aos microcanais MC1.1, MC1.2 e zigzag consistiu no refinamento do relevo usinado na segunda etapa e foi realizado de forma distinta para cada molde.

-Molde associado aos microcanais MC1.1 e MC1.2: na etapa 2 os relevos referentes aos canais com a profundidade desejada de 0,080 mm e razão de aspecto 1 e 0,25 foram usinados com uma profundidade 0,24 % acima da profundidade desejada em projeto. Esse valor foi selecionado para que, nesta etapa, o refinamento do relevo fosse realizado com uma fresa de 0,100 mm de maneira que um rebaixamento com um passo de 0,03 mm permitisse que a peça ficasse com a altura desejada. Essa estratégia foi adotada com a intenção de evitar rebarbas grosseiras oriundas do fresamento com a ferramenta de 0,4 mm de diâmetro.

-Molde associado ao microcanal zigzag: o refinamento do relevo referente ao canal zigzag consistiu na usinagem da peça, após a etapa 2, com uma fresa de 0,100 mm. O objetivo foi reduzir o diâmetro do raio de curvatura do zigzag, o qual foi determinado pela fresa que, nesse caso, produziu um raio de 0,050 mm devido à utilização de uma ferramenta com diâmetro igual a 0,100 mm.

Para os moldes associados aos microcanais MC2.1 e MC3.1, o processo de microusinagem encerrou-se na etapa dois. E com a finalidade de eliminar rebarbas oriundas do processo de fabricação, estes moldes foram polidos manualmente com uma pasta de diamante para polimento metalográfico de 9μ e 1μ do fabricante Teclago, sequencialmente, até a verificação, em microscópio de luz refletida, da uniformidade na superfície do relevo.

Após o fim da etapa 3, as peças referentes aos microcanais MC1.1, MC 1.2 e zigzag também foram submetidas a este mesmo processo de polimento.

Etapa da fabricação	Diâmetro da ferramenta (mm)	Avanço (mm/min)	Velocidade de corte (m/min)	Rotação da ferramenta (rpm)	Número de passos e profundidade de corte por passo	Profundidade total de corte (mm)	Tempo de corte (min)
1. Faceamento	0,400	120	75,3982	60000	1 passo de 0,1 mm	0,100	40,30
2. Usinagem do relevo	0,400	120	75,3982	60000	1 passo de 0,11 mm	0,110	37,54
3. Refino do relevo	0,100	120	18,8495	60000	1 passo de 0,03 mm	0,030	47,56
					Tempo total de usinagem: 2 h e		2 h e 5 min

Tabela 4.4 - Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde associado aos microcanais MC1.1 e MC 1.2.

Tabela 4.5 - Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde associado ao microcanal MC2.1.

Etapa da fabricação	Diâmetro da ferramenta (mm)	Avanço (mm/min)	Velocidade de corte (m/min)	Rotação da ferramenta (rpm)	Número de passos e profundidade de corte por passo	Profundidade total de corte (mm)	Tempo de corte (min)
1. Faceamento	0,400	120	75,3982	60000	1 passo de 0,1 mm	0,100	40,30
2. Usinagem do relevo	0,400	120	75,3982	60000	1 passo de 0,5 mm	0,500	118
					Tempo total de usinagem:		2 h e 64 min

Tabela 4.6 - Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde associado ao microcanal MC3.1.

Etapa da fabricação	Diâmetro da ferramenta (mm)	Avanço (mm/min)	Velocidade de corte (m/min)	Rotação da ferramenta (rpm)	Número de passos e profundidade de corte por passo	Profundidade total de corte (mm)	Tempo de corte (min)
1. Faceamento	0,400	120	75,3982	60000	1 passo de 0,1 mm	0,100	56,80
2. Usinagem do relevo	0,400	120	75,3982	60000	1 passo de 0,3 mm	0,290	29,63
					Tempo total de u	1 h e 44 min	

Etapa da fabricação	Diâmetro da ferramenta (mm)	Avanço (mm/min)	Velocidade de corte (m/min)	Rotação da ferramenta (rpm)	Número de passos e profundidade de corte por passo	Profundidade total de corte (mm)	Tempo de corte (min)
1. Faceamento	0,400	120	75,3982	60000	1 passo de 0,1 mm	0,100	17,73
2. Usinagem do relevo	0,400	120	75,3982	60000	2 passos de 0,1 mm e 1 passo de 0,09 mm	0,290	281
3. Refino do relevo	0,100	120	18,8495	60000	10 passos de 0,03 mm	0,300	44,36
					Tempo total de usinagem:		5 h e 72 min

Tabela 4.7 - Etapas e parâmetros de fabricação da usinagem do molde associado ao microcanal zigzag.

- Fabricação dos dispositivos em PDMS

A fabricação dos dispositivos de seção transversal retangular foi realizada por meio da técnica de litografia macia, a qual fundamenta-se no espelhamento das características dimensionais dos moldes fabricados em latão para o substrato polimérico (PDMS).

Nesse estudo, todas as fabricações dos dispositivos de seção transversal retangular foram realizadas com o PDMS oriundo da mistura dos componentes contidos no kit Sylgard[®] 184 fabricado pela Dow Corning Corporation. Este kit é composto por duas partes líquidas, Sylgard 184-A (base polimérica para a fabricação do polímero composta por silicone e sílica para reforço) e Sylgard 184-B (agente reticulante composto por metilhidrosiloxano -agente de cura- e complexo de platina-catalisador) que quando misturadas na proporção de 10:1 (em massa) são os componentes da mistura de reação de hidrossilação que resulta no polímero curado (EFIMENKO *et al.*, 2002, MORENT *et al.*, 2007, DOW CORNING, 2020).

Conforme destacado por ALMEIDA (2019), o tempo de cura da mistura polimérica pode ser reduzido com o aumento da temperatura (10 min de tempo de cura a uma temperatura de 150 °C (DOW CORNING, 2020), contudo, a aceleração da cura do polímero em função da temperatura tem consequências como a contração do polímero, o que pode provocar diferenças entre as dimensões do molde e do dispositivo. Devido a este efeito, optou-se por uma cura durante 2 horas a 60 °C para os dispositivos utilizados nesse estudo.

Sendo assim, o procedimento de fabricação dos microdispositivos em PDMS por litografia macia com moldes de latão foi realizado adaptando-se a metodologia descrita em COLMAN (2017). As etapas de fabricação são resumidas na Figura 4.9 e estão indicadas por números e estão descritas a seguir.



Figura 4.9 - Desenho esquemático da sequência de fabricação por litografia macia.

<u>1. Mistura das quantidades da base polimérica e agente reticulante:</u> mediu-se uma massa de elastômero (Sylgard 184-A) suficiente para a fabricação do microdispositivo. Posteriormente, adicionou-se o agente reticulante em uma porporção de 1:10 (massa de agente reticulante para massa de elastômero). Então, os reagentes foram agitados, manualmente, com o auxílio de uma espátula de plástico;

<u>2 Remoção de microbolhas de ar:</u> o recipiente contendo a mistura base polimérica + agente reticulante foi submetido ao vácuo em um dessecador durante 1 h para remoção de microbolhas de ar originadas durante a agitação da mistura polimérica;

<u>3 Deposição do PDMS sobre o molde:</u> após a remoção das microbolhas de ar, o PDMS foi depositado sobre o molde metálico armazenado em uma forma de silicone utilizada para conter o volume de polímero, conforme apresentado na Figura 4.10. O molde e a forma de silicone foram previamente lavados com solução de sabão neutro para laboratório diluído em água deionizada, enxaguados com água deionizada e secados em estufa a 60 °C.





Figura 4.10 - Deposição do PDMS sobre o molde: (a) desenho esquemático com corte longitudinal e (b) PDMS depositado sobre os moldes.

A deposição aconteceu dentro de uma câmara de fluxo laminar vertical de ar (Filterflux) com o propósito de evitar a aderência de poeira sobre o molde durante o momento da deposição do polímero;

<u>4. Remoção de microbolhas de ar do sistema molde+PDMS:</u> assim como na etapa 2, o sistema molde+PDMS foi submetido ao vácuo no dessecador durante 1 hora para a remoção de microbolhas de ar que pudesse ter sido incorporado ao sistema durante a etapa de deposição do polímero sobre o molde;</u>

<u>5. Cura do PDMS:</u> após a remoção das microbolhas de ar, o sistema molde+PDMS foi transferido para a estufa onde permaneceu por, pelo menos, 2 horas a uma temperatura de 60 °C, a fim de promover e acelerar a cura do PDMS, minimizando os efeitos de contração do polímero;

<u>6. Desmoldagem do PDMS</u>: posteriormente ao período de cura, o sistema PDMS+molde foi retirado da forma de silicone após sair da estufa, e foi transferido para a câmara de fluxo laminar de ar, onde foi resfriado a temperatura ambiente. Com o auxílio de uma lâmina metálica, a região na qual o PDMS estava aderido ao molde metálico foi cortada no plano normal à interface do molde e PDMS e, então, o PDMS foi separado do molde metálico e posicionado com a área dos microcanais para cima em relação a uma superfície limpa e isolada, em vidro dentro da câmara de fluxo de ar;

<u>7. Formação dos acessos ao ambiente externo:</u> os acessos ao meio externo foram realizados nas extremidades do microcanal ocupadas pelos círculos de raio R1 e/ou R2, conforme apresentado nas figuras esquemáticas das figuras 4.4 e 4.5. Para isso pressionou-se um Punch dermatológico com lâmina cilíndrica cortante em aço inoxidável (diâmetro interno de 1,25 mm) nas regiões de acesso.

A formação desses acessos tem o propósito de permitir a conexão do microcanal com uma mangueira, habilitando o acesso ao ambiente externo;

<u>8. Selagem do microdispositivo:</u> após a cura do PDMS e, sequencial formação dos acessos, a camada de PDMS foi selada em uma lâmina de vidro de, aproximadamente, 1
- 1,2 mm de espessura e dimensões 25 x 76 mm, da fabricante Olen, previamente limpa e seca (utilizando o mesmo procedimento descrito para a limpeza dos moldes e forma de silicone).

A selagem do PDMS e lâmina de vidro foi realizada através do efeito corona (HAUBERT *et al.*, 2006). Este efeito foi gerado pelo equipamento *Laboratory Corona Treater* (modelo BD-20 AC, fabricado pela Electro-Technic Products), com potência de saída de 30W. O efeito corona foi utilizado para promover as modificações na superfície dos materiais e, assim, favorecer a adesão eletrostática entre os materiais por meio da descarga corona gerada a partir da diferença de potencial entre o fio fino metálico do equipamento (eletrodo positivo) e o plano aterrado (eletrodo negativo), conforme apresentado na Figura 4.11.



Figura 4.11 - Aplicação da descarga corona na etapa de selagem.

As descargas elétricas geradas pelo efeito corona sobre a superfície de PDMS provocam a formação de grupos hidroxilas na superfície do polímero, favorecendo sua adesão eletrostática à lamina de vidro e transformando a molhabilidade da superfície temporariamente.

A camada de PDMS com a face onde os microcanais estão presentes (virada para cima) e a lâmina de vidro foram posicionadas sobre um plano isolado eletricamente, dentro da câmara de fluxo de ar, e aplicou-se as descargas coronas geradas pelo equipamento supracitado durante 1 min sobre toda a superfície dos materiais a serem selados.

Após o tratamento das superfícies, a camada de PDMS e a lâmina de vidro foram unidas e, levemente pressionadas, expurgando possíveis bolhas de ar que possam ter ficado na interface entre os dois sólidos. Então, o microdispositivo selado foi aquecido em estufa a 60 °C durante 3 h, com o propósito de efetivar a adesão das superfícies.

Ressalta-se que, conforme apresentado por ALMEIDA (2019) e FEHR (2019), a transição da molhabilidade da superfície dos microdispositivos fabricados em PDMS, de hidrofílica para hidrofóbica, acontece após 48 horas do tratamento por descarga corona. Por isso, as medições dos campos de velocidade foram realizadas dentro de 24 horas após a etapa de selagem do dispositivo, no máximo, com a intenção de garantir a hidrofilicidade da superfície e a condição de contorno de não-deslizamento para o escoamento da água nas paredes dos microcanais fabricados em PDMS;

<u>9. Conexão das mangueiras:</u> após 12 horas da etapa de selagem a temperatura ambiente, as conexões para o ambiente externo (mangueiras do tipo sonda de aspiração traqueal nº
4 da fabricante Mark Med e diâmetro externo de 1,3 mm cortada em 25 cm de

comprimento) foram inseridas no microdispositivo por meio dos acessos realizados na etapa 7.

Para promover a fixação destas conexões, adicionou-se uma pequena quantidade de cola epóxi Araldite[®] Hobby (TekBond), com 10 min de tempo para início da cura, nas regiões de contato entre as mangueiras e a superfície externa do PDMS. O sistema ficou em repouso para cura da cola durante 3 horas, finalizando, assim, o processo de fabricação do dispositivo microfluídico em PDMS.

4.3 Caracterização dos Fluidos

Para a avaliação do efeito das propriedades físicas de diferentes fluidos (índice de refração, viscosidade e massa específica) foram utilizados três fluidos diferentes no preparo da suspensão com partículas traçadoras: água deionizada, solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve (Sigma-Aldrich). Os dois últimos fluidos foram utilizados na análise dos escoamentos no capilar circular devido a seus valores de índice de refração serem próximos ao do vidro ($n_{vidro}=1,5$; $n_{glicerina}$ 78% = 1,473; $n_{óleo mineral leve}$ =1,467), o que é favorável na minimização do efeito da curvatura da parede da seção de testes e possíveis distorções ópticas na visualização do escoamento. E a suspensão com água deionizada foi utilizada nos escoamentos internos aos microdispositivos fabricados em PDMS, os quais possuíam seção transversal retangular.

A caracterização das propriedades físicas desses fluidos foi realizada em quatro temperaturas (25, 26, 27 e 28 °C), sendo a determinação da massa específica e viscosidade cinemática efetuadas em um viscosímetro SVM 3000 (Anton Paar[®]), disponível no DOPOLAB/EQ/UFRJ. As medições em diferentes temperaturas são justificadas pela necessidade de estimativa de uma curva dessas propriedades em função da temperatura, a qual foi usada nas etapas de calibração do sistema de infusão de fluido (subseção 4.4.1).

4.4 Estimativa de Incerteza dos Parâmetros de Entrada

De acordo com BRYANT *et al.* (2014), as maiores fontes de incerteza no escoamento do fluido são a geometria do sistema microfluídico e a vazão promovida pelo sistema de infusão. Sendo assim, procedimentos de calibração do sistema de

bombeamento e caracterização dimensional dos dispositivos utilizados são necessários para avaliar a precisão e acurácia das medidas.

4.4.1 Calibração do sistema de infusão de fluido

Com o propósito de avaliar a confiabilidade do sistema de infusão de fluido, promover a rastreabilidade na medição e análise de incertezas a partir do perfil de velocidade teórico, foi realizada a calibração do sistema de infusão sempre que o dispositivo microfluídico ou a vazão selecionada ou o tipo de fluido foi alterado. Nesse estudo, utilizou-se a mesma seringa de vidro para todos os experimentos, mas caso este componente do sistema de infusão fosse alterado, também seria necessária uma nova calibração para cada seringa.

O sistema de infusão dos fluidos de trabalho utilizados nesse estudo foi constituído por uma bomba de seringa e uma seringa de vidro de 2,5 mL acoplados a um dispositivo microfluídico. Optou-se pela utilização de uma seringa de vidro de 2,5 mL em detrimento de seringas de plásticos, devido a testes preliminares indicarem que o segundo tipo transferiria pulsação para o escoamento, o que foi também observado na caracterização do escoamento.

Tendo em vista as inúmeras fontes de incerteza em escoamentos em microescala, foi realizada a calibração *in loco* do sistema de infusão de fluido instalado no LabMEMs, utilizado nos experimentos de caracterização de escoamentos. A calibração foi realizada pelo método gravimétrico e a figura esquemática (Figura 4.12) representa o aparato experimental exposto na Figura 4.13. A Tabela 4.8 lista os materiais e equipamentos utilizados nessa etapa do estudo.

Conforme exposto na Figura 4.12, o aparato de calibração do sistema de infusão de fluido consistiu em uma bomba de seringa (A) acoplada a uma seringa de vidro (B) que foi conectada por meio de uma válvula de 3 vias (C) a um reservatório contendo o fluido (D) e a uma mangueira plástica (I) conectada à entrada do dispositivo microfluídico (F). A utilização da válvula de 3 vias teve o intuito de evitar a infiltração, presença de bolhas de ar e facilitar o preenchimento da seringa.

O funil de vidro (G) foi utilizado para direcionar a mangueira de saída do fluido para o centro da entrada do balão volumétrico (H). Após a coleta do volume de fluido bombeado, a massa contida no mesmo foi medida em uma balança analítica (K). As duas setas representam o transporte do balão volumétrico contendo o fluido e seu posterior
retorno para a continuação do processo de calibração. Os dados de massa de fluido eram anotados em uma planilha para posterior análise dos resultados. A temperatura do fluido foi monitorada com o auxílio de um termômetro tipo espeto (E) e a temperatura e umidade relativa do ar ambiente foi monitorada por meio de um termohigrômetro (J).



Figura 4.12- Desenho esquemático do aparato experimental de calibração do sistema de infusão.

Tabela 4.8 - Equipamentos e materiais	utilizados no aparato	experimental	de calibração	do sistema de
	infusão.			

Indicação	Equipamento ou material	Modelo	Fabricante
А	Bomba de seringa	PHD ULTRA	Harvard Apparatus
В	Seringa de vidro de 2,5 mL	1002TLL	Hamilton
С	Válvula de 3 vias	-	-
D	Reservatório do fluido	Frasco de laboratório Duran rosqueável de 250 mL, GL 45	SCHOTT
E	Termômetro digital tipo espeto com sensor Pt-100	TP101	SIBERIUS
F	Dispositivo microfluídico	-	-
G	Funil de vidro	-	-
Η	Balão volumétrico de 50 mL	-	-
Ι	Conexão de mangueira	Nº 4	MARKMED
J	Termohigrômetro digital	ITHT 2250	Instrutemp
K	Balança analítica	Mark M214A	Bel Engineering



Figura 4.13 - Aparato de calibração do sistema bomba de infusão e seringa.

O procedimento de calibração foi realizado pelo método gravimétrico para cada fluido, microdispositivos e vazão utilizados nos experimentos de caracterização do escoamento, conforme dispostos na Tabela 4.9, tendo como referência os estudos realizados por BATISTA *et al.*(2013), DIAS *et al.* (2015), a norma ISO 4787:2010, o Guia de calibração para determinação de incerteza de volume pelo método gravimétrico da EURAMET (EURAMET, 2018) e a NBR IEC 60601-2-24:2015 (ABNT, 2015) referente à equipamentos eletromédicos dentro dos quais encaixam-se bombas de seringa.

Os valores de vazão volumétrica selecionados na bomba de seringa estão expostos na Tabela 4.9, e foram calculados considerando as dimensões médias, obtidas na etapa de caracterização dimensional da seção transversal dos microdispositivos (subseção 4.4.2), e as velocidades médias que permitiam a visualização das imagens de partículas traçadoras no sistema óptico com qualidade e sem registro de rastro de partículas, verificadas experimentalmente. Ressalta-se que o fabricante informa que a vazão mínima para a bomba de seringa utilizada é 3,39900 nL/min quando acoplada a uma seringa de 2,5 mL (HAVARD APPARATUS, 2012). Sendo assim, considerou-se adequado a utilização de valores de vazão com 4 casas decimais conforme expostos na Tabela 4.9.

Para os escoamentos internos ao capilar circular, fixou-se três valores de velocidade média que permitiam visualização adequada das imagens de partícula no sistema óptico ($v_m = 0,0127 \text{ m/min}, v_m = 0,3249 \text{ m/min} \text{ e } v_m = 0,6371 \text{ m/min}$). A partir desses valores e dos diâmetros internos de cada capilar, calculou-se as vazões selecionadas na bomba de

seringa e verificadas na etapa descrita nesta subseção, destaca-se que devido a essa escolha o número de Reynolds variou para cada escoamento analisado no interior dos capilares, conforme é apresentado na Tabela 4.9.

Em relação aos microcanais de seção transversal retangular, priorizou-se manter a similaridade dinâmica, e assim foram fixados três valores de número de Reynolds (Re = 0,5, Re = 1 e Re = 5). A partir desses valores, e considerando as características dimensionais mensuradas na etapa de caracterização dimensional, selecionou-se as vazões volumétricas necessárias para manter o número de Reynolds desejado.

Para o microcanal em zigzag, verificou-se previamente em quais valores de vazões observava-se a ocorrência de recirculações no escoamento no sistema óptico utilizado. E assim foram selecionadas as vazões iguais a 800, 1200 e 2400 μ L/min para este microcanal. Além disso, a fim de manter um escoamento sem a paresença de vórtices, selecionou-se, também, uma vazão igual a 92,9479 μ L/min referente ao Re = 5.

Tipo de	Capilar ou Tipo de		Vazão selecionada	D -	
microdispositivo microcanal		fluido	(µL/min)	Ne	
		Glicerina	0,2025	0,0008	
	C.1	78%	5,1632	0,0192	
		(V/V)	10,1240	0,0376	
_		Glicerina	2,0000	0,0024	
	C.2	78%	51,0000	0,0602	
Capilar		(V/V)	100,0000	0,1181	
_		Óleo mineral	2,0000	0,0034	
	C.2	leve	51,0000	0,0859	
		(P. A.)	100,0000	0,1685	
_		Glicerina	3,0966	0,0029	
	C.3	78%	78,9640	0,0750	
		(V/V)	154,832	0,1470	
	MC1.1	Água deionizada	2,2488	0,5	
			4,4977	1	
			22,4884	5	
		Água	5,4248	0,5	
	MC1.2	deionizada	10,8496	1	
Microcanal			54,2479	5	
retangular		Água	19,9650	0,5	
	MC2.1	Agua	39,9299	1	
_		ueioinzaua	199,6500	5	
		Água	9,2947	0,5	
	MC3.1	Agua	18,5894	1	
		deionizada	92,9470	5	
			92,9479	5	
Microcanal ZigZag	77	Água	800	43,0349	
	LL	deionizada	1200	64,5523	
			2400	129,1050	

Tabela 4.9 - Tipos de microdispositivos e respectivas vazões selecionadas para a análise de escoamentos.

A montagem do sistema de calibração foi realizada 24 horas antes do início do procedimento de calibração, com todos os materiais utilizados previamente limpos com

sabão neutro e água deionizada. No preenchimento do sistema, o fluido foi previamente submetido ao vácuo em um dessecador durante 40 minutos para eliminação de microbolhas de ar. Uma das saídas da válvula foi conectada ao dispositivo microfluídico, cuja saída foi conectada ao balão volumétrico de 50 mL, posicionado para receber o fluido a ser bombeado.

O sistema bomba+seringa+microdispositivo+balão volumétrico foi montado próximo a uma balança analítica calibrada, conforme procedimento descrito no Apêndice A, com o intuito de minimizar possíveis perdas de massa de líquido por evaporação durante o translado do balão volumétrico em direção à balança analítica para determinação da massa referente ao volume de fluido bombeado.

Após o fim da montagem do aparato experimental, o sistema foi completamente preenchido pelo fluido de trabalho, e assim ficou em repouso durante 24 horas no ambiente refrigerado do laboratório, com o ajuste dos aparelhos condicionadores de ar para manter a temperatura ambiente estabilizada em torno de 25 °C \pm 1 °C. Considerando as condições térmicas às quais o sistema de calibração foi exposto, a temperatura da seringa foi considerada como uma combinação da temperatura ambiente e do fluido contido em seu interior. Este período preliminar teve o propósito de promover o equilíbrio térmico entre todos os componentes do sistema de calibração e o ambiente do laboratório, minimizando os efeitos da variação térmica sobre os componentes constituídos de diferentes materiais e suscetíveis a efeitos de dilatação, contração volumétrica, evaporação ou absorção de umidade nas medidas mássicas na balança.

Minutos antes do início do procedimento de calibração, o fluido contido na seringa foi bombeado, armazenado no balão volumétrico e a massa deste volume foi determinada. A seringa foi preenchida, novamente, com o fluido contido no reservatório e em equilíbrio térmico em todo o sistema de infusão. Este procedimento foi realizado com o intuito de garantir que todo o sistema estivesse preenchido pelo fluido no momento da calibração e minimizar os efeitos de evaporação decorrente do período de repouso.

O procedimento de calibração foi iniciado com a inserção dos dados da seringa de vidro no sistema eletrônico da bomba (diâmetro e volume) e o valor da vazão avaliada (Tabela 4.9). Todo o sistema foi preenchido pelo fluido e o balão volumétrico foi parcialmente preenchido, a fim de saturar o ambiente no interior do balão, minimizando a perda de massa de líquido por evaporação. Inicialmente, mediu-se a massa contida no balão volumétrico, a temperatura do fluido (termômetro digital tipo espeto) e a temperatura (termohigrômetro). Então, iniciou-se o bombeamento do fluido no display

da bomba de seringa e, simultaneamente, iniciou-se a contagem de tempo no cronômetro de celular. Após este período, a massa final no balão volumétrico foi determinada, assim como a temperatura final do fluido e do ambiente. Em cada corrida mediu-se, também, a umidade relativa do ar (termohigrômetro) e pressão atmosférica por consulta aos dados fornecidos pela estação climática instalada no aeroporto Tom Jobim (Rio de Janeiro). Foram realizadas entre 8 e 4 medidas para cada vazão, e estes valores obtidos foram utilizados nas estimativas de incerteza.

Após a aquisição dos dados experimentais, a vazão experimental foi calculada por meio da Equação 4.1, baseada nos trabalhos de BATISTA *et al.* (2015) e DIAS *et al.* (2015), com o acréscimo do termo referente ao desvio entre o tempo de seleção do início do bombeamento e acionamento efetivo do mecanismo da bomba (δ t), o qual foi estimado como sendo igual a 1/10 de segundo.

A Equação 4.1, também, considera o efeito da evaporação do líquido durante a corrida de calibração (M_{evap}), a correção devido ao empuxo no momento da calibração da balança e no momento da medição da massa do líquido bombeada, representada pela razão da massa específica do ar no momento da calibração da balança analítica (ρ_{ab}) e a massa específica do material dos pesos-padrão (ρ_b), utilizados na calibração a balança analítica (Apêndice A) e a massa específica do ar no momento da calibração do sistema de infusão (ρ_{Ar}), respectivamente. Além disso, a Equação 4.1 considera o efeito da variação térmica sobre a dilatação volumétrica do material da seringa e o erro decorrente da repetibilidade das vazões.

$$Q_{calculado} = \frac{\left[\frac{(M_{f} - M_{i} + M_{evap})}{(\rho_{L}(T_{L}) + \delta\rho_{L}) - (\rho_{Ar} + \delta\rho_{Ar})} \left(1 - \frac{\rho_{ab}}{\rho_{b}}\right) \left\{1 - \gamma_{seringa} \left[T_{seringa} - T_{ref}\right]\right\}\right]}{t + \delta t} + \delta Q \qquad (4.1)$$

onde $Q_{calculado}$ é a vazão calculada (m³/s), M_f é a massa final após o fim do período da corrida de medição (kg), M_i é a massa inicial antes da corrida de medição (kg), M_{evap} é a massa de líquido perdida por evaporação (kg), ρ_L é a massa específica do líquido de trabalho (kg/m³), calculada para a temperatura durante a calibração por meio da curva de calibração obtida a partir da caracterização do fluido, T_L é a temperatura do líquido no momento da calibração (°C), considerada como igual a temperatura do líquido contido no reservatório e mensurada em um termômetro tipo espeto, ρ_{ab} é a massa específica do ar no momento da calibração da balança analítica (kg/m³), ρ_b a massa específica do material dos pesos-padrão utilizados na calibração a balança analítica (kg/m³), $\gamma_{seringa}$ é o coeficiente de dilatação volumétrica do material que compõe a seringa (1/°C), T_{Seringa} a temperatura do material da seringa (°C), T_{ref} a temperatura de referência da calibração (°C) (igual a 25 °C), t o tempo de duração de cada corrida (s), δ t o desvio relacionado ao tempo de acionamento da bomba e o efetivo início do bombeamento (s), δ Q o desvio aleatório relacionado à repetibilidade das medições de vazão (m³/s) (considerado igual a zero) e $\delta\rho_L$ corresponde a diferença entre a massa específica do fluido no momento da calibração e amassa específica obtida através da caracterização do fluido (kg/m³).

A partir da medição das condições ambientais (temperatura ambiente, pressão atmosférica e umidade relativa do ar) e da Equação 4.2, foi possível calcular a massa específica do ar (ρ_{Ar}) (kg/m³), sendo esta informação necessária para o cálculo do empuxo do ar sobre a medida de massa indicada na balança analítica. A Equação 4.2 é a fórmula simplificada para mistura de ar, válida para 600 hPa < p<1100 hPa, 15 °C<Ta_{mb}< 27 °C e 20 %< h_r<80% com incerteza relativa para essa fórmula igual a 2,4 × 10⁻⁴, recomendada por EURAMET (2015).

$$\rho_{ar} = \left[\frac{0,34848\,p - 0,009h_r \exp(0,061T_{amb})}{(273,15 + T_{amb})}\right] \tag{4.2}$$

onde p é a pressão atmosférica (hPa), h_r é a umidade relativa do ar (%) e T_{amb} é a temperatura ambiente (°C), mensurada através do termohigrômetro calibrado.

O valor estimado para o desvio do "valor calculado" para ρ_{Ar} em relação às condições ambientais dentro das quais a Equação 4.2 é considerada válida ($\delta \rho_{Ar}$) (kg/m³), presente na Equação 4.1, foi considerado muito pequeno devido ao procedimento de calibração ter sido realizado dentro das condições ambientais indicadas para a utilização da Equação 4.2, conforme apresentado no parágrafo anterior.

A massa específica do líquido foi determinada segundo a equação de Tanaka (Equação 4.3) (TANAKA *et al.*, 2001) quando água deionizada foi utilizada como fluido de trabalho.

$$\rho_{L}(T_{L}) = a_{5} \left[1 - \frac{\left((T_{L} + \Delta T_{L}) + a_{1} \right)^{2} \left((T_{L} + \Delta T_{L}) + a_{2} \right)}{a_{3} \left((T_{L} + \Delta T_{L}) + a_{4} \right)} \right]$$
(4.3)

sendo ΔT_L a variação de temperatura do líquido entre o início e fim da corrida de calibração (°C), $a_1 = -3,983035$ °C, $a_2 = 301,797$ °C, $a_3 = 522528,9$ (°C)², $a_4 = 69,344881$ °C, $a_5 = 0,999974950$ g/mL.

Para a solução de glicerina e para o óleo mineral, a massa específica foi determinada a partir de curva de calibração em função da temperatura obtida na etapa de caracterização dos fluidos.

O valor de $T_{Seringa}$ foi calculado por meio da Equação 4.4 considerando, proporcionalmente, a contribuição da temperatura ambiente durante a calibração do sistema de infusão e a temperatura do líquido durante uma corrida de medição.

$$T_{seringa} = (T_{amb}(1 - CL) + (T_L + \Delta T_L)CL)$$
(4.4)

sendo CL o coeficiente de contribuição da temperatura do líquido (assumido igual a 0,95), considerando que no equilíbrio térmico a maior contribuição para a temperatura da seringa refere-se à temperatura do fluido nela contido, e ΔT_L (0,95 °C) que representa a variação da temperatura do líquido durante uma corrida de medição.

Com o objetivo de garantir e confiança nas medições, utilizou-se os instrumentos padrões listados na Tabela 4.10 cujo conteúdo contido nos certificados de calibração foi utilizado para garantir a rastreabilidade da medição.

infusão.					
Instrumento	Modelo	Resolução	Identificação local	Certificado de calibração	Incerteza padrão
Balança analítica	Mark M214A (Bel Engineering)	0,1 mg	LabMEMs: BAL-002	NIDF- 085/2018	0,0005 g
Termohigrômet ro	ITHT 2250 (Instrutemp)	Temperatura: 0,1°C Umidade relativa: 1%	LabMEMs: TH-001	CER RBC 0379/2019 REV.01	0,8 °C 2,2%
Termômetro digital tipo espeto	TP101 (SIBERIUS)	0,1 °C	NIDF: TER- 016	LV-01366- 06560-18-R0 CAL0127	0,1 °C

 Tabela 4.10 - Instrumentos padrões que integraram o aparato utilizado na calibração do sistema de infusão.

A partir do cálculo das variáveis apresentadas nas equações acima, determinou-se a vazão calculada por meio da Equação 4.1, utilizando-se os dados dos certificados de calibração dos instrumentos padrões utilizados no processo de calibração. A incerteza expandida foi determinada conforme descrito na seção 3.4 baseando-se no Guia para expressão da incerteza de medição - GUM (INMETRO e JCGM, 2008) para nível de confiança de 95,45%.

4.4.2 Caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos

A caracterização dimensional dos dispositivos microfluídicos tem como finalidade avaliar o perfil efetivo dos microcanais fabricados e os desvios em relação às dimensões projetadas para a etapa de fabricação. O desconhecimento desses desvios tem consequências significativas sobre as estimativas teóricas de parâmetros dimensionais e dinâmicos como o número de Reynolds e sobre o perfil teórico de modelos matemáticos que são utilizados para simular as características do escoamento.

Nesse estudo, as informações dimensionais dos capilarers circulares de vidro foram obtidas a partir dos dados fornecidos pela fabricante (Drummond Scientific Co.). No catálogo de especificações dos capilares (DRUMMOND, 2019) e em EMANUEL (1973) é informado um desvio de \pm 1% em relação ao volume dos capilares. Este valor foi utilizado na estimativa indireta da incerteza padrão associada aos valores de diâmetro interno dos capilares.

Considerando que um capilar é representado pela geometria de um cilindro, seu volume pode ser calculado utilizando a Equação (4.5):

$$V_C = A_{ST} L_C \tag{4.5}$$

onde V_c é o volume do capilar, A_{ST} é a área da seção transversal do capilar e L_c é o comprimento do capilar.

A partir dos valores de V_c e L_c fornecidos pela fabricante (Tabela 4.1) e a relação matemática exposta na Equação 4.5, calculou-se os valores da A_{ST} . Pelo fato do comprimento do capilar apresentar valores muito maiores que o seu diâmetro interno (D_I), atribuiu-se menor confiabilidade aos valores de D_I, uma vez que a medição de pequenas dimensões exige maior resolução e impõe maiores desafios no processo de caracterização dimensional. Por isso, o desvio de \pm 1% em relação ao volume do capilar foi atribuído majoritariamente à área da seção transversal.

Como a informação acerca dos limites máximo e mínimo do volume foi fornecida sem especificação do nível de confiança, características da distribuição de probabilidade da ocorrência da grandeza de interesse e o desvio foi associado ao desvio da área da seção transversal do capilar, a incerteza padrão da área da seção transversal foi calculada a partir da Equação 4.6, considerando uma distribuição de probabilidade retangular para os possíveis valores da área da seção transversal, conforme sugerido no GUM em INMETRO e JCGM (2008) para a estimativa da incerteza padrão tipo B nas condições expostas neste parágrafo.

$$u(A_{ST}) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{0.01A_{ST}}{\sqrt{3}}$$
(4.6)

onde $u(A_{ST})$ é a incerteza padrão da área da seção transversal do capilar e "a" é a diferença entre os limites dos valores possíveis para A_{ST} .

Sabendo-se que a A_{ST} do capilar está relacionada ao seu D_I por intermédio da relação matemática exposta na Equação 4.7, o coeficiente de sensibilidade de A_{ST} em relação ao D_I do capilar $\left(\frac{dA_{ST}}{dD_I}\right)$ pode ser calculado por meio da Equação 4.8.

$$A_{ST} = \frac{\pi D_I^2}{4} \tag{4.7}$$

$$\left(\frac{dA_{ST}}{dD_I}\right) = \frac{\pi D_I}{2} \tag{4.8}$$

onde D_I é o diâmetro interno do capilar.

Então, a estimativa da incerteza padrão associada ao diâmetro interno dos capilares utilizados nesse estudo foi realizada indiretamente a partir da incerteza padrão associada à área da seção transversal de cada capilar por meio da Equação 4.9.

$$u(A_{ST}) = \sqrt{\left(\frac{dA_{ST}}{dD_I}u(D_I)\right)^2} \quad \therefore \quad u(D_I) = \frac{2u(A_{ST})}{\pi D_I}$$
(4.9)

onde $u(D_1)$ é a incerteza padrão associada ao diâmetro interno do capilar.

Em relação aos moldes metálicos e aos dispositivos microfluídicos fabricados em PDMS, a caracterização dimensional foi realizada com o propósito de avaliar os desvios das dimensões dos moldes metálicos em relação às dimensões de projeto e dos

microcanais fabricados em PDMS tanto em relação ao projeto quanto em relação ao molde.

A caracterização dimensional destes moldes e microdispositivos foi realizada por meio das medidas em um Microscópio digital Hirox, modelo KH 8700, localizado no LabMEMS/PEM/COPPE/UFRJ (Figura 4.14), cuja calibração bidimensional das lentes de alto e médio alcance foi realizada com o auxílio de uma escala padrão, calibrada, de 1 mm com 100 traços (EIKONAL DO BRASIL) resultando em uma resolução de 10 μm.



Figura 4.14 - Microscópio Hirox para caracterização dimensional dos microcanais.

As regiões onde foram realizadas as medições de largura e altura, tanto para o molde metálico quanto para os microcanais retangulares em PDMS, são destacadas pelos retângulos tracejados na Figura 4.15. As 3 regiões de medição representam a entrada, meio e fim do molde ou microcanal. Para cada região selecionada foram realizadas 5 medições de largura e altura, com ajuste de foco em cada medição. Então, a média da largura e altura de cada molde ou microcanal foi obtida por meio das 15 medidas de largura e 15 medidas de altura, resultantes das medições nas regiões selecionadas.



Figura 4.15 - Regiões de caracterização dimensional dos microcanais

A incerteza padrão das grandezas dimensionais foi calculada com base na repetibilidade das medidas através da Equação 4.10, que corresponde ao desvio padrão amostral.

$$u(x_i) = s(\overline{x}) = \sqrt{\frac{(x_i - \overline{x})^2}{(n-1)}}$$
(4.10)

onde $u(x_i)$ é a incerteza padrão da grandeza medida, \overline{x} é a média das medidas e n é o número das medidas realizadas.

Posteriormente, a incerteza expandida foi calculada utilizando a Equação 4.11 para um nível de confiança de 95% e a variável t de Student foi determinata e o seu valor foi igualado ao valor do fator de abrangência considerando os graus de liberdade (Equação 3.4) e o nível de confiança supracitado.

$$U(x_i) = k_{95\%} u(x_i) = t_{\nu;95\%} u(x_i)$$
(4.11)

onde $U(x_i)$ é a incerteza expandida associada a grandeza de interesse, $k_{95\%}$ é o fator de abrangência para 95% de confiança e $t_{v;95\%}$ é a variável t de Student para um dado grau de liberdade e 95% de confiança.

A fim de comparar os desvios entre as dimensões de projeto, de fabricação dos moldes de latão e dos microdispositivos em PDMS por litografia macia, os moldes de latão foram caracterizados utilizando o mesmo equipamento e regiões de medição, porém com metodologia diferenciada.

A caracterização dimensional dos moldes de latão foi realizada em três regiões, conforme explicado anteriormente, porém, sem destruir o molde. A altura foi determinada por meio da reconstrução 3D de diversos planos de imagens obtidos em diferentes alturas com o uso do microscópio.

Embora a funcionalidade da medição da altura pela reconstrução 3D exista no equipamento, ela sofre efeitos de sombreamento na imagem, o que pode projetar um perfil tridimensional ilusório para a seção transversal do microcanal. A utilização de um padrão de altura poderia fornecer a informação da acurácia do sistema em medir a altura. Contudo, o método de iluminação do sistema utilizado (luz refletida) ainda poderia tendenciar o perfil tridimensional projetado nas regiões próximas às paredes em diferentes profundidades, visto que conforme o foco é ajustado em uma região de medição com diferença de altura entre a base e o topo do microcanal, por exemplo, a região mais elevada provoca uma sombra na base do microcanal provocando o registro de uma região com largura inferior devido ao obstáculo para a iluminação dessas regiões e consequente inibição da reflexão da luz para a formação da imagem completa da largura real da base.

Tendo em vista esse possível desvio, a caracterização dos microcanais contidos nos dispositivos em PDMS (antes da selagem na lâmina de vidro) aconteceu de forma destrutiva, ou seja, cada região de medição foi cortada com o auxílio de uma lâmina metálica, com o devido cuidado para não danificar as características originais dos microcanais devido à pressão exercida no corte. Então, tanto a altura quanto a largura de cada região foram obtidas em medições da seção transversal no mesmo plano.

Em relação às medidas do molde e microcanal zigzag, além das medições de largura e altura que ocorreram conforme apresentado acima para as regiões de entrada e saída, foram realizadas, também, 3 medições tamanho do passo (LP) e 5 medições das grandezas referentes à largura (L1, L2 e L3), raio (R) e ângulo de curvatura (AR), ângulo de quina (AQ) e ângulo de inclinação do passo (AH) em 3 picos e vales do canal zigzag conforme destacado pelos retângulos azuis (vales) e vermelhos (picos) na Figura 4.16. Totalizando 15 medidas para LP e 30 medidas para as demais dimensões caracterizadas.



Figura 4.16 - Regiões de medição dimensional do microcanal zigzag.

Ressalta-se que as medições das características dimensionais dos moldes e microcanais em PDMS foram realizadas ao longo de uma mesma amostra de molde ou dispositivo em PDMS e as dimensões médias obtidas foram igualadas às dimensões dos microdispositivos utilizados na etapa de caracterização do escoamento, pois estes foram fabricados utilizando o mesmo molde e método de fabricação. Todavia, para que seja considerada a representatividade dimensional dos desvios em relação aos valores de projeto e em relação às dimensões dos moldes considerados, é necessária a medição das características dimensionais de mais amostras tanto de moldes quanto de microcanais em PDMS.

4.5 Caracterização do Escoamento

Nesta seção são apresentadas as etapas que fizeram parte da medição dos campos de velocidades com o uso da técnica µPIV. Iniciando com o preparo das suspensões de partículas traçadoras em cada fluido estudado, aparato experimental, parâmetros selecionados para aquisição e processamento das imagens que resultaram nos campos de velocidades utilizados para a caracterização do escoamento.

4.5.1 Preparo das suspensões de partículas traçadoras fluorescentes

A caracterização do escoamento de diferentes fluidos no interior dos dispositivos microfluídicos apresentados nas seções anteriores foi realizada utilizando um sistema μ PIV localizado no LabMEMS cuja constituição do aparato experimental e as configurações selecionadas estão descritas nas subseções 4.5.2 e 4.5.3.

Apesar das particularidades de cada dispositivo, em todos os casos foram utilizadas partículas fluorescentes (Termo Fischer-*Fluospheres Carboxilate Modified Microbeads*[®]) de poliestireno com diâmetro de 1 μ m, preenchidas com corante fluorescente vermelho de Nilo (comprimento de onda de absorção/emissão: 535/575 nm) e modificadas com revestimento de polímero contendo ácidos carboxílicos, proporcionando maior caráter hidrofílico a essas partículas traçadoras.

Essas partículas foram adquiridas na forma de suspensão em meio aquoso com 2% (M/V) de sólidos e armazenadas em ambiente refrigerado, sob proteção da luz, até o preparo das suspensões nas concentrações a serem utilizadas na etapa de caracterização do escoamento. O número de microesferas por volume de suspensão foi determinado a partir da equação e dados fornecidos pelo fabricante, e é apresentada na Equação 4.5 (INVITROGEN, 2005).

$$N_{V} = \frac{6C \times 10^{12}}{\rho_{p} \pi d_{p}}$$
(4.5)

sendo N_V o número de esferas por mL de suspensão, C a concentração de partículas em suspensão (g/mL) e ρ_{ρ} a massa específica do poliestireno (1,05 g/mL) (INVITROGEN, 2005).

A concentração de partículas em suspensão do produto fornecido pelo fabricante foi igual a $3,64 \times 10^{10}$ partículas/mL (concentração equivalente para uma suspensão de 2% de sólidos), conforme exposto no documento de informação do produto em INVITROGEN (2005).

Considerando os diferentes volumes dos dispositivos que confinaram os escoamentos, selecionou-se as concentrações de suspensão de partículas traçadoras utilizadas no rastreamento dos escoamentos contidas na Tabela 4.11, com a indicação dos microdispositivos nas quais estas suspensões foram utilizadas.

Destaca-se que os valores apresentados na Tabela 4.11 representam as concentrações teóricas de partículas utilizadas, fazendo-se necessário submetê-las a uma análise mais minuciosa para a verificação da concentração real das partículas, monodispersão e possíveis aglomerações na suspensão, como a técnica de espalhamento dinâmico de luz, por exemplo.

Em relação à monodispersão das partículas, foi informado pelo fabricante que o coeficiente de variação de tamanho das partículas é igual a 5 % para partículas de 0,01 μ m e ~ 1% para partículas de 10 - 15 μ m. Sendo assim, considerou-se que para o diâmetro de partículas utilizadas nesse estudo, 1 μ m, o coeficiente de variação das partículas estava dentro de uma faixa de valores com coeficiente de variação menor que 1%, e as mesmas foram consideradas monodispersas.

Os valores de concentração de partículas apresentados nesta tabela foram selecionados observando previamente no sistema µPIV as imagens de partículas e a concentração para qual era possível observar uma boa densidade de imagem de partículas bem definidas e menor ruído de fundo (verificado visualmente se havia presença de borrões na imagem das partículas).

O valor da concentração de partículas na suspensão que utilizou óleo mineral leve como meio dispersante foi maior devido ao procedimento de preparo da solução possuir etapas que poderiam provocar perdas de massa de partículas. Então, como não foi realizada uma verificação da concentração real das suspensões, a concentração apresentada na Tabela 4.11 representa uma concentração teórica, que após o procedimento de preparo de suspensão permitiu a visualização das imagens de partículas traçadoras segundo os critérios mencionados no parágrafo anterior.

A concentração para o microcanal MC3.1 e ZZ foi selecionada a partir da visualização das imagens de partículas no escoamento no microcanal zigzag para um Re igual a 129,105 na presença de vórtice, na qual verificou-se que essa concentração permitia uma visualização adequada das imagens de partículas na região de medição selecionada. Neste caso, a escolha do microcanal retangular MC3.1 ocorreu devido o mesmo representar o microcanal retangular reto equivalente ao microcanal zigzag sem a presença das curvas.

Tipo de microdispositivo	Código do microdispositivo	Tipo de fluido	Concentração (partículas/mL)
	C.1	Glicerina 78% (V/V)	5,8235×10 ⁸
Capilar	C.2	Glicerina 78% (V/V)	5,8235×10 ⁸
· -	C.2	Óleo mineral leve (P. A.)	1,4559×10 ⁹
-	C.3	Glicerina 78% (V/V)	5,8235×10 ⁸
	MC1.1	Água deionizada	5,8235×10 ⁸
	MC1.2	Água deionizada	5,8235×10 ⁸
Microcanai retangular –	MC2.1	Água deionizada	5,8235×10 ⁸
	MC3.1	Água deionizada	1,4559×10 ⁹
Microcanal ZigZag	ZZ	Água deionizada	1,4559×10 ⁹

Tabela 4.11 - Concentração teórica da suspensão de partículas traçadoras.

- Preparo da suspensão de partículas traçadoras em solução de glicerina 78% (V/V)

Primeiramente preparou-se a solução de glicerina 78% (V/V), medindo-se 78,40 mL (considerando a quantidade de água na glicerina P.A., que continha no máximo 0,5% de água) com uma pipeta graduada de vidro de capacidade volumétrica de 25 mL. Em seguida, o volume de glicerina foi transferido para um balão volumétrico de vidro de 100 mL e preenchido com água deionizada até o ajuste do menisco da vidraria.

A solução foi agitada manualmente durante 30 s e ficou em repouso durante 20 min. Posteriormente, a solução foi submetida ao vácuo em um dessecador, durante 30 minutos, com o intuito de eliminar as microbolhas de ar e assim iniciar o preparo da suspensão de partículas traçadoras.

Em seguida, aguardou-se 40 min para que a solução atingisse o equilíbrio térmico com ambiente do laboratório e o efeito de variação térmica não tivesse consequências sobre a vidraria utilizada no preparo da suspensão.

Então, foram pipetados 0,1 mL da suspensão original de partículas quatro vezes com uma micropipeta de 100 μ L (modelo LMP 100, da LABMATE), totalizando um volume de 0,4 mL de suspensão de partículas traçadoras, e este volume foi transferido para um balão volumétrico de vidro com capacidade de 25 mL, no qual foi adicionada a

solução de glicerina até o ajuste do menisco. Então, a suspensão foi agitada manualmente e transferida para um frasco de vidro de 100 mL, previamente limpo e seco.

A suspensão foi submetida à agitação mecânica com o auxílio de um agitador magnético durante todo o período de caracterização do escoamento, com o propósito de promover uma dispersão uniforme das partículas traçadoras no volume.

- Preparo da suspensão de partículas traçadoras em água deionizada

O preparo das suspensões de partículas traçadoras em água deionizada seguiu o mesmo procedimento realizado no preparo da suspensão em solução de glicerina 78%, a partir da etapa de remoção de microbolhas de ar. Além disso, foram utilizados balões volumétricos de vidro com capacidade de 10 e 25 mL para o preparo das suspensões de concentrações iguais a $1,4559 \times 10^9$ e $5,8235 \times 10^8$ partículas/mL, respectivamente.

- Preparo da suspensão de partículas traçadoras em óleo mineral leve

Conforme dito anteriormente, as partículas traçadoras utilizadas nesse estudo são fornecidas, originalmente, em meio aquoso. Para que estas sejam dispersadas em meio orgânico, faz-se necessário a remoção da água da suspensão original com o devido cuidado para não alterar as propriedades das partículas fluorescentes.

Inicialmente, foi medido 0,4 mL da suspensão original de partículas traçadoras, volume que continha a quantidade de partículas necessária para resultar na concentração final desejada da suspensão.Este volume foi transferido para um béquer de vidro de 100 mL. Em seguida, foi submetido ao vácuo durante 20 horas em um dessecador do laboratório na presença de esferas de sílica ativadas para a remoção da água. Durante esse período o dessecador foi envolto por uma capa escura, com o objetivo de proteger as partículas do efeito de espectros de luz do ambiente conforme indicado pelo fabricante (INVITROGEN, 2005) e preservar suas características fluorescentes.

Após o período de secagem, as partículas traçadoras foram dispersadas em 10 mL de óleo mineral leve, previamente desgaseificado sob vácuo. A dispersão foi realizada com o uso de um sonicador (Branson Digital Sonifier[®], modelo 450) com câmara acústica acoplada e meio dispersor, localizado no ENGEPOL/PEQ/COPPE/UFRJ. O béquer contendo o fluido e as partículas fluorescentes secas foi imerso em um banho de gelo, com o propósito de evitar danos térmicos durante o processo de dispersão. Utilizando-se

a energia ultrassônica de alta intensidade, com amplitude de 30% a 450 W de potência, durante 1 min, as partículas foram dispersadas no fluido. A sonicação foi realizada três vezes na mesma amostra, com intervalos de 30 s entre cada sonicação.

Após o preparo da suspensão no sonicador, a suspensão foi submetida à agitação em um banho ultrassônico (UltraCleaner 800A com aquecimento da UNIQUE), localizado no LabMEMS, durante todo o período de caracterização do escoamento.

4.5.2 Aparato experimental

Os experimentos de caracterização do escoamento em microcanais com o uso de velocimetria por imagem de partículas de microrresolução foram realizados nos escoamentos confinados no interior dos dispositivos apresentados na seção 4.1, conectados ao sistema de infusão apresentado na seção 4.4, acoplados a um sistema µPIV da DANTEC[®] conforme representado esquematicamente na Figura 4.17.

O aparato experimental que foi utilizado nos experimentos está instalado no LabMEMS, é apresentado na Figura 4.19 e é composto pelos componentes destacados na Figura 4.17 que são: (A) uma bomba de seringa modelo PHD ULTRA (Havard Apparatus[®]); (B) uma seringa de vidro de 2,5 mL com êmbolo de Teflon e conexão Luer Lock (Hamilton[®], modelos 1002 TLL); (C) dispositivo microfluídico conectado à seringa e um sistema µPIV da DANTEC Dynamics[®] cuja vista lateral (Figura 4.18) permite apresentar os componentes conectados ao (D) microscópio epi-fluorescente invertido mais claramente; (F) acionador do laser, (G) sicronizador de sinais e (H) um computador com o software *Dynamic Studio*[®], versão 2015a, instalado para aquisição e processamento das imagens. Para monitoramento da temperatura do fluido e condições ambientais utilizou-se (I) um termômetro digital tipo espeto PT - 100 e (J) Termohigrômetro TH-001, os mesmos utilizados na etapa de calibração do sistema de infusão.



Figura 4.17 - Desenho esquemático do aparato experimental utilizado nas medições de campo de velocidades por meio da técnica µPIV.

O microscópio epi-fluorescente invertido (Leica[®], modelo DM IL M LED) (D) é apresentado em mais detalhes na Figura 4.18. O microscópio utilizado era composto pelos seguintes itens: um revólver com 3 lentes objetivas com imersão em ar (D.A), da fabricante Leica, com magnificação e número de abertura (NA) expostos na Tabela 4.12; um espelho dicroico e um filtro passa-baixa (D.B) e uma câmera CMOS SpeedSense[®] (E) (modelo Lab 110 com imegaPixel, resolução máxima de 1280x800 px, 1630 fps, 20 µm de tamanho de pixel, tempo mínimo de exposição de 2 µs e 12 GB de armazenamento, da fabricante Vision Research). A fonte luz que foi utilizada para excitar as partículas traçadoras consistiu em uma fonte de laser contínuo (D.D) (RayPower[®], modelo 5000), com potência de 2 W e emissão de luz no comprimento de onda da luz verde (532 nm).



Figura 4.18 - Desenho esquemático do microscópio epi-fluorescente e fonte de laser.

Tabela 4.12 - Características	ópticas das	lentes ob	jetivas.
-------------------------------	-------------	-----------	----------

Lentes	Magnificação	Número de abertura
HI PLAN	10X	0,25
HCX PL FLUOTAR L	20X	0,40
N PLAN L	40X	0,55



Figura 4.19 - Sistema µPIV instalado no LabMEMS/PEM/COPPE/UFRJ.

4.5.3 Medição dos campos de velocidades

O método de medição dos campos de velocidades seguiu o fluxograma tradicional para a caracterização de escoamentos pela técnica de velocimetria por imagem de partículas (Figura 3.2) com a devida adaptação para sua aplicabilidade em escoamentos em microescala.

Inicialmente, as dimensões das imagens adequadas para cada lente objetiva e que comportava as regiões de medições desejadas para cada dispositivo microfluídico foi determinada por meio da iluminação das regiões de escoamento vazias (microcanais de seção retangular) ou preenchidas pelo fluido de trabalho (capilares), com a luz emitida por um diodo de LED instalada no microscópio.

Sabendo-se as dimensões das imagens, antes da aquisição das imagens do escoamento de cada corrida de experimento, a etapa de aquisição da imagem de calibração foi comum a todos os experimentos realizados, considerando cada lente utilizada para a ampliação da imagem. Esta etapa consistiu no registro da imagem de uma escala padrão (a mesma utilizada na calibração do microscópio digital HIROX) iluminada pela luz emitida pelo diodo de LED (Figura 4.20). A finalidade desta imagem é a determinação da relação de conversão da distância em pixels para mm (fator de escala), visto que a distância entre os traços é conhecida, conforme está detalhado na etapa de pré-processamento.



Figura 4.20 - Imagem de calibração.

Além da etapa de aquisição da imagem de calibração, o modo de iluminação contínua de laser e aquisição das imagens em modo quadro único foi comum a todos os experimentos. Todavia, o tempo de exposição do sensor da câmera foi selecionado em um valor que evitasse o registro de borrões de partículas em cada experimento. Então, após a aquisição das imagens de escoamento, o conjunto de imagens registradas foi transformada em modo quadro duplo, resultando em um conjunto de pares de imagens equivalentes ao modo de aquisição exposição única/quadro duplo e foram processados como tais.

A seguir são descritos os processos de aquisição de imagens de escoamento específicos para os escoamentos em cada dispositivo microfluídico.

- Capilar circular

Primeiramente, fixou-se o poço contendo o capilar submerso no fluido em estudo na mesa do microscópio. Conectou-se o sistema de bombeamento, com a seringa preenchida de suspensão de partículas fluorescentes traçadoras, à mangueira de entrada do dispositivo. A mangueira referente à saída do capilar foi imersa no fluido de trabalho contido em um reservatório de saída, com a finalidade de evitar possíveis pulsações no escoamento devido à tensão superficial durante a formação de gotas.

Todo o sistema foi preenchido com a suspensão de partículas fluorescentes, a fim de visualizar o interior do capilar e minimizar os efeitos de reflexão e refração da luz sobre a formação da imagem. O interior do capilar foi visualizado com o uso da iluminação fornecida pela lâmpada de LED acoplada ao microscópio, e esta luz foi transmitida através da lente objetiva de 20X (NA = 0,40). Em seguida, ajustou-se a posição no plano horizontal que melhor alinhava as paredes do capilar, com o intuito de evitar a inclinação do capilar. Então, posicionou-se o feixe de luz branca em uma região situada entre o meio e o fim do comprimento do capilar, e assim garantir que as aquisições das imagens fossem realizadas em uma região de escoamento completamente desenvolvido.

Por meio das equações 4.6 e 4.7, verificou-se que o maior comprimento de entrada é referente ao escoamento com óleo mineral leve a 25°C, vazão de 100 μ L/min e no capilar de 0,447 mm, equivalente a um comprimento de entrada igual a 4,2164×10⁻³ mm e muito menor que a metade do comprimento do capilar. Sendo assim, considerou-se a hipótese de escoamento completamente desenvolvido na região de medição para todos os experimentos com capilar circular, visto que os valores de comprimento de entrada obtidos foram menores que este.

$$\operatorname{Re} = \frac{QD_{h}}{\left(\mu_{f} / \rho_{f}\right)A} \tag{4.6}$$

$$L_{\rm F} = 0,056 \,{\rm Re} \,D_{\rm h} \tag{4.7}$$

onde Re é o parâmetro adimensional número de Reynolds, L_E é o comprimento de entrada, Q é a vazão volumétrica, D_h é o diâmetro hidráulico, μ_f é a viscosidade dinâmica do fluido, ρ_f é a massa específica do fluido e A é a área da seção transversal.

Sabendo-se que para esse tipo de escoamento a velocidade máxima ocorre no plano central do capilar, movimentou-se as lentes objetivas do microscópio manualmente na direção vertical, de modo a coincidir a posição vertical do plano focal do sistema óptico com o plano central do capilar. Esta posição vertical foi determinada visualmente por meio da observação qualitativa da distância máxima entre as paredes internas do capilar, ou seja, conforme deslocou-se o plano focal ao longo do diâmetro do capilar, considerouse o plano central do capilar como sendo igual à posição em que se observou o maior afastamento entre as paredes do capilar e melhor definição dos limites da parede interna, devido a esta região possuir menor curvatura.

Um exemplo da imagem do plano central estimado para o capilar de 0,44704 mm (DRUMMOND SCIENTIFIC, 2020) preenchido com a solução de glicerina e com óleo

mineral leve é apresentado na Figura 4.21. As imagens foram registradas em tamanhos diferentes e por isso aparentam diâmetros diferentes, todavia, representam o capilar com mesmo diâmetro interno, apenas preenchido com fluidos e dimensões de imagem diferentes. As imagens expostas na Figura 4.21 também expõem como a definição das bordas das paredes do capilar variaram para diferentes fluidos.



(a)

Figura 4.21 - Imagem do plano central estimado visualmente para o capilar de 0,447 mm preenchido e submerso em: (a) solução de glicerina 78% e tamanho de imagem 640 x 696 px e (b) óleo mineral leve e tamanho de imagem de 384 x 760 px.



Figura 4.21 - Imagem do plano central estimado visualmente para o capilar de 0,447 mm preenchido e submerso em: (a) solução de glicerina 78% e tamanho de imagem 640 x 696 px e (b) óleo mineral leve e tamanho de imagem de 384 x 760 px (continuação).

Destaca-se que as imagens contidas na Figura 4.21 foram registradas e usadas posteriormente na etapa de pré-processamento das imagens para seleção da região interna do capilar que continha o fluido em escoamento.

Após ser ajustada a posição do plano focal com o plano central do capilar, a iluminação por luz de LED foi substituída pela iluminação do laser na potência máxima, e iniciou-se o bombeamento do fluido a uma vazão de 200 μ L/min durante 1 min (duas vezes a vazão máxima de100 μ L/min a ser empregada nos experimentos) com o objetivo de obter completa dispersão e distribuição uniforme das partículas traçadoras na seção transversal do capilar, conforme indicado por KOUTSARIS *et al.* (1999), para promover a estabilidade no escoamento e da emissão de luz da fonte de laser.

Em seguida, diminuiu-se a vazão para o valor desejado e, após 3 min, iniciou-se a aquisição das imagens do escoamento. Para cada capilar, a aquisição dos pares de imagens foi realizada em 3 vazões, iniciando-se na maior e seguindo a ordem decrescente de valor de vazão. Em cada mudança de valor de vazão, a aquisição da imagem foi iniciada somente 3 min após a modificação.

Para cada aquisição, 2000 pares de imagens foram registrados com frequência de aquisição e tempo de exposição do sensor da câmera ajustados de acordo com a observação do deslocamento das partículas, com o intuito de garantir um deslocamento menor que 25% de uma janela de interrogação de 32 x 32 px. Além disso, para cada experimento, ou seja, cada tipo de capilar e vazão, foram realizadas 10 aquisições de 2000 de pares de imagens.

A Figura 4.22 apresenta as imagens registradas durante escoamento no capilar de 0,447 mm de diâmetro interno com a solução de glicerina e uma vazão de 2 μ L/min, e os parâmetros de aquisição das imagens estão expostos na Tabela 4.13.

Tabela 4.13- Parâmetros de aquisição de imagens do sistema µPIV para cada velocidade média.				
Nomenclatura	Velocidade média (m/min)	Frequência de aquisição de imagens (Hz)	Tempo de exposição do sensor da câmera (µs)	
V1	0,0127	80	180	
V2	0,3249	1500	120	
V3	0,6371	2500	100	



Figura 4.22 - Imagem do escoamento no capilar de 0,44704 mm com uma vazão de 2 µL/min de solução de glicerina.

Os valores de vazão em cada experimento foram selecionados com o objetivo de manter as velocidades médias do escoamento (Tabela 4.13) para cada diâmetro interno de capilar e fluido utilizados e, assim, não provocar significativas mudanças nos valores dos parâmetros de aquisição de imagens, cujas variações foram majoritariamente consequências do tamanho das respectivas imagens. A Tabela 4.13 apresenta os valores de velocidade média mantidos em todos os escoamentos, sendo as nomenclaturas V1, V2 e V3 referentes à ordem crescente de valores de vazão e, consequentemente, de velocidade média. As vazões utilizadas em cada experimento foram apresentadas na Tabela 4.9 da subseção 4.4.1, referente à calibração do sistema de infusão de líquido cujos resultados foram utilizados nas comparações com os valores obtidos no processamento das imagens registradas e armazenadas nessa etapa do estudo, conforme será apresentado na seção a seguir.

- Microcanal retangular

Nos estudos do escoamento em microcanais retangulares, acoplou-se um relógio apalpador analógico da fabricante MITUTOYO, 513-40310E, com resolução de 10 µm à base de sustento do revólver do microscópio para estimar o deslocamento vertical das lentes objetivas e, consequentemente, do plano focal.

Essa estratégia não foi utilizada nas medições com o capilar circular devido à localização da base e topo do capilar ser de difícil visualização, em consequência da curvatura da seção transversal, e por esta razão optou-se pelo procedimento apresentado anteriormente para as medições em escoamentos confinados em um capilar circular.

Na Figura 4.23 é apresentada a vista lateral esquerda do desenho esquemático do microscópio invertido, o relógio apalpador acoplado com a sua ponteira tocando a base de sustento do revolver do microscópio e o seu visor com a parte frontal voltada para baixo. No detalhe da imagem é exposto o ponteiro do relógio cuja movimentação foi monitorada e associada ao movimento vertical das lentes objetivas. Na lateral inferior direita da Figura 4.23 é possível verificar que a visualização do visor do relógio apalpador aconteceu com o auxílio de um espelho, o qual foi utilizado para refletir o visor, e assim o usuário verificar a variação do ponteiro em função da variação da altura da base do revólver do microscópio.



Figura 4.23 - Relógio apalpador analógico acoplado ao microscópio epifluorescente.

Embora o microscópio que compõe o sistema µPIV possua parafusos macro e micrométricos manuais para o ajuste de foco, o sistema original não fornece informações quantitativas acerca do movimento vertical das lentes e, consequentemente, do foco. O desconhecimento do deslocamento vertical do foco ao longo da profundidade do microcanal retangular torna difícil a localização do plano central do microcanal, que é a região onde espara-se a velocidade máxima do escoamento. Ao contrário do que acontecia com o capilar, cujo plano central era a região de maior distância entre as paredes do capilar, a coincidência do plano focal com o plano central do microcanal retangular não pôde ser determinada visualmente, devido à distância entre as paredes do microcanal ser constante conforme desloca-se o plano focal na direção da profundidade do microcanal. Por essa razão optou-se pela utilização do relógio apalpador no monitoramento do deslocamento vertical do foco.

Apesar da estratégia de acoplar o relógio apalpador proporcionar uma noção do deslocamento vertical do plano focal, foi aplicada a técnica *Scanning PIV* para determinar a coincidência do plano focal com o plano central do microcanal, ou seja, o plano cuja velocidade de escoamento é máxima. A técnica *Scanning PIV* consistiu no registro de imagens do escoamento em diferentes planos ao longo da profundidade do microcanal, conforme realizado por KLOOSTERMAN *et al.* (2011), e após a estimativa dos campos de velocidades selecionou-se o que apresentou maior velocidade, e este plano foi

considerado como o plano central do microcanal. Esta técnica não foi utilizada para a análise dos escoamentos em capilares devido à dificuldade observada na determinação da localização das paredes internas do capilar para regiões distantes do plano central. Além disso, a dificuldade em determinar a localização da base do capilar poderia provocar a associação errônea das posições dos planos de escoamento registrados.

A montagem do aparato experimental para a caracterização do escoamento iniciouse pela fixação do microdispositivo contendo os microcanais (sem a suspensão de partículas) conforme descrito para os capilares. Com a iluminação da luz de LED e a lente selecionada para a ampliação e aquisição das imagens, posicionou-se o feixe de luz em uma região entre o meio e o fim do microcanal, a fim de realizar as aquisições das imagens em uma região de escoamento completamente desenvolvido. Em seguida, determinou-se visualmente a base e o topo do microcanal, sem a presença das partículas, e posicionouse o plano focal próximo à metade da altura do microcanal. Então, registrou-se uma imagem do limite das paredes do microcanal para ser utilizada como máscara a ser descrita na etapa de pré-processamento das imagens.

A opção de realizar os registros da imagem do escoamento em uma região entre o meio e o fim do microcanal retangular foi selecionada considerando que o maior comprimento de entrada entre todos os microcanais foi igual a 0,1867 mm, referente ao escoamento com Re = 5 para o microcanal MC2.1. Sendo assim, o registro na região entre o meio e fim do microcanal retangular pode garantir a medição em uma região de escoamento completamente desenvolvido.

Posteriormente, preencheu-se o sistema com a suspensão de partículas traçadoras e a iluminação pela luz de LED foi substituída pela luz da fonte de laser na potência máxima. A base e o topo do microcanal foram verificados por meio da aderência de partículas fluorescentes na superfície de vidro e PDMS, respectivamente. Então, ajustou-se o zero do relógio apalpador para a base de vidro do microcanal e o bombeamento da suspensão foi iniciado com um valor igual ao dobro da maior vazão para cada microcanal. Após 1 min, modificou-se o valor da vazão para o valor referente ao Re estudado. Depois de 3 min, sucedeu-se com as aquisições de imagem com deslocamentos verticais da lente objetiva entre 10 e 25 µm, dependendo da profundidade do microcanal estudado. Estes deslocamentos representam a distância entre os planos de medição, até o topo do microcanal.

Devido às diferentes alturas dos microcanais a quantidade de planos de medição na direção normal à base do microcanal foi diferente para cada experimento. Sendo assim, na Tabela 4.14 estão expostos a quantidade de planos mensurados para cada microcanal.

caracterização do escoamento em microcanais retangulares.			
Microcanal	Quantidade de planos		
MC 1.1	8		
MC 1.2	8		
MC 2.1	9		
MC 3.1	12		

 Tabela 4.14 - Quantidade de planos de medição na direção normal à base do microcanal para a caracterização do escoamento em microcanais retangulares.

Entretanto, conforme indicado por MEINHART *et al.* (2000) e BOURDON *et al.* (2006), o deslocamento estimado para as lentes objetivas, nesse estudo monitorado com o uso do relógio apalpador, não corresponde ao deslocamento real do plano focal, o qual sofre os efeitos da diferença entre os índices de refração do fluido (n_f, para a água é igual a 1,33) e do meio de imersão da lente da objetiva (n_i, para o ar é igual a 1,0). Em consequência desta diferença, o movimento vertical das lentes objetivas, nesse estudo, resulta em um deslocamento maior do plano focal na direção da profundidade do microcanal, segundo a razão n_f/n_i = 1,33/1,0=1,35, ou seja, um deslocamento vertical de 1 µm das lentes objetivas, resultará no deslocamento de 1,35 µm do plano focal no escoamento. E este fator foi considerado para garantir o registro da imagem na distância estimada como representante da metade da profundidade do microcanal associando uma variação de 13,5 µm à cada medição do relógio apalpador, que representa uma variação de 10 µm.

As aquisições em um mesmo microcanal foram realizadas do maior Re para o menor. Para cada plano de medição foram registrados 1000 pares de imagens. Os parâmetros de aquisição das imagens foram selecionados da mesma forma que foi descrita para os capilares. Devido ao gradiente de velocidade na direção normal ao plano de medição, os parâmetros de aquisição variaram para atender os objetivos de deslocamento dentro da janela de interrogação. Variou-se entre 4541 e 100 Hz para a frequência de aquisição e 150 e 60 µs para o tempo de exposição do sensor da câmera, a depender da dinâmica do escoamento. Além disso, para cada experimento, ou seja, cada microcanal e vazão, foram realizadas 3 conjuntos de pares de imagem para a região estimada como sendo o plano central do microcanal com a correção devido aos efeitos de refração.

- Microcanal Zigzag

Em relação à aquisição das imagens referentes ao escoamento no microcanal em zigzag, estimou-se o plano central do microcanal zigzag com o relógio apalpador, considerando os efeitos do índice de refração e por meio da observação da aderência das partículas nas paredes para estimar a base e o topo do microcanal zigzag.

Além disso, destaca-se que o comprimento da seção reta de entrada do microcanal (0,9187 mm) permitiu a consideração da entrada de um escoamento completamente desenvolvido na região de zigzag apenas até o escoamento com número de Reynolds de aproximadamente 43. Para os os escoamentos com Re maiores que esse valor, esta hipótese não foi considerada válida.

Com o intuito de caracterizar um escoamento com a presença de vórtices, selecionou-se a região de vale do passo 9 do microcanal devido ao fato de ser a região na qual o escoamento passou pelo efeito de todos os outros passos, e apresentaria o efeito que desejava-se observar de forma mais intensa. Na Figura 4.24 apresenta-se a região de medição, e os parâmetros de aquisição das imagens do escoamento são apresentados na Tabela 4.15.



Figura 4.24 - Região de medição referente ao vale 9 do microcanal zigzag.

A fixação do dispositivo e posicionamento do feixe de luz seguiu o mesmo procedimento apresentado para as aquisições dos escoamentos em microcanais retangulares.

A relação entre o tempo de espera do bombeamento e o início da aquisição das imagens foi reduzida para 30 s e recarga da seringa foi realizada sempre que necessário. A redução do tempo de espera do bombeamento foi necessária devido à relação entre o volume da seringa utilizada (seringa de 2,5 mL) e as vazões volumétricas. Todavia, a preferência pela utilização da mesma seringa em todos os casos estudados teve o intuito de alterar apenas o dispositivo microfluídico no sistema de infusão.

Os parâmetros de aquisição das imagens variaram de acordo com o Re estudado e são apresentados na Tabela 4.15. Devido aos esperados gradientes de velocidades, as imagens para Re maiores que 5 tiveram a dimensão do quadro de imagem reduzida, o que permitu o aumento da frequência de aquisição pela câmera. Este aumento da frequência de aquisição das imagens fez-se necessário para tornar possível o registro do deslocamento de imagem de partículas menores de 25 % do tamanho de janelas de interrogação quadrada de 16 x 16 px. Foram registrados 1000 pares de imagens para cada aquisição.

Tabela 4.15- Parâmetros de aquisição de imagens do sistema µPIV para cada Re no escoamento em microcanal zigzag.

Vazão (µL/min)	Re	Frequência de aquisição de imagens (Hz)	Tempo de exposição do sensor da câmera (µs)
92,9479	5	2000	80
800	43,0349		
1200	64,5523	6526	80
2400	129,105		

4.5.4 Tratamento dos resultados

A aquisição e processamento das imagens foram realizados no software *Dynamic Studio*[®] 2015a, utilizando técnicas estatísticas de correlação que serão descritas a seguir e pertencem ao pacote de processamento do software comercial.

Após a aquisição das imagens, antes de qualquer processamento, foi determinado o fator de conversão de escala em pixel para mm a partir da imagem de calibração registrada na subseção 4.5.3. A imagem de calibração utilizada para a determinação do fator de conversão corresponde à Figura 4.25, na qual foi registrada uma imagem da escala padrão com luz de LED. A Figura 4.25 expõe a imagem de calibração inserida na função de determinação de fator de escala disponível do software, por meio da inserção do valor, em mm, da distância entre os pontos A e B o fator de conversão foi estimado.



Figura 4.25 - Imagem de calibração para determinação do fator de conversão.

Embora a etapa de processamento das imagens seja o núcleo da estimativa do deslocamento das imagens de partículas traçadoras rastreando o escoamento através da determinação da posição do pico da função de correlação, etapas de pré- e pósprocessamento também são utilizadas com o intuito de melhorar a qualidade das imagens para o processamento, maximizando a razão sinal-ruído, e eliminando os vetores espúrios, respectivamente.

Todavia, destaca-se que a manipulação das imagens ou mapas vetoriais nas etapas de pré- e pós-processamaento deve ser realizada com cautela para não alterar as características originais do escoamento. Como exemplo de riscos da etapa de pré-processamento tem-se: a possibilidade de remoção de regiões que pertencem ao escoamento durante a seleção da região a ser processada e a eliminação de imagens de partículas por meio da seleção de um filtro que limite a itensidade de luz a ser considerado como sinal válido para processamento. Para o pós-processamento dos mapas vetoriais, um dos riscos que a sua utilização indiscrimada pode provocar é a invalidação e/ou

substituição de vetores de velocidade por vetores que não representem o escoamento. Este efeito pode ser ocasionado pela pela seleção de grandes áreas de comparação de vetores para escoamentos que possuem gradientes de velocidade ou que não sejam unidirecionais, por exemplo.

-Pré-processamento das imagens

Com o propósito de melhorar a qualidade da imagem para a etapa de processamento, as imagens registradas em cada experimento foram submetidas a um préprocessamento que seguiu a sequência do fluxograma apresentado na Figura 4.26. Cada etapa utilizada é explicada em detalhes a seguir.



Figura 4.26 - Fluxograma do pré-processamento das imagens do escoamento.

O pré-processamento das imagens iniciou pela remoção das regiões estáticas (paredes do microcanal) das imagens de escoamento por meio da aplicação de uma máscara (selecionada pelo usuário), baseada na imagem registrada com luz de LED do microcanal ou capilar (região em vermelho na Figura 4.27). O software utilizado permite a definição de máscaras com formato reto ou não. Na Figura 4.27 a região em vermelho apenas é reta devido às características do capilar, mas para o caso do escoamento em microcanal zigzag, foi gerada uma máscara correspondente às curvas características do mesmo.

Para cada microdispositivo foi definida uma máscara específica de modo a remover as regiões de parede. Esta máscara foi aplicada em todas as imagens aquisitadas a fim de evitar o processamento desnecessário de regiões que não representam os escoamentos em estudo.



Figura 4.27- Definição da máscara para as imagens do escoamento

Além da aplicação da máscara, foi realizado o cálculo de uma imagem média (Figura 4.28) das imagens adquiridas ao longo do tempo de análise do escoamento (Figura 4.22). Esta imagem média foi subtraída das imagens a serem processadas, a fim de diminuir o efeito de imagens fora de foco, partículas aderidas às paredes do microdispositivo, objetos estáticos e outros ruídos de fundo que não representam a luz emitida pelas partículas traçadoras excitadas pela luz do laser no plano focal. Este procedimento teve o intuito de melhorar o contraste das imagens das partículas e a razão sinal-ruído.

A média das imagens do escoamento será composta apenas de sinais de intensidade de luz correspondentes aos componentes que permaneceram estáticos ao logo da aquisição das imagens. Portanto, para o estudo do microcanal zigzag este mesmo procedimento foi empregado, visto que proporciona a diminuição de ruídos presentes nas imagens do escoamento.



Figura 4.28 - Média das imagens do escoamento no capilar.

Um exemplo de uma imagem resultante desse pré-processamento é apresentado na Figura 4.29 para o escoamento em um capilar. Comparando-se com a imagem obtida no escoamento (Figura 4.22) pode-se verificar o aumento do contraste das imagens das partículas suspensas no escoamento, indicando a melhoria do sinal da imagem das mesmas por meio da remoção da imagem média (Figura 4.28), a qual continha sinais de partículas fora de foco e luz de fundo refletida que provocavam uma espécie de "efeito de névoa" no quadro da imagem. A quantidade de ruído poderia prejudicar a qualidade da etapa de processamento conduzindo à estimativa de vetores espúrios.

Além disso, considerando-se a remoção da região da máscara, pode-se verificar na Figura 4.29, significativa redução do tamanho da imagem a ser processada na próxima etapa.



Figura 4.29 - Imagem pré-processada.

- Processamento das imagens

Para o processamento das imagens utilizou-se como técnica de correlação principal a função PIV adaptativo, a qual é um método automático, iterativo e adaptativo que ajusta o tamanho, forma e localização das janelas de interrogação em função da concentração de partículas traçadoras e gradientes de velocidade durante as estimativas dos mapas vetoriais.

Essa técnica reúne funções dos algoritmos mais modernos de processamento de imagens PIV devido ao ajuste às características do escoamento, e por isso foi selecionada como técnica de correlação principal, o que significa que todas as imagens foram processadas utilizando essa função com algumas modificações nos parâmetros de processamento.

A função PIV adaptativo, no software utilizado, contém as seguintes configurações a serem selecionadas:

- Determinação das áreas de interrogação: nessa opção foi selecionado o tamanho máximo e mínimo das janelas de interrogação a serem utilizados no processo iterativo e
o espaçamento entre os centros dessas janelas de interrogação determinado no item de tamanho do passo de grade (grid step size). A Tabela 4.16 expõe os tamanhos máximos e mínimos das janelas de interrogação selecionados nos experimentos estudados, assim como o tamanho do espaçamento entre os vetores.

Tipo de microdispositivo	Código do microcanal ou capilar	Tipo de fluido	Tamanho de inter quad (px x	de janela rogação rado x px)	Passo de grade retangular (px x px)
			Máximo	Mínimo	(P ; P)
	C.1	Glicerina 78% (V/V)	32 x 32	8 x 8	6 x 6
Capilar	C.2	Glicerina 78% (V/V)	64 x 64	16 x 16	8 x 8
Сарпа	C.2	(V/V) Óleo mineral leve 64 x 64 (P. A.)	16 x 16	8 x 8	
	C.3	Glicerina 78% (V/V)	64 x 64	16 x 16	8 x 8
	MC1.1	Água deionizada	32 x 32	8 x 8	6 x 6
Microcanal	MC1.2	Água deionizada	32 x 32	8 x 8	6 x 6
retangular	MC2.1	Água deionizada	32 x 32	16 x 16	6 x 6
-	MC3.1	Água deionizada	32 x 32	16 x 16	6 x 6
Microcanal ZigZag	ZZ	Água deionizada	32 x 32	8 x 8	6 x 6

Tabela 4.16 - Tamanhos das janelas de interrogação selecionadas para o processamento das imagens

- Funções filtros e janela de parede: nessa opção podem ser ativados a utilização de funções de filtro de frequência a serem utilizados na FFT, aplicada na etapa de correlação, e a função de janela de parede na qual por meio da seleção de uma máscara minimiza erros sistemáticos decorrentes de estimativa de picos de sinal em janelas de interrogação que se estendem a regiões de parede e englobam partículas próximas e distantes da parede, as quais descaracterizarão efeitos da existência da parede no escoamento. Sendo assim, a ativação dessa função restringe a análise de janelas contendo paredes à função apenas das partículas daquela posição.

Para os estudos realizados, a opção de filtro de frequência não foi ativada com o propósito de evitar a remoção errônea de sinal de partículas que representassem o escoamento, porém a opção de janela de parede foi ativada e utilizou-se a respectiva máscara de cada experimento;

- Validação: permite a seleção de validação de picos de sinais através da estimativa de valores mínimos para altura e razão de pico e razão de sinal-ruído. E permite a validação de vetores pela análise da média espacial da vizinhança. Estas opções têm como propósito prevenir as iterações e estimativas de velocidade sob influência de *outliers*.

Nos processamentos das imagens de todos os experimentos foi utilizada a validação de razão de altura de pico (1,2) e razão sinal-ruído (2,0). O valor para a razão sinal-ruído considerou os efeitos do método de iluminação de volume.

Além disso, a média espacial para a detecção de *outliers* durante as iterações foi configurada para uma vizinhança de 5 x 5 px em todos os estudos;e

- Adaptatividade: nessa aba podem ser ativadas as opções de adaptatividade das janelas de interrogação em função da concentração de imagens de partículas, magnitude e/ou efeito combinado das componentes de velocidade. A primeira variável pode ser ativada por meio da seleção do limite de detecção e número de imagens de partículas por janela de interrogação. A segunda variável é acionanda com a seleção dos limites mínimos de velocidade para utilizar a adaptação do formato da janela de interrogação. Nessa opção também pode-se determinar o número máximo de iterações que podem ocorrer durante o processamento.

Para todas as imagens registradas durante os experimentos realizados nesse estudo, selecionou-se o limite mínimo de detecção de partícula igual a 4 partículas por janela de interrogação. Em relação à deformação da janela por gradientes de velocidade, configurou-se os valores de 0,10 e 0,20 em relação à magnitude e efeito combinado das componentes de velocidade, respectivamente. Além disso, foi selecionado um número máximo de 20 iterações, com o intuito de limitar o tempo de processamento.

Para avaliar o efeito do tipo de técnica de correlação sobre as medições de velocidade, selecionou-se as imagens dos escoamentos no microcanal retangular MC3.1 e vale 9 do microcanal zigzag (vazão 2400 µL/min) para serem processadas com as seguintes técnicas de correlação: correlação adaptativa, média de correlação e o método tradicional de correlação cruzada. Então, comparou-se os resultados obtidos a partir da utilização das diferentes técnicas de correlção supracitadas com a técnica de correlação PIV adaptativo.

A seguir são apresentados os parâmetros selecionados para cada técnica alternativa de correlação utilizada.

 Média de correlação: nessa técnica a determinação do pico da função de correlação acontece com a função de correlação obtida por meio da média das funções de correlação, resultando em apenas um mapa vetorial.

Para ambas as imagens dos escoamentos em microcanal retangular e zigzag, utilizou-se uma janela de interrogação com as dimensões de 32 x 32 px e uma sobreposição de janelas igual a 50 %;

- *Correlação adaptativa:* essa técnica de correlação é iterativa e adaptativa, porém diferencia-se da técnica PIV adaptativo pelo fato de não haver deformação da janela de interrogação.

No processamento das imagens dos escoamentos estudados, utilizou-se uma janela de interrogação com as dimensões iniciais de 64 x 64 px, com refino de janelas nas direções horizontal e vertical em 2 iterações, ou seja, o tamanho final da janela foi igual a 16 x16 px. Para cada iteração o deslocamento de janelas de interrogação foi baseado em interrogação por diferença central. E o valor da sobreposição de janelas foi igual a 50 %;

- *Correlação cruzada:* essa função utiliza o processamento das imagens baseado na tradicional técnica de correlação cruzada. As configurações utilizadas nos processamentos das imagens do escoamento do microcanal retangular resumem-se na utilização de janelas quadradas, com dimensões de 32 x 32 px, e *overlaping* de 50 % na direção horizontal e 25 % na direção vertical, consdierando os gradientes de velocidade nessa direção. Em relação ao escoamento no microcanal zigzag, optou-se por uma janela de interrogação de 16 x 16 px com 50 % de sobreposição.

-Pós-processamento das imagens

O pós-processamento dos campos vetoriais instantâneos obtidos (Figura 4.30) consistiu na substituição dos vetores espúrios rejeitados a partir de valores médios espaciais, considerando uma vizinhança de 5 x 3 px, 7 x 3 px e 3 x 3 px para os escoamentos em capilar, microcanais retangulares e zigzag, respectivamente. Alguns dos vetores espúrios observados no campo vetorial instantâneo para o escoamento no microcanal zigzag estão indicados pelos círculos pretos na Figura 4.30. Os vetores espúrios são vetores de velocidade que apresentam magnitude, direção ou sentido divergente dos vetores vizinhos.

A seleção das dimensões das vizinhanças consideradas para a validação e substituição dos possíveis vetores espúrios se deu devido ao conhecimento a *priori* do

124

perfil de escoamento dos canais retos, os quais apresentam maior variação da velocidade na direção vertical e, por isso, a distância nessa direção é pequena, para evitar descaracterização do escoamento original.

Em relação à dimensão da média espacial para o canal zigzag, optou-se pela análise em uma vizinhança pequena, devido ao elevado gradiente de velocidade no plano de medição. Um exemplo dos campos vetoriais instantâneos resultantes para o escoamento no microcanal zigzag é apresentado na Figura 4.31, na qual observa-se maior uniformidade dos vetores de velocidade estimados quando comparados com o campo vetorial resultante do processamento das imagens (Figura 4.30).



Magnitude da velocidade (m/s)

Figura 4.31- Campo de velocidades instântaneos após substituição dos vetores espúrios

Tendo em vista o caráter estacionário dos escoamentos, realizou-se uma média temporal dos campos de velocidades instantâneos, resultando em um campo vetorial médio, que representou os padrões dos escoamentos estudados (Figura 4.32).



Figura 4.32 - Campo de velocidades médio no tempo.

4.6 Campo de Velocidades

A análise dos campos de velocidades médios, resultantes do processamento das imagens registradas no sistema µPIV, aconteceu de forma qualitativa e quantitativa. Para os microdispositivos retos (capilares e microcanais retangulares) a análise dos resultados ocorreu por meio da comparação dos perfis de velocidades (extraídos dos campos de velocidades médios) e velocidades máximas experimentais com as soluções analíticas dos modelos matemáticos que representam os escoamentos nesses dispositivos. Especialmente para os microcanais retangulares, a medição dos campos de velocidades em diferentes planos ao longo da profundidade de cada microcanal permitu a observação dos campos de velocidades médios obtidos experimentalmente foram comparados com os campos de velocidades médios obtidos experimentalmente foram comparados com os campos de velocidades oriundos da solução numérica do modelo matemático.

Sabendo-se que em escoamentos laminares e completamente desenvolvidos no interior de dispositivos retos, apenas a velocidade na direção do escoamento é não-nula, a análise quantitativa dos resultados obtidos no sistema µPIV nestes dispositvos foi realizada por comparação entre o perfil experimental da componente vertical da

velocidade (\mathbf{v}_x) ao longo do eixo vertical do campo de velocidades bidimensional e o perfil teórico, cujos modelos matemáticos são apresentados no próximo Capítulo 5. A seguir é descrito como foi obtido o perfil de velocidade experimental para esse tipo de escoamento utilizado nessa comparação.

- Perfil de velocidade experimental

A partir da média temporal dos campos de velocidades obtidos por meio do pósprocessamento dos campos de velocidades instantâneos dos escoamentos em capilares e microcanais retangulares no sistema µPIV, foram extraídos os perfis de velocidade da componente vertical do vetor de velocidade no centro do mapa vetorial, conforme indicado na Figura 4.33.



Figura 4.33 - Região do campo médio (temporal) de velocidades, da qual foram extraídos os perfis de velocidade.

Os perfis de velocidades extraídos dos campos de velocidades médios, referentes às repetições de medição de velocidade no plano central dos microdispositivos, foram utilizados no cálculo das médias aritméticas de cada ponto que compunha os perfis da componente vertical do vetor de velocidade na direção axial do escoamento, conforme apresentado na Equação 4.12.

$$v_{x}(y) = \frac{\sum_{i=1}^{N} v_{xi}(y)}{N}$$
(4.12)

sendo $v_x(y)$ o perfil médio de velocidade, $v_{xi}(y)$ o perfil de velocidade de cada repetição e N o número de repetições de medição de velocidade no plano central (10 e 3 para as medições de velocidade do escoamento em capilares e microcanais retangulares, respectivamente).

Para cada valor médio dos pontos desses perfis médios foi associada uma incerteza expandida devido a repetibilidade das medidas para um nível de confiança igual a 95%. A estimativa da incerteza expandida foi realizada de acordo com a Equação 4.13, considerando o desvio padrão amostral para cada ponto do perfil médio de velocidades, o valor da variável *t de Student* para 95% de confiança e os números de amostras de cada experimento.

$$U(\mathbf{v}_{x}(y)) = t_{(N-1;0,025)} \frac{s_{\mathbf{v}_{x}}(y)}{\sqrt{N}} = k_{95\%} u(\mathbf{v}_{x}(y))$$
(4.13)

sendo $U(v_x(y))$ a incerteza expandida devido a repetibilidade das medidas, $t_{(N-1;0,025)}$ a variável *t de Student* para (N-1) graus de liberdade e 95% de confiança, $s_{v_x}(y)$ o desvio padrão amostral de cada ponto que compõe o perfil de velocidade experimental em um dado valor da posição na direção transversal ao escoamento, k_{95%} o fator de abrangência para 95 % de confiança que nesse caso foi igualado ao valor da variável t da distribuição t de Student e $u(v_x(y))$ é a incerteza padrão de cada ponto que compõe o perfil experimental de velocidade.

Em relação à velocidade máxima experimental, selecionou-se os 5 maiores valores do perfil médio de velocidade obtidos experimentalmente, os quais coincidem com o centro do capilar ou microcanal retangular. A seleção desses valores teve o propósito de evitar erros decorrentes de pontos experimentais próximos às paredes. Para os valores selecionados, determinou-se uma função de interpolação de um ajuste polinomial de segunda ordem. Então, calculou-se o máximo desta função, o que resultou na velocidade máxima experimental, que foi comparada com a velocidade máxima teórica de cada escoamento estudado.

CAPÍTULO 5

MODELOS TEÓRICOS

Neste capítulo é apresentada a formulação matemática e as hipóteses consideradas para os escoamentos estudados que resultaram nos modelos teóricos utilizados nas comparações com os dados experimentais obtidos com o uso da técnica µPIV. Além disso, é apresentado o modelo utilizado para o cálculo da incerteza expandida, utilizada para estimar a região de incerteza, na qual os perfis teóricos estavam inseridos devido à propagação das incertezas dos parâmetros de entrada.

5.1 Formulação Matemática do Escoamento

A opção de estudar escoamentos simples em dispositivos retos com geometrias circulares e retangulares foi escolhida com o intuito de comparar os resultados experimentais com modelos teóricos bem estabelecidos na literatura, os quais possuem solução analítica e não estão suscetíveis a erros numéricos decorrentes de soluções numéricas. A utilização de soluções analíticas na comparação com os dados experimentais também proporciona maior segurança no processo de validação da análise de incertezas de medição.

Após a análise dos resultados com escoamentos laminares, comparou-se os resultados do escoamento no microcanal zigzag com uma solução numérica obtida pelo método de volumes finitos.

Para os escoamentos em microdispositivos retos, partiu-se das equações gerais da continuidade (Equação 5.1) e de Navier-Stokes (Equação 5.2), considerando escoamentos incompressíveis, com força de corpo conservativa, as geometrias específicas de cada dispositivo estudado e as seguintes hipóteses simplificadoras:

$$\nabla \mathbf{.v} = \mathbf{0} \tag{5.1}$$

$$\rho_f \, \frac{D\mathbf{v}}{Dt} = -\nabla P + \mu_f \nabla^2 \mathbf{v} \tag{5.2}$$

sendo v o vetor velocidade e P a pressão.

Hipóteses simplificadoras:

- 1 Regime permanente (gradiente de pressão constante);
- 2 Escoamento incompressível, laminar e completamente desenvolvido;
- 3 Não há geração de energia interna;
- 4 Seção transversal constante ao longo do canal ou capilar;
- 5 Fluido newtoniano com propriedades físicas constantes ao longo do canal ou capilar;
- 6 Convecção natural desprezível; e
- 7 Escoamento isotérmico.

5.1.1 Capilar circular

A partir das hipóteses listadas acima e considerando a geometria e o sistema de coordenadas expostos na Figura 5.1, obteve-se a seguinte equação diferencial ordinária (Equação 5.3) para o escoamento no interior de um capilar circular sob as condições de contorno de simetria do escoamento e não-deslizamento, conforme representada nas equações 5.4.

$$\frac{1}{r}\frac{d}{dr}\left(r\frac{dv_x}{dr}\right) = \frac{1}{\mu_f}\frac{dP}{dx}$$
(5.3)

$$\left. \frac{d\mathbf{v}_x}{dr} \right|_{r=0} = 0, \quad \mathbf{v}_x \Big|_{r=R} = 0$$
(5.4 a,b)

sendo V_z a componente axial de velocidade, r a posição na diração radial e R o raio do capilar.



Figura 5.1 - Representação da geometria do capilar com o eixo de coordenadas.

A solução analítica para o perfil de velocidade dimensional da Equação 5.3 é apresentada na Equação 5.5.

$$\mathbf{v}_{x}(r) = -\frac{dP}{dx} \frac{R^{2}}{4\mu_{f}} \left[1 - \left(\frac{r}{R}\right)^{2} \right]$$
(5.5)

Considerando $\frac{dP}{dx}$ constante, obtém-se a solução em função da vazão volumétrica (Equação 5.6),

$$\mathbf{v}_{x}(r) = \frac{2Q}{\pi R^{2}} \left[1 - \left(\frac{r}{R}\right)^{2} \right]$$
(5.6)

sendo Q a vazão volumétrica, R o raio do capilar e r a posição radial no capilar.

A Equação 5.6 foi utilizada como o modelo matemático no qual foram inseridas as incertezas de medição referentes ao sistema de bombeamento e à caracterização, dimensional conforme explicados na Seção 4.4.

5.1.2 Microcanal retangular

Considerando-se as Equações 5.1 e 5.2, as hipóteses simplificadoras e um sistema de coordenadas cartesianas (x, y, z), conforme apresentado na Figura 5.2, a equação de Navier-Stokes pode ser escrita da forma apresentada na Equação 5.7, considerando as condições de contorno apresentadas nas equações 5.8 a-d:

$$\frac{\partial^2 \mathbf{v}_x}{\partial z^2} + \frac{\partial^2 \mathbf{v}_x}{\partial y^2} = \frac{1}{\mu} \frac{dP}{dx}$$
(5.7)

$$\left. \frac{d\mathbf{v}_x}{dz} \right|_{z=0} = 0, \quad \mathbf{v}_x \Big|_{z=a} = 0$$
 (5.8 a, b)

$$\left. \frac{d\mathbf{v}_x}{dy} \right|_{y=0} = \mathbf{0}, \quad \mathbf{v}_x \Big|_{y=b} = \mathbf{0}$$
(5.8 c d)



Figura 5.2 - Representação da geometria do microcanal retangular com o eixo de coordenadas cartesianas.

Para escoamentos em microcanais retangulares, a solução analítica resultante considerando a condição de contorno de não-deslizamento nas paredes e em função da vazão volumétrica, baseada na solução encontrada em SHAH e LONDON (1978), é apresentada na Equação 5.9.

$$v_{x}(y,z) = \frac{48Q}{\pi^{3}HW} \left[1 - \frac{192}{\pi^{5}} \left(\frac{W}{H} \right) \sum_{n=1,3,...}^{\infty} \frac{1}{n^{5}} tanh \left(\frac{n\pi H}{2W} \right) \right]^{-1} \times \left\{ \sum_{n=1,3,...}^{\infty} \frac{(-1)^{(n-1)/2}}{n^{3}} \left[1 - \frac{\cosh(n\pi z/W)}{\cosh(n\pi H/2W)} \right] \cos\left(\frac{n\pi y}{W} \right) \right\}$$
(5.9)

sendo "H" a altura e "W" a largura do microcanal.

5.1.3 Microcanal ZigZag

A solução teórica utilizada na comparação com os dados experimentais advindos do escoamento em microcanal zigzag para o vale 9 foi resolvida numericamente pelo método de volumes finitos, contido no pacote Fluent[®]18.2 do software ANSYS, para o plano central do microcanal por meio da solução da equação de Navier-Stokes, conforme descrito em OLIVEIRA (2020).

A Figura 5.3a apresenta a malha convergida não-uniforme do microcanal desenhado no software, na qual foram utilizados 1042666 elementos hexagonais com o

tamanho do menor elemento sendo igual a 4 x 10^{-6} m. A geometria do microcanal zigzag foi desenhada considerando as dimensões médias resultantes da caracterização dimensional, e os resultados obtidos a partir da solução numérica para o vale 9 foram comparados com o campo de velocidade médio oriundo da caracterização dos escoamento através da técnica µPIV. Devido ao tamanho da malha, na Figura 5.3b é apresentada a malha em detalhe para melhor visualização.



Figura 5.3 - Malha do microcanal zigzag utilizada para solução numérica pelo método de volumes finitos: (a) visão geral do microcanal e (b) detalhe da malha na região de entrada do microcanal.

5.2 Cálculo da Incerteza Expandida dos Perfis Teóricos

As regiões de incertezas expandidas associadas aos perfis de velocidade teóricos que representam os escoamentos nos capilares (Equação 5.6) e nos microcanais retangulares (Equação 5.9) foi estimada baseando-se no que é exposto no GUM (INMETRO e JGCM, 2008), conforme explicado na seção 3.4.

Primeiramente, determinou-se a incerteza padrão combinada associada ao perfil de velocidade teórico, para isso utilizou-se a Equação 3.5. Esta equação refere-se ao cálculo da incerteza padrão combinada de uma variável de saída dependente das N variáveis de entrada, relacionadas por um modelo matemático, e considera a propagação das incertezas padrão das variáveis de entrada. Nesse estudo, o modelo matemático é representado pelas equações 5.6 e 5.9 para os escoamentos em capilares e microcanais retangulares, respectivamente. E as variáveis de entrada referem-se à vazão volumétrica e as características dimensionais da seção transversal do dispositivo. As incertezas padrão das variáveis de entrada, considerando-os independentes entre si, conforme apresentado na Equação 5.10,

$$u_{C}(\mathbf{v}_{i}) = \sqrt{\left[\left(\frac{\partial \mathbf{v}_{i}}{\partial Q}u(Q)\right)^{2} + \left(\frac{\partial \mathbf{v}_{i}}{\partial \mathbf{X}}u(\mathbf{X})\right)^{2} + \left(\frac{\mathbf{v}_{i}}{\partial x}u(x)\right)^{2}\right]}$$
(5.10)

sendo $u_c(v_i)$ a incerteza padrão combinada do perfil teórico, u(Q) a incerteza padrão da vazão volumétrica obtida por meio da calibração do sistema de infusão, $u(\mathbf{X})$ a incerteza padrão oriunda da caracterização dimensional da seção transversal dos dispositivos, u(x) a incerteza padrão decorrente da posição na direção radial do capilar ou na direção transversal ao escoamento no microcanal retangular, v_i o perfil de velocidade teórico, $\frac{\partial v_i}{\partial Q}$ o coeficiente de sensibilidade do perfil de velocidade em relação à vazão, $\frac{\partial v_i}{\partial \mathbf{X}}$ o coeficiente de sensibilidade do perfil de velocidade em relação aos parâmetros dimensionais da seção transversal e $\frac{\partial v_i}{\partial x}$ o coeficiente de sensibilidade do perfil de velocidade em relação aos parâmetros dimensionais da seção transversal e $\frac{\partial v_i}{\partial x}$ o coeficiente de sensibilidade do perfil de velocidade em relação aos parâmetros dimensionais da seção transversal e $\frac{\partial v_i}{\partial x}$ o coeficiente de sensibilidade do perfil de velocidade em relação aos parâmetros dimensionais da seção transversal e $\frac{\partial v_i}{\partial x}$ o coeficiente de sensibilidade do perfil de velocidade teórico.

Destaca-se que u(x) foi considerada desprezível devido ao conhecimento da posição onde o valor da componente de velocidade está sendo calculado.

Após o cálculo da incerteza-padrão combinada para o perfil de velocidade teórico, estimou-se o número de graus de liberdade efetivos $(v_{eff}(v_i))$ por meio da Equação 5.11,

$$v_{eff}(\mathbf{v}_{i}) = \frac{u_{c}(\mathbf{v}_{i})^{4}}{\left[\frac{\left(\frac{\partial \mathbf{v}_{i}}{\partial Q}u(Q)\right)^{4}}{v_{Q}} + \frac{\left(\frac{\partial \mathbf{v}_{i}}{\partial \mathbf{X}}u(\mathbf{X})\right)^{4}}{v_{\mathbf{X}}} + \frac{\left(\frac{\partial \mathbf{v}_{i}}{\partial x}u(x)\right)^{4}}{v_{x}}\right]}$$
(5.11)

sendo v_{Q} o grau de liberdade igual a Med-1 (nesse caso Med é o número de repetições durante a calibração do sistema de infusão) e v_{X} o grau de liberdade referente à caracterização dimensional, em que para os microcanais Med foi igual ao número de medições das características dimensionais e para o diâmetro do capilar foi considerado tendendo ao infinito devido ser uma informação obtida a partir do fabricante.

Sabendo-se o valor de $v_{eff}(v_i)$, determinou-se o valor da variável t na distribuição t-Student para um nível de confiança de 95%, e considerou-se $k_{95\%} = t_{95\%}(v_{eff})$, conforme indicado no GUM (INMETRO e JCGM, 2008). Pelo produto entre $k_{95\%}$ e $u_C(v_i)$ estimou-se a incerteza expandida U_{95%} associada aos perfis de velocidades teóricos..

CAPÍTULO 6

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesse capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos neste estudo. Inicialmente, são apresentados os resultados referentes à análise de incerteza dos parâmetros de entrada (características dimensionais e calibração do sistema de infusão). Posteriormente, os resultados das medições dos campos de velocidades com o uso da técnica µPIV são comparados com as soluções dos modelos teóricos.

6.1 Caracterização Dimensional

A seguir são apresentados os resultados obtidos da etapa de caracterização dimensional dos dispositivos apresentados na subseção 4.4.2 os quais são essenciais para verificação do perfil dimensional real e para a estimativa das incertezas para o modelo do perfil de velocidade cuja comparação com os dados experimentais é apresentada.

6.1.1 Capilar circular

Conforme relatado na subseção 4.4.2, para o capilar circular considerou-se a informação fornecida pelo fabricante a respeito da incerteza em relação ao volume do capilar para a estimativa indireta da incerteza padrão do diâmetro interno dos capilares utilizados na caracterização dos escoamentos (EMANUEL, 1973; DRUMOND SCIENTIFIC, 2020). Na Tabela 6.1 são apresentados os diâmetros internos dos capilares (D_I) e as incertezas padrão $(u(D_I))$ associadas a estes valores.

Tabela 6.1 - Diâmetro inte	Tabela 6.1 - Diâmetro interno fornecido pelo fabricante e incerteza padrão associada.					
Capilar	DI	u (D _I)				
Capitar	(mm)	(mm)				
C.1	0,1422	0,0004				
C.2	0,4470	0,0013				
C.3	0,5563	0,0015				

6.1.2 Microcanais retangulares

A seguir são apresentados os resultados da caracterização dimensional dos moldes fabricados em latão e microcanais retangulares que foram fabricados em PDMS por meio da técnica de litografia macia. Os resultados obtidos nessa seção, para os microcanais retangulares, foram utilizados no cálculo das vazões estudadas e para o cálculo da região de incerteza do perfil de velocidade teórico que foi comparado com o perfil médio de velocidade experimental.

A Figura 6.1 apresenta a imagem de caracterização da altura do molde de latão referente ao microcanal MC3.1 por meio da qual verifica-se um perfil trapezoidal divergente da seção transversal projetada (seção transversal retangular).



Figura 6.1 - Perfil 3D do microcanal MC3.1.

As dimensões médias avaliadas da largura (W) e altura (H) dos moldes fresados em latão e as incertezas expandidas devido à repetibilidade das medidas para 95% de confiança associadas a estes valores médios, conforme descrito na subseção 4.4.2, são apresentadas na Tabela 6.2. Nesta tabela também é apresentado o desvio relativo dos valores medidos em relação às dimensões de projeto (DR_N).

Com base nos valores médios apresentados nessa tabela pode-se observar que os casos que apresentaram maiores desvios relativos foram aqueles que exigiram maior exatidão do processo de fabricação, ou seja, os microcanais com profundidade de 0,080 mm. Além das pequenas dimensões, essa diferença pode ser explicada pela etapa extra de usinagem e polimento com pasta diamantada, artifício utilizado para minimizar rebarbas na superfície dos moldes. Entretanto, todas as médias das medidas apresentaram valores de desvios relativos menores que 10% do valor de projeto.

Tabela 6.2 - Resultado da caracterização dimensional dos moldes de latão utilizados na fabricação dos microcanais retangulares com incerteza expandida (U) devido a repetiblidade das medidas com 95% de confiança (k=2,1448) e v = 14 graus de liberdade.

	Projeto		Molde					
Molde	W (mm)	H (mm)	W média (mm)	U (mm)	DR _N (%)	H média (mm)	U (mm)	DR _N (%)
MC1.1	0,080	0,080	0,0863	0,0016	7,91	0,0785	0,0032	-1,90
MC1.2	0,320	0,080	0,3265	0,0037	2,05	0,0770	0,0045	-3,71
MC2.1	1,000	0,500	0,9889	0,0038	-1,11	0,4962	0,0407	-0,77
MC3.1	0,400	0,300	0,4030	0,0053	0,76	0,2961	0,0019	-1,29

A Figura 6.2 apresenta a seção transversal do menor microcanal fabricado MC1.1 (Figura 6.2a) e do microcanal MC3.1 (Figura 6.2b) registradas durante a caracterização dimensional dos microcanais. Nesta imagem pode-se verificar o perfil retangular da seção transversal desses microcanais correspondente ao projetado.



(a) (b) **Figura 6.2 -** Seção transversal dos microcanais retangulares: (a) MC1.1 e (b) MC3.1.

Os valores médios das dimensões de W e H das seções transversais dos microcanais retangulares em PDMS estão expostos na Tabela 6.3. As incertezas expandidas expostas nesta tabela são decorrentes da repetibilidade das medidas para 95% de confiança, grau de liberdade igual a 14 e fator de abrangência (k_{95%}) igual a 2,1448 associadas às

características dimensionais média. Na mesma tabela são apresentados os desvios relativos em relação aos valores dimensionais de projeto (DR_N) e em relação às dimensões do respectivo molde (DR_M) .

	Projeto			Microcanal						
Microcanal	W (mm)	H (mm)	W média (mm)	U (mm)	DR _N (%)	DR _M (%)	H média (mm)	U (mm)	DR _N (%)	DR _M (%)
MC1.1	0,080	0,080	0,0874	0,0049	9,26	1,25	0,0805	0,0072	0,63	2,55
MC1.2	0,320	0,080	0,3257	0,0025	1,79	-0,25	0,0793	0,0022	-0,88	2,99
MC2.1	1,000	0,500	0,9937	0,0059	-0,63	0,49	0,4967	0,0115	-0,65	0,11
MC3.1	0,400	0,300	0,4063	0,0024	1,58	0,82	0,2943	0,0013	-1,91	-0,63

Tabela 6.3 - Resultado da caracterização dimensional dos microcanais retangulares com incerteza expandida (U) devido a repetiblidade das medidas com 95% de confiança (k_{95%}=2,1448) e v = 14 graus de liberdade.

Assim como foi observado para os moldes (Tabela 6.2), ao se comparar os valores médios das dimensões dos microcanais com os valores de projeto, todos os desvios relativos foram menores que 10% em relação aos valores de projeto, sendo os maiores valores para aqueles microcanais que exigiram maior esforço da fabricação (MC1.1 e MC1.2).

Além disso, os dados da Tabela 6.3 indicam um aumento das dimensões dos microcanais em PDMS em relação aos valores médios das dimensões dos moldes. Esse comportamento pode ser justificado pela dilatação térmica do material no qual os moldes foram fabricados, visto que durante a fabricação o sistema PDMS+molde é submetido ao aquecimento na etapa de cura. Todavia, também deve-se considerar o efeito dos diferentes modos como a caracterização dimensional foi realizada para o molde e para a seção transversal do microcanal em PDMS, podendo esse desvio também ser consequência do modo de medição de um material com relevo como é o caso do molde, cuja altura foi obtida através da função de reconstrução 3D disponível no equipamento.

6.1.3 Microcanal zigzag

A caracterização do microcanal em zigzag procedeu da mesma forma que para os microcanais retangulares, porém foram necessárias mais medidas com o propósito de caracterizar os detalhes desse tipo de microcanal conforme destacado na Figura 4.16.

A Figura 6.3 apresenta o molde fabricado em latão e o microcanal em zigzag fabricado em PDMS.



Figura 6.3 - Microcanal em zigzag: (a) molde em latão e (b) dispositivo fabricado em PDMS.

A Tabela 6.4 apresenta os valores médios resultantes da caracterização dimensional do molde considerando as medidas selecionadas para os passos do microcanal zigzag, conforme destacado na Figura 4.16, e a incerteza expandida associada aos valores médios é decorrente da repetbilidade das medidas para um nível de confiança de 95 % considerando os graus de liberdade (ν) respectivos para cada característica avaliada.

	00	1 1				
			Ι	Molde		
Dimensão	Projeto	Média	U	ν	k	DR _N (%)
L1 (mm)	0,400	0,3829	0,0210	29	2,0452	-4,29
L2 (mm)	0,590	0,5783	0,0199	29	2,0452	-1,98
L3 (mm)	0,400	0,3837	0,0200	29	2,0452	-4,08
R (mm)	0,050	0,0678	0,0332	29	2,0452	-35,56
AR (°)	90	89,45	1,87	29	2,0452	-0,61
AQ (°)	90	89,64	1,21	29	2,0452	-0,39
AH (°)	45	44,24	1,23	29	2,0452	-1,68
LP (mm)	0,700	0,7011	0,0036	14	2,1448	0,15
ALTURA (mm)	0,300	0,2995	0,0176	29	2,0452	-0,16

 Tabela 6.4 - Resultado da caracterização dimensional do molde metálico referente ao microcanal em zigzag com incerteza expandida para um nível de confiança de 95%.

Legenda: L1, L2, L3, R, AR, AQ, AH e LP são as medidas de um passo do microcanal zigzag conforme exposto na Figura 4.16, U é a incerteza expandida, v o grau de liberdade para cada medida, k é o fator de abrangência e DR_N é o desvio relativo às dimensões de projeto.

Os dados da caracterização dimensional do molde referente ao microcanal zigzag indicam uma boa concordância com os valores dimensionais projetados, com exceção do valor médio relacionado ao raio de abertura de um passo do zigzag. O elevado desvio em relação ao valor projetado pode ser justificado pela dificuldade na determinação do contorno do raio na etapa de caracterização, consequência da existência de sombreamento nas regiões com diferentes alturas durante o ajuste de foco no microscópio.

Além disso, as adversidades presentes na medição do raio do passo também podem explicar o elevado valor da incerteza expandida associada ao valor médio desta dimensão, visto que a incerteza expandida apresentada é decorrente da repetibilidade das medidas. Como método alternativo para a determinação das características dimensionais em microescala, MORINI *et al.* (2011) sugere a utilização da técnica de microscopia eletrônica de varredura. Esta técnica pode evitar as complicações observadas nas medições utilizando um microscópio de luz refletida visto que faz uso de um feixe de elétrons para explorar a superfície sob análise.

Para o microcanal zigzag fabricado em PDMS, a mesma tendência foi observada conforme é apresentado na Tabela 6.5 e Tabela 6.6.

		3			1 2	
Dimensão	Projeto	Média	U	ν	k	DR _N (%)
L1 (mm)	0,400	0,3932	0,0065	9	2,2622	-1,70
L2 (mm)	0,590	0,5680	0,0151	29	2,0452	-3,73
L3 (mm)	0,400	0,3932	0,0065	9	2,2622	-1,70
R (mm)	0,050	0,0876	0,1225	29	2,0452	75,20
AR (°)	90	90,14	2,83	29	2,0452	0,16
AQ (°)	90	90,54	2,49	29	2,0452	0,60
AH (°)	45	44,68	1,54 °	29	2,0452	-0,71
LP (mm)	0,700	0,6898	0,0593	29	2,0452	-1,45
ALTURA (mm)	0,300	0,3007	0,0079	39	2,0227	0,23

 Tabela 6.5 - Resultado da caracterização dimensional do microcanal em zigzag com incerteza expandida para um nível de confiança de 95% e comparação com as dimensões de projeto.

Legenda: L1, L2, L3, R, AR, AQ, AH e LP são as medidas de um passo do microcanal zigzag conforme exposto na Figura 4.16, U é a incerteza expandida, v o grau de liberdade para cada medida, k é o fator de abrangência e DR_N é o desvio relativo às dimensões de projeto.

Em comparação às dimensões do molde, apresentado na Tabela 6.6, o desvio em relação às medidas do raio ainda é a dimensão com mais discordância, porém com exceção dessa característica, houve uma boa concordância entre os dados medidos nos microcanais, molde e projeto.

para uni nive	i de connança de 93	% e comparação e	com as dimense	jes media	is do moide m	etanco.		
	Moldo	Microcanal						
Dimensão	(Média)	Média	U	ν	k	DR _M (%)		
L1 (mm)	0,3829	0,3932	0,0065	9	2,2622	2,70		
L2 (mm)	0,5783	0,5679	0,0151	29	2,0452	-1,79		
L3 (mm)	0,3837	0,3932	0,0065	9	2,2622	2,48		
R (mm)	0,0678	0,0876	0,1225	29	2,0452	29,31		
AR (°)	89,45	90,14	2,83	29	2,0452	0,77		
AQ (°)	89,64	90,54	2,49	29	2,0452	1,01		
AH (°)	44,24	44,68	1,54	29	2,0452	0,99		
LP (mm)	0,7011	0,6898	0,0593	29	2,0452	-1,60		
ALTURA (mm)	0,2995	0,3007	0,0079	39	2,0227	0,39		

Tabela 6.6 - Resultado da caracterização dimensional do microcanal em zigzag com incerteza expandida para um nível de confiança de 95% e comparação com as dimensões médias do molde metálico.

Legenda: L1, L2, L3, R, AR, AQ, AH e LP são as medidas de um passo do microcanal zigzag conforme exposto na Figura 4.16, U é a incerteza expandida, ν o grau de liberdade para cada medida, k é o fator de abrangência e DR_M é o desvio relativo às dimensões mensuradas do molde.

6.2 Calibração do Sistema de Infusão

Nesta seção são apresentados os resultados da calibração do sistema de infusão composto pela bomba de seringa e seringa de vidro acopladas ao dispositivo

microfluídicos. A partir dos dados da caracterização dimensional selecionou-se a vazão volumétrica a ser utilizada para cada experimento na etapa de caracterização do escoamento por meio das medições de velocidades utilizando a técnica µPIV, cuja incerteza sobre a capacidade do sistema de infusão de promover os valores desejados é apresentada aqui e foram utilizados, também, como informação das incertezas de entrada para os modelos de perfis de velocidades.

6.2.1 Caracterização dos fluidos

Incialmente, fez-se necessário a caracterização das propriedades físicas dos fluidos utilizados como meio dispersante das suspensões de partículas traçadoras utilizadas na etapa de caracterização do escoamento, em especial, a massa específica, cujos valores foram necessários para a caracterização do sistema de infusão.

Conforme relatado na seção 4.3, os valores de massa específica obtidos para a água deionizada foram obtidos por meio da Equação de Tanaka (Equação 4.3). Em relação aos valores de massa específica e viscosidade cinemática da solução de glicerina e do óleo mineral leve, as tabelas 6.7 e 6.8, respectivamente, apresentam os valores médios das medidas no viscosímetro SV3000 (DOPOLAB/EQ/UFRJ), com incerteza expandida oriunda da combinação da incerteza do padrão utilizado e repetibilidade das medidas para um nível de confiança de 95% e grau de liberdade igual a 1.

	Massa	Específica	Viscosidad	le cinemática
Temperatura (°C)	Média (kg/m ³)	Incerteza Expandida (kg/m ³)	Média (mm²/s)	Incerteza Expandida (mm²/s)
25	1207,3	1,8	40,206	4,459
26	1206,4	7,2	38,210	16,976
27	1205,0	18,0	36,195	2,770
28	1204,7	29,7	34,258	19,121

Tabela 6.7 - Propriedades físicas da solução de glicerina 78% (V/V) com incerteza expandida para um nível de confianca de 95%.

 Tabela 6.8 - Propriedades físicas do óleo mineral leve com incerteza expandida para um nível de confiança de 95%.

	Massa 1	Específica	Viscosidade cinemática		
Temperatura (°C)	Média Incerteza (kg/m ³) (kg/m ³)		Média (mm²/s)	Incerteza Expandida (mm²/s)	
25	851,37	2,36	28,190	3,202	
26	850,95	0,95	26,946	2,889	
27	850,35	0,95	25,770	2,679	
28	849,69	0,42	24,671	2,479	

A partir dos valores das tabelas 6.7 e 6.8, foram estimadas as curvas de calibração por meio de um ajuste polinomial de terceira ordem. Os valores desta curva foram utilizados na etapa de caracterização do sistema de infusão cujos resultados são apresentados e discutidos a seguir.

6.2.2 Calibração do sistema de infusão

A partir dos valores obtidos nas etapas de caracterização dimensional e das propriedades físicas dos fluidos, selecionou-se as vazões a serem trabalhadas na etapa de caracterização dos escoamentos e expostas na Tabela 4.9. Esses valores foram configurados na bomba de seringa e a incerteza em relação ao provimento das vazões selecionadas foi avaliada pelo procedimento da calibração do sistema de infusão utilizando o método gravimétrico.

Os resultados da calibração do sistema de infusão (bomba de seringa+seringa de vidro+ disposistivo microfluídico) são expostos na Tabela 6.9, separados por dispositivo microfluídico e respectivas vazões estudadas, para uma temperatura igual a 25 °C. Os resultados foram obtidos de acordo com a metodologia apresentada na subseção 4.4.1, com incerteza expandida calculada considerando a Equação 4.1 como o modelo matemático que relacionou a vazão volumétrica obtida experimentalmente com as variáveis de entrada e a Equação 3.15 para a combinação das incertezas padrão das variáveis de entrada (considerando a independência das variáveis), conforme exposto na subseção 3.4, para um nível de confiança de 95,45%

Os resultados expostos na Tabela 6.9 permitem inferir que as maiores incertezas relativas foram obtidas para valores de vazão menores que 6 µL/min, considerando todos os tipos de fluidos e dispositivos. Esse comportamento pode ser justificado pelo fato desses experimentos exigirem maior tempo de bombeamento para a leitura da massa de fluido bombeada o que pode proporcionar perdas devido à evaporação. Além disso, apesar dos valores de vazão volumétrica selecionados nesse estudo estarem contidos entre os limites máximos e mínimos, para o volume de seringa utilizado (2,5 mL), segundo a fabricante (vazão mínima: 3,39900 nL/min e vazão máxima: 3,52979 mL/min) (HAVARD APPARATUS, 2012), pequenos valores de vazão exigem melhor resolução e estabilidade do sistema de bombeamento.

Para os outros casos, para a obtenção de uma leitura de variação de massa acima da ordem de grandeza da incerteza da balança, necessitou-se de menor período de bombeamento, o que também pode ter ocasionado menos perdas por evaporação.

Dispositivo	Tipo de fluido	Vazão selecionada (µL/min)	Vazão calculada (µL/min)	Incerteza expandida (µL/min)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade efetivos (v eff)	Incerteza relativa (%)
	Glicerina	0,2025	0,2006	0,0292	2,2314	12	14,56
C.1	78%	5,1632	5,1441	0,0861	2,1147	23	1,67
	(V/V)	10,1240	10,0851	0,0844	2,1263	21	0,84
	Glicerina	2	2,0121	0,1514	2,3198	9	7,52
C.2	78%	51	51,1651	0,3178	2,1263	21	0,62
	(V/V)	100	10,3964	0,2484	2,1330	20	2,39
	Óleo	2	1,9919	0,1545	2,0000	1261	7,76
C^{2}	mineral	51	50,9524	1,4620	2,0000	82197	2,87
0.2	leve (P. A.)	100	99,9394	2,7922	2,0000	399229	2,79
	Glicerina	3,0966	3,0788	0,0603	2,1689	16	1,96
C.3	78%	78,9640	78,0337	0,7411	2,3664	8	0,95
	(V/V)	154,832	153,4176	0,5512	2,2549	11	0,36
	Água	2,2488	2,1897	0,1043	2,3664	9	0,05
MC1.1	Agua	4,49768	4,2924	0,4799	2,2314	3	0,11
	deloinzada	22,4884	22,4188	0,1266	2,0645	40	0,01
	Água	5,4248	5,3711	0,1070	2,2314	12	1,99
MC1.2	deionizada	10,8496	10,8070	0,0932	2,1263	21	0,86
	delomzada	54,2479	54,1984	0,2811	2,1330	20	0,52
	Água	19,9650	19,9640	0,1143	2,2837	10	0,57
MC2.1	deionizada	39,9299	39,8667	0,2115	2,1051	25	0,53
	deloinizada	199,6500	199,1717	1,4417	2,8693	4	0,72
	Água	9,2947	9,2527	0,1076	2,3664	8	1,16
MC3.1	deionizada	18,5894	18,5240	0,1212	2,2314	12	0,65
	deloinizada	92,9470	92,9727	0,2308	2,0645	40	0,25
	,	92,9479	92,9224	0,3054	2,0868	30	0,33
77	Agua	800	799,0518	6,8973	2,0000	4203	0,86
	deionizada	1200	1199,9833	10,8709	2,0000	9271	0,91
		2400	2389,5291	26,0988	2,1263	21	0,01

Tabela 6.9 - Resultados da calibração do sistema de infusão para uma temperatura de 25 °C e incerteza expandida para um nível de confiança de 95,45%.

No Apêndice B são apresentadas as planilhas de calibração para cada vazão com a contribuição para a incerteza expandida de cada variável considerada. Através dos resultados expostos pode-se verificar que as maiores contribuições de incerteza são referentes às incertezas associadas à balança (massa final e inicial), repetibilidade das vazões e cronometragem. Sendo a repetibilidade da vazão também função das leituras de massa na balança, que sofre significativa influência das condições ambientais onde está localizada, por exemplo, corrrente de ar e vibrações.

No entanto, as condições ambientais no momento da utilização do sistema de infusão são fatores limitantes. Devido a este fato não é possível concluir se a maior

contribuição para a incerteza é decorrente do próprio sistema de infusão ou das incertezas associadas às medidas de massa na balança. Sendo necessária a utilização de uma balança com menor incerteza e localizada em um ambiente mais estável, com menor sensibilidade às vibrações e protegido de correntes de ar.

Em relação às incertezas associadas à cronometragem do período de bombeamento, estas podem ser justificadas pelo método utilizado. O acionamento da bomba de seringa e início da contagem do tempo aconteceram simultaneamente, porém, de forma manual, o que pode estar sujeito a atrasos decorrentes do operador. Sendo assim, torna-se necessário a automatização do sistema para a minimização desse erro.

Devido à metodologia adotada para a calibração do sistema de infusão de fluidos, não foi possível observar os efeitos de intermitência no provimento da vazão desejada do fluido. Contudo, a automatização do sistema de calibração, mencionada no parágrafo anterior, poderia permitir a calibração dinâmica do sistema de infusão com aquisição de dados em menores intervalos de tempo e, assim, indicar efeitos transientes (ex.: expansão das mangueiras do microdispositivo e oscilações no bombeamento do líquido) que possam influenciar e contribuir para os desvios dos valores de vazão selecionados.

6.3 Caracterização do Escoamento

A partir dos campos vetoriais de velocidade dos escoamentos em dispositivos de seção transversal constante e retos, extraiu-se os perfis de velocidade que foram utilizados na comparação quantitativa das medidas experimentais obtidas com a técnica µPIV e os modelos teóricos bem estabelecidos na literatura para escoamento laminar de fluidos newtonianos.

Destaca-se que todos os perfis de velocidade experimentais (ícone azul), apresentados nas figuras 6.5, 6.7, 6.9, 6.12, 6.17, 6.18, 6.22 e 6.25, representam os valores médios, calculados por meio da média aritmética dos perfis de velocidade extraídos dos campos de velocidade médios. Estes campos de velocidades são oriundos da média temporal do conjunto de campos de velocidade instantâneos de cada corrida de medição, conforme relatado na seção 4.6. As barras associadas aos valores médios experimentais correspondem às incertezas expandidas devido a repetibilidade das medidas, para um nível de confiança de 95 %.

Nas figuras citadas no parágrafo anterior, os perfis médios de velocidade experimentais são comparados com os perfis de velocidade teóricos (seção 5.1), representados nos gráficos pela linha contínua preta. Estes perfis teóricos estão contidos em uma região cinza, que representa a incerteza expandida do modelo matemático para um nível de confiança de 95 %, considerando a combinação das incertezas padrão das variáveis de entrada, características dimensionais e sistema de infusão de fluidos, de acordo com o que foi descrito na seção 5.2

Além da comparação com os perfis de velocidade, foram realizadas comparações entre as velocidades máximas obtidas experimentalmente e as velocidades máximas teóricas, a fim de verificar a influência da curvatura da seção transversal, profundidade, razão de aspecto e presença de gradientes de velocidades.

Por fim, nesta seção também são apresentadas as comparações dos campos de velocidades para o escoamento em um microcanal zizgzag com os resultados obtidos da solução numérica. Os resultados apresentados a seguir foram realizados de acordo com a metodologia apresentada na seção 4.5 em um ambiente com temperatura mantida em torno de 25°C.

Considerando as hipóteses e a adequabilidade da Equação 3.12 para o sistema óptico utilizado nos experimentos que proporcionaram os resultados apresentados a seguir, e as características da partícula traçadora utilizada, estimou-se a profundidade de correlação para cada característica óptica das lentes objetivas utilizadas, conforme é apresentado na Tabela 6.10.

Lentes	Magnificação	ZCORR						
	8 3		(mm)					
HI PLAN	10X	0,25	0,0366					
HCX PL FLUOTAR L	20X	0,40	0,0135					
N PLAN L	40X	0,55	0,0067					

 Tabela 6.10 - Profundidade de correlação estimada segundo Olsen e Adrian (2000) para lentes objetivas com imersão em ar.

6.3.1 Capilar circular

Os experimentos realizados nos dispositivos com seção transversal circular utilizaram dois fluidos newtonianos, a solução de glicerina 78% (V/V) e o óleo mineral leve. Em relação aos experimentos realizados com glicerina, estudou-se o escoamento com 3 capilares de vidro com diâmetros internos diferentes (Tabela 4.1). A seguir são apresentados os resultados desses experimentos.

-Escoamentos com solução de glicerina 78% (V/V)

A Figura 6.4 apresenta as imagens do escoamento confinado no capilar C.1, no plano central deste capilar, com imagens registradas em tamanho de 384 x 200 px (0,3881 x 0,2022 mm) com luz de LED (utilizada para elaboração da máscara), a imagem das partículas em escoamento iluminadas pela luz do laser e a imagem que foi submetida a análise de correlação (imagem do escoamento pré-processada).

Na Figura 6.4a, conforme destacado em amarelo, existe uma região de sombreamento, visível apenas com a luz de LED, a qual é consequência da seção transversal circular do capilar. Ressalta-se que sem a imagem do dispositivo iluminado pela luz de LED essa região ficaria imperceptível e poderia gerar erros na definição das paredes do capilar durante a etapa de geração de máscara no pré-tratamento das imagens.

Além do cuidado com a definição da máscara, comparando-se a Figura 6.4b e 6.4c verifica-se a significativa diminuição da iluminação de fundo de partículas fora de foco, explicitando o efeito da etapa de pré-processamento sobre as imagens a serem processadas. Todavia, a diminuição da definição das imagens de partículas nas regiões próximas às paredes do capilar ainda pôde ser observada nas figuras 6.4b e 6.4c.



Figura 6.4 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,142 mm com a solução de glicerina 78%: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-tratamento.



Figura 6.4 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,142 mm com a solução de glicerina 78 %: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-tratamento (continuação).

A seguir, na Figura 6.5 são apresentados os perfis de velocidade teórico e perfis médios experimentais ao longo da direção radial do capilar em estudo com as vazões volumétricas de 0,2025 ($v_m = 0,0127 \text{ m/min}$) (Figura 6.5a), 5,1632 ($v_m = 0,3249 \text{ m/min}$) (Figura 6.5b) e 10,1240 µL/min ($v_m = 0,6371 \text{ m/min}$) (Figura 6.5c).





Figura 6.5 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,1422 mm: (a)0,2025 μ L/min (v_m = 0,0127 m/min); (b)5,1632 μ L/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 10,1240 μ L/min (v_m = 0,6371 m/min).



Figura 6.5 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,1422 mm: (a)0,2025 μ L/min (v_m = 0,0127 m/min); (b)5,1632 μ L/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 10,1240 μ L/min (v_m = 0,6371 m/min) (continuação).

Conforme pode-se observar nos gráficos da Figura 6.5, para todas as vazões estudadas, verificou-se que as velocidades mensuradas através da técnica µPIV ao longo do raio do capilar concordaram estatisticamente com os valores teóricos, com exceção das regiões próximas da parede que se distanciaram dos valores teóricos. Este comportamento pode ser consequência do gradiente de velocidade na região do plano de medição e tamanho das partículas traçadoras utilizadas.

Nas regiões próximas às paredes do capilar, o escoamento é mais lento devido a predominância dos efeitos viscosos, por isso as partículas traçadoras deslocam-se mais lentamente do que na região central. Este gradiente de velocidade pode ser um dos fatores que provocaram a existência das inflexões observadas no perfil de velocidade experimental (Figura 6.5). Outro fator que pode ter contribuído para o comportamento observado é o tamanho das partículas traçadoras utilizadas, o diâmetro de partícula igual a 1 μ m não proporcionou resolução espacial necessária para o estudo do escoamento de um capilar com essas dimensões (D_I=0,1422 mm), indicando a necessidade de reduzir o tamanho destas partículas, a fim de diminuir os tamanhos das janelas de interrogação sem prejudicar a razão sinal-ruído devido à diminuição na densidade de partículas por janela de interrogação se a redução do tamanho da janela de interrogação fosse realizado

mantendo-se o tamanho das partículas utilizadas, e assim diminuir a possibilidade de ocorrência de partículas traçadoras com diferentes velocidades dentro de uma janela de interrogação.

Em adição aos fatores supracitados, para o escoamento no interior de um microdispositivo com seção transversal circular, a existência de curvatura nas paredes e diferenças de índices de refração entre o fluido e o material da superfície promovem distorções ópticas que provocam as regiões de sombreamento indicada na Figura 6.4a, e isto reduz a visibilidade das partículas nas regiões próximas às paredes do capilar, afetando as estimativas de velocidade.

Apesar da profundidade de correlação ocupar uma região significativa da profundidade do capilar de 0,5 μ L (9,5%) na direção normal ao plano de medição, o perfil médio de velocidades experimental, em sua maioria, está incluído dentro da região de incerteza do perfil teórico. Ressalta-se que na etapa de pré-tratamento das imagens eliminou-se efeitos significativos decorrentes da pequena profundidade do volume no qual o escoamento ocorreu.

Conforme verificado na seção de calibração do sistema de infusão (Tabela 6.8), as maiores incertezas verificadas foram referentes às vazões menores que 6 µL/min, sendo o caso exposto na Figura 6.5a, e expresso por meio da existência de significativas regiões de incerteza ao redor do perfil teórico e maior amplitude das barras de incerteza expandida devido a repetibilidade associadas às médias dos dados experimentais, indicando as oscilações instantâneas no volume bombeado que não são percebidos no método utilizado durante a calibração do sistema de infusão, indicando a potencialidade da utilização da ténica µPIV nos estudos em microvazão.

Para os escoamentos no capilar com diâmetro interno de 0,447 mm com a solução de glicerina, obteve-se as imagens apresentadas nas figuras 6.6 com dimensões de 640 x 696 px (0,645 x 0,701 mm). Na Figura 6.6a a região de sombreamento também pode ser vista e sua diminuição pode ser devido ao aumento do diâmetro interno do capilar, que permitiu o aumento do tamanho da imagem do plano central do capilar e pode ter proporcionado a redução da região de sombreamento observada em relação ao tamanho da imagem registrada.



Figura 6.6 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,447 mm com a solução de glicerina 78 %: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-tratamento.



Figura 6.6 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,447 mm com a solução de glicerina 78 %: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-tratamento (continuação).

Nas Figuras 6.7 são apresentadas as comparações entre os perfis de velocidade teóricos e perfil médio experimental obtido com as medições do escoamento no capilar de diâmetro interno de 0,447 mm para as vazões de 2 ($v_m = 0,0127 \text{ m/min}$) (Figura 6.7 a), 51 ($v_m = 0,3249 \text{ m/min}$) (Figura 6.7b) e 100 µL/min ($v_m = 0,6371 \text{ m/min}$) (Figura 6.7 c).

A análise dos gráficos obtidos permite observar maior concordância entre os dados obtidos experimentalmente com o modelo teórico. Em todos os casos a região central do escoamento foi a que apresentou equivalência estatística das medidas experimentais com o modelo teórico, inferido a partir da inclusão dos dados experimentais na região de incerteza do modelo teórico.

Os pontos experimentais das regiões próximas à parede são os que se distanciaram dos valores teóricos. Todavia, comparado ao escoamento no capilar de diâmetro interno de 0,142 mm, a região de inflexão foi significativamente reduzida. Este fato pode ser associado ao aumento do tamanho da imagem, possível devido ao aumento do D_I do capilar, ter permitido maior concentração de imagens de partículas traçadoras com velocidade semelhante por janelas de interrogação e a redução da região de

sombreamento permitir maior intensidade de luz das imagens das partículas e, consequentemente, promover a melhoria das estimativas de velocidades nessa região.

A maior concordância dos dados experimentais com os dados teóricos pode ser justificada pela diminuição da profundidade ocupada pela profundidade de correlação em relação ao diâmetro interno do capilar que nesse caso ocupa, aproximadamente, 3% da região central do capilar, diminuindo os efeitos de partículas fora de foco com velocidades significativamente menores do que aquelas no plano central do capilar e permitindo maior uniformidade de velocidade em partículas que ocupam a mesma janela de interrogação. Essa melhoria é associada à relação profundidade de correlação e diâmetro interno invés da espessura da parede do capilar, devido esse capilar ser o de maior espessura e ainda assim apresentar resultados satisfatórios para a região central.



Figura 6.7 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) em capilar com diâmetro interno de 0,447 mm: (a)2 μ L/min (v_m = 0,0127 m/min); (b)51 μ L/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 100 μ L/min (v_m = 0,6371 m/min).



Figura 6.7 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) em capilar com diâmetro interno de 0,447 mm: (a)2 μ L/min (v_m = 0,0127 m/min); (b)51 μ L/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 100 μ L/min (v_m = 0,6371 m/min) (continuação).

Tendo em vista a melhoria provocada pelo aumento da seção transversal do capilar, os próximos resultados correspondem ao escoamento no interior do capilar de maior diâmetro estudado, diâmetro interno de 0,556 mm, e menor espessura. Nas Figuras 6.8 são apresentadas as imagens de tamanho 512 x 696 px (0,516 x 0,702 mm) registradas nos experimentos com vazões de 3,0966 ($v_m = 0,0127 \text{ m/min}$) (Figura 6.8a), 78,964 ($v_m = 0,3249 \text{ m/min}$) (Figura 6.8b) e 154,832 µL/min ($v_m = 0,6371 \text{ m/min}$) (Figura 6.8c).

Em relação à imagem registrada com a luz de LED (Figura 6.8a), pode-se notar a menor região de sombreamento observada para os experimentos de escoamento da solução de glicerina em capilares circulares nesse estudo. O que além da redução da espessura das paredes do capilar, essa redução na região de sombreamento (destacada na Figura 6.8) pode ser justificada pelo aumento do tamanho da imagem.



(b)

Figura 6.8 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,556 mm com a solução de glicerina 78 %: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-tratamento.


(c)

Figura 6.8 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,556 mm com a solução de glicerina 78 %: (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-tratamento (continuação).

A partir das imagens de partículas registradas durante os experimentos de escoamento no interior do capilar de 0,556 mm, foram obtidos os perfis médios de velocidade experimentais apresentados nos gráficos contidos na Figura 6.9, nos quais observou-se igualdade estatística em todos os casos, assim como observado para o escoamento no capilar de 0,447 mm. Todavia, verificou-se maior concordância das regiões próximas à parede. Esse comportamento pode ser explicado por 3 fatores: a diminuição da região de significativo gradiente de velocidade contido na profundidade de correlação, menor variação de velocidades dentro das janelas de interrogação devido ao aumento do diâmetro interno do capilar e a redução na região de sombreamento.



Figura 6.9 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) em capilar com diâmetro interno de 0,556 mm: (a)3,0966 μL/min (v_m = 0,0127 m/min); (b)78,964 μL/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 154,832 μL/min (v_m = 0,6371 m/min).



Figura 6.9 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com glicerina 78% (V/V) em capilar com diâmetro interno de 0,556 mm: (a) 3,0966 μ L/min (v_m = 0,0127 m/min); (b)78,964 μ L/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 154,832 μ L/min (v_m = 0,6371 m/min) (continuação).

Como sabe-se, gradientes de velocidade na direção normal e no plano de medição são alguns dos principais fatores que influenciam na estimativa do perfil de velocidades obtidos experimentalmente com a técnica µPIV. Conforme exposto nos gráficos das Figuras 6.5, 6.7 e 6.9, o aumento do diâmetro interno do capilar provocou menores variações de velocidades dentro do volume de medição com profundidade equivalente à profundidade de correlação de 0,0135 mm (lente de 20X e NA 0,40) e permitiu maior uniformidade de velocidade das imagens de partículas dentro das janelas de interrogação. Consequentemente, houve um estreitamento do volume de medição dentro do escoamento estudado e assim uma maior concordância entre os dados experimentais e teóricos foram obtidos.

Verificando que as regiões centrais do plano de medição foram as que apresentaram maior concordância com os dados teóricos e a fim de excluir os efeitos da parede, comparou-se a razão das velocidades máximas obtidas experimentalmente com as velocidades máximas téoricas para todos os escoamentos com a solução de glicerina estudados para os capilares circulares. Esta comparação teve a finalidade de avaliar quantitativamente a qualidade das estimativas de velocidade por meio da técnica µPIV. Estes valores são apresentados na Figura 6.10 onde os símbolos representam os diferentes

diâmetros internos dos capilares em função das velocidades médias estudadas nesses escoamentos.



Figura 6.10 - Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com soluçãod e glicerina 78% (V/V), diferentes diâmetros internos e velocidades médias de escoamento.

Os dados contidos na Figura 6.10 indicam que em todos os casos observou-se excelente concordância entre as velocidades máximas experimentais e as velocidades máximas teóricas. Em todos os casos, todas as estimativas experimentais de velocidade máxima localizaram-se acima de 98% do valor teórico, ressaltando a qualidade das medidas na região central do capilar por meio da técnica µPIV e que o efeito da curvatura da seção transversal foi mais notório nas regiões próximas à parede do capilar, principalemente, para o capilar de menor diâmetro interno.

- Escoamento no interior do capilar de 0,4470 mm com óleo mineral leve

Para os escoamentos de seção transversal curva, os efeitos de refração tornam-se preponderantes provocando distorções ópticas do registro das imagens de partículas suspensas no fluido em escoamento, a depender da concordância entre o índice de refração entre o fluido e o material da superfície. Sendo assim, com o propósito de verificar a influência das propriedades do fluido sobre as estimativas de velocidades por meio da técnica µPIV, estudou-se o escoamento do óleo mineral leve, com índice de

refração menor que o da glicerina, confinado no capilar de vidro com diâmetro interno igual a 0,4470 mm.

A Figura 6.11 apresenta as imagens registradas durante a etapa de aquisição das imagens da caracterização do escoamento. Na Figura 6.11a ainda é possível observar uma região de sombreamento, embora a mesma seja menor do que o observado para os escoamentos com soluções de glicerina. Nas figuras 6.11b e c verifica-se algumas partículas maiores que outras, o que pode ser consequência do método de preparo da suspensão, visto que para poder dispersar as partículas em material orgânico foi necessário secá-las previamente e depois dispersá-las com o auxílio de um sonicador. Essa metodologia não foi suficiente para dispersar igualmente as partículas traçadoras, indicando a necessidade de utilização de partículas com tratamento superficial que favoreça a dispersão em meio orgânico e/ou adição de agente tensoativo.

Ressalta-se que para verificar quantitativamente o efeito do método de preparo da suspensão com o óleo mineral leve sobre a aglomeração de partículas é necessário uma análise que permita verificar quantitativamente o grau de polidispersão das partículas traçadoras, como a análise através da técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS, do inglês *Dynamic Light Scattering*), por exemplo. Contudo, a mesma não foi realizada nesse estudo.

Além disso, conforme destacado no Capítulo 3 de fundamentação teórica, a suspensão precisa possuir uma concentração de partículas traçadoras igualmente distribuídas com o propósito de obter homogeneidade na qualidade dos registros das imagens e consequente otimização nas estimativas quantitativas dos vetores de velocidade, visto que o tamanho das partículas está diretamente relacionado com a intensidade do sinal de suas imagens no momento do registro. Então, a presença de partículas polidispersas ou com diâmetros diferentes provoca a a heterogeneidade na qualidade da medição no campo de velocidades.



Figura 6.11 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,447 mm com óleo mineral leve (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-processamento.



Figura 6.11 - Imagens visualizadas no plano central do capilar de diâmetro interno de 0,447 mm com óleo mineral leve (a) iluminação com luz de LED; (b) imagem sem tratamento com iluminação do laser e (c) imagens das partículas traçadoras após pré-processamento (continuação).

Apesar da baixa qualidade na dispersão das partículas traçadoras, foi possível obter estimativas de campos de velocidades e a partir destas extraiu-se os perfis médios de velocidade do escoamento de óleo mineral leve em um capilar de vidro de 0,4470 mm nas vazões de 2 ($v_m = 0,0127 \text{ m/min}$), 51 ($v_m = 0,3249 \text{ m/min}$) e 100 µL/min ($v_m = 0,6371 \text{ m/min}$), conforme pode ser observado nas figuras 6.12a-c.



Figura 6.12 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com óleo mineral leve em capilar com diâmetro interno de 0,4470 mm: (a) 2 μ L/min (v_m = 0,0127 m/min); (b)51 μ L/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 100 μ L/min (v_m = 0,6371 m/min).



Figura 6.12 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com óleo mineral leve em capilar com diâmetro interno de 0,4470 mm: (a) 2 μ L/min (v_m = 0,0127 m/min); (b) 51 μ L/min (v_m = 0,3249 m/min) e (c) 100 μ L/min (v_m = 0,6371 m/min) (continuação).

Em todos os casos apesentados nos gráficos contidos na Figura 6.12 pode-se observar a concordância entre os dados experimentais e teóricos do perfil de velocidade na região central. Com todos os perfis médios de velocidade inseridos na região de incerteza do perfil de velocidade teórico no centro do capilar.

Assim como relatado para os escoamentos com a solução de glicerina, nas regiões próximo às paredes os valores de velocidade experimentais ficaram acima do esperado. Neste caso além da região de sombreamento e gradientes de velocidade no plano de

medição nas regiões próximas às paredes, há o agravante das partículas mal dispersas. Isto pode ter contribuído, também, para esse distanciamento.

Com a finalidade de comparar quantitativamente o efeito da mudança das propriedades do fluido sobre a estimativa de velocidade, na Figura 6.13 é apresentada a razão entre a velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica do escoamento com a solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve no interior do capilar de 0,4470 mm sob as diferentes velocidades médias do escoamento estudadas.



Figura 6.13 - Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve para o capilar de 0,4470 mm de diâmetro interno e dferentes vazões volumétricas

Os dados expostos na Figura 6.13 indicam que apesar de apresentar uma concordância maior que 97% do valor da velocidade máxima teórica, todas as velocidades máximas obtidas experimentalmente nos escoamentos com óleo mineral leve apresentaram razão menor que as obtidas no escoamento com a solução de glicerina para as mesmas vazões. Este comportamento pode ser explicado por distorções ópticas decorrentes da maior diferença entre o índice de reação do óleo mineral leve e o índice de refração do vidro, mas também não se deve excluir a possível influência da má dispersão das partículas traçadoras.

6.3.2 Microcanal retangular

A Figura 6.14 apresenta as imagens das partículas do plano central dos microcanais com profundidade de projeto igual 0,080 mm, ampliadas por diferentes lentes objetivas de magnificação 20X e 40X e submetidas à etapa de pré-processamento, ou seja, são apresentadas as imagens de partículas em escoamento que foram utilizadas no processamento das imagens.

As imagens registradas para o microcanal MC1.1 (razão de aspecto igual a 1) possuem dimensões de 128 x 160 px (0,129 x 0,161 mm) para a lente de 20X e 128 x 320 px (0,0644 x 0,160 mm) para a lente de 40X de magnificação. Para o microcanal MC1.2 (razão de aspecto 0,25) as dimensões foram iguais a 256 x 496 px (0,2583 x 0,5005 mm) para lente de magnificação de 20X e 448 x 800 px (0,2264 x 0,4043 mm) para a lente de magnificação de 40X. Devido as dimensões do microcanal MC1.1 e diâmetro das partículas, observa-se uma baixa densidade de imagens de partículas no plano central do microcanal, tanto na Figura 6.14a quanto na Figura 6.14b, ampliadas pelas lentes de 20X e 40X, respectivamente.

Em relação às imagens referentes ao escoamento no microcanal com razão de aspecto igual a 0,25 (MC1.2), apresentado nas figuras 6.14c e d, verifica-se que a largura deste microcanal (0,320 mm) permitiu uma imagem com dimensões maiores que as apresentadas nas figuras 6.14a e b (microcanal MC1.1) e, consequentemente, permitiu o aumento da densidade de partículas na imagem.



Figura 6.14 - Imagens de partículas visualizadas no plano central do escoamento de suspensão em água deionizada em Re = 0,5 dos microcanais MC1.1 e MC1.2 com profundidade de 0,080 mm com as magnificações de 20X e 40X: (a) MC1.1 e lente de 20X; (b) MC1.1 e lente de 40X; (c) MC1.2 e lente de 20X e (d) MC1.2 e lente de 40X



Figura 6.14 - Imagens de partículas visualizadas no plano central do escoamento de suspensão em água deionizada em Re = 0,5 dos microcanais MC1.1 e MC1.2 com profundidade de 0,080 mm com as magnificações de 20X e 40X: (a) MC1.1 e lente de 20X; (b) MC1.1 e lente de 40X; (c) MC1.2 e lente de 20X e (d) MC1.2 e lente de 40X (continuação).

Conforme relatado na seção 4.5, para a seleção do perfil de velocidade no plano central dos microcanais recorreu-se à medição de vários planos de velocidade ao longo da profundidade do microcanal (Tabela 4.14), com o propósito de localizar do plano de maior velocidade.

As figuras 6.15 (microcanal MC1.1) e 6.16 (microcanal MC1.2) apresentam a projeção tridimensional resultante das estimativas bidimensionais de velocidades médias no tempo em vários planos de escoamento ao longo da profundidade dos microcanais de razão de aspecto 1 e 0,25 para os Re estudados.

Ressalta-se que as profundidades dos microcanais, indicadas nas figuras, referemse à posição do plano focal ao longo da altura do microcanal, considerando o fator de correção de 1,35 para cada 1 µm de deslocamento vertical das lentes objetivas. Este fator de correção é decorrente da diferença entre o índice de refração do meio de imersão da lente objetiva (ar) e o índice de refração do fluido em escoamento (água deionizada).

As assimetrias observadas nos perfis tridimensionais de velocidade foram atribuídas ao método de monitoramento do deslocamento vertical do plano focal e aumento de ruído de fundo conforme o plano focal foi deslocado verticalmente em direção ao topo do microcanal.



Figura 6.15 - Perfis tridimensionais para escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal MC1.1 com profundidade de 0,080 mm para as lentes de 20X e 40X para os Re = 0,5, Re = 1 e Re = 5:
(a) lente de 20X e Re Re = 0,5; (b) lente de 40X e Re = 0,5; (c) lente de 20X e Re = 1; (d) lente de 40X e Re = 1; (e) lente de 20X e Re = 5; (f) lente de 40X e Re = 5.



Figura 6.15 - Perfis tridimensionais para escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal MC1.1 com profundidade de 0,080 mm para as lentes de 20X e 40X para os Re = 0,5, Re = 1 e Re = 5:
(a) lente de 20X e Re Re = 0,5; (b) lente de 40X e Re = 0,5; (c) lente de 20X e Re = 1; (d) lente de 40X e Re = 1; (e) lente de 20X e Re = 5; (f) lente de 40X e Re = 5 (continuação).

Na Figura 6.16 não há gráfico referente a uma ampliação de 40X e Re = 5 para o escoamento no microcanal MC1.2, devido a impossibilidade de estimativa de campos de velocidades com grandezas coerentes para o escoamento esperado, o que pode ser justificado por erros decorrentes de perda de partícula na janela de interrogação em consequência da elevada velocidade e ampliação da imagem.



Figura 6.16 - Perfis tridimensionais para o escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal MC1.2 com profundidade de 0,080 mm para as lentes de 20X e 40X para os Re=0,5, 1 e 5: (a) lente de 20X e Re=0,5; (b) lente de 40X e Re=0,5; (c) lente de 20X e Re=1; (d) lente de 40X e Re=1; (e) lente de 20X e Re=5.



Figura 6.16 - Perfis tridimensionais para o escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal MC1.2 com profundidade de 0,080 mm para as lentes de 20X e 40X para os Re = 0,5, 1 e 5: (a) lente de 20X e Re = 0,5; (b) lente de 40X e Re = 0,5; (c) lente de 20X e Re = 1; (d) lente de 40X e Re = 1; (e) lente de 20X e Re = 5 (continuação).

Os perfis médios de velocidade experimentais resultantes das medições dos escoamentos no interior do microcanal MC1.1, razão de aspecto igual a 1, profundidade de 0,080 mm, com lente objetiva de 20X e 40X para os Re 0,5, 1 e 5 são apresentados na Figura 6.17. A variação na quantidade de pontos experimentais contidos nos perfis médios de velocidade é consequência das dimensões das imagens formadas com o uso de cada lente, visto que para a lente de 40X de ampliação o tamanho da imagem foi maior.

Os gráficos contidos nas figuras 6.17a, c e d, referentes à magnificação de 20X, foram os perfis médios que apresentaram as melhores concordâncias com os perfis teóricos na região central do microcanal. Além disso, apresentaram menor amplitude na barra referente à incerteza expandida decorrente da repetibilidade das medidas de velocidade, quando comparados aos perfis experimentais obtidos a partir da utilização da lente de magnificação de 40X. Este fato pode ser explicado pela maior sensibilidade dos registros de imagem com maior magnificação às possíveis alterações dinâmicas no provimento de vazão.

As assimetrias observadas nas barras referentes às incertezas expandidas das repetições das medidas experimentais podem estar associadas à dificuldade no reposicionamento do plano focal na região central do microcanal para a repetição das medidas com maior magnitude de velocidade, diâmetro das partículas utilizadas não proporcionar uma densidade de partículas adequada e maior variação da velocidade individual das partículas dentro da janela de interrogação nas regiões próximas às paredes do microcanal.

As estimativas de velocidade obtidas por meio da técnica μ PIV que mais se distanciaram do perfil teórico foram referentes ao escoamento em Re = 5. Devido ao maior deslocamento aplicado nesse escoamento, diâmetro das partículas, largura do microcanal e ampliação da imagem não favorecerem uma densidade de partículas por janela de interrogação necessária para o provimento de uma razão sinal-ruído adequada para a qualidade da estimativa. O diâmetro da partícula também pode ter contribuído para os valores de velocidade experimental destoantes nas regiões próximo às paredes do microcanal, sendo necessária a análise do escoamento nesse dispositivo com partículas menores a fim de melhorar a resolução espacial nessas regiões.



Figura 6.17 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com água deionizada em microcanal com razão de aspecto 1 e profundidade de 0,080 mm para os seguintes Re e magnificações: (a)Re=0,5 e 20X; (b) Re=0,5 e 40X; (c) Re=1 e 20X; (d)Re=1 e 40X; (e)Re=5 e 20X e (f) Re=5 e 40X.



Figura 6.17 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com água deionizada em microcanal com razão de aspecto 1 e profundidade de 0,080 mm para os seguintes Re e magnificações: (a)Re=0,5 e 20X; (b) Re=0,5 e 40X; (c) Re=1 e 20X; (d)Re=1 e 40X; (e)Re=5 e 20X e (f) Re=5 e 40X (continuação);

Nas Figuras 6.18 estão expostos os resultados dos escoamentos no microcanal de razão de aspecto igual a 0,25 e profundidade de 0,080 mm (MC1.2). Conforme relatado para as figuras referentes aos gráficos 3D, não foi possível obter um perfil de velocidade médio coerente para o escoamento de Re = 5 com a ampliação proporcionada pela lente de 40X. E o mesmo comentário anterior para os perfis médios de velocidade do MC1.1, referente à quantidade de pontos experimentais que formam os perfis médios de velocidade velocidade para as imagens ampliadas pela lente de 40X, se estendem a este caso.

Para os escoamentos no microcanal MC1.2 as maiores aproximações entres os perfis médios experimentais, obtidos por meio da técnica µPIV, e os valores teóricos aconteceu para as estimativas de velocidades oriundas das imagens registradas com

amplição promovida pela lente objetiva de 20X, assim como as menores amplitudes das barras de incerteza expandida devido a repetibilidade das medidas.

Embora a equivalência estatística entre os dados experimentais e teóricos tenha sido observada para todos os escoamentos estudados nesse microcanal com imagens ampliadas pela lente de 20X, a partir dos gráficos apresentados na Figura 6.18 pode-se observar que a menor concordância entres os dados experimentais e teóricos ocorreu nas regiões próximas às paredes do microcanal. Este comportamento pode ser atribuído ao tamanho das partículas utilizadas não permitir maior resolução espacial nessas regiões e devido ao maior gradiente de velocidade no deslocamento das partículas nas regiões próximas às paredes, o que dificulta a uniformidade das velocidades de partículas em uma mesma janela de interrogação, diminuindo a qualidade das estimativas de velocidade nesta região.

A dinâmica do escoamento também influenciou na concordância entre os dados estimados experimentalmente e os valores teóricos na região central do microcanal. Para o escoamento com o maior Re estudado (Re = 5), verificou-se menor concordância na região de maior velocidade, o que pode ser justificado pela maior oscilação temporal das amostras de perfis de velocidade no plano central. Fato este corroborado pelo significativo aumento da amplitude das barras de incerteza expandida devido à repetibilidade das medidas associada às médias de velocidades experimentais da Figura 6.18e. Além de efeitos da oscilação no provimento da vazão do fluido, que também podem ser provocadas por expansão nas mangueiras de acesso ao dispositivo, podem ter contribuído para esse resultado as variações da razão sinal-ruído devido variações no deslocamento das partículas na janela de interrogação nesse experimento, para cada amostra de conjunto de imagens na respectiva posição na profundidade do microcanal.

Em relação aos resultados obtidos a partir das imagens registradas com a lente de 40X, o maior distanciamento entre os resultados teóricos e experimentais pode ser atribuído ao tamanho das partículas utilizadas não favorecer a concentração de imagens de partículas por janela de interrogação adequadas para a observação de uma possível melhoria nas estimativas de velocidade com a redução da profundidade de correlação promovida pela utilização da lente de 40X.



Figura 6.18- Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental para o escoamento com água deionizada em microcanal com razão de aspecto 0,25 e profundidade de 0,080 mm para os seguintes Re e magnificações: (a)Re=0,5 e 20X; (b) Re=0,5 e 40X; (c) Re=1 e 20X; (d)Re=1 e 40X; (e)Re=5 e 20X.

As regiões de incerteza expandidas largas associadas aos perfis teóricos expostas nas Figuras 6.17 e 6.18 refletem a significativa contribuição das componentes de incerteza relatadas nas Tabelas 6.3 e 6.7, referentes à caracterização dimensional e calibração do sistema de infusão, respectivamente. Sendo significativos os valores de incerteza para os dispositivos e vazões utilizadas nesses escoamentos estudados.

Com a finalidade de comparar os efeitos da variação da profundidade de correlação sobre as estimativas de velocidade, são expostas na Figura 6.19 as razões de velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para as diferentes magnificações utilizadas para o registro das imagens de partículas no escoamento e os diferentes Re estudados.

Para os dois microcanais estudados, com profundidade de 0,080 mm, verificou-se que as estimativas experimentais de velocidade obtidas a partir dos registros de imagens com a lente de 40X e NA 0,55 foram as que apresentaram menor concordância com os valores teóricos. Este comportamento pode ser atribuído à utilização de partículas grandes demais para a ampliação proporcionada pela lente objetiva de 40X, o que diminuiu a densidade de partículas por janela de interrogação e pode ter ocasionado a redução da concordância das estimativas de velocidade experimentais em relação aos valores teóricos. Desta forma a redução da profundidade de correlação não foi suficiente para promover uma melhoria na qualidade das estimativas de velocidade a partír da técnica µPIV, considerando a inadequação do tamanho das imagens de partículas.

Além disso, a partir dos resultados expostos na Figura 6.19 pode-se verificar que os experimentos cujas razões mais distanciaram-se de 1 foram aqueles realizados com maior Re.



Figura 6.19 - Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com água deionizada para os canais com razão de aspecto 1 e 0,25 para diferentes magnificaçãos e Re: (a) microcanal de razão de aspecto 1 e profundidade 0,080 mm e (b) microcanal de razão de aspecto 0,25 e profundidade 0,080 mm.

A seguir são apresentados os resultados obtidos para os escoamentos estudados no microcanal de 0,500 mm de profundidade e razão de aspecto igual a 0,5. Para a largura deste microcanal só foi possível registrar as imagens das partículas traçadoras no escoamento com a lente de magnificação de 10X e NA 0,25, ou seja, o sistema óptico utilizado proporcionou uma profundidade de correlação igual a 0,1158 mm, o que corresponde a 7,32% da altura do microcanal estudado.

A Figura 6.20 apresenta uma imagem das partículas traçadoras no escoamento de Re = 0.5 e pré-tratada, com dimensões de 128 x 624 px (0,2614 x 1,2742 mm). Devido a profundidade do microcanal e a baixa ampliação da imagem, a intensidade de luz emitida pelas partículas apresentou baixo sinal, resultando na baixa visibilidade das partículas.



Figura 6.20 - Imagens de partículas visualizadas no plano central do escoamento de suspensão em água deionizada em Re=0,5 do microcanal CM2.1.

Os gráficos 3D apresentados na Figura 6.21 são referentes aos escoamentos com Re = 0.5; Re = 1; e Re=5. Assim como para os escoamentos nos microcanais de 0,080 mm de profundidade, as posições no eixo vertical são referentes aos valores corrigidos pelo fator de 1,35 devido à diferença entre os índices de refração do meio de imersão da lente e o índice de refração do meio analisado.



Figura 6.21 - Perfis tridimensionais para escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal rentangular com razão de aspecto igual a 0,5 e profundidades de 0,500 mm para lente de 10x: (a) Re=0,5; (b) Re=1; (c) Re=5.

A Figura 6.22 apresenta a comparação entre os perfis médios experimentais e os perfis teóricos para os diferentes Re estudados. A análise dos gráficos permite inferir que em todos os casos estudados houve maior discordância entre os dados obtidos por meio da técnica µPIV e o valores teóricos. Essa notória discrepância pode ser decorrente do aumento da profundidade do microcanal e diminuição da magnificação das imagens das partículas traçadoras.

O primeiro fator provoca o aumento de iluminação de fundo proporcionada pela maior dispersão das partículas resultando em menor quantidades de partículas em foco, conforme indicado por MEINHART *et al.*(2000), que destaca que um dos meios de melhorar a intensidade do sinal da imagem das partículas seria a redução da profundidade da seção de teste.

O segundo fator está relacionado com a profundidade de correlação, visto que foi utilizada uma lente objetiva com menor número de abertura e magnificação, o que não favoreceu a visibilidade das partículas com diâmetro de 1 µm e pode ter contribuído para a diminuição da razão sinal-ruído nas estimativas de velocidade.

Além disso, as maiores amplitudes das barras de incerteza expandida devido a repetibilidade dos dados experimentais indicam a baixa repetibilidade das amostras utilizadas para a estimativa do perfil médio experimental. Este comportamento pode ser associado ao método de monitoramento do deslocamento vertical da lente objetiva e a necessidade de utilização de partículas maiores que favoreçam a sua visibilidade para a lente utilizada.



Figura 6.22 - Comparação entre os perfis de velocidade teórico e experimental com escoamento com água deionizada em microcanal com razão de aspecto 0, 5 e profundidade de 0,500 mm e magnificação de 10X para os seguintes Re: (a) Re=0,5; (b) Re=1 e (c) Re=5.



Figura 6.22 Comparação entre os perfis de velocidade teórico e experimental com escoamento com água deionizada em microcanal com razão de aspecto 0, 5 e profundidade de 0,500 mm e magnificação de 10X para os seguintes Re: (a) Re=0,5; (b) Re=1 e (c) Re=5 (continuação).

Na Figura 6.23 são apresentadas as razões entre a velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica, que corroboram a subestimativa de velocidade experimental observada nos perfis apresentados na Figura 6.22.



Figura 6.23 - Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com água deionizada para o canal com razão de aspecto 0,5 com magnificação de 10X e diferentes Re.

A seguir são apresentados os resultados obtidos para o microcanal MC3.1 o qual possui uma razão de aspecto igual a 0,75 e profundidade de 0,3 mm. Para os experimentos realizados neste microcanal, utilizou-se a lente de 20X e NA 0,40, resultando em uma profundidade de correlação igual a 0,04263 mm, equivalente a 4,5% da profundidade do microcanal. A Figura 6.24 apresenta os perfis tridimensionais considerando a profundidade corrigida pela razão entre a diferença dos índices de refração do meio de imersão da lente e do fluido em escoamento.



Figura 6.24 - Perfis tridimensionais para escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal rentangular com razão de aspecto igual 0,75, altura igual a 0,300 mm, lente de 20x e para os seguintes Re: (a) Re=0,5; (b) Re=1 e (c) Re=5.



Figura 6.24 - Perfis tridimensionais para escoamento de suspensão em água deionizada no microcanal rentangular com razão de aspecto igual 0,75, altura igual a 0,300 mm, lente de 20x e para os seguintes Re: (a) Re=0,5; (b) Re=1 e (c) Re=5 (continuação).

Na Figura 6.25 são apresentadas as comparações entre os perfis médios de velocidade experimentais e os perfis teóricos. Nos quais pode-se verificar que o aumento do Re provocou a diminuição da concordância entre os dados experimentais e teóricos. Este comportamento pode ser atribuído ao aumento o gradiente de velocidade normal ao plano de medição, cujas partículas contidas na profundidade de correlação podem ter contribuído diferentemente para as estimativas de velocidade, provocando o decréscimo observado.

Contudo, destaca-se que para todos os Re estudados, o perfil médio experimental é equivalente estatisticamente ao perfil teórico, apesar do aumento da profundidade da seção de teste.



Figura 6.25 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental do escoamento com água deionizada em microcanal com razão de aspecto 0,75 e profundidade de 0,300 mm e magnificação de 20X para os seguintes Re: (a) Re=0,5; (b) Re=1 e (c) Re=5.



Figura 6.25 - Comparação entre os perfis de velocidades teórico e experimental o escoamento com água deionizada em microcanal com razão de aspecto 0,75 e profundidade de 0,300 mm e magnificação de 20X para os seguintes Re: (a) Re=0,5; (b) Re=1 e (c) Re=5 (continuação).

A fim de quantificar a discrepância entre os dados experimentais e teóricos, a Figura 6.26 apresenta a razão entre as velocidades máximas experimentais e teóricas, as quais corroboram que o aumento dinâmico do escoamento favoreceu a redução da concordância das estimativas de velocidades.



Figura 6.26 - Comparação entre a razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com água deionizada para o canal com razão de aspecto 0,75 com magnificação de 20X e diferentes Re.

Com o objetivo de comparar os efeitos da razão de aspecto e profundidade dos microcanais sobre os escoamentos estudados, na Tabela 6.11 são apresentadas todas as

razões entre a velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica obtidas nos experimentos realizados em microcanais retangulares.

A partir dos valores expostos na Tabela 6.11 pode-se observar que os melhores resultados foram obtidos para os escoamentos nos microcanais com menor profundidade, ou seja, os microcanais com profundidade de 0,080 mm e razão de aspecto de 0,25 e 1. Apesar da porcentagem da profundidade do microcanal ocupada pela profundidade de correlação, proporcionada pelo sistema óptico utilizado (lente de 20X), ainda assim os valores experimentais obtidos na região central do microcanal apresentaram excelente concordância com os valores teóricos. MEINHART *et al.*(2000) indica que este favorecer o aumento da quantidade de partículas em foco, o que pode promover melhorias na estimativa de velocidade. Sendo assim, a partir dos resultados expostos na Tabela 6.11 pode-se inferir que a profundidade e razão de aspecto da seção de teste foram preponderantes sobre outros fatores avaliados nesse estudo.

Microcanal	α	H _{PROJETO} (mm)	Magnificação/ NA	Z _{COR} _R /H (%)	Z _{CORR} (mm)	0,5	Re 1	5
MC1.1	1	0,080	20X/0,40	16,9	0,0135	0,9962	1,0146	0,9732
MC1.1	1	0,080	40X/0,55	8,4	0,0067	0,9678	1,0114	0,6185
MC1.2	0,25	0,080	20X/0,40	16,9	0,0135	0,9838	1,0017	0,9482
MC1.2	0,25	0,080	40X/0,55	8,4	0,0067	0,9066	0,9370	-
MC2.1	0,5	0,500	10X/0,25	7,3	0,0366	0,9484	0,9576	0,9776
MC3.1	0,75	0,300	20X/0,40	4,5	0,0135	0,9762	0,9676	0,9713

 Tabela 6.11- Razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para escoamento confinados em microanais com diferentes razões aspectos, magnificação e Re.

A fim de comparar o efeito que a utilização de diferentes métodos de correlação exercem sobre a estimativa experimental de velocidade, processou-se as imagens do escoamento no microcanal MC3.1 e Re = 0,5 com os métodos de correlação disponíveis no software *DynamicStudio*, apresentados na subseção 4.5.4, de correlação adaptativa, correlação cruzada e média de correlação, além do método utilizado em todos os dados desse estudo, o PIV adaptativo, sendo a razão entre as velocidades máximas experimentais e teóricas apresentadas na Figura 6.27.

Os métodos que apresentaram os melhores resultados foram os métodos iterativos e adaptativos e isso pode ser justificado pela sua adequabilidade para estimativas de velocidade em microescala caracteriazados por movimentos fora do plano e baixa densidade de partículas, indicando que métodos tradicionais baseados em janelas de interrogação de tamanhos fixos não são suficientes para a estimativa de velocidades com as características intrínsecas da técnica µPIV.



Figura 6.27- Comparação da razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para os escoamentos com água deionizada para o microcanal MC3.1, com razão de aspecto 0,75, magnificação de 20X, Re = 0,5 e diferentes métodos de correlação.

Considerando os diversos parâmetros avaliados nesse estudo (ex.: características ópticas das lentes objetivas, métodos de correlação, tipos de fluidos e geometria das seções transversais dos microdispositivos), os valores das razões entre as velocidades máximas experimentais e teóricas, parâmetros dinâmicos e de processamento das imagens dos escoamentos em microdispositivos retos estão resumidos na Tabela 6.12.

Tendo em vista as possíveis variações da densidade de imagens de partículas no plano da imagem no escoamento e sua significativa contribuição para a qualidade das estimativas de velocidade, os valores aproximados deste parâmetro, que é fornecido no software utilizado, estão expostos na Tabela 6.12, na forma de um intervalo fechado para o tamanho máximo da janela de interrogação utilizada no processamento, e foram avaliados em regiões próximas às paredes e no centro do escoamento para os conjuntos de imagens processados. Os valores expostos para este parâmetro indicam que as imagens com maior variação em termos de densidade de partículas referem-se às imagens registradas com o auxílio das lentes de 40X e 10X. Conforme foi comentado anteriormente, o tamanho das partículas utilizadas nesse estudo não se apresentou adequado para a ampliação proporcionada por estas lentes, e isto também pode ter contribuído para as menores concordâncias entres os dados teóricos e experimentais.

A partir dos dados expostos na Tabela 6.12, observa-se que as velocidades máximas experimentais resultantes do processamento das imagens ampliadas com a lente de 20X e NA igual a 0,40 foram as que mais concordaram com as velocidades máximas teóricas. Este comportamento pode ter sido favorecido pela adequabilidade do diâmetro da partícula com a ampliação de imagem promovidade por este sistema óptico. Para os dispositivos de menores dimensões, como foi o caso do capilar C.1 e microcanais MC1.1 e MC1.2, e para as regiões próximas das paredes dos microdispositivos, a utilização de partículas de menores diâmetros poderiar promover o aumento da resolução nas estimativas de velocidade. Pois a redução do tamanho da partícula permitiria a redução do tamanho das janelas de interrogação e assim proporcionaria uma maior uniformidade de velocidade das partículas contidas nestas janelas. Esta redução do tamanho das partículas também poderia viabilizar a utilização de lentes objetivas de maior número de abertura, e assim favorecer o efeito da redução da profundidade de correlação sobre a qualidade das velocidades experimentais.

Capilar ou Microcanal Fluido		1ido Re	Magnificação /	Z _{CORR} /H (%)	Método de correlação	Tamanho da janela de interrogação (px x px)		Passo de grade	Densidade de partícula (partícula/px)		V _{Máx PIV} / V _{Máx Teo}
			INA			Máx	Mín	(px x px)	Mín	Máx	
C.1	G	0,0008	20X/0,40	9,5	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,030	0,057	1,0023
C.1	G	0,0192	20X/0,40	9,5	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,036	0,063	0,9803
C.1	G	0,0376	20X/0,40	9,5	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,034	0,059	0,9879
C.2	G	0,0024	20X/0,40	3,0	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,032	0,056	0,9895
C.2	G	0,0602	20X/0,40	3,0	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,021	0,048	0,9956
C.2	G	0,1181	20X/0,40	3,0	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,024	0,046	0,9967
C.2	0	0,0034	20X/0,40	3,0	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,018	0,051	0,9824
C.2	Ο	0,0859	20X/0,40	3,0	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,021	0,045	0,9777
C.2	0	0,1685	20X/0,40	3,0	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,016	0,045	0,9903
C.3	G	0,0029	20X/0,40	2,4	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,034	0,049	0,9831
C.3	G	0,0750	20X/0,40	2,4	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,032	0,058	0,9921
C.3	G	0,1470	20X/0,40	2,4	А	64 x 64	16 x 16	8 x 8	0,038	0,061	0,9862
MC1.1	H_2O	0,5	20X/0,40	16,9	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,035	0,056	0,9962
MC1.1	H_2O	1	20X/0,40	16,9	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,021	0,054	1,0146
MC1.1	H_2O	5	20X/0,40	16,9	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,022	0,064	0,9732
MC1.1	H_2O	0,5	40X/0,55	8,4	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,016	0,068	0,9678
MC1.1	H_2O	1	40X/0,55	8,4	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,043	0,068	1,0114
MC1.1	H_2O	5	40X/0,55	8,4	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,010	0,070	0,6185
MC1.2	H_2O	0,5	20X/0,40	16,9	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,021	0,055	0,9838
MC1.2	H_2O	1	20X/0,40	16,9	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,030	0,065	1,0017
MC1.2	H_2O	5	20X/0,40	16,9	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,013	0,062	0,9482
MC1.2	H_2O	0,5	40X/0,55	8,4	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,022	0,077	0,9066
MC1.2	H_2O	1	40X/0,55	8,4	А	32 x 32	8 x 8	6 x 6	0,016	0,087	0,9370
MC2.1	H_2O	0,5	10X/0,25	7,3	А	32 x 32	16 x 16	6 x 6	0,055	0,082	0,9484
MC2.1	H_2O	1	10X/0,25	7,3	А	32 x 32	16 x 16	6 x 6	0,047	0,076	0,9576
MC2.1	H_2O	5	10X/0,25	7,3	А	32 x 32	16 x 16	6 x 6	0,046	0,074	0,9776
MC3.1	H_2O	0,5	20X/0,40	4,5	А	32 x 32	16 x 16	6 x 6	0,023	0,066	0,9762

 Tabela 6.12 - Razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para todos os escoamentos em dipositivos retos e os respectivos parâmetros ópticos e de processamento utilizados.

Legenda: C - capilar; MC - microcanal retangular; G - solução de glicerina 78% (V/V); O - óleo mineral leve; H₂O - água deionizada; A - PIV adaptativo; CA - correlação adaptativa; CC - correlação cruzadae M - média de correlação.

Capilar ou Fluido Re Microcanal		Magnificação /	Z _{CORR} /H (%)	Método de correlação	Tamanho da janela de interrogação (px x px)		Passo de grade	Densidade de partícula (partícula/px)		V _{Máx PIV} / V _{Máx Teo}	
			INA			Máx	Mín	(px x px)	Mín	Máx	
MC3.1	H_2O	1	20X/0,40	4,5	А	32 x 32	16 x 16	6 x 6	0,027	0,070	0,9676
MC3.1	H_2O	5	20X/0,40	4,5	А	32 x 32	16 x 16	6 x 6	0,025	0,070	0,9713
MC3.1	H_2O	0,5	20X/0,40	4,5	CA	64 x 64	16 x 16	-	0,031	0,046	0,9831
MC3.1	H_2O	0,5	20X/0,40	4,5	CC	32 x 32	-	-	0,023	0,066	0,8652
MC3.1	H_2O	0,5	20X/0,40	4,5	Μ	32 x 32	-	-	0,023	0,066	0,9610

 Tabela 6.12 - Razão entre velocidade máxima experimental e velocidade máxima teórica para todos os escoamentos em dipositivos retos e os respectivos parâmetros ópticos e de processamento utilizados (continuação).

Legenda: C - capilar; MC - microcanal retangular; G - solução de glicerina 78% (V/V); O - óleo mineral leve; H₂O - água deionizada; A - PIV adaptativo; CA - correlação adaptativa; CC - correlação cruzadae M - média de correlação.

Além disso, por meio da análise das amplitudes das barras de incerteza expandida devido à repetibilidade dos dados médios de velocidade experimentais obtidos para os escoamentos em microcanais retangulares (figuras 6.17, 6.18, 6.22 e 6.25), corrobora-se o que foi comentado em BOWN *et al.* (2005) acerca da dificuldade na determinação da localização do plano focal na direção perpendicular ao plano de medição. Sendo a repetição desta localização fortemente influenciada pelo sistema óptico, efeitos refrativos e sistema de monitramento do deslocamento vertical do plano focal.

Em comparação com as amplitudes das barras referentes à incerteza expandida devido a repetibilidade das medidas de velocidade para os escoamentos em capilares, salienta-se que para os estudos em capilares o plano central foi definido visualmente, o que permitiu uma amostragem de 10 conjuntos de 2000 pares de imagem que resultaram em 10 amostras de campos médios de velocidade. Enquanto para as medidas em microcanais retangulares foi necessário o escaneamento do escoamento ao longo da profundidade do microcanal, amostrando-se apenas no máximo 3 campos de velocidades médios referentes ao plano central do microcanal.

Destaca-se que nos perfis de velocidade teóricos para o escoamento em microcanais retangulares foi agregado a incerteza decorrente da fabricação dos dispositivos em PDMS. Fator este que pouco influenciou a análise dos experimentos referentes aos escoamentos em capilares, mas que conforme pode-se observar na região de incerteza expandida do modelo teórico de velocidade para escoamento em microcanais exerceu significativa influência nos escoamentos em microcanais retangulares fabricados em PDMS, explicitando a sensibilidade em relação aos parâmetros de entrada considerado.

6.3.3 Microcanal zigzag

Com o propósito de verificar o desempenho da técnica μ PIV nas medições de velocidade em escoamentos com significativos gradientes de velocidade, presentes em escoamentos com curvas periódicas que induzem escoamentos secundários e constantes perturbações à camada limite, realizou-se medições de campos de velocidades em escoamentos com Re = 5, Re = 43,0349, Re = 64,5523 e Re = 129,105 no microcanal em zigzag fabricado em PDMS com a lente objetiva de 20X e NA 0,40.

Na Figura 6.28 é apresentada uma das imagens instântaneas de partículas traçadoras suspensas em água deionizada no escoamento interno ao microcanal em zigzag na região de vale 9. Conforme destacado na seção 4.5, a Figura 6.28a apresenta a imagem completa da aquisição para Re = 129,105 e a Figura 6.28b apresenta esta imagem após o préprocessamento, no qual foi aplicada uma máscara com a seleção da região em que foi possível registrar imagens de partículas definidas e subtração da média das imagens de partículas. Concordante com o que foi comentado na subseção 4.5.4, a subtração da média das imagens foi utilizada apenas para remover objetos estáticos (ex.: partículas aderidas na parede do zigzag) e o efeito de "névoa" provocado por partículas fora de foco e ruído de fundo, sem descaracterizar o escoamento representado pelas imagens das partículas traçadoras.

O pré-processamento das imagens foi necessário devido ao elevado gradiente de velocidade no plano de medição, no qual o escoamento no centro do microcanal zigzag foi mais intenso, exigindo um sistema de iluminação e câmera que permitissem uma taxa de aquisição de imagem maior do que a capacidade de aquisição de imagens do sistema utilizado.

Portanto, a caracterização do escoamento foi realizada apenas na região do vale 9, na presença do escoamento secundário (com exceção do escoamento com Re = 5) onde as magnitudes de velocidade foram menores tornando as partículas visíveis na presença da recirculação, o que permitiu a análise de um escoamento com gradientes de velocidade no plano de medição.



Figura 6.28 - Imagens de partículas visualizadas no plano central do microcanal em zigzag para Re = 129,105: (a) sem tratamento e (b) após a etapa de pré-tratamento.



Figura 6.28 - Imagens de partículas visualizadas no plano central do microcanal em zigzag para Re = 129,105: (a) sem tratamento e (b) após a etapa de pré-tratamento (continuação).

Na Tabela 6.13 são apresentados os valores aproximados de densidade de imagens de partículas no plano de medição obtidos a partir do contador do software utilizado, na forma de um intervalo fechado para o tamanho da janela de interrogação de 32 x 32 px utilizada no processamento das imagens. A partir dos valores expostos verfica-se que o intervalo de menor amplitude de densidade de imagens de partículas refere-se ao escoamento sem a presença de vórtice, o que pode ser atribuído ao fato da ausência de significativos gradientes de velocidade no plano de medição proporcionar maior uniformidade na quantidade de partículas na janela de interrogação.

Re	Presença de vórtice	Densidade de imagens de partículas (partícula/pixel)			
	_	Mín	Máx		
5,000	Não	0,026	0,056		
43,035	Sim	0,017	0,059		
64,552	Sim	0,013	0,053		
129,105	Sim	0,017	0,050		

Tabela 6.13 - Densidade de imagens de partículas no plano de medição com uma janela de interrogaçãode 32 x 32 px para os Re investigados no escoamento no microcanal em zigzag.

A fim de comparação, realizou-se uma medição em Re = 5, sem a presença de vórtice, o que permitiu a visualização do campo de velocidades médio da região completa da curva 9, conforme apresentado na Figura 6.29a. As figuras 6.29b-d referem-se aos campos de velocidades médios no tempo, para os escoamentos com Re = 43,0349, Re = 64,5523 e Re = 129,105, nos quais foi possível observar os vórtices formados na região
da quina externa à curva 9 resultante do processamento das imagens através dao método de correlação PIV adaptativo.



Figura 6.29 - Campos de velocidades médios no tempo na região externa à curva 9 no Re: (a) Re = 5, (b) Re = 43,0349, (c) Re=64,5523 e (d) Re=129,105.

Devido à baixa magnitude de velocidade nas regiões de vórtice, principalmente para Re=43,0349, linhas de correntes foram elaboradas a partir dos dados dos campos de

velocidades médios estimados com o objetivo de destacar as regiões onde os vórtices estão localizados (Figura 6.30).



Figura 6.30 - Linhas de corrente dos campos de velocidades médios no tempo na região externa à curva 9 no Re: (a)Re=5, (b) Re=43,0349, (c) Re=64,5523 e (d) Re=129,105.

Nas Figuras 6.29 e 6.30 pode-se verificar experimentalmente, a partir da utilização da técnica µPIV, que o aumento de Re favoreceu e intensificou a existência de vórtice na região da quina externa à curva 9. Esse comportamento é interessante para aplicações em

transferência de calor e massa conforme destacado no Capítulo 2 e exemplificado nos trabalhos de ZHANG (2015) e MIELNIK *et al.* (2005), pois favorece a mistura das camadas de escoamento. Além disso, ressalta-se que a técnica μ PIV foi capaz de estimar a existência desse padrão de escoamento mesmo na presença de significativo gradiente de velocidade no plano de medição.

O escoamento estudado foi calculado numericamente por meio da solução da equação de Navier-Stokes, conforme apresentado por OLIVEIRA (2020), considerando as propriedades da água deionizada e do PDMS à 25° C e as características dimensionais médias do microcanal zigzag (Tabela 6.5). A solução numérica foi obtida no pacote computacional de volumes finitos, Fluent[®] versão 18.2 da ANSYS. A Tabela 6.14 contém os resultados da análise de convergência da solução numérica para o maior Re estudado (Re = 129,105).

 Tabela 6.14 - Análise de convergência da solução numérica para escoamento em microcanal zigzag Re =

 129 105

e nima
í

A partir dos resultados expostos na Tabela 6.14, a malha de número 2 foi selecionada para o cálculo numérico dos campos de velocidades. Os resultados com esta solução estão expostos na Figura 6.31, nas quais pode-se observar a concordância entre a solução numérica e o campo de velocidades médio experimental no que se refere ao padrão de escoamento e magnitudes de velocidade para os valores de Re estudados. Ratificando a capacidade da técnica µPIV na caracterização de um escoamento com significativos gradientes de velocidade, quando um processamento adaptativo das imagens é utilizado.



(b) **Figura 6.31 -** Campos de velocidades a partir de solução numérica na região externa à curva 9 no Re: (a) Re = 5, (b) Re = 43,0349, (c) Re = 64,5523 e (d) Re = 129,105.



Figura 6.31 - Campos de velocidades a partir de solução numérica na região externa à curva 9 no Re: (a) Re = 5, (b) Re = 43,0349, (c) Re = 64,5523 e (d) Re = 129,105 (continuação).

Ao comparar os campos de velocidades expostos nas figuras 6.29d e 6.31d, verificase que na região esquerda superior do campo de velocidades há uma discordância com os dados experimentais em termos de magnitude, isto pode ser consequência do aumento da velocidade que pode ter provocado perda de pares de imagem de partículas, exigindo taxas de aquisição ou parâmetros de processamento mais refinados para contornar esta discordância. Todavia, destaca-se que o padrão de escoamento previsto está condizente ao que foi observado experimentalmente.

Com a intenção de comparar os métodos de correlação utilizados na estimativa do campo de velocidades médio experimentais, selecionou-se o escoamento com Re = 129,105 cujas imagens foram processadas com os métodos correlação adaptativa (Figura 6.32a), média de correlação (Figura 6.32) e o método tradicional de correlação cruzada (Figura 6.32), além do método PIV adaptativo, cujos resultados foram expostos nas figuras 6.29d e 6.30d.



Figura 6.32 - Campos de velocidades médios no tempo na região externa à curva 9 no Re = 129,105 processados através das técnicas: (a) Correlação adaptativa, (b) Média de correlação e (c) Correlação cruzada.

Comparando-se os campos de velocidades médios experimentais e linhas de corrente para cada método de processamento (Figura 6.33) com o campo de velocidades oriundo da solução numérica (Figura 6.31), verifica-se que o método de correlação PIV adaptativo foi capaz fornecer mais detalhes do padrão escoamento que os outros métodos testados. E isso deve-se à capacidade deste método de deformar as janelas de interrogação em função do gradiente de velocidade e densidade de partículas. Esta característica permite a caracterização de escoamentos além de escoamentos laminares unidirecionais com maior riqueza de detalhes.



Figura 6.33 - Linhas de corrente dos campos de velocidades médios no tempo na região externa à curva 9 no Re 129,105 processados através das técnicas: (a) correlação adaptativa, (b) Média de correlação e (c) Correlação cruzada.

CAPÍTULO 7

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Esta dissertação teve como objetivo a análise da confiabilidade nas medições de velocidade obtidas a partir da utilização da técnica considerada não-intrusiva denominada Velocimetria por Imagem de Partículas de Microrresolução (µPIV), por meio da quantificação das fontes de incerteza em escoamentos em microescala.

Primeiramente os estudos dos escoamentos foram realizados em microdispositivos retos de seção transversal com geometrias simples, circular e retangular, cujos resultados experimentais oriundos da utilização da técnica supracitada foram comparados com a solução analítica para um escoamento laminar de fluidos newtonianos, considerando a quantificação e propagação das incertezas do aparato experimental, sistema de infusão e caracterização dimensional.

Considerando as principais fontes de incerteza presentes em escoamentos em microescala, geometria do microcanal e o sistema de infusão de fluidos, este estudo quantificou as incertezas desses parâmetros de entrada do perfil de velocidade teórico, verificando o efeito que o método de fabricação exerce sobre a geometria do microcanal e que a redução da vazão volumétrica para valores menores que 6 µL/min provocou o aumento da incerteza referente à vazão volumétrica do sistema de infusão. Desta forma o conhecimento das incertezas destas variáveis de entrada mostrou-se de extrema importância para a avaliação da concordância estatística entre os perfis teóricos e os dados obtidos experimentalmente.

A caraterização dos escoamentos em capilares com diferentes diâmetros internos e diferentes fluidos (solução de glicerina 78% (V/V) e óleo mineral leve) permitiu observar o efeito da curvatura da seção transversal, a qual provoca a existência de uma região próxima à parede do capilar que não permite o registro de imagens de partículas com nitidez necessária, contribuindo para a intensificação das regiões de inflexão no perfil de velocidade experimental próximo à parede, sendo este efeito mais pronunciado conforme o diâmetro interno do capilar é reduzido.

O efeito da mudança das propriedades físicas dos fluidos, em especial o índice de refração, resultou em subestimativas experimentais de velocidade, quando comparadas

ao perfil teórico, conforme a concordância entre o índice de refração do material da superfície curva e do fluido diminuíram.

A análise dos escoamentos em microcanais com seção transversal retangular destacou os efeitos refrativos em relação ao posicionamento do plano central do microcanal e o aumento da região de incertezas para perfis de velocidade decorrentes da combinação das incertezas dimensionais e do sistema de infusão de fluidos.

A variação da profundidade do microcanal permitiu inferir que a redução deste parâmetro dimensional provoca significativa influência sobre a qualidade das estimativas de velocidades, proporcionando maior concordância entre as velocidades teóricas e experimentais, justificadas pela maior concentração das partículas em foco.

A diminuição da profundidade de correlação não resultou em melhorias na estimativa de velocidade experimental, mas este resultado pode ser consequência do tamanho das partículas utilizadas nesse estudo. Indicando a necessidade de redução das mesmas com o intuito de melhorar a densidade de partículas.

A análise dos escoamentos em um microcanal zigzag permitiu verificar a concordância em padrão e magnitude de velocidade dos dados obtidos com o uso da técnica µPIV com a solução numérica obtida por discretização em volumes finitos, ratificando a capacidade da técnica não-intrusiva em caracterizar escoamentos mais complexos.

Em relação à influência dos métodos de correlação, verificou-se que o método PIV adaptativo foi o que apresentou maior capacidade de estimar as características de um escoamento na presença de gradientes de velocidades paralelos e perpendiculares ao plano de medição, demonstrando a capacidade de medição da técnica µPIV para uma significativa diversidade de escoamentos.

Sendo assim, para trabalhos futuros sugere-se a investigação da variação do volume da seringa e o efeito da expansão das mangueiras sobre a estabilidade no provimento de vazões volumétricas em microescala; caracterização de escoamentos com diferentes concentrações de partículas com o objetivo de avaliar o efeito sobre ruído de iluminação de fundo e estimativa de velocidade; análise do escoamento de fluidos com diferentes índices de refração em microcanais retangulares com o intuito de verificar o efeito sobre a qualidade das imagens e localização da posição vertical do plano de medição do sistema óptico.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDELSALAM, D. G.; STANISLAS, M.; COUDERT, S. "PIV câmera response to high frequency signal: comparison of CCD and CMOS câmeras using particle simulation". **Measurement Science and Technology**. v.25, pp. 1-8, 2014.

ABNT NBR IEC 60601-2-24 : Equipamento eletromédico. Parte 2-24: Requisitos particulares para segurança básica e o desempenho essencial de bombas de infusão e de controladores de infusão. 2015.

ABRANTES, J. K.; PAULA, I. B.; AZEVEDO, L. F. "A. Medição de escoamentos turbulentos utilizando velocimetria por imagem de partículas". In: Carmo, Assi, Meneghini, Aranaha, Volpe. *Turbulência*. 1ed. São Paulo, ABCM USP, 2012.

ADRIAN, R. J. "Particle-Imaging Techniques for Experimental Fluid Mechanics". **Annual Review in Fluid Mechanics**. v.23, pp. 261-304, 1991.

ADRIAN, R. J. "Twenty years of particle image velocimetry". **Experiments in Fluids**. v.39, pp. 159-169, 2005.

ADRIAN, R. J.; WESTERWEEL, J. **Particle Image Velocimetry**. Nova York, Cambridge Aerospace Series, 2011.

ALMEIDA, D. G. Análise Experimental de Micromisturador Tipo Herringbone Utilizando a Técnica de Fluorescência Induzida por Laser. M. Sc. Dissertação. PEM/COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2019.

AL-MUHAMMAD, J.; TOMAS, S.; ALT-MOUHEB, N.; AMIELH, M.; ANSELMET, F. "Micro-PIV characterization of the flow in a milli-labyrinth-channel used in drip irrigation", **Experiments in Fluids,** v. 59, pp. 181, 2018.

AU, A. K.; LAI, H.; UTELA, B. R.; FOLCH, A. "Microvalves and Micropumps for BioMEMS" **Micromachines**, v. 2, pp. 179-220, 2011.

BADASH, M. A.; JANG, H.; KIM, Y. K.; KIM, T.; KIM, S. "Development of a rapid cure polydimethylsiloxane replication process with near-zero shrinkage". Journal of Micro/Nanolithography, MEMS, and MOEMS. v.13, pp. 0330060,2014.

BAERT, L.; SCHUELLER, L.; TARDY, Y.; MACBRIDE, D.; KLOOSTER, G. van't; BORGHYS, H.; CLESSENS, E.; VAN DEN MOOTER, G.; GYSEGHEM, E. V.; REMOORTERE, P. V.; WIGERINCK, P.; ROSIER, J. "Development of an implantable infusion pump for sustained anti-HIV drug administration". **International Journal of Pharmaceutics**. v. 355, pp. 38-44, 2008.

BATISTA, E.; FURTADO, A.; ALMEIDA, N.; MOURA, S.; MARTINS, R.; SOUSA, L.; FILIPE, E. "Calibration of infusion pumps using liquids whose physcal properties differ from those of water". **Journal of Physics: Conference serries.** v. 588, pp. 012053, 2015.

BATISTA, E.; GODINHO, I.; FERREIRA, M. C.; FURTADO, A.; LUCAS, P.; SILVA, C. "Comparison of infusion pumps calibration methods". **Measurement Science and Technology**. v. 28, pp. 124003, 2017.

BERNETT, M. K.; ZISMAN, W. A. "Effect of adsorbed water on wetting properties of borosilicate glass, quartz, and sapphire", **Journal of Colloid and Interface Science** v.29, n.3, pp. 413-423, 1969.

BHATTACHARYA, S.; CHARONKO, J. J.; VLACHOS, P. P. "Particle image velocimetry (PIV) uncertainty quantification using moment of correlation (MC) Plano". **Measurement Science and Technology**, v.29, pp. 115301, 2018.

BISSIG, H.; TSCHANNEM, M.; HUU, M. "Micro-flow facility for traceability in steady and pulsating flow". **Flow Measurement and Instrumentation**. v. 44, pp. 34-42, 2015. BOOSMA, A. SAYANTAN, B.; TROOLIN, D.; POTHOS, S.; VLACHOS, P. A "Comparative Experimental Evaluation of Uncertainty Estimation methods for Twocomponent PIV". **Measurement Science and Technology**. v. 27, pp. 094006 (17pp.), 2016.

BOURDON, C. J.; OLSEN, M. G.; GORBY, A. D. "Power-filter technique for modifying depth of correlation in microPIV experiments" **Experiments in Fluids**, v. 37, pp.268-271, 2004b.

BOURDON, C. J.; OLSEN, M. G.; GORBY, A. D. "The depth of correlation in micro-PIV for high numerical aperture and immersion objectives", **Journal of Fluids Engineering,** v. 128, pp. 883-886, 2006.

BOURDON, C. J.; OLSEN, M. G.; GORBY, A. D. "Validation of an analytical solution for depth of correlation in microscopic particle image velocimetry". **Measurement Science and Technology**. v. 15, pp. 318-327, 2004a.

BOWN, M. R.; MACINNES, J. M.; ALLEN, R. W. K. "Micro-PIV Simulation and Measurement in Complex Microchannel Geometries". Measurement Science and Technology. v. 16, pp. 619-626, 2005.

BRÜCKER, C. "3D Scanning PIV applied to an air flow in a motored engine using digital high-speed video". **Measurement and Science Technology**. v. 8, pp. 1480-1492, 1997. BRYANT, P. W.; NEUMANN, R. F.; MOURA, M. J. B.; STEINER, M.; CARVALHO, M. S.; FEGER, C. Quantitative μPIV Measurements of Velocity Profiles, 2014. Disponível em: <arXiv:1407.5034v2. 2014>. Acesso em: 24 abr. 2019.

BUDWIG, R. "Refractive index matching methods for liquid flow investigations". **Experiments in Fluids.** v. 17, pp. 350-355, 1994.

BURGMANN, S.; VAN DER SCHOOT, C.; ASBACH, C.; WARTMANN, J.; LINDKEN, R. "Analysis of tracer particle characteristics for micro PIV in wall-bounded gas flows". La Houille Blanche. v.4, pp.55-64, 2011.

CHARONKO, J. J.; VLACHOS, P. "Estimation of Uncertainty Bounds for Individual Particle Image velocimetry Measurements from Cross-correlation Peak Ratio". **Measurement Science and Technology**. v. 24, pp. 065301 (16pp.), 2013.

CHINAUD, M.; ROUMPEA, E.; ANGELI, P. "Studies of plug formation in microchannel liquid-liquid flows using advanced particle image velocimetry techniques". **Experimental Thermal and Fluid Science**. v. 69, pp. 99-110, 2015.

CIERPKA, C.; ROSSI, M.; SEGURA, .; MASTRANGELO, F.; KÄHLER, C. J. "A comparative analysis of the uncertainty oof astigmatism-µPTV, Stereo-µPIV, and µPIV", **Experiments in fluids**, v. 52, pp. 605-615, 2012.

COLMAN, J. 2017, Projeto, fabricação e ensaio de dispositivomicrofluídico para separação de células sanguíneas baseado no efeito Zweifach-Fung. Tese de D.Sc., COCOPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

CONVERY, N.; GADEGAARD, N. "30 years of microfluidics". Micro and Nano Engineering. v. 2, pp. 76-91, 2019.

COTTA, R. M.; KNUPP, D. C.; NAVEIRA-COTTA, C. P. "Analytical Heat and Fluid Flow in Microchannels and Microsystems". In: Kulacki, F. A (Ed.). *Mechanical Engineering Series*. New York, Springer, 2016.

CUMMINGS, E. B. "An image processing and optimal nonlinear filtering technique for particle image velocimery of microflows" **Experiments in Fluids**, [Suppl.], S42-S50, 2000.

DAI, Z. 2014, *Experimental Study of Fluid Flow and Heat Transfer in Tortuous Microchannels*. Ph.D. thesis, The University of Sidney. Dsponível em: < https://ses.library.usyd.edu.au/> Acesso em: 7 jun. 2019.

DAI, Z.; ZHENG, Z.; FLETCHER, D. F.; HAYNES, B. S. "Experimental Study of Transient Behaviour of Laminar Flow in Zizag Semi-circular Microchannels". **Experimental Thermal and Fluid Science**. v. 68, pp. 644-651, 2015a.

DAI, Z.; ZHENG, Z.; FLETCHER, D. F.; HAYNES, B. S. "Influence of Tortuous Geometry on the Hydrodynamic Characteristics of Laminar Flow in Microchannels". **Chemical Engineering Technology**. v. 38,p p. 1406-1415, 2015b.

DATTA, M.; CHOI, H. "Microheat exchanger for cooling high power laser diodes". **Applied Thermal Engineering**, v. 90, pp. 266-273, 2015.

DEVASENATHIPATHY, S.; SANTIAGO, J. G.; WERELEY, S. T.; C. D. MEINHART, C. D.; TAKEHARA, K. Particle Imaging Techniques for Microfabricated Fluidic Systems". **Experiments in Fluid**. v. 34, pp. 504-514, 2003.

DIAS, B. L.; AQUINO, M. H.; FARIAS, M. H.; KOIILER, J.; GABRIEL, P. C.; AIBE, V. Y. "Capacity assessment of a system for metrological traceability on liquid micro flow rate measurement". 8th Brazilian Congress on Metrology. Journal of Physics: Conference Series. v. 733, pp. 012007, 2016.

DOW CORNING, Technical Data Sheet of SYLGARD[™] 184 Silicone Elastomer, 2020. DRUMMOND, Catalog Information of Drummond Microcaps[®], 2019.

EFIMENKO, K.; WALLACE, W. E.; GENZER, J. "Surface Modification of Sylgard-184 Poly(dimethyl siloxane) Networks by Ultraviolet and Ultraviolet/Ozone Treatment". **Journal of Colloid and Interface Science.** v. 254. pp. 306-315, 2002.

EHRFELD, W.; GOLBING, K.; HESSEL, V.; LOEW, H.; RITCHER, T. "Characterization of mixing in micromixers by a test reaction: single mixing units and mixer arrays". **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 38, pp. 1075-1082, 1999.

EMANUEL, C. F. "Delivery Precision of Micropipets". **Analytical Chemistry.** v.45, pp. 1568-1569, 1973.

EURAMET. Calibration Guide - Guidelines on the calibration of non-automatic weighing instruments. CG-18.v.4, 2015.

EURAMET. Calibration Guide - Guidelines on the determination of uncertainty in gravimetric volume calibration. CG-19. v. 3, 2018.

EZKERRA, A.; FERNÁNDEZ, L. J.; MAYORA, K.; RUANO-LÓPEX, J. M. "SU8 diaphragm micropump with monolithically integrated cantilever check valves" **Lab on a Chip,** v. 11, pp. 3320, 2011.

FARIAS, M. H.; TEIXEIRA, R. S.; KOILLER, J.; SANTOS, A. M. "Brief review of uncertainty quantification for particle image velocimetry". 8th Brazilian Congress on Metrology. Journal of Physics: Conference Series. v. 733, pp. 012045, 2016.

FEHR, M. Investigation of Segmented Flow Pattern for Biodiesel Synthesis in Microreactors. Dissertação de Mestrado. ETH, Zürich-Suiça, 2019.

FLORIÁN GUTIÉRREZ, J. A. 2018, *Escoamento Viscoelástico através de Microcanais com Constrição*. Tese de Doutorado, Pontíficia Universidade Católica do Rio de Janeiro. FLORINDO, I.; PUCETTI, G.; SPHAIER, L. A.; MORINI, G. L. "Effects of fabrication imperfections on fully developed flow in rectangular micro-channels". International Conference on Nanochannels, Microchannels, and Minichannels, 2014.

FORNASINI, P. The uncertainty in physical measurements: an introduction to data analysis in the physics laboratory. New York, Springer, 2008.

FOURAS, A.; DUSTING, R. L.; HOURIGAN, K. "Three-dimensional synchrotron x-ray particle image velocimetry" **Journal of Applied Physics**, v. 102, pp. 064916, 2007.

FOURAS, A.; JACONO, D. L.; NGYEN, C. V.; HOURIGAN, K. "Volumetric correlation PIV: a new technique for 3D velocity vector field measurement", **Experiments in Fluids**, v. 47, pp. 569-577, 2009.

FU, T.; CARRIER, O.; FUNFSCHILLING, D. ; MA., YOUGUANG, LI, H. Z. "Newtonian and Non-Newtonian Flows in Microchannels: Inline Rheological Characterization". **Chemical Engineering & Technology**, v.39, pp. 987- 992, 2016.

GOBERT, S. R.; KUHN, S.; BRAEKEN, L.; THOMASSEN, C. J. "Characterization of Milli- and Microflow Reactors: Mixing Efficiency and Residence Time Distribution", **Organic Process Research & Development,** v. 21, pp. 531-542, 2017.

GUI, L.; MERZKIRCH, W. "A comparative study of the MQD method and several correlation-based PIV evaluation algorithms". **Experiments in Fluids.**v. 28, pp. 36-44, 2000.

HAUBERT, K.; DRIER, T.; BEEBE, D. "PDMS bonding by means of a portable, low-cost corona system", **Lab on a Chip** v.6, pp. 1548-1549, 2006.

HAVARD APPARATUS. Havard Apparatus PHD ULTRATM Syringe PUMP Series User's Manual. Massachusetts, USA, 2012.

HETSORINI, G.; MOSYAK, A.; POGREBNYAK, E.; YARIN, L. P. "Fluid flow in micro-channels", **International Journal of Heat and Mass Transfer** v.48, pp. 1982-1998, 2005.

HINSCH, K. D. "Three-dimensional particle velocimetry". **Measurement and Science Technology**. v. 6, pp. 742-753, 1995.

INMETRO e JCGM. Primeira Edição Brasileira da Primeira Edição do BIPM de 2008 do "Guia para Expressão da Incerteza de Medição" GUM, 2008.

INTROGUM. Primeira Edição Brasileira da Primeira Edição do BIPM de 2009 do "Uma introdução ao 'Guia para Expressão da Incerteza de Medição' e documentos correlatos" INTROGUM, 2009.

INVITROGEN. FluoSpheres® Fluorescent Microspheres Product Information, 2005.

ISO 4787:2010 - Laboratory glassware-volumetric instruments methods for testing of capacity and for use.

ISO 4787:2010 - Laboratory glassware-volumetric instruments methods for testing of

ISO 5168:2005 - Measurement of fluid flow-Procedures for the evaluation of uncertaianties.

JALURIA, Y. Advanced Materials Processing and Manufacturing. Switzerland, Mechanical Engineering Series, Springer, 2018.

JEON, S.; CHUA, B. "Conductive polylactic-acid filamento for dose monitoring in syringe-less wearable infusion pump", **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 258, pp. 1080-1089, 2018.

KEANE, R. D.; ADRIAN, R. J. "Optimization of particle image velocimeters. I. Double pulsed systems" **Measurement Science and Technology.** v. 1, pp. 1202-1215, 1990.

KEANE, R. D.; ADRIAN, R. J. "Theory of cross-correlation analysis of PIV images". **Applied Scientific Research**. v.49, pp.91-215, 1992.

KLOOSTERMAN, A.; POELMA, C.; WESTERWEEL, J. "Flow rate estimation in large depth-of-field micro-PIV". **Experimental Fluids**. v. 50, pp. 1587-1599, 2011.

KNINOSHITA, H.; KANEDA, S.; FUJI, T. ; OSHIMA, M. "Three-dimensional measurement and visualization of internal flow of a moving droplet using confocal micro-PIV" **Lab Chip**, v. 7, pp. 338-346, 2007.

KÖNIG, J.; VOIGT, A.; BÜTTNER, L.; CZARSKE, J. "Precise micro flow rate measurements by a laser Doppler velocity profile sensor with time division multiplexing". **Measurement Science and Technology**. v. 21, 074005 (9 p.), 2010.

KOUKOURAKIS, N.; FREGIN, B.; KÖNIG, J.; BÜTTNER, L.; CZARSKE, J. W. Wavefront Shaping For Imaging-Based Flow Velocity Measurements through Distortions Using a Fresnel Fuide Star. **Optics Express**. v. 24, n. 19, pp. 22074-22087, 2016.

KOUTSIARIS, A. G. "Digital Micro PIV (µPIV) and Velocity Profiles In Vitro and In Vivo". In: Cavazzini, G. (Ed.), *The Particle Image Velocimetry - Characteristics, Limits and Possible Applications*. chapter 11, Rijeka, Croatia, InTech, 2012.

KOUTSIARIS, A. G.; MATHIOULAKIS, D. S.; TSANGARIS, S. "Microscope PIV for velocity-field measurement of particle suspensions flowing inside glass capillaries". **Measurement Science and Technology**. v.10, pp. 1037-1046, 1999.

KOVAC, A. I.; SWANSON, B.; ELLIOT, C.; WETZEL, L. "Effect of Distance and Infusion Rate on Operation of Medfusion 2010 Infusion Pump During Magnetic Resonance Imaging", **Journal of Clinical Anesthesia**. v. 14, pp. 246-251, 2002.

LEE, S. H.; KANG, W.; CHUN, S. "Dynamic behavior analisys of drug delivery devices using a dynamic graviemtric method". **Flow Measurement and Instrumentation**. v. 62, pp. 105-112, 2018.

LINDKEN, R.; ROSSI, M.; GROBE, S.; WESTERWEEL, J. "Micro-Particle Image Velocimetry (µPIV): Recent developments, applications, and guidelines". Lab Chip, v.9,pp. 2551-2567, 2009.

LIU, Y.; YANG, J.; NIE, Y.; LU, C.; HUANG, E. D.; SHIN, C.; BALDECK, P.; LIN, C. "A simple and direct Reading flow meter fabricated by two-photon polymerization for microfluidic channel". **Microfluid Nanofluid**. v. 18, pp. 427-431, 2015.

LOWE, M. L.; KUTT, P. H. "Refraction through cylindrical tubes", **Experiments in** Fluids, v. 17, pp. 315-320, 1992.

MADOU, M. J. Fundamentals of Microfabrication and Nanotechnology. Volume II: Manufacturing Techniques for Microfabrication and Nanotechnology. Flórida, CRC Press, 2011.

MATAMOROS, L. M. C.,2013, *Morfologia de bolhas isoladas em escoamentos pistonados horizontais*.M. Sc. Dissertação, PEM/COPPE/UFRJ,Disponível em: www.nidf.com.br> Acesso em: 4 de mai. 2019.

MEINHART, C. D.; WERELEY, S. T.; GRAY, M. H. B. "Volume illumination for twodimensional particle image velocimetry". **Measurement Science and Technology**. v.11, pp. 809-814, 2000a.

MEINHART, C. D.; WERELEY, S. T.; SANTIAGO, J. G. "A PIV algorithm for estimating time-averaged velocity fields". **Journal of Fluids Engineering**. v.122, pp. 285-289, 2000b.

MEINHART, C. D.; WERELEY, S. T.; SANTIAGO, J. G. "PIV Measurements of a Microchannel flow". **Experiments in Fluids**. v. 27, pp. 414-419, 1999.

MELLING, A. "Tracer particles and seeding for particle image velocimetry". **Measurement Science and Technology**. v.8, pp. 1406-1416, 1997.

MIELNIK, M. M.; EKAPTURE, R. P.; SAETRAN, L. R.; SCHÖNFELD, F. "Sinusoidal crossflow microfiltration device - experimental and computational flowfield analysis" **Lab Chip**, v5, pp. 897-903, 2005.

MIELNIK, M. M.; SAETRAN, L. S. "Selective seeding for micro-PIV", **Experiments** in Fluids, v. 41, pp. 155-159, 2006.

MIESSNER, U.; LINDKEN, R.; WESTERWEEL, J. "Velocity Measurements in Microscopic Two-Phase Fllows by Means of Micro-PIV". *Proceeding of th Sixth International ASME Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels, Germany*, 2008.

MISRA, J. C.; CHANDRA, S.; HERWIG, H. "Flow of a Micropolar Fluid in a Microchannel under the Action of an Alternating Electric Field: Estimates of Flow in Biofluidic Devices". **Journal of Hydrodynamics**. v. 27, pp. 350-358, 2015.

MORENT, R., GEYTER, N.D., AXISA, F., SMET, N.D., GENGEMBRE, L., LEERSNYDER, E.D., LEYS, C., VANFLETEREN, J., RYMARCZYK-MACHAL, M., SCHACHT, E., PAYEN, E., "Adhesion enhancement by a dielectric barrier discharge of PDMS used for flexible and stretchable electronics". Journal of Physics D: Applied Physics. v. 40,, pp.7392-7401, 2007.

MORINI, G. L.; YANG, Y.; CHALABI, H.; LORENZINI, M. "A critical review of the measurement techniques for the analysis of gas microflows through microchannels". **Experimental Thermal and Fluid Science.** v. 35, pp. 849-865, 2011.

MUSTIN, B.; STOEBER, B. "Effect of linear image processing on the depth of correlation in micro PIV", **Experiments in Fluids**, v. 55, pp. 1817, 2014.

NAVEIRA-COTTA, C. P.; TOSTADO, C. P.; COSTA JR., J. M.; NUNES, J. S. "Microreactors for biosiesel synthesis: design, fabrication, and characterization", **Heat Pipe Science and Technology,** v. 6, pp. 135-153, 2015.

NG, J. M. K.; GITLIN, I.; STROOCK, A. D.; WHITESIDES, G. M. "Components for integrated poly(dimethylsiloxane) microfluidic systems". **Electrophoresis** v. 23, pp. 3461-3473, 2002.

NGE, P. N.; ROGERS, C. I.; WOOLLEY, A. T. "Advances in Microfluidic Materials, Functions, Integration, and Applications". **Chemical Reviews**. v. 113, pp. 2550-2583, 2013. NGUYEN, C. V.; FOURAS, A.; CARBERRY, J. "Improvement of measurement accuracy in microPIV by image overllapping", **Experiments in Fluids**, v. 49, pp. 708-712, 2010.

NGUYEN, N.; WERELEY, S. T. Fundamentals and Applications of Microfluidics. 2 ed. Boston, Artech House, 2006.

OGHEARD, F.; BATISTA, E.; BISSIG, H.; PETTER, H. T.; LUCAS, P.; NIEMANN, A. K. "Metrological assessment f micro flow-meters and drug delivery devices in the scope of the "MeDD" EMRP Project". 17th International Congress of Metrology. 09004, 2015.

OKUDA, R.; SUGII, Y.; OKAMOTO, K. "Velocity Measurement of Blood Flow in a Microtube Using Micro PIV System". *Proceeding of PSFVIP -4*, F4084, Chamonix, France, 3-5 June 2003.

OLIVEIRA, A. C. P., 2020. Análise numérica de trocador de calor do tipo circuito impresso (PCHE) aplicado a reator de fusão nuclear. Tese de dissertação. PEN/COPPE/UFRJ.

OLSEN, M. G.; ADRIAN, R. J. "Brownian Motion and Correlation in Particle Image Velocimetry". **Optics & Laser Technology**. v. 32, pp. 621-627, 2000b.

OLSEN, M. G.; ADRIAN, R. J. "Out-of-focus effects on particle image visibility and correlation in microscopic particle image velocimetry". **Experiments in Fluids** [Suppl.], p.S166-S174, 2000a.

OLSEN, M. G.; BOURDON, C. J. "Out-of-plane motion effects in microscopic particle image velocimetry", **Journal of Fluids Engineering**, v. 125, pp.895-901,2003.

PARK, H.; HAM, J.; CHO, H.; JUNG, S. Y. "Assessment of Measurement Accuracy of Micro-PIV Technique for Quantitative Visualization of Al₂O₃ and MWCNT Nanofluid Flows" **Energies**, v.12, 2777, 2019.

PARK, J. S.; CHOI, C. K.; KIHM, K. D. "Optically Sliced Micro-Piv Using Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM)". **Experiments in Fluids**. v. 37, pp.105-119, 2004. PINHEIRO, I. F., 2016, *Escoamento em Micro-canais com Imperfeições de Fabricação:solução híbrida e caracterizaçõa da geometria por problema inverso*. M. Sc. Dissertação, Universidade Federal Fluminense. Disponível em: < www.mec.uff.br /pdfteses> Acesso em: 3 jun. 2019.

PRASSAD, A. K. "Particle Image Velocimetry". Current Science, v. 79, pp. 51-56, 2000.

PUCCETTI, G.; PULVIRENTI, B; MORINI, G. L. "Experimental determination of 2D velocity laminar profile in glass microchannels using µPIV". **Energy Procedia.** v. 45, pp. 538-547, 2014.

RAFFEL, M.; WILLER, C.E.; SCARANO, F.; KÄHHLER, C. J.; WERELY, S. T.; KOMPENHANS, J. **Particle Image Velocimetry: A Practical Guide.** 3 ed. Switzerland, Springer International Publishing AG, 2018.

RATHNASINGHAM, R.; KIPKE, D. R. "Characterization of Implantable Microfabricated Fluid Delivery Devices". **IEEE Transaction on Biomedical Engineering**. v. 51, pp. 138-145, 2004.

ROSSI, M.; SEGURA, R.; CIERPKA, C.; KÄHLER, C. J. "On the effect of particle image intesity and image preprocessing on the depth of correlation in micro-PIV" **Experiments in Fluids,** v. 52, pp. 1063-1075, 2012.

SAIRANEN, H.; HEINONEN, M. O. "Hygrometer-based calibration method for syringe pumps providing ultra-low liquid flows". **Microfluid Nanofluid**. v. 16, pp. 187-193, 2014.

SANTIAGO, J.G., WERELEY, S.T., MEINHART, C.D., BEEBE, D. J., ADRIAN, R. J., "A Particle Image Velocimetry System For Microfluidics", **Experiments in Fluids**, v. 25, pp. 316-319, 1998.

SCARANO, F. "Interative Image Deformation Methods in PIV". **Measurement Science and Technology**. v.13, pp. R1-R19, 2002.

SCIACCHITANO, A. "Uncertainty quantification in particle image velocimetry", **Measurement Science and Technology**, v. 30, pp. 092001, 2019.

SCIACCHITANO, A.; NEAL, D. R.; SMITH, B. L.; WARNER, S. O.; VLACHOS, P.

P.; WIENEKE, B.; SCARANO, F. "Collaborative Framework for PIV Uncertainty Quantification: Comparative Assessment of Methods". Measurement Science and Technology. v. 26,p p. 074004 (16pp.), 2015.

SCIACCHITANO, A.; WIENEK, B.; SCARANO, F. "PIV Uncertainty Quantification by Image Matching". **Measurement Science and Technology**. v. 24, pp. 045302 (16pp.), 2013.

SHAH, R. K.; LONDON, A. L., Laminar Flow Forced Convection in Ducts: A source
book for compact heat exchanger analytical data. New York, Academic Press, 1978.
SHINOHARA, K.; SUGII, Y.; AOTA, A.; HIBARA, A.; TOKESHI, M.; KITAMORI,
T.; OKAMOTO, K. "High-speed micro-PIV measurements of trasient flow in

microfluidic devices". Measurement Science and Technology. v. 15, pp.1965-1970, 2004.

SILVA, G.; LEAL, N.; SEMIAO, V. "Determination of Microchannels Geometric Parameters Using Micro-PIV". **Chemical Engineering Research and Design**. v.87, pp. 298-306, 2009.

SILVA, G.; LEAL, N.; SEMIAO, V. "Micro-PIV and CFD Characterization of Flows in a Microchannel: Velocity Profiles, Surface Roughness and Poiseuille numbers". **International Journal of Heat and Fluid Flow.** v. 29, pp. 1211-1220, 2008.

SINTON, D. "Microscale Flow Visualization". Microfluid Nanofluid. v. 1, pp. 2-21, 2004.

SOBHAN, C. B.; PETERSON, G. P. Microscale and Nanoscale Heat Transfer: fundamentals and engineering applications. Flórida, CRC Press, 2008.

SOTT, K.; GEBÄCK, T.; PIHL, M.; LORÉN, N.; HERMANSSON, A.; HEINTZ, A.; RASMUSON, A. "µPIV methodology using model systems for flow studies in heterogeneous biopolymer gel microstructures". Journal of Colloid and Interface Science. v. 398, pp. 262- 269, 2013.

SUDARSAN, A. P.; UGAZ, V. M. "Multivortex micromixing". **Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America**, v. 103, pp. 7228-7233, 2006.

SUGII, Y.; OKAMOTO, K. "Quantitative Visualization of Micro-Tube Flow Using Micro-PIV". Journal of Visualization. v. 7, pp. 9-16, 2004.

TANAKA, M., GIRARD, G., DAVIS, R., PEUTO, A., BIGNELL, N. "Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports", **Metrologia**, v. 38, 2001, pp. 301-309.

THEUNISSEN, R.; SCARANO, F.; RIETHMULLER, M. L. "Spatially adaptive PIV interrogation based on data ensemble". **Experimental fluids**. v. 48, p. 875-887, 2010.

TIMMIS, B. H.; WILSON, B. W.; SMITH, B. L.; VLACHOS, P. P. "A method for automatic estimation of instantaneous local uncertainty in particle image velocimetry measurements". **Experiments in fluids**. v. 53, pp. 1133-1147, 2012.

VIKSE, K. L.; AHMADI, Z.; LUO, J.; van der WAL, N.; DAZE, K.; TAYLOR, N.; MCINDOE, J. S. "Pressurized sample infusion:Na easily calibrated, low volume pumping system for ESI-MS analysis of reactions". **Internation Joournal of Mass Spectrometry.** v. 323-324, pp. 8-13,2012.

VUOLO, J. H. Fundamentos da teoria dos erros. 2 ed. São Paulo, Edgard Blücher, 1996.

WALSH, P. A.; EGAN, V. M.; WALSH, E. J. "Novel micro-PIV Study Enables A Greater Understanding of Nanoparticle Suspension Flow: Nanofluids". **Microfluid** Nanofluid. v.8, pp. 837-842, 2010.

WERELEY, S. T.; GUI, L.; MEINHART, C. D. "Advanced Algorithms for Microscale Particle Image Velocimetry". **American Institute of Aeronautics and Astronautics**. v.40. pp. 1047-1055, 2002.

WERELEY, S. T.; MEINHART, C. D. "Micron-Resolution Particle Image Velocimetry". In: Breuer, K. *Microscale Diagnostic Techniques*. Chapter 2.Berlin, Germany, Springer-Verlag. 2005.

WERELEY, S. T.; MEINHART, C. D. "Second-order accurate particle imagem velocimetry", **Experiments in Fluids**. v. 31, pp. 258-268, 2001.

WESTERWEEL, J. "Fundamentals of digital particle image velocimetry". **Measurement and Science Technology**. v. 8, pp. 1379-1392, .1998.

WESTERWEEL, J.; GEELHOED, P. F.; LINDKEN, R. "Single-pixel resolution ensemble correlation for micro-PIV applications". **Experiments in Fluid**. v.37, pp.375-384, 2004.

WHITESIDES, G. M. "The Origins and the Future of Microfluidics". Nature. v.442, pp.368 - 373, 2006.

WIENEKE, B. "PIV uncertainty quantification from correlation statistics". **Measurement and Science Technology** v.26, pp; 074002, 2015.

WIENEKE, B., 2017, *PIV Uncertainty Quantification and Beyond*. Ph.D. dissertation, Delft University of Technology. Dsponível em: <<u>http://repository.tudelft.nl</u>> Acesso em: 16 dez. 2018.

WIENEKE, B.; PFEIFFER, K. "Adaptive PIV with variable interrogation window size and shape". 15th Int. Symp. on Applications of Laser Techniques to FLuid Mehanics. Lisboa, pp. 05-08, 2010.

WILLIAMS, S. J.; PARK, C.; WERELEY, S. T. "Advances and Applications on Microfluidic Velocimetry Techniques". **Microfluid nanofluid**. v.8, pp.709-726, 2010.

XIONG, R.; CHUNG, J. N. "Effects of miter bend on pressure drop and flow structure in micro-fluidic channels". **International of Heat and Mass Transfer.** v 51, pp. 2914-2924, 2008.

YAZICIOĞLU, A. G.; KAKAÇ. S. "Convective Heat Transfer with Gaseous Flow in Microducts". In: Rebay, M.; Kakaç, S.; Cotta, R. M. *Microscale and Nanoscale Heat Transfer: Analysis, Design and applications*. New York, USA, CRC Press, 2016.

YU, K.; XU, J. "Adaptive PIV algorithm based on seeding density and velocity information" **Flow Measurement and Instrumentation**, v. 51, pp. 21-29, 2016.

ZHANG, S.; CAGNEY, N.; BALABANI, S.; NAVEIRA-COTTA, C. P.; TIWARI, M., K. "Probing vortex-shedding at high frequencies in flows past confined microfluidc cylinders using high-speed microscale particle image velocimetry", **Physics of Fluids**. v.31, pp. 10200, 2019.

ZHENGYING, W.; MENG, C.; XIA, L.; YIPING, T.; BINGHENG, L. "Flow behavior analysis and experimental investigation for emitter micro-channels", **Chinese Journal of Mechanical Engineering**, v. 25, pp. 729-737, 2012.

Apêndice A

CALIBRAÇÃO DA BALANÇA ANALÍTICA

O procedimento de calibração da balança analítica localizada no LabMEMs, cujas especificações encontram-se na Tabela A.1, foi realizada no mesmo local onde a balança esteve situada durante todos os experimentos referentes à calibração do sistema de infusão (subseção 4.4.1).

Tabela A.1 - Especificações técnicas da balança analítica do LabMEMs/NIDF/COPPE/UFRJ.										
Fabricante	Modelo	Número de série	Identificação LabMEMs	Capacidade (g)	Resolução (g)					
Bel Engineering	Mark M214A	00774376	BAL-002	200	0,001					

A calibração da balança analítica foi realizada segundo o método de comparação direta entre as massas dos peso-padrão e indicação no visor da balança. Os pesos-padrão constituídos de aço inoxidável (1 g a 5 kg, Classe F1) utilizados nesse procedimento pertencem ao NIDF/COPPE/UFRJ, sob a identificação PP-017 a PP-032, possuem rastreabilidade no SI através dos padrões metrológicos nacionais e calibrados pela Rede Brasileira de Calibração (RBC) do Inmetro, com certificado de calibração M-60809/18.

O monitoramento das condições ambientais foi realizado com o uso de um termohigrômetro (identificação NIDF: TH-005; certificado de calibração: LV01366-04255-18-R0) para o acompanhamento da temperatura ambiente e umidade relativa do ar. A pressão atmosférica foi identificada por meio dos dados fornecidos pela estação climática do aeroporto internacional Tom Jobim (Rio de Janeiro) e disponível no endereço eletrônico www.tempo1.cptec.inpe.br.

A temperatura ambiente foi mantida em torno de 25 °C, sob o ajuste do aparelho condicionador de ar, o qual foi ligado 24 h antes do momento da calibração com a finalidade de promover a estabilização da temperatura na faixa dea temperatura de referência durante a calibração. A balança, os pesos-padrão e o termohigrômetro foram submetidos às condições ambientais do laboratório por pelo menos 12 h antes do início da calibração.

No dia da calibração, após ligar a balança, um béquer contendo, aproximadamente, 100 g de água foi inserido sobre o prato da balança durante 1 h antes do início da calibração, com o propósito de estabilizar o sistema de medição de massa da balança. O béquer foi removido quando o processo de calibração iniciou.

A calibração da balança analítica foi realizada de acordo com o procedimento descrito a seguir:

- Pressionou-se a tecla de tara da balança, com o prato da balança completamente vazio e limpo, e selecionou-se a opção de ajuste externo da curva da balança no painel da mesma e posicionou-se a massa de 200 g demandada no visor. Em seguida, esta massa foi removida de acordo com a indicação da balança;
- A balança vazia foi tarada novamente, e posicionou-se os pesos padrão de 1 g até 210 g sobre o centro do prato da balança, cumulativamente, em ordem crescente até totalizar 210 g, equilibrando-os no centro do prato da balança com o intuito de não provocar a descentralização do centro de massa.
- Posteriormente ao carregamento, os pesos-padrão foram descarregados, em ordem descrescente de massa, até o prato da balança ficar vazio e e realizou-se a leitura do resíduo final do zero.

Foram realizadas cinco medições para os seguintes pontos de calibração: 0, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 70, 100, 120, 150, 170, 200 e 210 g.

A Equação A.1 apresenta o modelo matemático utilizado no cálculo da correção da indicação da massa pela balança.

$$C_{M} = M_{PP} - M_{B} - \delta R + \delta H + \delta r \tag{A.1}$$

Sendo:

 C_{M} - Correção da indicação da massa em cada ponto de medição (g);

- M_{PP} Massa do peso padrão (g);
- M_{B} Massa indicada na balança (g);

 δR - Erro decorrente da resolução da balança (g);

 δH - Erro decorrente da histerese da balança (g);

 δr - Erro devido aos resíduos entre a curva de calibração e aos pontos medidos (g).

A incerteza do resíduo foi considerada como o maior valor de desvio-padrão da média dos resíduos (diferença entre os pontos medidos e a curva de calibração) para cada ponto e foi incluído na sua estimativa as contribuições resultantes da sensibilidade, linearidade e repetibilidade no cálculo de incerteza da massa indicada. A histerese foi estimada como sendo igual ao valor de uma resolução da balança.

A massa específica do ar a ser considerada no cálculo do empuxo do ar sobre a massa medida na balança foi calculada por meio da Equação A.2, de acordo com a EURAMET 2018, considerando as condições ambientais monitoradas durante o procedimento de calibração, as quais são apresentadas na Tabela A.2.

$$\rho_{ar} = \left[\frac{0,34848p - 0,009h_r \exp(0,061T_{amb})}{(273,15 + T_{amb})}\right]$$
(A.2)

Sendo:

p - pressão atmosférica (hPa);

h_r - umidade relativa do ar (%);

T_{amb} - Temperatura ambiente (°C).

 Tabela A.2 - Condições ambientais durante o procedimento de calibração da balança analítica.

i ressuo atmosterica	i emperatura ambiente	Media da unidade relativa
(hPa)	(°C)	(%)
1019	24,5	52

As componentes de incerteza foram propagadas e a incerteza expandida de medição foi calculada baseada no Guia para Expressão da Incerteza de Medição - GUM (INMETRO e JCGM, 2008) de acordo com o que foi exposto na Seção 2.2 para um nível de confiança de 95,45%.

Os resultados do procedimento de calibração da balança estão expostos nas Tabelas A.3 e A.4. O valor da incerteza expandida igual a 0,001 g reflete as condições de calibração e do local de instalação da balança, a qual está sujeita às condições ambientais como corrente de ar e vibração. Este fato também pode justificar a elevada contribuição da incerteza do resíduo que conforme mencionado anteriormente, possui como componentes a repetibilidade, sensibilidade e linearidade em sua estimativa.

analítica.										
Componente (X _i) Estimativa d valor (x _i)		Estimativa da incerteza expandida U(x _i)		Fator de abrangência (k)	Contribuição para a incerteza expandida final da balança (%)					
$M_{_{PP}}$	210,0002	0,0004	g	2,0000	23,91					
M_{B}	209,9999	0,0000	g	1,7321	0,00					
δR	0,0000	0,0001	g	1,7321	7,67					
δH	0,0000	0,0001	g	1,7321	7,67					
δr	0,0000	0,0009	g	2,0369	60,75					

Tabela A.3 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza de medição da balança

	Tabela A.4 - Incerteza de medição da balança analítica.										
Valor de referência (g)	Valor indicado (g)	Incerteza expandida U(x _i)	Fator de abrangência (k)	Incerteza expandida relativa (%)							
210,0000	209,9999	0,0010	2,0261	0,00048							

Na Figura A.1 é apresentada a curva de calibração da balança, mostrando a massa corrigida em função da massa indicada pela balança, considerando as massas dos pesos-

padrão.



Figura A.1 - Curva de calibração para a balança analítica do LabMEMs.

A curva de calibração apresentada na Figura A.1 indica uma excelente correlação entre a curva e os dados apresentados, fato este corroborado pelo valor do coeficiente de correlação, igual a 1.

O modelo da curva de calibração resultante desse procedimento foi utilizado na etapa de calibração do sistema de infusão de fluido para a análise do escoamento no interior dos microdispositivos.

Além disso, os resultados para a massa específica do ar durante o processo de calibração da balança, apresentado na Tabela A.5, foram obtidos por meio dos valores expostos na Tabela A.2 e considerando a Equação A.2.

Massa específica do
ar
(kg/m³)Incerteza expandida
(kg/m³)Fator de abrangência
(k)Incerteza expandida
relativa
(%)1,18580,00712,0000,60

Tabela A.5 - Massa específica do ar durante o processo de calibração da balança.

Apêndice B

CALIBRAÇÃO DO SISTEMA DE INFUSÃO

A seguir estão apresentadas as planilhas de calibração do sistema de infusão conforme constam na subseção 4.4.1 para cada vazão estudada.

As grandezas de influência estão apresentadas a seguir:

M_f - massa final após o fim do período da corrida de medição (kg);

M_i - massa inicial antes da corrida de medição (kg);

M_E - massa de líquido perdida por evaporação (kg);

 ρ_L - massa específica do líquido de trabalho (kg/m³);

T_L - temperatura do líquido no momento da calibração (°C);

δρ_L - desvio estimado em relação às condições da Equação de Tanaka (TANAKA et al.,

2001) ou curva de calibração na estimativa da massa específica do fluido (kg/m³);

 ρ_{Ar} - massa específica do ar no momento da calibração do sistema de infusão (kg/m³);

 $\delta \rho_{Ar}$ - desvio estimado em relação às condições ambientais de validade da Equaçã 4.2

(EURAMET, 2015) na estimativa da massa específica do ar (kg/m³);

 ρ_{ab} - massa específica do ar no momento da calibração da balança analítica (kg/m³);

 ρ_b - massa específica do material dos pesos-padrão utilizados na calibração a balança analítica (kg/m³);

 γ_{seringa} - coeficiente de dilatação volumétrica do material que compõe a seringa (1/°C);

T_{Seringa} - temperatura do material da seringa (°C);

Tref - temperatura de referência da calibração (°C);

t - tempo de duração de cada corrida (s);

δt - desvio relacionado ao tempo de acionamento da bomba e o efetivo início do bombeamento (s);

 δQ - desvio aleatório relacionado à repetibilidade das medições de vazão (m³/s);

h_r - umidade relativa;

P - pressão atmosférica;

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0266	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	6,0000	0,4506
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0266	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	6,0000	0,4506
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0550
4	T_L	°C	25,5245	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0005
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,3678	1,7321	0,0000	0,2123	999.999	0,0010
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	23,0491	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0000
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0249	1,7321	0,0000	0,0144	999.999	0,0001
9	P	hPa	1.012	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0000
10	h_r	%	37,3333	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0001
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0000
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,0415
16	t	min	42,5468	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999.999	0,0003
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0001

Tabela B.1 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 0,20248 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(x _i)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0318	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7,0000	0,2835
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0319	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7,0000	0,2835
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7,0000	0,2835
4	T_L	°C	25,9681	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0032
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0245	1,7321	0,0000	0,0142	999.999	0,0005
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,9113	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0002
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0010	1,7321	0,0000	0,0006	999.999	0,0000
9	P	hPa	1.012,7143	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0000
10	h_r	%	36,7143	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0002
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0010
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0000
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,5165	-1,0000	0,0000	6	0,1299
16	t	min	17,2189	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0143
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.2 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 5.1632 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0278	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7	0,3032
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0280	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7	0,3032
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7	0,3032
4	T_L	°C	25,3097	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0068
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0245	1,7321	0,0000	0,0142	999.999	0,0010
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	24,8020	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0004
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0008	1,7321	0,0000	0,0005	999.999	0,0001
9	Р	hPa	1.015	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	36	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0001
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0019
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_{_b}$	kg/m³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,5165	-1,0000	0,0000	6	0,0498
16	t	min	17,1628	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0301
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.3 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 10,124 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0364	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	6	0,2473
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0371	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	6	0,2473
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999.999	0,0302
4	T_L	°C	25,3038	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0197
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,8826	1,7321	0,0000	0,5096	999.999	0,0999
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,6812	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0013
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0046	1,7321	0,0000	0,0027	999.999	0,0009
9	P	hPa	1.0201	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0002
10	h_r	%	51,6667	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0004
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0057
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0002
14	$ ho_{b}$	kg/m ³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,2551
16	t	min	6,1755	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999.999	0,0916
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.4 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 2 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0465	0,0000	2,1147	0,0002	0,0000	5	0,2153
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0468	0,0000	2,1147	-0,0002	0,0000	5	0,2153
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0002	0,0000	5	0,2153
4	T_L	°C	23,6775	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0079
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,3678	1,7321	0,0000	0,2123	999.999	0,0168
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	23,6765	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0005
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0023	1,7321	0,0000	0,0013	999.999	0,0002
9	Р	hPa	1.018	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	45,2000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0006
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0021
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_{_b}$	kg/m³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,8693	-1,0000	0,0000	4	0,2176
16	t	min	5,4076	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,1083
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0002	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.5 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 51 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0364	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	6	0,2473
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0371	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	6	0,2473
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999.999	0,0302
4	T_L	°C	25,3038	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0197
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,8826	1,7321	0,0000	0,5096	999.999	0,0999
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,6812	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0013
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0046	1,7321	0,0000	0,0027	999.999	0,0009
9	Р	hPa	1.020,6667	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0002
10	h_r	%	51,6667	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0004
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0057
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0002
14	$ ho_b$	kg/m ³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,2551
16	t	min	6,1755	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999.999	0,0916
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.6 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 100µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0219	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7	0,3964
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0220	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	7	0,3964
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0484
4	T_L	°C	25,9821	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999999	0,0032
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,9571	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999999	0,0002
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0016	1,7321	0,0000	0,0009	999999	0,0000
9	Р	hPa	1010,1429	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999999	0,0000
10	h_r	%	40,0000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0002
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999999	0,0010
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999999	0,0000
14	$ ho_{_b}$	kg/m³	8000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	9999999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,5165	-1,0000	0,0000	6	0,1496
16	t	min	20,6572	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999999	0,0045
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000

Tabela B.7 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 3,0966 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0402	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	8	0,0942
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0410	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	8	0,0942
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	8	0,0942
4	T_L	°C	25,1363	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999999	0,0078
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,8581	1,7321	0,0000	0,4954	999999	0,0386
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,1046	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999999	0,0005
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0012	1,7321	0,0000	0,0007	999999	0,0001
9	P	hPa	1014	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999999	0,0001
10	h_r	%	45	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0001
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999999	0,0022
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999999	0,0001
14	$\overline{ ho_b}$	kg/m³	8000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,4288	-1,0000	0,0000	7	0,5957
16	t	min	8,2591	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999999	0,0723
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999999	0,0000

Tabela B.8 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 78,964 µL/min.
	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0432	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	8	0,1024
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0448	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	8	0,1024
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	8	0,1024
4	T_L	°C	24,8789	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0169
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,4413	1,7321	0,0000	0,2548	999.999	0,0429
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	24,8104	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0011
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0006	1,7321	0,0000	0,0004	999.999	0,0001
9	Р	hPa	1.011	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0002
10	h_r	%	35	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0001
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0047
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0002
14	$\overline{ ho_{_b}}$	kg/m³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,4288	-1,0000	0,0000	7	0,4718
16	t	min	8,2601	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,1547
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.9 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de solução de Glicerina 78% para a vazão de 154,832 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0268	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	8	0,1308
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0268	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	8	0,1308
3	$M_{\scriptscriptstyle E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0160
4	T_L	°C	26	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999999	0,1871
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,4658	1,7321	0,0000	0,2689	999999	0,4836
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,1320	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999999	0,0000
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0011	1,7321	0,0000	0,0007	999999	0,0000
9	Р	hPa	1010	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999999	0,0000
10	h_r	%	34	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999999	0,0000
11	$\gamma_{\scriptscriptstyle Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999999	0,0001
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999999	0,0000
14	$ ho_b$	kg/m³	8000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,4288	-1,0000	0,0000	7	0,0508
16	t	min	20,8440	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999999	0,0007
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000

Tabela B.10 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de Óleo Mineral Leve para a vazão de 2 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n _i	
1	M_{i}	kg	0,0253	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	6	0,0467
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0256	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	6	0,0467
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	6	0,0467
4	T_L	°C	25,4428	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,6455
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0490	1,7321	0,0000	0,0283	999.999	0,1871
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0001
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0001	1,7321	0,0000	0,0001	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.008	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0000
10	h_r	%	32,3333	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{\scriptscriptstyle Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0005
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0000
14	ρ_{b}	kg/m ³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,0101
16	t	min	7,7542	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0165
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.111 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de Óleo Mineral Leve para a vazão de 51 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	\mathbf{n}_i	
1	M_{i}	kg	0,0223	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	6	0,0299
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0230	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	6	0,0299
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	6	0,0299
4	T_L	°C	25,4183	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,7514
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0245	1,7321	0,0000	0,0142	999.999	0,1093
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0001
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0003	1,7321	0,0000	0,0002	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.008	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0000
10	h_r	%	33	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0006
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0000
14	$ ho_b$	kg/m ³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	$\delta \overline{Q}$	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,0282
16	t	min	7,1766	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0206
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.12 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de Óleo Mineral Leve para a vazão de 100 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u (x <i>i</i>)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0230	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	4	0,3956
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0231	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	4	0,3956
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999.999	0,0483
4	T_L	°C	25,3937	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0007
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,1660	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0001
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0002	1,7321	0,0000	0,0001	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.008,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0000
10	h_r	%	40,5000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0004
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0000
14	$ ho_b$	kg/m³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	3,3068	-1,0000	0,0000	3	0,1565
16	t	min	15,5640	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999.999	0,0026
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.13 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 2,2488 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$U(x_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0227	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	4	0,1116
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0228	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	4	0,1116
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	0,0000	0,0000	4	0,1116
4	T_L	°C	25,3815	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0005
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0490	1,7321	0,0000	0,0283	999.999	0,0001
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,1793	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0001
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0006	1,7321	0,0000	0,0004	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.008,5000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0000
10	h_r	%	41,7500	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{\scriptscriptstyle Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0003
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0000
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	3,3068	-1,0000	0,0000	3	0,6603
16	t	min	20,1766	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0039
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.14 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 4,49768 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$U(x_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0214	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	5	0,2841
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0217	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	5	0,2841
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	5	0,2841
4	T_L	°C	25,3643	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0049
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,3187	1,7321	0,0000	0,1840	999.999	0,0090
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999.999	0,0001
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,2356	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0007
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0010	1,7321	0,0000	0,0006	999.999	0,0001
9	Р	hPa	1.010,2000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	44,2000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{\scriptscriptstyle Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0002
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0028
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,8693	-1,0000	0,0000	4	0,0781
16	t	min	14,3474	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0516
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.15 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 22,4884 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0295	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	5	0,3709
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0295	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	5	0,3709
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999.999	0,0453
4	T_L	°C	28,0023	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0018
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,2942	1,7321	0,0000	0,1699	999.999	0,0030
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	28,2719	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0002
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0006	1,7321	0,0000	0,0003	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.011,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0000
10	h_r	%	43,8000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0005
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0010
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0000
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,8693	-1,0000	0,0000	4	0,2002
16	t	min	15,0412	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999.999	0,0061
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.16 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para a vazão de 5,4248 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$U(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0278	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	7	0,3012
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0281	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	7	0,3012
3	M_{E}	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	7	0,3012
4	T_L	°C	27,8104	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0036
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0490	1,7321	0,0000	0,0283	999.999	0,0010
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	27,5626	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0005
8	$\delta ho_{\scriptscriptstyle Ar}$	kg/m³	0,0000	0,0002	1,7321	0,0000	0,0001	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.017,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	45,1429	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0010
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0021
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_b$	kg/m³	8.000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,4288	-1,0000	0,0000	7	0,0618
16	t	min	19,1209	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0264
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.17 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 10,8496 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0251	0,0000	2,1147	0,0002	0,0000	6	0,2701
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0255	0,0000	2,1147	-0,0002	0,0000	6	0,2701
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0002	0,0000	6	0,2701
4	T_L	°C	27,6738	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0055
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0736	1,7321	0,0000	0,0425	999.999	0,0023
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999.999	0,0001
7	$T_{Ambiente}$	°C	27,4602	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0008
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0001	1,7321	0,0000	0,0001	999.999	0,0000
9	P	hPa	1.017,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	45,8333	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0015
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0032
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$\overline{ ho}_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,0577
16	t	min	6,4868	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,1184
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0002	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.18 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 54,2479 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0334	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	4	0,3391
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0337	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	4	0,3391
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999.999	0,0414
4	T_L	°C	25,7983	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0055
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,2452	1,7321	0,0000	0,1415	999.999	0,0078
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,4471	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0008
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0007	1,7321	0,0000	0,0004	999.999	0,0001
9	Р	hPa	1.008,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	42,2500	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{\scriptscriptstyle Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0005
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0032
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_b$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	3,3068	-1,0000	0,0000	3	0,2415
16	t	min	15,0834	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999.999	0,0206
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.19 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 19,965 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n _i	
1	M_{i}	kg	0,0316	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	7	0,2575
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0319	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	7	0,2575
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	7	0,2575
4	T_L	°C	25,3727	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0047
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,4413	1,7321	0,0000	0,2548	999.999	0,0121
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,1465	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0007
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0021	1,7321	0,0000	0,0012	999.999	0,0002
9	Р	hPa	1.008,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	40,4286	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0002
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0027
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,5165	-1,0000	0,0000	6	0,1236
16	t	min	8,6314	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0832
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.20 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 39,9299 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0325	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	5	0,0812
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0339	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	5	0,0812
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	5	0,0812
4	T_L	°C	25,7566	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0065
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0490	1,7321	0,0000	0,0283	999.999	0,0018
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999.999	0,0001
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,2784	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0010
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0007	1,7321	0,0000	0,0004	999.999	0,0001
9	Р	hPa	1.010,2000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0002
10	h_r	%	46,2000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0005
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0037
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,8693	-1,0000	0,0000	4	0,6112
16	t	min	7,4528	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,1309
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.21 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 199,65 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	$\mathbf{u}(\mathbf{x}_i)$	ni	
1	M_{i}	kg	0,0378	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	4	0,4161
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0379	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	4	0,4161
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	-0,0001	0,0000	999999	0,0508
4	T_L	°C	25,4795	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999999	0,0031
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0245	1,7321	0,0000	0,0142	999999	0,0004
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,2731	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999999	0,0005
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999999	0,0000
9	P	hPa	1.008,2500	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999999	0,0001
10	h_r	%	35,2500	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0002
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999999	0,0018
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999999	0,0001
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	3,3068	-1,0000	0,0000	3	0,0992
16	t	min	15,0333	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999999	0,0117
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999999	0,0001

Tabela B.22 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 9,2947 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	\mathbf{n}_i	
1	M_{i}	kg	0,0369	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	4	0,2878
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0371	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	4	0,2878
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	4	0,2878
4	T_L	°C	25,4795	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0044
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0245	1,7321	0,0000	0,0142	999.999	0,0006
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,3936	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0007
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0001	1,7321	0,0000	0,0001	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.009,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	36,0000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0002
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0025
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_b$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	3,3068	-1,0000	0,0000	3	0,0848
16	t	min	15,4170	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,0432
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.23 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 18,5894 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza em %
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0329	0,0000	2,1147	0,0001	0,0000	8	0,2170
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0337	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	8	0,2170
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0001	0,0000	8	0,2170
4	T_L	°C	25,3570	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999999	0,0093
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0490	1,7321	0,0000	0,0283	999999	0,0026
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999999	0,0001
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,3602	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999999	0,0014
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0002	1,7321	0,0000	0,0001	999999	0,0001
9	Р	hPa	1.010,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999999	0,0002
10	h_r	%	36,6250	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999999	0,0001
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0004
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999999	0,0053
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999999	0,0002
14	$ ho_{_b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,4288	-1,0000	0,0000	7	0,1660
16	t	min	8,6544	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999999	0,1633
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0001	0,0000	999999	0,0000

Tabela B.24 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 92,9470 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0267	0,0000	2,1147	0,0002	0,0000	7	0,2468
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0272	0,0000	2,1147	-0,0002	0,0000	7	0,2468
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0002	0,0000	7	0,2468
4	T_L	°C	25,8561	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999999	0,0076
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,3923	1,7321	0,0000	0,2265	999999	0,0174
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999999	0,0001
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,6284	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999999	0,0011
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0019	1,7321	0,0000	0,0011	999999	0,0003
9	Р	hPa	1.018,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999999	0,0002
10	h_r	%	40,5714	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999999	0,0001
11	$\gamma_{\scriptscriptstyle Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999999	0,0007
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999999	0,0044
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999999	0,0002
14	$ ho_b$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,5165	-1,0000	0,0000	6	0,0419
16	t	min	6,1554	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999999	0,1856
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0002	0,0000	999999	0,0000

Tabela B.25 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 92,9479 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_{i}		Xi	$U(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u (x <i>i</i>)	n i	
1	M_{i}	kg	0,0317	0,0000	2,1147	0,0011	0,0000	8	0,0955
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0324	0,0000	2,1147	-0,0011	0,0000	8	0,0955
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0011	0,0000	8	0,0955
4	T_L	°C	25,6512	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0038
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,1716	1,7321	0,0000	0,0991	999.999	0,0038
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,1459	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0006
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0003	1,7321	0,0000	0,0002	999.999	0,0000
9	Р	hPa	1.018,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	38,3750	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0003
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0022
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,4288	-1,0000	0,0000	7	0,0890
16	t	min	0,9232	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,6135
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0011	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.26 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 800 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0327	0,0000	2,1147	0,0012	0,0000	6	0,0712
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0337	0,0000	2,1147	-0,0012	0,0000	6	0,0712
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	2,1147	-0,0012	0,0000	6	0,0712
4	T_L	°C	25,5817	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,0039
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,1226	1,7321	0,0000	0,0708	999.999	0,0028
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0005	1,7321	0,0000	0,0003	999.999	0,0000
7	$T_{Ambiente}$	°C	24,8978	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,0006
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0006	1,7321	0,0000	0,0004	999.999	0,0001
9	Р	hPa	1.018,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,0001
10	h_r	%	37,0000	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,0000
11	$\gamma_{Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,0002
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,0023
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,0001
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,0000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,0902
16	t	min	0,8607	0,0083	1,7321	0,0000	0,0048	999.999	0,6860
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0012	0,0000	999.999	0,0000

Tabela B.27 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 1200 µL/min.

	Grandezas de Influência	Unidade	Estimativa do valor	Estimativa do semi-intervalo	Fator de Abrangência (Divisor)	Coeficiente de Sensibilidade	Incerteza Padrão	Graus de Liberdade	Contribuição para Incerteza
	\mathbf{X}_i		Xi	$\mathbf{U}(\mathbf{x}_i)$	k	Ci	u(xi)	ni	
1	M_{i}	kg	0,0224	0,0000	2,1147	0,0025	0,0000	6	0,060
2	$oldsymbol{M}_{f}$	kg	0,0234	0,0000	2,1147	-0,0025	0,0000	6	0,060
3	$M_{_E}$	kg	0,0000	0,0000	1,7321	-0,0025	0,0000	999.999	0,007
4	T_L	°C	25,9821	0,2000	2,0000	0,0000	0,1000	999.999	0,003
5	ΔT_L	°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,000
6	$\delta ho_{_L}$	kg/m³	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,000
7	$T_{Ambiente}$	°C	25,8350	1,6000	2,0000	0,0000	0,8000	999.999	0,000
8	$\delta ho_{_{Ar}}$	kg/m³	0,0000	0,0001	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,000
9	Р	hPa	1.011,0000	1,0000	1,7321	0,0000	0,5774	999.999	0,000
10	h_r	%	36,8333	4,4000	2,0000	0,0000	2,2000	999.999	0,000
11	$\gamma_{\scriptscriptstyle Seringa}$	1/°C	0,0000	0,0000	1,7321	0,0000	0,0000	999.999	0,000
12	CL	°C	0,9500	0,1000	1,7321	0,0000	0,0577	999.999	0,002
13	$ ho_{ab}$	kg/m³	1,1858	0,0071	1,7321	0,0000	0,0041	999.999	0,000
14	$ ho_{b}$	kg/m³	8.000,0000	2,0000	1,7321	0,0000	1,1547	999.999	0,000
15	δQ	m³/min	0,0000	0,0000	2,6487	-1,0000	0,0000	5	0,432
16	t	min	0,3948	0,0042	1,7321	0,0000	0,0024	999.999	0,434
17	δt	min	0,0017	0,0000	1,7321	0,0025	0,0000	999.999	0,000

Tabela B.28 - Componentes de incerteza utilizadas para estimativa da incerteza do sistema de infusão de água deionizada para vazão de 2400 µL/min.