



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

Lucas de Souza Ribeiro

Desenvolvimento e teste de uma plataforma de
Hardware para detecção de adulteração em leite baseada em reflexão
difusa do infravermelho próximo

Londrina
2015



Lucas de Souza Ribeiro

Desenvolvimento e teste de uma plataforma de hardware para detecção de adulteração em leite baseada em reflexão difusa do infravermelho próximo

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da Universidade Estadual de Londrina para obtenção do Título de Mestre em Engenharia Elétrica.

Área de concentração: Sistemas Eletrônicos
Especialidade: Instrumentação Eletrônica

Orientador:
Prof. Dr. José Alexandre de França

Londrina, PR
2015

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UEL

Ribeiro, Lucas de Souza.

Desenvolvimento e teste de uma plataforma de hardware para detecção de adulteração em leite baseada em reflexão difusa do infravermelho próximo / Lucas de Souza Ribeiro. - Londrina, 2015.
59 f. : il.

Orientador: José Alexandre de França.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica) - Universidade Estadual de Londrina, Centro de Tecnologia e Urbanismo, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica, 2015.

Inclui bibliografia.

1. Instrumentação Eletrônica - Teses. 2. Espectroscopia NIR - Teses. 3. Sensores de InGaAs - Teses. I. França, José Alexandre de. II. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Tecnologia e Urbanismo. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica. III. Título.

Lucas de Souza Ribeiro

Desenvolvimento e teste de uma plataforma de
Hardware para detecção de adulteração em leite baseada em reflexão difusa do
infravermelho próximo

BANCA EXAMINADORA

Orientador: Prof. Dr. Jose Alexandre de França
Universidade Estadual de Londrina - UEL

Prof. Dr. Newton da Silva
Universidade Estadual de Londrina - UEL

Prof. Dr. Flavio Henrique Vasconcelos
Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG

Londrina, 7 de outubro de 2015

A Deus, por estar sempre ao meu lado para me ajudar e me guiar pelo caminho certo.

Agradecimentos

Agradeço a Deus, em primeiro lugar, pela oportunidade de trabalhar em algo que me satisfaz e que me dá prazer. Ao Professor Dr. José Alexandre de França pela oportunidade que me deu de ser seu orientado, pela paciência e ajuda para a realização do trabalho de mestrado. Aos colegas de laboratório, colegas das disciplinas cursadas, professores do departamento de Engenharia Elétrica da UEL, por toda a ajuda referente à compreensão sobre eletricidade e circuitos eletrônicos. Ao professor Dr. Dari de Oliveira Toginho, a Ma. Ana Lúcia Felício e a Professora Dra. Elisa Yoko Hirooka pelo suporte teórico sobre óptica e espectroscopia NIR. Aos familiares e todos que contribuíram diretamente ou indiretamente para a realização deste trabalho.

Resumo

Geralmente, a verificação de adulteração do leite com água é realizada por crioscópios. Entretanto, estes equipamentos podem apresentar resultados errôneos quando outros adulterantes, e.g. ureia, são adicionados no leite. Uma das técnicas que podem contornar esta dificuldade é a espectroscopia do infravermelho próximo. O desenvolvimento de um instrumento baseado nesta tecnologia é uma tarefa desafiadora devido a influência de fatores externos e baixa relação sinal-ruído. Este trabalho apresenta uma plataforma de hardware baseado em espectroscopia do infravermelho próximo por reflexão difusa. Ele pode ser utilizado para determinar a concentração de substâncias em amostras sólidas ou líquidas que apresentem reflexão difusa. Um sistema óptico de condensação foi desenvolvido com lentes fixas para aumentar a relação sinal-ruído do equipamento. LEDs com espectros de emissão específicos foram utilizados como fonte luminosa. Além disso, um sensor de InGaAsSb, que possui resposta rápida e boa sensibilidade ao espectro do infravermelho próximo, foi utilizado para detectar a luz refletida difusamente. Testes com o protótipo e amostras de leite adulteradas com água foram realizados. Os resultados apresentaram coeficientes de determinação altos, maiores que 0.99. Portanto, o equipamento pode ser utilizado para detectar adulteração em leite. Para isso, a resposta do sistema para outras variáveis como composição química do leite e a adição de outros adulterantes diferentes de água precisa ser analisada.

Abstract

Generally, the verification of water adulteration in milk is performed with cryoscopes. However, these equipments may present inaccurate results when other adulterants, e.g. urea, are added to milk. One of the techniques able to overcome situations in which the cryoscopes fails to detect fraud is the near-infrared spectroscopy. The development of an instrument based on this technology is challenging due to the influence of external factors and low signal-to-noise ratio. This paper presents a hardware platform based on near-infrared diffuse reflectance spectroscopy. It can be used to determine concentration of substances in solid and liquids samples that present diffuse reflectance. An optical condenser system was developed using fixed lenses to increase signal-to-noise ratio. LEDs with specific spectral emission were used as light source. In addition, InGaAsSb sensor, which present rapid response and good sensibility to the near-infrared spectrum, were used to detect diffusely reflected light. The designed instrument was tested with milk samples adulterated with water. The results presented high coefficients of determination, higher than 0.99. Therefore the developed system may be used for milk adulteration detection. For that matter, the system response for others variables as milk composition and addition of adulterants other than water must be studied.

Sumário

Lista de Figuras

| | | |
|-----------|---|-----------|
| 1 | Introdução | 1 |
| 1.1 | Objetivos | 3 |
| I | Fundamentação teórica | 5 |
| 2 | Espectroscopia NIR | 6 |
| II | Metodologia | 9 |
| 3 | Protótipo Proposto | 10 |
| 3.1 | Sistema óptico de detecção e sistema de emissão de radiação NIR | 11 |
| 3.1.1 | Sistema óptico | 11 |
| 3.1.2 | Emissão de NIR | 17 |
| 3.1.3 | Circuito de acionamento dos LEDs | 18 |
| 3.2 | Circuito de condicionamento de sinal para detecção de NIR | 20 |
| 3.2.1 | Circuito do estágio de entrada | 21 |
| 3.2.2 | Estágio de detecção de sinal AC | 22 |
| 3.2.3 | Estágio de detecção síncrona | 23 |
| 3.2.4 | Estágio de Ganho e <i>offset</i> | 25 |
| 3.2.5 | Procedimento de medida | 26 |
| 3.3 | Sistema de controle de temperatura | 26 |
| 3.4 | Conclusões do capítulo | 29 |

| | |
|---|-----------|
| III Resultados | 30 |
| 4 Protótipo desenvolvido | 31 |
| 4.1 Conclusões do capítulo | 34 |
| 5 Teste de estabilidade de temperatura | 36 |
| 5.1 Conclusões do capítulo | 38 |
| 6 Experimento de adulteração do leite | 39 |
| 6.1 Conclusões do capítulo | 42 |
| 7 Conclusões | 44 |
| 7.1 Trabalhos futuros | 44 |
| Referências | 46 |

Lista de Figuras

| | | |
|------|--|----|
| 2.1 | Absorção da luz no espectro NIR para diferentes moléculas. Fonte: Process Sensors Corporation | 7 |
| 3.1 | Diagrama de blocos do protótipo. | 10 |
| 3.2 | Esquemático do sistema óptico. A luz refletida pela amostra é direcionada ao fotodetector. | 12 |
| 3.3 | Parte da luz refletida pela amostra é perdida nos espaços entre a amostra e as lentes. | 13 |
| 3.4 | Diagrama do sistema óptico que mostra as variáveis usadas para determinar a intensidade relativa da luz refletida pela amostra sobre o fotodetector. | 14 |
| 3.5 | Intensidade relativa em função da distância D para um sistema óptico com uma lente condensadora. | 16 |
| 3.6 | Intensidade relativa em função das distâncias D e D_{12} para um sistema com duas lentes condensadoras. | 17 |
| 3.7 | Placa com os fotoemissores. Cada par de LEDs emite diferentes comprimentos de onda para a análise das amostras. | 18 |
| 3.8 | Circuito de acionamento dos LEDs emissores de NIR. A corrente de alimentação é ajustada por potenciômetro digital. | 19 |
| 3.9 | Diagrama de blocos do circuito de condicionamento. | 20 |
| 3.10 | Conversor Corrente-tensão. O sinal luminoso é convertido em corrente pelo fotodiodo. Então, a corrente é convertida em tensão pelo circuito. | 21 |
| 3.11 | Filtro Passa-altas utilizado para a detecção de sinal AC. | 23 |
| 3.12 | Circuito do amplificador <i>Lock-in</i> | 24 |
| 3.13 | Circuito do estágio de ganho e <i>offset</i> | 25 |
| 3.14 | Circuito do sinal de <i>offset</i> | 25 |

| | | |
|------|---|----|
| 3.15 | Diagrama de blocos do sistema de controle de temperatura. | 27 |
| 3.16 | Circuito da ponte H desenvolvida. | 27 |
| 3.17 | Fluxograma do controlador PID digital desenvolvido. | 28 |
| 4.1 | Protótipo desenvolvido. | 31 |
| 4.2 | Janela do sistema óptico. | 32 |
| 4.3 | O interior do sistema e seus componentes. | 32 |
| 4.4 | Ponte H e fonte chaveada. | 32 |
| 4.5 | O interior do compartimento do sistema óptico. | 33 |
| 4.6 | Sinal de saída do estágio de entrada (V_A). | 33 |
| 4.7 | Sinal de saída (V_B) do estágio de detecção de sinal AC. | 34 |
| 4.8 | Saída do estágio de detecção síncrona (V_C). | 35 |
| 5.1 | Resposta do sistema de controle de temperatura para o teste de estabilidade. | 37 |
| 5.2 | A resposta do sistema para 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm durante o teste. | 37 |
| 6.1 | A resposta do sistema em função da adulteração do leite para 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm. | 40 |
| 6.2 | Adulteração do leite calculada com base nas medidas de reflectância para 1.200 nm. | 41 |
| 6.3 | Adulteração do leite calculada com base nas medidas de reflectância para 1.450 nm. | 41 |

1 Introdução

Na indústria do leite, crioscópios são utilizados para detectar adulteração do leite com água. Isso é feito pela verificação do ponto de congelamento do leite, que é elevado com a adição de água. Entretanto, estudos indicam que outros tipos de adulterantes podem surtir o efeito contrário (HENNO et al., 2008). Então, testes baseados em crioscópios podem apresentar resultados errôneos e falha na detecção de fraudes. Outra técnica para quantificação de água que pode ser utilizada para detectar adição de água em leite é a Titulação Karl Fischer, que é seletiva a moléculas de H_2O , apresentando alta precisão e exatidão. Porém, a desvantagem dessa técnica é a necessidade de outros componentes químicos para a realização do teste. Essas técnicas precisam de interação direta com a amostra e causam alterações químicas e físicas.

Por outro lado, espectroscopia do infravermelho próximo (NIR) pode ser utilizada para a detecção de fraude em leite e contornar situações em que o teste com crioscópio falharia em detectar a adição de água no leite. Isto é possível devido à habilidade da espectroscopia NIR em detectar a presença de múltiplas substâncias em amostras. Ela é baseada na assinatura espectral da amostra para a absorção do espectro do infravermelho próximo. A presença de substâncias altera como a amostra interage com a luz (VESELÁ et al., 2007; UKIL et al., 2010; RUIZ; CANALS; GOMEZ, 2012; LIANG et al., 2011). Essa técnica pode ser aplicada em amostras com diferentes estados da matéria, e.g. sólido, líquido e gasoso. Geralmente, a reflectância ou transmitância da amostra é analisada. Além disso, ela pode ser utilizada para amostras em estado natural, ou sem preparação (LARRAIN; GUESALAGA; AGOSIN, 2008). A desvantagem da espectroscopia NIR é a calibração dos equipamentos, que podem apresentar a necessidade de métodos sofisticados devido à natureza do sistema a ser modelado, multivariável. Entretanto, na maioria dos casos, isto é contornado por técnicas de Quimiometria que analisam dados de sistemas multivariáveis (OTTO, 1999; NAES et al., 2002).

A composição do leite tem sido estudada por espectroscopia NIR. Laporte e Paquin (1999) analisou quantidade de gordura e proteína em leite por meio da

transmitância do espectro NIR. Densidade da gordura (BRANDÃO et al., 2010), e concentração de proteína e lactose (TSENKOVA et al., 1999; ARTIME et al., 2008; WOO et al., 2011) foram caracterizados por espectroscópios comerciais. Kasemsumran, Thanapase e Kiatsoonthon (2007) investigou a detecção de adulteração com água em leite com a espectroscopia NIR. Neste trabalho, foi utilizada um analisador de reflectância NIR para o espectro de 1100 a 2500 nm. Em outro caso, Brennan et al. (2003) discute sobre o desenvolvimento de um equipamento baseado em espectroscopia NIR para monitoração online de gordura em leite. A transmitância foi analisada para estimar a quantidade de gordura nas amostra de leite.

Grande parte dos pesquisadores envolvidos com espectroscopia NIR utilizam espectroscópios comerciais para a análise de amostras. Nos estudos realizados com estes equipamentos, a análise da resposta espectral de cada amostra é realizada para uma ampla extensão do espectro eletromagnético, com a finalidade de determinar as características de interesse (VESELÁ et al., 2007; UKIL et al., 2010; RUIZ; CANALS; GOMEZ, 2012; LIANG et al., 2011). Entretanto, em alguns casos, não é possível utilizar estes equipamentos para algumas aplicações especiais, porque apresentam sensibilidade a estresses mecânicos, alto custo, e grande volume. Nesses casos, alguns pesquisadores tem desenvolvido diferentes equipamentos baseados em espectroscopia NIR propondo alternativas de menor custo, métodos diferenciados de análise de amostras, equipamentos para aplicações especiais (KALAMATIANOS et al., 2006; YANG et al., 2008; MALINEN et al., 1998; BRENNAN et al., 2003; ZHIHAI et al., 2011; LAUER et al., 2005; FRISH et al., 2010; LI et al., 2010; LARRAIN; GUESALAGA; AGOSIN, 2008).

Alguns dos equipamentos desenvolvidos, em contraste com os comerciais, usam poucos comprimentos de onda do espectro eletromagnético. Nestes casos, os comprimentos de onda observados são escolhidos de acordo com as substâncias a serem detectadas (YANG et al., 2008; MALINEN et al., 1998; LAUER et al., 2005; HUIMIN; MI; JUNHUA, 2007; FILIC; CORLUKA; VALTER, 2005). Isso é feito com a utilização de diodos emissores de luz (LED) e lasers como fontes de luz monocromática. Esses tipos de componentes possuem maior eficiência energética do que as fontes de luz policromáticas, pois cada região do espectro analisado é emitido separadamente. Além disso, fontes policromáticas podem gerar calor. Um exemplo é a lampada halogena, usada nas pesquisas de Brennan et al. (2003), Zhihai et al. (2011) and Larrain, Guesalaga e Agosin (2008).

Em outros casos (BRENNAN et al., 2003; ZHIHAI et al., 2011), sistemas ópticos foram desenvolvidos utilizando tecnologias baseadas em grade de difração, sem

partes móveis. Por consequência, os equipamentos desenvolvidos são menos sensíveis a ruído mecânico. Além disso, Larrain, Guesalaga e Agosin (2008) desenvolveu um dispositivo óptico para análise de amostras em campo, onde o nível de maturação de bagas de uva foi estudado. Os testes foram realizados em conjunto com um espectroscópio portátil e uma fonte de luz. O dispositivo desenvolvido foi utilizado para guiar a luz gerada pela fonte até as bagas de uva. A luz refletida pela fruta é coletada pelo mesmo dispositivo e guiada até o espectroscópio portátil. O processo de maturação pode ser estudado sem interferir no mesmo.

Este trabalho apresenta o desenvolvimento de um protótipo baseado em espectroscopia NIR aplicado a detecção de adulteração com água em leite. Este trabalho ajudará no desenvolvimento de um equipamento que futuramente poderá ser utilizado em laticínios. São apresentados no Capítulo 3 os circuitos eletrônicos e o sistema óptico desenvolvidos. É mostrado que é possível determinar a adulteração em leite com componentes ópticos e eletrônicos comercialmente disponíveis. O protótipo desenvolvido observa somente alguns comprimentos de onda do espectro NIR. Para isso, LEDs com espectros de emissão específicos foram utilizados. O equipamento coleta a luz refletida difusamente pelo leite. Duas lentes fixas foram utilizadas como condensadores de luz. Esse arranjo não necessita de alinhamento ativo como proposto por Kalamatianos et al. (2006). Além disso, a intensidade da luz refletida é medida com o uso de um circuito de detecção síncrona, baseado em amplificador *Lock-in*, que contribui para minimizar o efeito de ruído de sinal. O detector de radiação NIR é um fotodiodo de InGaAsSb (Arsenieto de Índio Gálio e Antimônio). A emissão de NIR é realizada por LEDs, com bandas de emissão centradas em 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm. O protótipo também possui um sistema de controle de temperatura, que minimiza a influência da temperatura ambiente na resposta do equipamento.

Os resultados apresentados na Parte III mostram que o equipamento pode ser utilizado para a detecção de adulteração com água em leite. Foram obtidos coeficientes de determinação altos, maiores que 0,9900. Além disso, o equipamento apresentou baixa incerteza e alta estabilidade para variações de temperatura ambiente.

1.1 **Objetivos**

O objetivo principal da pesquisa é a elaboração e desenvolvimento de um equipamento e estudar a viabilidade do seu emprego em detecção de adulterações em

leite. Para isso, um protótipo baseado em espectroscopia NIR foi desenvolvido e testado. Este equipamento deve ser estável durante variações de temperatura ambiente, apresentar baixa incerteza e coeficientes de determinação altos. Estes parâmetros foram avaliados e apresentados na Parte III deste trabalho.

Além disso, o desenvolvimento do protótipo é apresentado em detalhes com o objetivo de servir como referência para trabalhos futuros, principalmente para a continuação da pesquisa com o intuito continuar o desenvolvimento do equipamento para detecção de adulteração em leite.

Parte I

Fundamentação teórica

2 Espectroscopia NIR

Este capítulo apresenta os conhecimentos fundamentais envolvidos neste trabalho. A base teórica é discutida brevemente. São mostrados os pontos importantes para o entendimento do princípio de funcionamento do equipamento desenvolvido.

Espectroscopia de radiação eletromagnética é uma técnica de medição utilizada para medir valores quantitativos e qualitativos de propriedades de amostras. Ela é baseada na interação entre a amostra e a radiação eletromagnética (e.g. luz). Absorção, transmitância, emissão e reflectância são exemplos de interações que são quantificadas em experimentos de espectroscopia. O espectro eletromagnético é composto por um número infinito de comprimentos de onda e é dividido em regiões (e.g. ultravioleta, visível, infravermelho próximo, infravermelho médio, infravermelho distante, micro-ondas, radio-frequência, etc.). Cada comprimento de onda interage com uma amostra de forma peculiar, dependente da composição química e das propriedades desta substância. O espectroscópio óptico é o instrumento que mede a interação da luz com amostras para vários comprimentos de onda do espectro estudado. Ele apresenta o nível de interação (absorção, reflectância, transmitância, etc.) em função do comprimento de onda. Um exemplo prático é a análise de absorção do espectro visível. Uma amostra avermelhada provavelmente possui uma menor absorção para os comprimentos de onda entre 600 e 700 nm (cor vermelha) do que para os outros comprimentos de ondas do espectro visível.

A espectroscopia do infravermelho próximo estuda a interação da radiação NIR (750 a 2500 nm) com amostras (PASQUINI, 2003). Uma característica peculiar é a natureza desta interação. A luz desta região espectral é convertida, ou absorvida, em energia vibracional pelas moléculas que possuem momento de dipolo, como a água, etanol, benzeno (WILLIAMS; NORRIS, 2001). A Figura 2.1 mostra o comportamento, ou assinatura espectral, de algumas moléculas em função do comprimento de onda. É observável que há picos de absorção em algumas regiões do espectro. Por exemplo, água apresenta maiores níveis de absorção em 1.450 e 1.950 nm, chamadas de *overtones*. Quando as moléculas são expostas a compri-

Common Chemical Groups Easily Measured O-H, C-H and Others

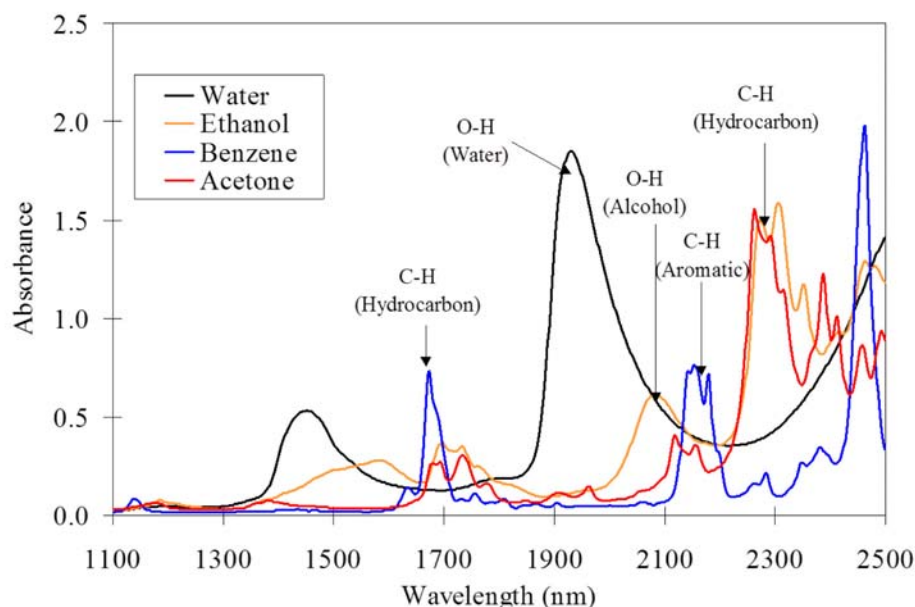


Figura 2.1: Absorção da luz no espectro NIR para diferentes moléculas. Fonte: Process Sensors Corporation

mentos de onda *overtones* do espectro NIR, elas vibram com maior intensidade devido à ressonância entre a radiação e as ligações moleculares. Isto resulta na absorção de NIR. Ao observar o nível de absorção nestas regiões do espectro, é possível quantificar a concentração de moléculas específicas em amostras. Por exemplo, o nível de absorção de radiação 1.450 nm é proporcional à quantidade de água em um conjunto de amostras de leite (mostrado no Capítulo 6).

Neste trabalho, isto foi demonstrado com amostras de leite adulteradas com água. A reflectância, que é inversamente proporcional à absorbância, foi observada para 1.200, 1.450 e 1.750 nm para amostras com diferentes concentrações de água. Os resultados mostrados no Capítulo 6 apresentaram alto coeficiente de determinação entre os valores de reflectância e concentração de água. Isto prova que a técnica proposta pode ser utilizada para quantificar substâncias em amostras. Precauções foram tomadas para a realização do teste, para garantir mínima influencia de fatores distintos, senão da água, sobre a reflectância para 1.200, 1.450 e 1.750 nm. Algumas delas são referentes ao equipamento desenvolvido. Outras, à preparação e composição de amostras. As precauções tomadas tem como objetivo obter um sistema univariável, tornando a validação do equipamento desenvolvido mais fácil. Entretanto, pode-se observar na Figura 2.1 que múltiplas substâncias possuem regiões de *overtone* sobrepostas. Geralmente, a

análise de amostras com espectroscopia NIR engloba a variação de concentração de múltiplas substâncias. Nestes casos, a análise envolve mais de uma variável. Portanto, calibração multivariada é necessária para determinar a concentração de uma substância de interesse.

Em um sistema univariável, é possível determinar a concentração de substâncias somente com uma observação espectral. Como mostrado no Capítulo 6, observando somente 1.200 nm ou 1.450 nm, foi possível o nível de adulteração com água no leite. Regressão linear simples foi utilizada para calibrar o equipamento desenvolvido. Entretanto, é conveniente observar mais pontos do espectro como resultados de contraprova. Isso torna possível detectar situações não abordadas pela calibração realizada.

Em sistemas multivariáveis, mais de uma observação espectral é necessária. O valor mínimo de observações é igual ao número de variáveis não controlados do sistema. Técnicas de quimiometria foram desenvolvidas para obter informações de dados multivariados provenientes de espectroscopia NIR. Elas são baseadas em técnicas matemáticas e de estatística. As mais comuns são a Regressão Linear Múltipla (MLR), Regressão por Componentes Principais (PCR) e Regressão por Mínimos Quadrados Parciais (PLS). Mais informações sobre calibração multivariada é provida por Otto (1999) e Naes et al. (2002).

Nesta pesquisa, o equipamento proposto tem como objetivo detectar a adulteração em leite. Utilizando os princípios de espectroscopia NIR, a reflectância para 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm são quantificados. Mais detalhes sobre Espectroscopia NIR, fundamentos, aspectos práticos e aplicações analíticas, são apresentados por Pasquini (2003) e Williams e Norris (2001).

No próximo capítulo, são apresentados aspectos construtivos, circuitos eletrônicos e o sistema óptico desenvolvidos em função das informações expostas na fundamentação teórica.

Parte II

Metodologia

3 Protótipo Proposto

Este capítulo mostra os detalhes do equipamento desenvolvido. O método utilizado por esta pesquisa envolve a emissão de luz em três regiões de espectro NIR distintos e a análise subsequente da reflectância de uma amostra. Isso é realizado por um sistema de iluminação baseado em LEDs de GaAs emissores de radiação NIR, um fotodiodo de InGaAsSb e um sistema óptico. O sistema de aquisição desenvolvido é mostrado na Figura 3.1. As propriedades das ligações moleculares definem a assinatura espectral de absorção para radiação eletromagnética de uma determinada molécula. Algumas moléculas apresentam picos de absorção em regiões do espectro NIR, como a água, o etanol e o benzeno. Observando estas regiões, é possível aplicar técnicas de instrumentação para determinar a concentração de substâncias em amostras de forma indireta através da luz. Moléculas de água apresentam picos de absorção de radiação NIR em torno de 970 nm, 1.200

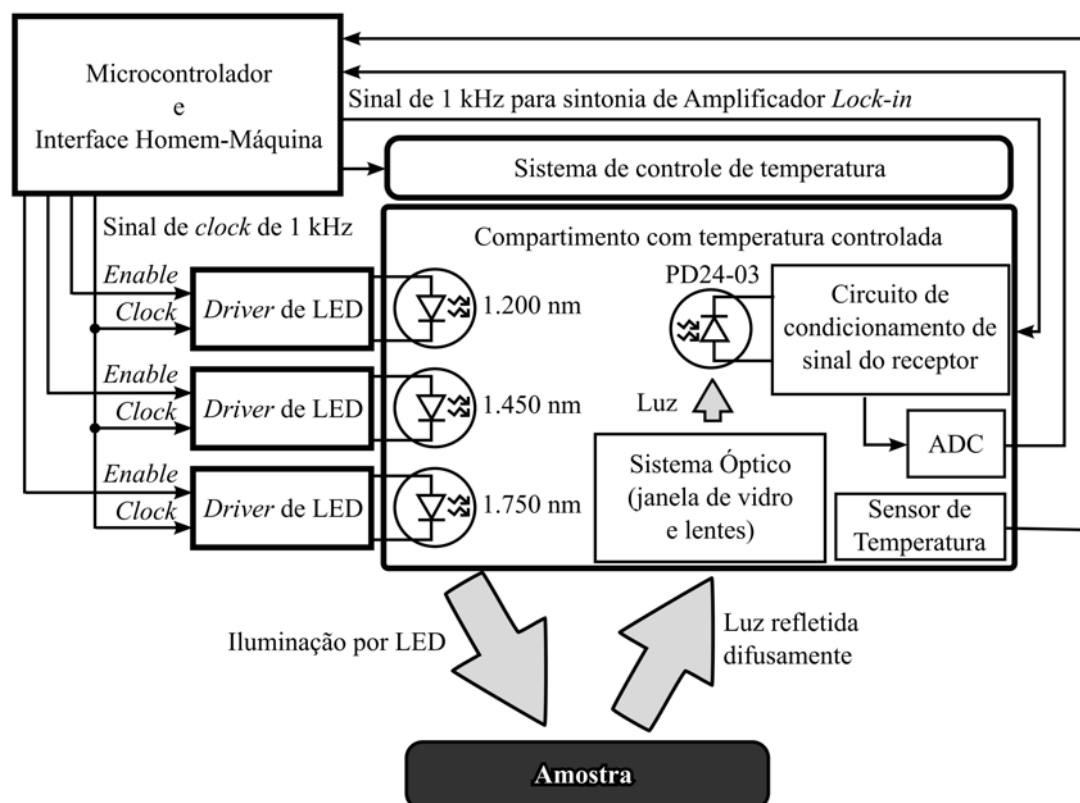


Figura 3.1: Diagrama de blocos do protótipo.

nm, 1.450 nm e 1.940 nm. De acordo com este conceito, um equipamento foi desenvolvido para estudar esse princípio com o intuito de quantificar níveis de adulteração com água em leite.

A quantificação da água adicionada em leite é realizada por um sistema de emissão NIR, um condensador óptico, um circuito detector de radiação NIR e uma unidade de controle (Figura 3.1). Um sistema adicional para o controle de temperatura foi utilizado para minimizar a interferência térmica sobre o sistema de emissão de NIR e o circuito detector. A ativação dos LEDs NIR ocorrem de forma sequencial, e uma técnica de detecção síncrona foi utilizada. A luz emitida pelos LEDs chega à superfície da amostra em teste (Figura 3.1). Parte dessa luz é refletida e detectada pelo fotodetector, causando uma variação de corrente elétrica na sua junção. Esse sinal elétrico passa por um circuito de condicionamento de sinal e a saída deste circuito é digitalizada. O sinal digitalizado é processado e convertido em quantidade de água. A unidade de controle é composta por um microcontrolador ARM Cortex-M0+ MKL25Z128VLK4 da Freescale. Este componente controla todos os módulos do sistema desenvolvido.

Nas seções seguintes, os blocos principais que compõem o sistema desenvolvido são apresentados em detalhes.

3.1 Sistema óptico de detecção e sistema de emissão de radiação NIR

Nesta seção, os componentes do sistema óptico utilizados neste estudo são apresentados, que são o sistema de iluminação baseado em LEDs de GaAs e o sistema de detecção composto por um fotodetector de InGaAsSb e duas lentes esféricas plano-convexas, mostrados na Figura 3.2. Em contraste com os sistemas tradicionais que utilizam prismas ou grades de difração, o protótipo utiliza um sistema óptico sem partes móveis. Este fato contribui para minimizar o efeito de vibrações mecânicas sobre as medidas realizadas pelo protótipo. Além disso, o equipamento faz testes de forma rápida, minimizando o tempo de exposição das amostras ao ambiente, o que contribui para reduzir as influências da umidade e variações de temperatura sobre a amostra analisada.

3.1.1 Sistema óptico

O sistema óptico é composto por um compartimento fechado com os componentes ópticos, de acordo com a Figura 3.2. Foi utilizado uma janela de vidro soda-lime

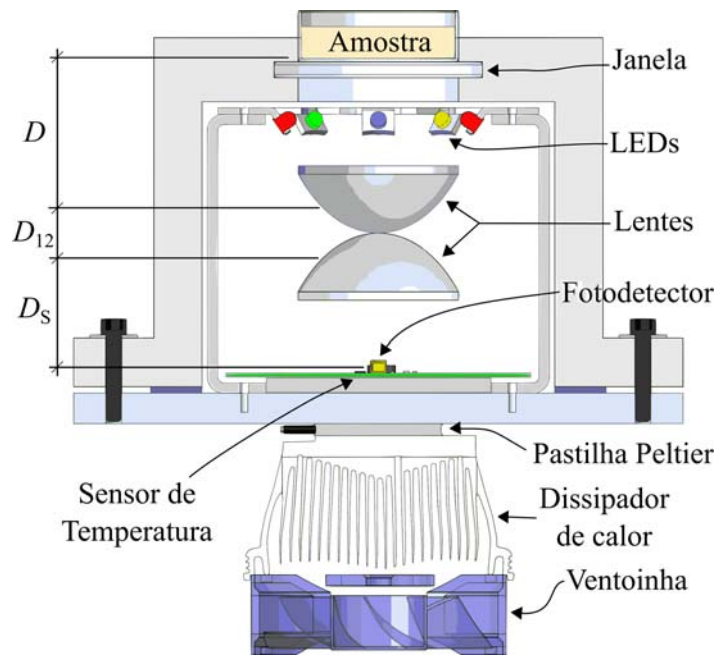


Figura 3.2: Esquemático do sistema óptico. A luz refletida pela amostra é direcionada ao fotodetector.

de 4 mm de espessura, que apresentou transmitância suficiente no espectro NIR. A utilização de outros materiais com transmitância maior no espectro NIR para a janela óptica não foi necessária para a presente aplicação, como mostrado na Parte III. LEDs foram utilizados como fonte de luz. O feixe de luz é direcionado a amostra, e atravessa a janela. Duas lentes convexas foram utilizadas para concentrar a luz refletida difusamente pela amostra. Então, o feixe de luz resultante é sentido pelo fotodetector de InGaAsSb.

Como mostrado na Figura 3.2, os LEDs são posicionados direcionados a amostra. Eles estão dispostos em ângulo, o que minimiza a influência indesejável da reflexão especular produzida por superfícies polidas (janela de vidro, Placa de Petri). Grande parte da reflexão especular é absorvida pelas paredes do compartimento fechado. Portanto, a maior parte da luz que chega até as lentes é luz refletida difusamente pela amostra. Três pares de LEDs foram utilizados, cada um com o espectro de emissão centralizado em comprimentos de onda distintos.

As duas lentes utilizadas no sistema óptico são esféricas condensadoras, modelo ACL5040 da Thorlabs, com diâmetro igual a 50 mm e distância focal de 40 mm. Elas são responsáveis por condensar a luz refletida difusamente pela amostra sobre o fotodetector. Foi utilizado o fotodiodo PD24-03, fabricado pela Roithner-Lasertechnik GmbH, como transdutor de luz em corrente elétrica. Para obter maior quantidade de luz sobre o fotodetector, as distâncias D , D_{12} e D_S , mostradas na Figura 3.2, precisam ser calculadas considerando a perda de luz e o fator de magnificação do sistema de lentes (Figura 3.3).

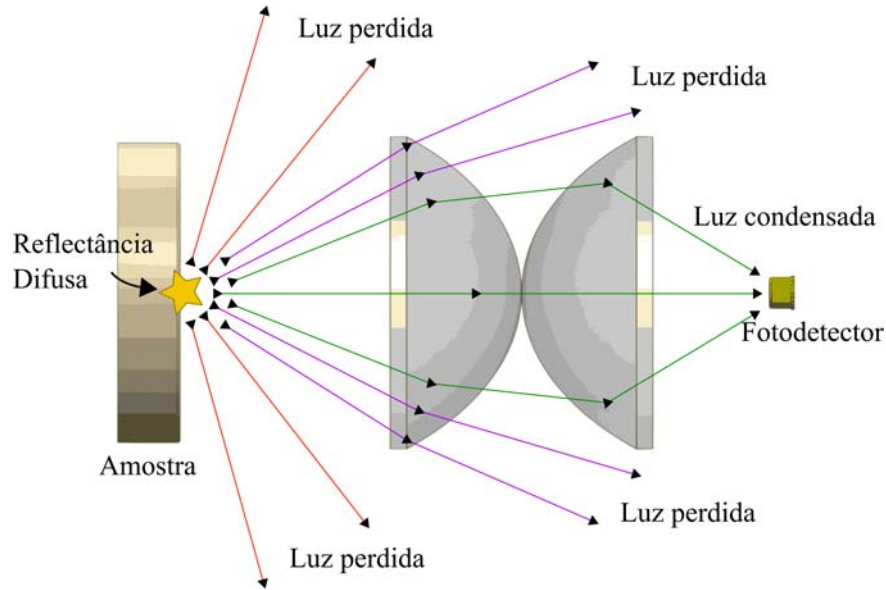


Figura 3.3: Parte da luz refletida pela amostra é perdida nos espaços entre a amostra e as lentes.

Como mostrado na Figura 3.3, parte da luz refletida difusamente é perdida no espaço entre a amostra e a primeira lente, e entre a primeira e a segunda lente. Com o aumento das distâncias D e D_{12} , mais luz é perdida, porém a imagem formada pelas lentes sobre o fotodetector é menor. Então, para achar os valores ótimos de D , D_{12} e D_S , a intensidade relativa da luz que chega ao fotodetector foi modelada.

A Figura 3.4 mostra as variáveis necessárias para modelar a intensidade relativa da luz no fotodetector. A lente 1, próxima aos LEDs, é responsável por formar a imagem da amostra iluminada na posição

$$D_{i1} = \frac{Df_{o1}}{D - f_{o1}}, \quad (3.1)$$

mostrada na Figura 3.4, onde f_{o1} é a distância focal da Lente 1, igual a 40 mm. O fator de magnificação relacionado a esta imagem é dado por

$$M_1 = \frac{-D_{i1}}{D} = \frac{-f_{o1}}{D - f_{o1}}. \quad (3.2)$$

A imagem produzida pela Lente 2 é formada em relação à imagem produzida pela Lente 1. Além disso, A posição desta imagem é a distância D_S , Figura 3.4, onde o fotodiodo é colocado, dada por

$$D_S = \frac{(-D_{i1} + D_{12})f_{o2}}{-D_{i1} + D_{12} - f_{o2}}, \quad (3.3)$$

onde f_{o2} é a distância focal da Lente 2, igual a 40 mm, D_{12} é a distância entre o ponto central das duas lentes, cujo valor mínimo é 14,4 mm, devido às dimensões

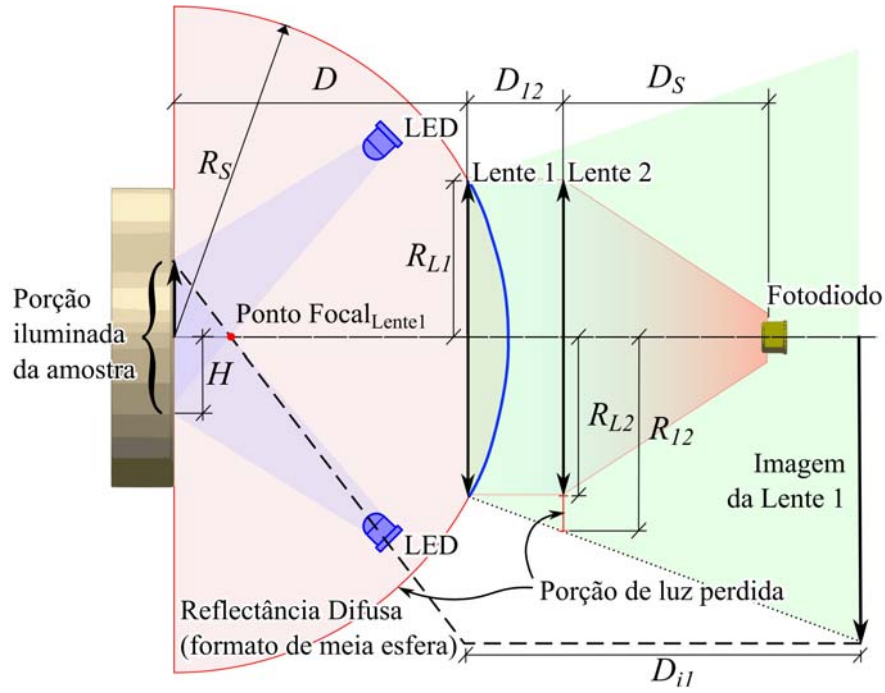


Figura 3.4: Diagrama do sistema óptico que mostra as variáveis usadas para determinar a intensidade relativa da luz refletida pela amostra sobre o fotodetector.

das lentes, e D_{i1} é dado por (3.1). Similar ao valor de M_1 , o fator de magnificação da segunda lente é determinada por

$$M_2 = \frac{-D_{i2}}{-D_{i1} + D_{i2}}. \quad (3.4)$$

A magnificação total do sistema óptico é igual a multiplicação entre (3.2) e (3.4), ou seja,

$$M = M_1 M_2. \quad (3.5)$$

Neste ponto, é importante notar que a intensidade relativa da luz que chega à superfície da Lente 1 diminui proporcional à inversa do valor quadrático da distância entre a amostra e a lente, D . Isto ocorre, porque a luz é refletida difusamente pela amostra, com espalhamento com formato aproximado de uma meia esfera (Figura 3.4). A luz que chega a Lente 1 é uma porção da meia esfera formada pela luz refletida difusamente. A_{r1} relaciona a quantidade de luz refletida com a quantidade que chega a Lente 1. Ela é inversamente proporcional à quantidade de luz perdida mostrada na Figura (3.3) como vetores vermelhos. A_{r1} é igual a

$$A_{r1} = \frac{A_{PS}}{A_{HS}}, \quad (3.6)$$

onde A_{PS} é a porção da área da esfera formada pela luz refletida difusamente que chega a Lente 1, e A_{HS} é a área da meia-esfera formada pela luz refletida

pela amostra. A_{HS} é dada por

$$A_{HS} = 2\pi R_S^2, \quad (3.7)$$

onde R_S é o raio da meia-esfera calculado pelo Teorema de Pitágoras entre D , R_{L1} , que é o raio da Lente 1 (25 mm),

$$R_S = \sqrt{D^2 + R_{L1}^2}. \quad (3.8)$$

A_{PS} é calculada pela integral da superfície da meia-esfera que atravessa a Lente 1,

$$\begin{aligned} A_{PS} &= \int_D^{R_S} 2\pi \sqrt{R_S^2 - r^2} dr, \\ &= \pi R_S^2 \{ \sqrt{2} + \ln[(1 + \sqrt{2})R_S] \} \\ &\quad - \pi [D\sqrt{R_S^2 + D^2} + R_S^2 \ln(D + \sqrt{R_S^2 + D^2})]. \end{aligned} \quad (3.9)$$

Neste ponto, é possível determinar a intensidade relativa da luz, se for utilizada somente uma lente para concentrar a luz sobre o fotodetector. A análise da intensidade relativa da luz no fotodetector para uma lente foi realizada para comparar com o sistema com duas lentes. A intensidade relativa do sistema com uma lente é

$$I_{r1} = \frac{A_{r1}}{M_1}. \quad (3.10)$$

A curva mostrada na Figura 3.5 é (3.10) em função de D , variando de 40 mm a 200 mm. Valores de D menores que 40 mm produzem imagens virtuais por causa da distância focal das lentes (40 mm). A intensidade relativa máxima é obtida em $D = 86$ mm, onde $I_{r1} = 0,064$.

Para um sistema com duas lentes, é necessário estimar a perda de luz entre as duas lentes, mostrada na Figura 3.3 como vetores roxos, para encontrar a equação da intensidade relativa da luz. Utilizando o diagrama de raios (Figura 3.4), é possível achar o raio R_{12} da seção transversal do feixe de luz proveniente da Lente 1, a uma distância D_{12} da Lente 1,

$$R_{12} = \left| \frac{D_{12}(HM_1 - R_{L1})}{D_{i1}} \right| + R_{L1} \quad (D_{i1} > 0), \quad (3.11)$$

e

$$R_{12} = \left| \frac{D_{12}(HM_1 + R_{L1})}{D_{i1}} \right| + R_{L1} \quad (D_{i1} < 0), \quad (3.12)$$

onde H é o raio da porção iluminada da amostra. Os LEDs estão dispostos de tal forma a iluminar uma área com diâmetro de 30 mm. Devido a posição dos LEDs não ser perpendicular em relação à superfície da amostra, a área iluminada

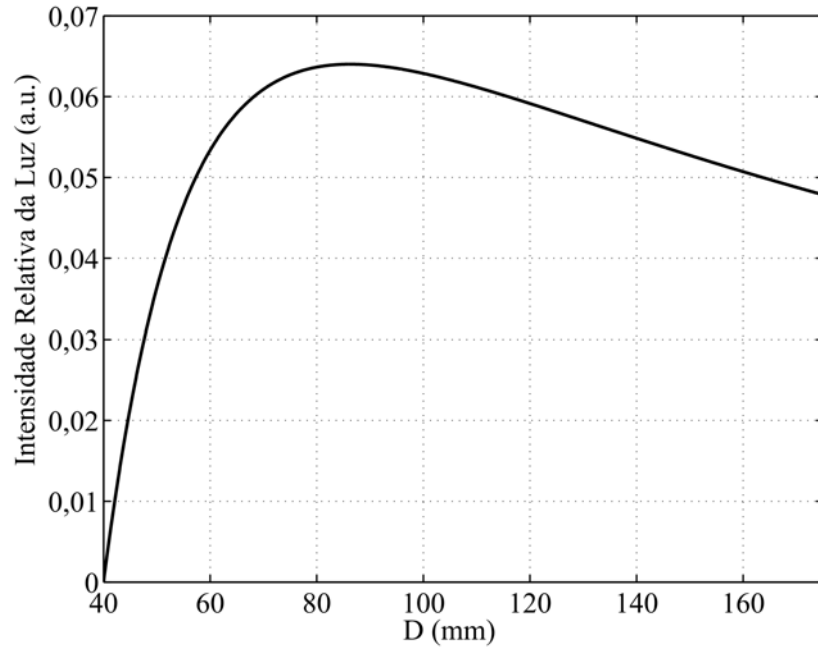


Figura 3.5: Intensidade relativa em função da distância D para um sistema óptico com uma lente condensadora.

apresenta um formato de elipse. Entretanto, foi considerado sendo circular para esta análise, com diâmetro igual a 30 mm. Então, $H = 15$ mm.

O valor que relaciona a área da seção transversal do feixe de luz proveniente da Lente 1, dependente da distância D_{12} , com a perda da luz entre as duas lentes é

$$A_{r2} = \frac{\pi R_{L2}^2}{\pi R_{12}^2}, \quad (3.13)$$

onde R_{L2} é o raio da Lente 2, igual a 25 mm.

Finalmente, usando os resultados obtidos em (3.5),(3.6) e (3.13), a intensidade relativa da luz que chega ao fotodiodo em um sistema com duas lentes é

$$I_r = \frac{A_{r1}A_{r2}}{|M|}. \quad (3.14)$$

A Figura 3.6 mostra a intensidade relativa da luz em função de D e D_{12} . Comparando com o sistema com uma lente, o sistema com duas lentes providencia mais luz ao fotodetector, uma vez que a intensidade relativa máxima é 0,14, contra 0,06. O valor máximo de I_r foi obtido para $D = 40$ mm, $D_{12} = 14.4$ mm e $D_S = 40$ mm.

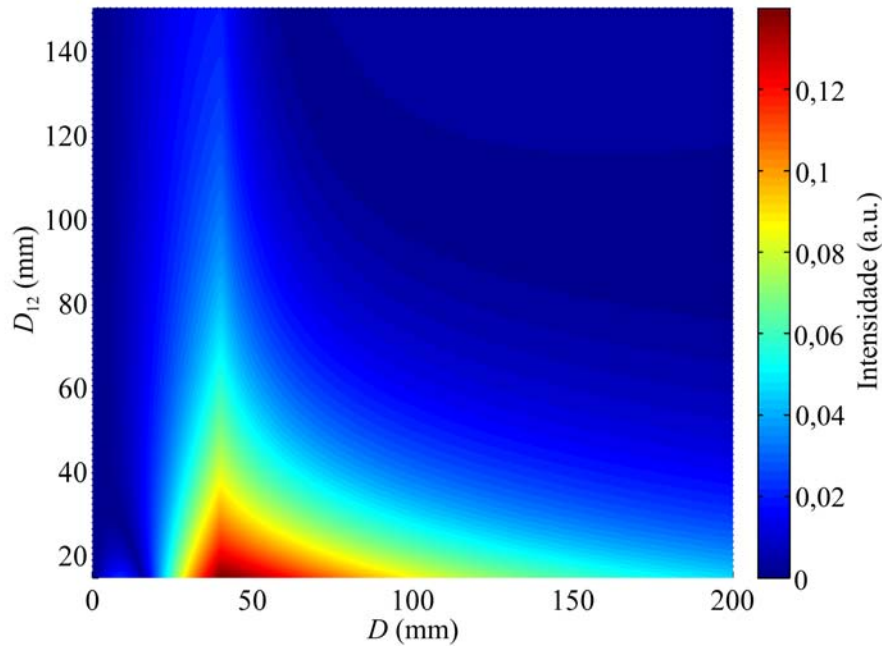


Figura 3.6: Intensidade relativa em função das distâncias D e D_{12} para um sistema com duas lentes condensadoras.

3.1.2 Emissão de NIR

É possível determinar a concentração de uma substância em amostras observando algumas regiões das assinaturas espectrais de absorção. Por exemplo, o equipamento proposto foi utilizado para determinar a quantidade de água adicionada em leite. Para isso, o leite foi iluminado por LEDs com espectros de emissão específicos. Neste caso, foram utilizados três tipos de LEDs, com espectros centrados em 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm. Os comprimentos de onda 1.200 nm e 1.450 nm foram selecionados de acordo com a assinatura espectral da água. A intensidade da luz refletida pela amostra para estes comprimentos de onda são altamente dependentes da concentração da água. A razão para isto é a presença de picos de absorção de alta intensidade para estes comprimentos de onda na assinatura espectral da água. Portanto, é possível concluir que a intensidade da luz refletida pela amostra para 1.200 nm e 1.450 nm é inversamente proporcional à concentração de água no leite. O comprimento de onda 1.750 nm foi utilizado como uma observação adicional da assinatura espectral para ser comparado com as respostas obtidas com 1.200 nm e 1.450 nm.

A placa onde os LEDs foram colocados foi posicionado logo abaixo da janela de vidro (Figura 3.2). Os LEDs foram posicionados fora do caminho entre a luz refletida difusamente pela amostra e a Lente 1. Os LEDs utilizados para determinar a quantidade de água adicionada nas amostras são LED1200-03,

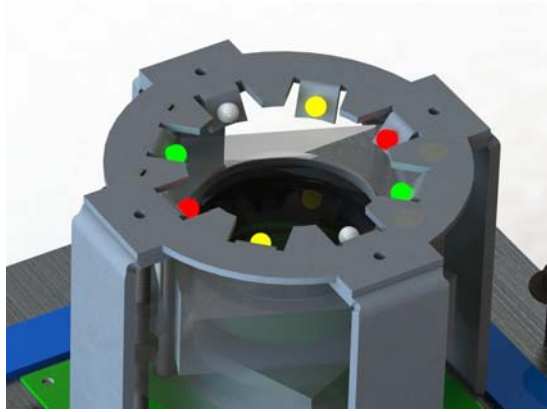


Figura 3.7: Placa com os fotoemissores. Cada par de LEDs emite diferentes comprimentos de onda para a análise das amostras.

LED1450-03 e LED17FC, produzidos pela Roithner-Lasertechnik GmbH. Para aumentar a quantidade de luz refletida, a radiação NIR para cada região do espectro observado é emitida por par de LEDs, como mostrado na Figura 3.7.

Os LEDs estão inseridos dentro do compartimento do sistema óptico mostrado na Figura 3.2. Este compartimento possui temperatura controlada. Portanto, a influência da temperatura ambiente sobre os fotoemissores foi reduzida a níveis desprezíveis. O sistema de controle de temperatura é apresentado na Seção 3.3.

3.1.3 Circuito de acionamento dos LEDs

A Figura 3.8 apresenta o circuito de acionamento utilizado para cada par de LEDs. Um sinal de *clock* impõe a frequência dos pulsos de luz (1 kHz), e o sinal *enable* torna o circuito operacional. Quando estes dois sinais apresentam nível lógico alto (3 V), uma corrente elétrica proporcional à posição do *tap* do potenciômetro digital percorre pelo par de LEDs.

O potenciômetro digital e o resistor de $10\ \Omega$ possuem baixos coeficientes de temperatura, 15 ppm e 100 ppm respectivamente. Quanto menor estes valores forem, menos susceptível o circuito será à mudança de temperatura. Isto minimiza os efeitos térmicos sobre a resposta do sistema, mantendo a corrente que flui através dos LEDs mais estável. O potenciômetro digital MCP4341 e o resistor CRCW2512 de $10\ \Omega$ com tolerância de 1% foram utilizados. Os principais benefícios de utilizar um potenciômetro digital é a possibilidade de ajustar automaticamente a corrente dos LEDs via *software* e aumentar a precisão da quantidade de luz emitida.

A quantidade de luz produzida pelos LEDs é proporcional à corrente que flui

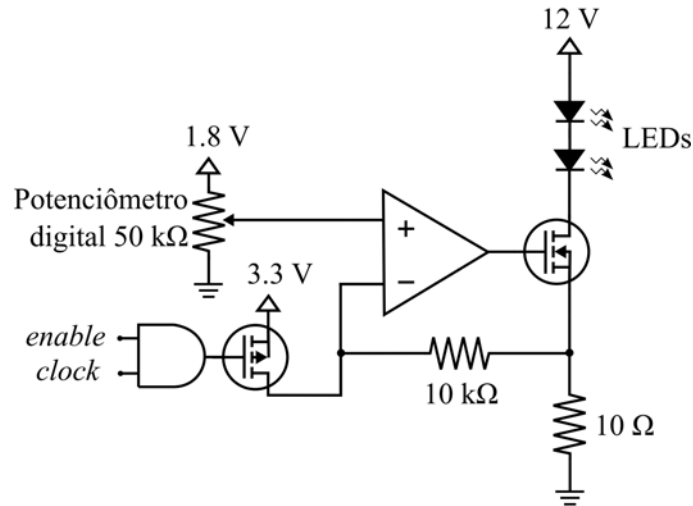


Figura 3.8: Circuito de acionamento dos LEDs emissores de NIR. A corrente de alimentação é ajustada por potenciômetro digital.

por eles,

$$I_{LED} = \frac{703.125 N_{CURRENT}}{500000}, \quad (3.15)$$

onde $N_{CURRENT}$ é a posição do *tap* do potenciômetro digital (0 a 128).

Quando os sinais *clock* e *enable* possuem nível lógico alto (3,3 V), o circuito atua como uma fonte de corrente controlada por tensão. Neste caso, a tensão sobre o resistor de 10Ω é igual à tensão na entrada não inversora do amplificador operacional. Esse valor é controlado pelo potenciômetro digital, que atua como um divisor de tensão resistivo. A corrente que flui pelo MOSFET de canal N e pelos LEDs também percorre pelo resistor de 10Ω , e sua magnitude é dependente somente da tensão controlada pelo potenciômetro digital dividido pela resistência 10Ω .

Por outro lado, com um ou os dois sinais *clock* e *enable* em nível lógico baixo (0 V), o circuito não permite a passagem de corrente pelos LEDs. A tensão na entrada inversora do amplificador operacional é grampeada em aproximadamente 3,3 V. A tensão máxima em que a entrada não inversora pode chegar é 1,8 V, e é dependente do *tap* do potenciômetro digital. Como a tensão na entrada inversora é sempre maior que a tensão na entrada não inversora para este caso, o amplificador operacional opera em saturação com saída 0 volts, pois é alimentado com fonte simples de 3,3 V, ou seja, não-simétrica. Dessa forma, o MOSFET de canal N mantém-se como chave aberta, impossibilitando a passagem de corrente pelos LEDs.

3.2 Circuito de condicionamento de sinal para detecção de NIR

Foi utilizada uma técnica de detecção síncrona para detectar a intensidade de luz desejada, a radiação refletida difusamente pela amostra. Para isto, os LEDs são comutados a uma frequência em que o circuito de condicionamento de sinal está sintonizado. Fontes de luz externas ao equipamento que possuem frequências de comutação diferentes, como o *flicker* de lâmpadas de 60 Hz, interferem de forma desprezível na resposta final do sistema. Isto é realizado por um filtro passa altas, que bloqueia sinais DC em conjunto com um amplificador *Lock-in*. Dessa forma, a influência de luzes externas sobre a resposta do sistema foi minimizada.

Durante a análise da reflectância de cada região espectral, o microcontrolador do sistema gera sinais de *clock* e *enable* para controlar os circuitos de acionamento dos LEDs. Então, o respectivo par de LEDs emite um sinal luminoso pulsado em 1 kHz. O fotodiodo PD24-03 converte a luz pulsada refletida em uma corrente elétrica pulsada. A amplitude desse pulso é proporcional à intensidade da luz refletida pela amostra.

O circuito eletrônico de condicionamento de sinal é dividido em quatro estágios. O principal objetivo deste circuito é a quantificação da amplitude do sinal luminoso que chega ao fotodiodo. A luz é convertida em um sinal elétrico proporcional à sua intensidade. Este sinal é digitalizado por um conversor analógico-digital. O circuito de condicionamento de sinal está representado em blocos na Figura 3.9. Este circuito é ajustado para trabalhar com um sinal de saída entre 0 e 3 volts. A luz NIR que incide sobre o fotodetector gera uma corrente elétrica. Esta corrente é convertida em tensão e aplicada a um filtro ativo passa alta com ganho de 20

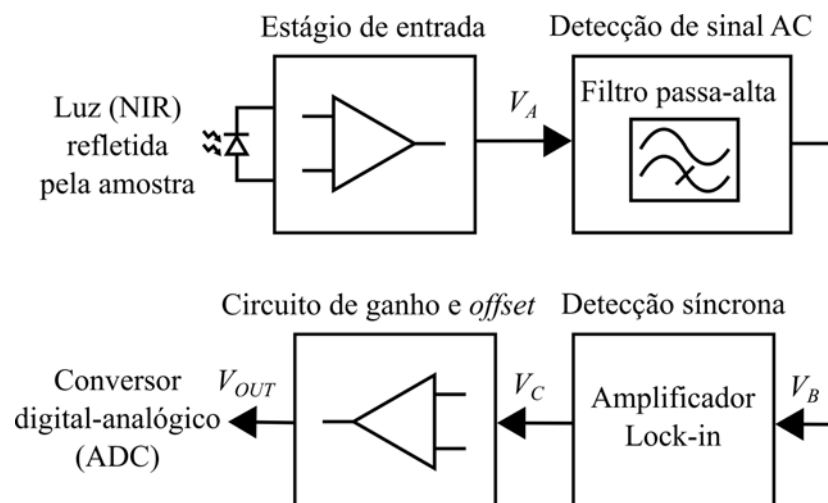


Figura 3.9: Diagrama de blocos do circuito de condicionamento.

dB. Este filtro bloqueia sinais DC. Depois disso, o sinal resultante, porção AC amplificada do sinal de entrada do filtro, é aplicado a um amplificador *Lock-in*. Este circuito minimiza a influência de fontes de luz externas sobre o sistema e atenua ruídos de sinal. Então, o sinal de saída do amplificador *Lock-in* é aplicado ao circuito de ganho e *offset* (Figura 3.9). O potenciômetro digital MCP4341 foi utilizado neste estágio para que o ganho e *offset* possa ser controlado via software. O sinal resultante é digitalizado e processado pelo microcontrolador. O amplificador operacional OPA4277 foi utilizado no primeiro, segundo e terceiro estágio. Este componente foi escolhido por causa da alta rejeição em modo comum (CMRR de 140 dB), baixa corrente de entrada (máximo de 1 nA) e baixa tensão de *offset* (10 μ V). A baixa corrente de entrada é necessária, pois pouca corrente é gerada pelo fotodiodo PD24-03 durante a realização da medida. O amplificador operacional NE5532 foi usado para o estágio de ganho e *offset*. Ele possui um CMRR de 100 dB e 100 μ V de *offset* de entrada. Nas próximas subseções, o circuito de condicionamento será descrito em detalhes.

3.2.1 Circuito do estágio de entrada

O estágio de entrada é um conversor corrente-tensão (Figura 3.10). O sinal de entrada é provido por um fotodiodo de InGaAsSb PD24-03, que detecta a luz refletida pela amostra em teste. O espectro em que o fotodetector é sensível abrange as regiões do espectro observadas (1.200, 1.450 e 1.750 nm). A radiação de cada região observada é emitida por LEDs que iluminam a amostra. O fotodiodo PD24-03 possui responsividade máxima de 1,1 A/W. Por causa da baixa potência de emissão dos LEDs (máximo de 2mW para o LED17FC), baixa quantidade de luz chega ao fotodiodo. Isto causa a geração de um sinal de corrente

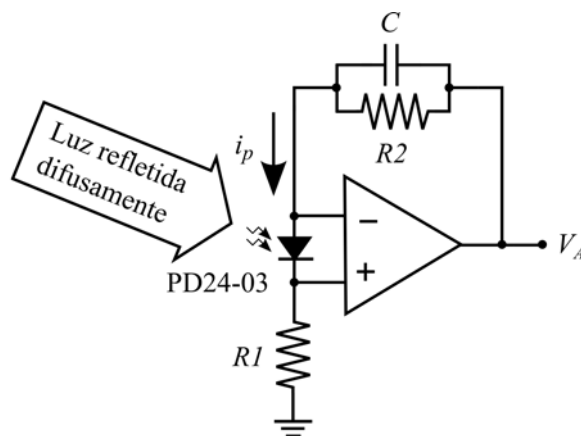


Figura 3.10: Conversor Corrente-tensão. O sinal luminoso é convertido em corrente pelo fotodiodo. Então, a corrente é convertida em tensão pelo circuito.

de baixa amplitude, na ordem de centenas de nanoamperes. O fotodiodo produz a corrente i_p (referenciada na Figura 3.10) que flui através do circuito formado pelos dois resistores e o fotodiodo. Isto gera uma tensão

$$V_A = i_p(R1 + R2), \quad (3.16)$$

onde $R1$ e $R2$ são resistores de 470 k Ω .

A corrente i_p é dada pela subtração entre a corrente de escuro e a corrente produzida pela conversão de luz, $i_p = i_{light} - i_{dark}$. A corrente de escuro é produzida mesmo quando não há luz chegando ao fotodetector. Isto ocorre devido às propriedades do fotodiodo e esta corrente é proporcional a tensão reversa. A topologia de conversor corrente-tensão utilizada impõe idealmente zero volts de tensão reversa sobre o fotodiodo. Neste caso, i_{dark} possui valor zero e V_A assume valores positivos. Entretanto, em casos reais, a corrente de escuro pode adicionar um *offset* ao sinal V_A . Alguns fatores, como temperatura e tensão reversa, contribuem para variações de i_{dark} .

O capacitor C foi utilizado para minimizar ruídos de alta frequência, uma vez que baixíssima corrente é convertida em tensão. Distúrbios na ordem de nanoamperes através dos resistores e fotodiodo resultam em ruído na ordem de milivolts.

3.2.2 Estágio de detecção de sinal AC

O sinal de saída do primeiro estágio (V_A) é sensível a todo sinal de luz que chega ao fotodiodo e é susceptível à corrente i_{dark} e interferências eletromagnéticas (EMI). O objetivo do circuito de condicionamento é detectar a intensidade da luz refletida pela amostra, provida pelos LEDs do protótipo. Portanto, as influências de luz externa, corrente de escuro e EMI precisam ser minimizados. Para isso, filtros e um amplificador *Lock-in* foram utilizados. A topologia de amplificador *Lock-in* utilizado neste protótipo necessita exclusivamente de sinais AC de entrada para o correto funcionamento. Conseqüentemente, qualquer nível DC do sinal V_A é bloqueado pelo estágio de detecção de sinal AC. Isto é realizado por um filtro Passa-Alta de segunda Sallen-Key (Figura 3.11). O filtro possui resposta Chebyshev com *ripple* de 3 dB. A determinação da ordem do filtro, topologia do circuito e o tipo de resposta foi realizada de acordo com o número máximo de amplificadores operacionais a ser usado, requerimento de amplificação e predefinição da banda de rejeição e banda de passagem.

Foi definido que previamente que o circuito estava limitado a conter um am-

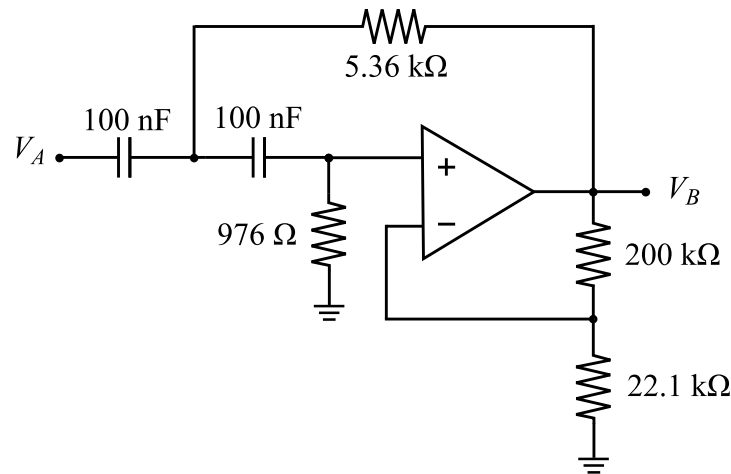


Figura 3.11: Filtro Passa-altas utilizado para a detecção de sinal AC.

plificador operacional. Além disso, o circuito deve ter ganho de 20 dB, para amplificar a porção AC do sinal V_A . Por atender essas necessidades e pela facilidade de implementação, a topologia Sallen-Key foi escolhida. Ela é utilizada para o desenvolvimento de diferentes filtros ativos de segunda ordem (filtros Passa-Baixas, Passa-Faixas e Passa-Altas). O filtro desenvolvido possui frequência de corte de -3 dB de 500 Hz e banda de rejeição de -40dB em 55 Hz. Para obter estas características, foi utilizada a resposta Chebyshev com 3 dB de *ripple*. Com isso, os valores de resistores e capacitores foram definidos. A banda de rejeição e a frequência de corte do filtro foram definidas levando em consideração a frequência dos pulsos luminosos produzidos pelos LEDs (1 kHz) e a minimização do ruído de rede de 60 Hz.

O sinal de saída do filtro pe tratado pelo estágio de detecção síncrona apresentado na próxima subseção.

3.2.3 Estágio de detecção síncrona

O objetivo deste estágio é gerar um sinal proporcional à intensidade da luz refletida pela amostra sob teste. O sinal de entrada (V_B) pode consistir em uma soma ruído provocado por EMI, *flicker* de luz ambiente e o sinal pulsado refletido pela amostra. A luz pulsada é produzida pelos LEDs com frequência de 1kHz.

Um amplificador *Lock-in* foi utilizado para detectar o sinal de interesse (1kHz) de V_B . A vantagem deste circuito é a capacidade de detectar um sinal AC mesmo quando a relação sinal-ruído é muito baixa (e.g. ruído 100.000 vezes maior que o sinal). Isto é alcançado pelo principio de funcionamento baseado em que qualquer sinal AC é composto por uma soma de senoides cuja as integrais de cada uma resulta em zero. No amplificador *Lock-in*, o sinal a ser detectado é multiplicado por

um sinal com a mesma frequência e fase, resultando em um sinal retificado. Neste caso, somente a frequência retificada possui integral diferente de zero. Então, o resultante da multiplicação é filtrado por um filtro Passa-baixa com frequência de corte em 10 Hz. Isto atenua ruídos e resulta no valor médio do sinal resultante da multiplicação. O resultado é o sinal V_C , proporcional à intensidade da luz refletida pela amostra.

A Figura 3.12 mostra o circuito usado para implementar o amplificador *Lock-in*. Ele consiste em dois amplificadores em paralelo com 2 V/V (circuito A) e -2 V/V (circuito B) de ganho, um seletor de saída e um filtro Passa-baixa. Os dois amplificadores e o seletor de saída é um circuito integrado AD630 da Analog Devices. Este componente é utilizado para sintetizar a multiplicação entre o sinal de entrada e um sinal de onda quadrada fictício com 2 V/V de amplitude. Quando o sinal Ref (da Figura 3.12) está em estado lógico baixo (zero volts), o AD630 multiplica o sinal de entrada por 2 V/V. Caso contrário, o sinal de entrada é multiplicado por -2 V/V (Ref com 3,3 volts). O sinal aplicado ao seletor de saída é uma onda quadrada de 1 kHz produzida pelo microcontrolador, com fase ajustada em 180° em relação ao sinal *Clock* da Figura 3.8. Mais detalhes sobre o funcionamento de amplificadores *Lock-in* é apresentado por Schnell (1993).

O sinal de saída do estágio de detecção síncrona é a entrada do estágio de ganho e *offset* apresentado na próxima subseção.

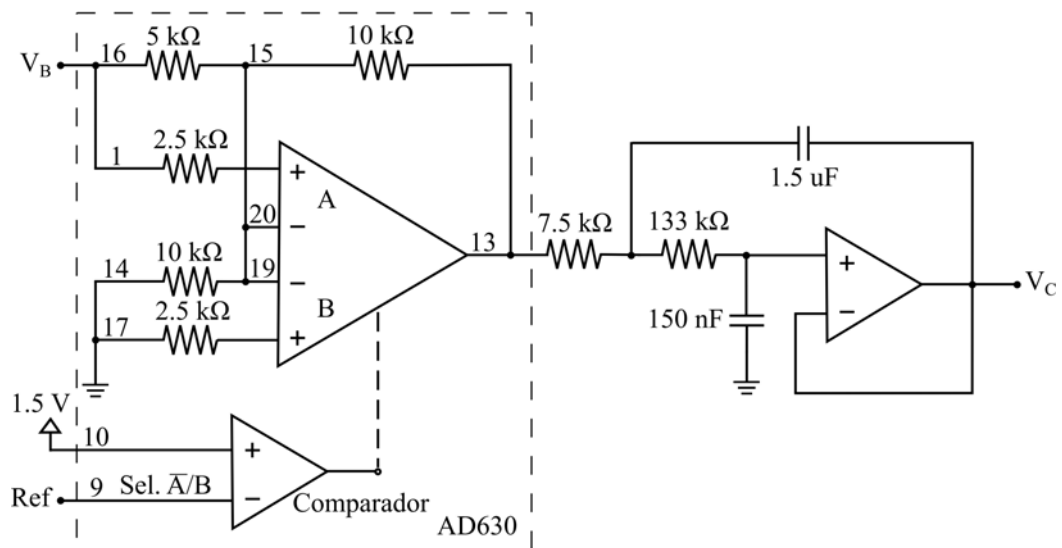


Figura 3.12: Circuito do amplificador *Lock-in*.

3.2.4 Estágio de Ganho e *offset*

O estágio de ganho e *offset* é responsável por ajustar o sinal V_C a níveis desejados para medida. O ganho e *offset* aplicado a V_C é limitado aos valores de tensão de entrada máximo e mínimo do conversor analógico-digital (ADC, MCP3204 da Microchip Technology Inc.). O ADC é utilizado para medir o sinal de saída deste estágio, V_{OUT} . O circuito utilizado é apresentado pela Figura 3.13, cujo sinal de saída é

$$V_{OUT} = (V_C + V_{OFFSET}) \left(\frac{2000 + N_{GAIN}390.625}{1000} \right), \quad (3.17)$$

onde V_C é a saída do amplificador *Lock-in*, N_{GAIN} é o *tap* do potenciômetro digital (valor inteiro de 0 a 128) e V_{OFFSET} é um sinal de tensão produzido pelo circuito apresentado na Figura 3.14. O valor de V_{OFFSET} é controlado por dois potenciômetros digitais com 129 posições de *tap* (0 a 128). V_{OFFSET} é dado por

$$V_{OFFSET} = -\frac{3.3N_{COARSE}}{128} - \frac{3.3N_{FINE}}{12800}, \quad (3.18)$$

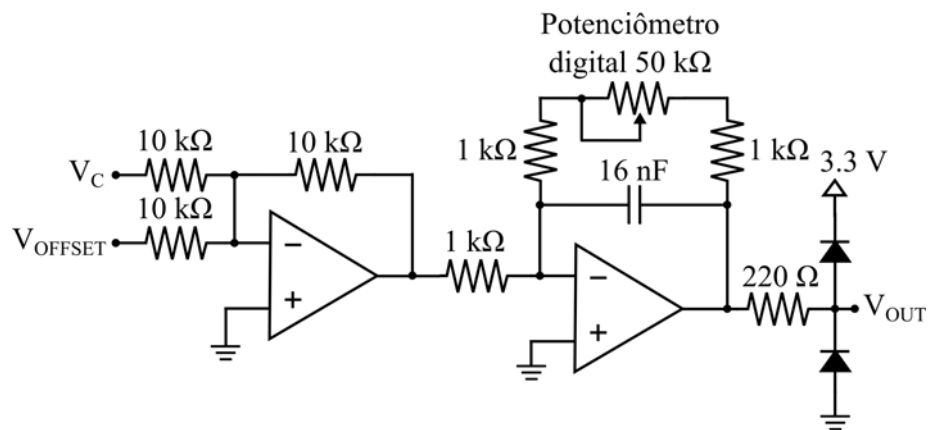


Figura 3.13: Circuito do estágio de ganho e *offset*.

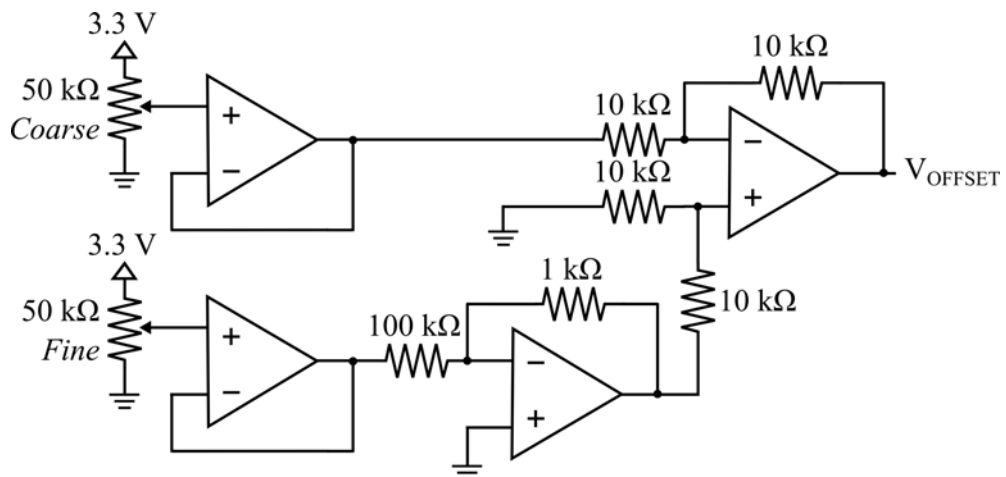


Figura 3.14: Circuito do sinal de *offset*.

onde N_{COARSE} e N_{FINE} é a posição dos *taps* dos potenciômetros digitais.

V_{OUT} é a saída do circuito de condicionamento de sinal. Ele é um sinal DC com valor proporcional à reflectância da amostra para a observação espectral analisada (1.200, 1.450 ou 1.750 nm).

3.2.5 Procedimento de medida

Durante a análise de uma amostra, a ativação sequência dos LEDs é realizada. Primeiramente, o par de LEDs referente a 1.200 nm é ativado. A luz pulsada de 1.200 nm permanece ativada durante 300 ms. Como apresentado anteriormente, os pulsos tem frequência de 1 kHz. O circuito de condicionamento detecta a luz refletida pela amostra. A intensidade da luz refletida é proporcional à reflectância da amostra para 1.200 nm. A amplitude do sinal V_{OUT} é convertida por um ADC e salva para análise posterior. Então, o mesmo ciclo descrito acima ocorre em sequência para os LEDs de 1.450 nm e 1.750 nm.

Os valores de $N_{CURRENT}$, N_{COARSE} , N_{FINE} e N_{GAIN} são ajustados automaticamente antes da medida de reflectância de cada observação do espectro eletromagnético. Portanto, para cada par de LEDs há uma configuração específica do circuito do protótipo, ajustadas pelos potenciômetros digitais.

Na análise de uma amostra, o sistema adquire três valores de V_{OUT} , um para cada observação espectral. Estes valores foram nomeados V_{1200} , V_{1450} e V_{1750} para 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm respectivamente.

3.3 Sistema de controle de temperatura

O fotodiodo PD24-03 produzido pela Roithner Lasertechnik é feito sobre um substrato de InGaAsSb e é sensível a radiação NIR. Mudanças de temperatura na sua junção causa variação na corrente de escuro e variação na sensibilidade. Além disso, os LEDs utilizados no protótipo também são sensíveis a variações térmicas, resultando em variações de intensidade de luz emitida e desvio do comprimento central do espectro de emissão. Por causa disto, um sistema de controle de temperatura foi desenvolvido.

Os LEDs, o sistema óptico e o circuito de condicionamento foram alocados dentro de um compartimento hermeticamente fechado e com controle de temperatura. Isto contribui para a imunidade do sistema contra variações da temperatura externa e mudanças de composição da atmosfera ambiente. O sistema de con-

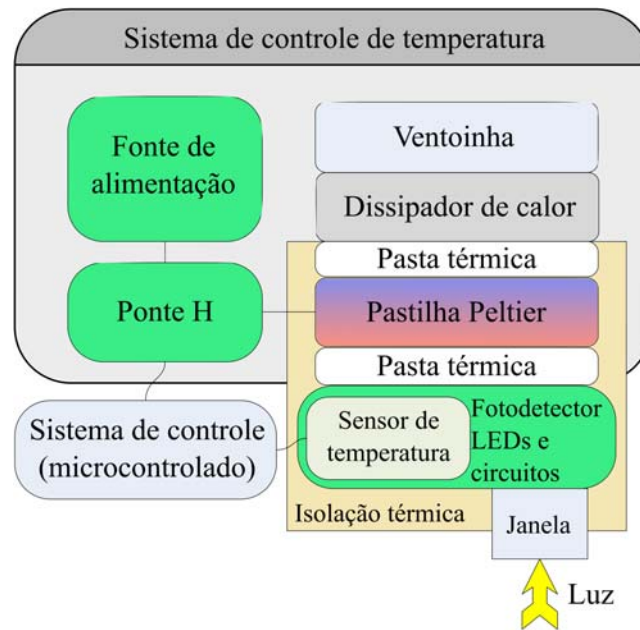


Figura 3.15: Diagrama de blocos do sistema de controle de temperatura.

trole desenvolvido mantém a temperatura dentro do compartimento constante. Dessa forma, a influência dos efeitos térmicos dos componentes utilizados é minimizada. A temperatura do compartimento é estabilizada em $25.1\text{ }^{\circ}\text{C}$. A Figura 3.15 mostra os blocos do sistema de controle.

O atuador térmico, pastilha Peltier, é alimentado por uma tensão modulada por largura de pulso (PWM) bipolar. Isto permite o controle da quantidade de potência desenvolvida pelo atuador. Adicionalmente, é possível controlar o sentido da corrente elétrica que passa pela pastilha Peltier, o que determina se o compartimento será aquecido ou resfriado. Para que isso seja possível, foi desenvolvida uma Ponte H (Figura 3.16). Ela utiliza uma fonte de 12 V DC . O sinal

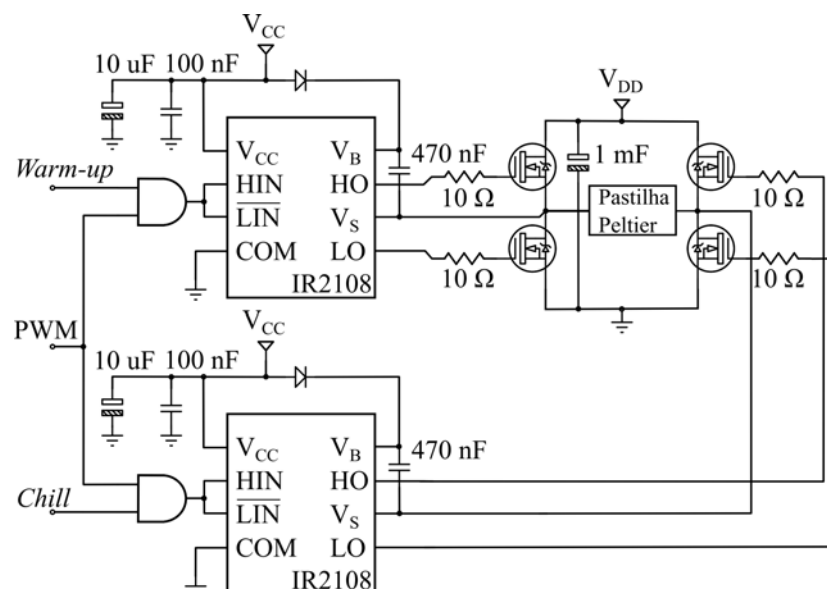


Figura 3.16: Circuito da ponte H desenvolvida.

de largura de pulso e o sentido da corrente é controlado pelo microcontrolador do protótipo. Foram utilizados componentes dedicados para o acionamento dos MOSFETs, o IR2108. O modelo de MOSFET utilizado é o IRFZ44N. A Ponte H possui três sinais entradas para o controle de seu funcionamento.

Para controlar a largura de pulso e a direção da corrente elétrica que passa pela pastilha Peltier, um controlador PI foi desenvolvido. Este tipo de controlador é um sistema em malha fechada e precisa de realimentação. Para isso, a temperatura dentro do compartimento controlado é medida por um circuito integrado TMP275AID, que envia o valor de temperatura para o microcontrolador via I2C (*Inter-Integrated Circuit*), no qual o controlador PI digital foi implementado.

O controlador PI é descrito pelo fluxograma da Figura 3.17. Ela mostra os passos seguidos pelo microcontrolador para efetuar o controle PI. Primeiramente, o sistema espera a disponibilidade de uma nova leitura feita pelo TMP275AID. Depois disso, operações algébricas são realizadas. o Valor D, ou ação de controle, é dependente da temperatura medida pelo sensor, e dos valores dos ganhos Proporcional (K_p) e Integral (K_i). O valor D determina a largura de pulso do sinal PWM e o sentido da corrente pelos sinais “*Chill*” e “*Warm-up*”. Os valores dos ganhos Proporcional (K_p) e Integral (K_i) são 1.125 e 50 respectivamente. Estes valores foram obtidos pelo método Ziegler-Nichols.

Um ponto crucial para o funcionamento do sistema de controle é a isolamento

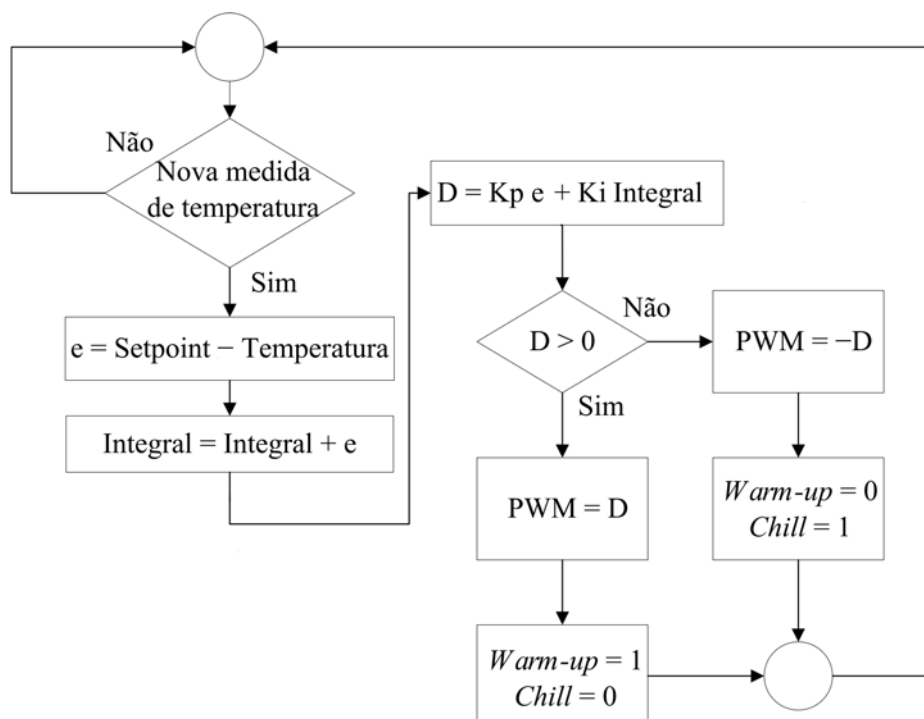


Figura 3.17: Fluxograma do controlador PID digital desenvolvido.

térmica. Como pode ser visto na Figura 3.15, a isolação térmica foi utilizada para minimizar a troca de calor entre os elementos com temperatura controlada e o ambiente externo. Isto contribui para uma distribuição mais homogênea dentro do compartimento controlado. Além disso, o isolamento térmico aumenta a eficiência, diminuindo a demanda de energia, e ajuda na estabilidade da temperatura controlada. Neste estudo, foi utilizado poliestireno extrusado como isolante térmico.

3.4 Conclusões do capítulo

Foram apresentados os sistemas que compõem o protótipo desenvolvido. Aspectos de projeto, de funcionamento e componentes utilizados foram expostos ao longo do capítulo. Na próxima parte do trabalho (Parte III), são apresentados os resultados obtidos com a montagem e os testes realizados com o equipamento proposto.

Parte III

Resultados

4 Protótipo desenvolvido

Neste capítulo será apresentado o protótipo que foi construído para validar o sistema proposto. As tecnologias apresentadas neste trabalho foram desenvolvidas e incorporadas ao protótipo. A Figura 4.1 mostra o equipamento. O gabinete é feito de chapas de MDF cortadas a laser. A interface homem-máquina consiste em um *display* que mostra os resultados das medidas e botões para o controle do equipamento. A interface USB é utilizada para programar o microcontrolador do sistema e efetuar transferência de dados entre o equipamento e um computador. O protótipo possui uma portinhola para proteção do porta amostra e da janela do sistema óptico. A amostra pode ser inserida em uma placa de Petri ou em um béquer transparente, que apresente mínima interferência sobre a radiação NIR. Foi utilizado um béquer transparente de borossilicato para os experimentos. Os LEDs, lentes e o fotodiodo são mostrados na Figura 4.2. Os LEDs iluminam a parte inferior do recipiente da amostra.

As Figuras 4.3 e 4.4 mostram os componentes do protótipo. Uma fonte linear foi utilizada para alimentar o circuito de condicionamento por causa da sua baixa produção de ruído. Uma fonte chaveada foi utilizada para alimentar o circuito de acionamento dos LEDs, a placa do microcontrolador e o sistema de controle de

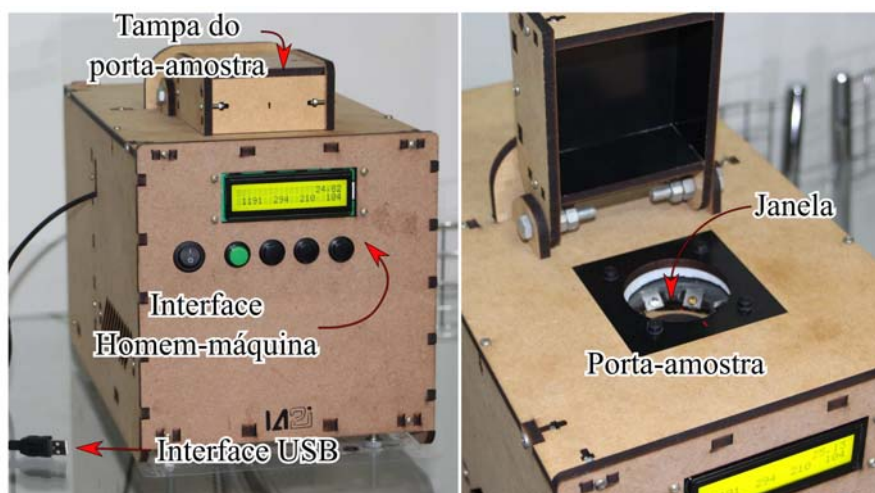


Figura 4.1: Protótipo desenvolvido.

temperatura (Ponte H, ventilador do dissipador de calor e pastilha Peltier).

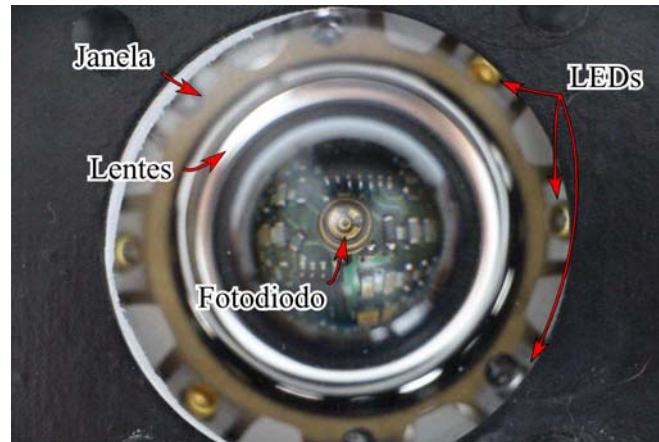


Figura 4.2: Janela do sistema óptico.

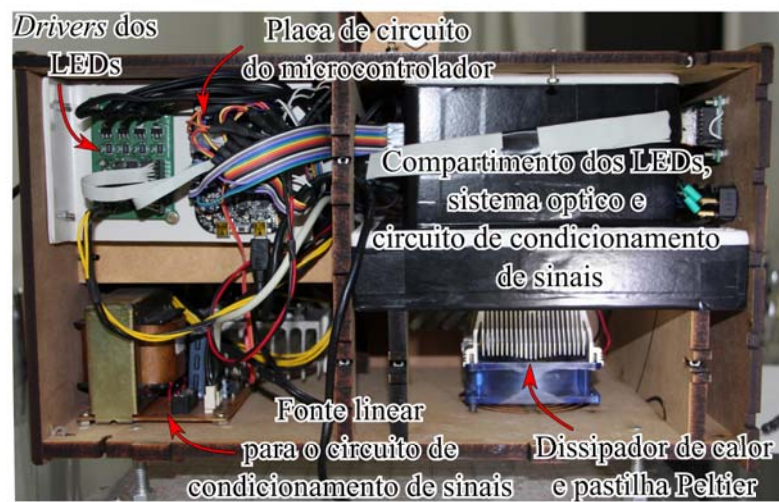


Figura 4.3: O interior do sistema e seus componentes.



Figura 4.4: Ponte H e fonte chaveada.

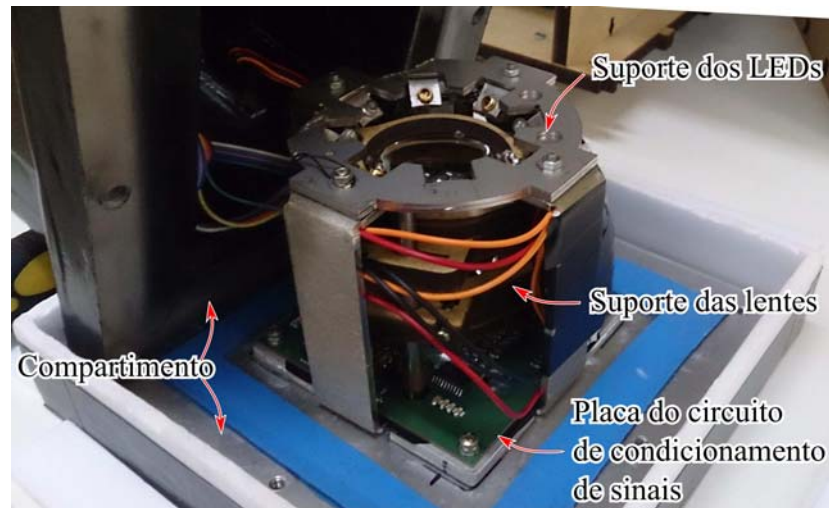


Figura 4.5: O interior do compartimento do sistema óptico.

A Figura 4.5 mostra o interior do compartimento dos LEDs, sistema óptico e circuito de condicionamento. A placa do circuito de condicionamento está posicionada na parte inferior, onde o fotodiodo foi inserido. As lentes e os LEDs foram fixados em suportes constituídos de peças de aço e MDF cortadas a laser. O compartimento foi feito com resina de poliéster moldada, uma janela de vidro soda-lime e uma chapa de alumínio, selado com um anel de borracha de silicone.

Os sinais V_A , V_B e V_C do circuito de condicionamento de sinal são mostrados nas figuras 4.6, 4.7 e 4.8. A Figura 4.6 mostra o sinal resultante do estágio de entrada, V_A , onde a corrente elétrica gerada pelo fotodiodo é convertida em

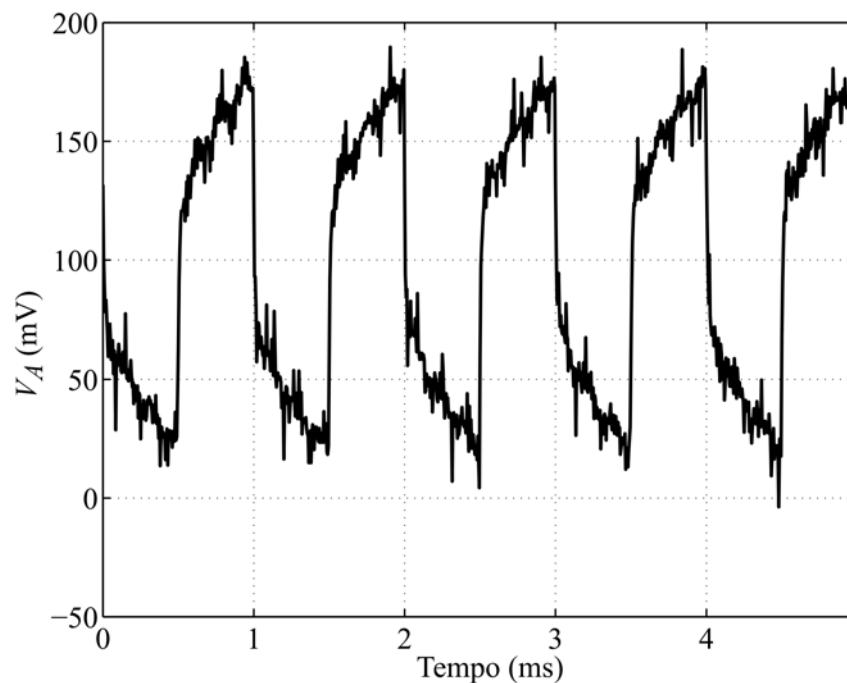


Figura 4.6: Sinal de saída do estágio de entrada (V_A).

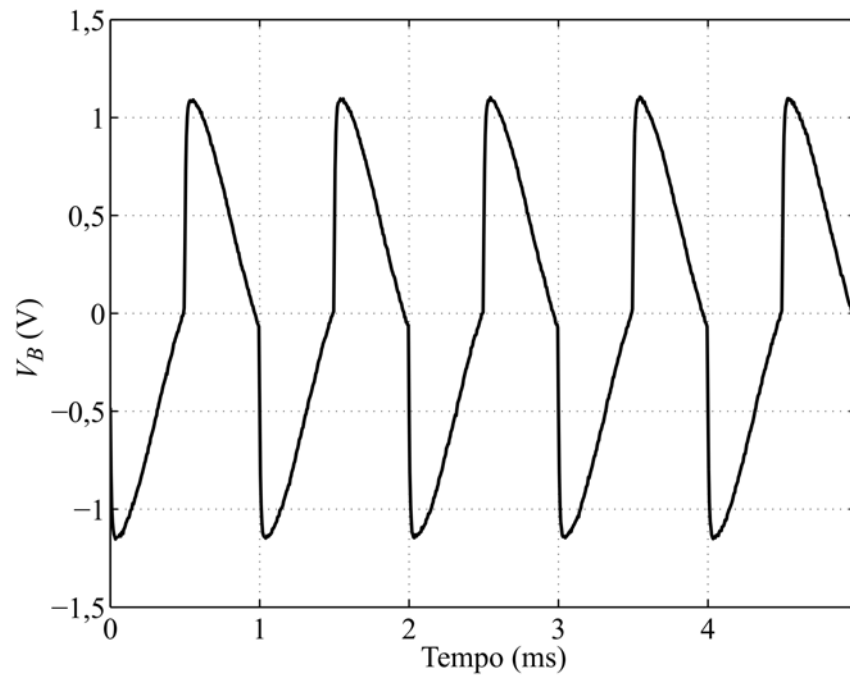


Figura 4.7: Sinal de saída (V_B) do estágio de detecção de sinal AC.

tensão.

A Figura 4.7 mostra o sinal de saída do filtro Passa-altas para V_A (Figura 4.6) como entrada. O sinal de 1 kHz AC sofre deformação de fase, como visto em 4.7. Isto ocorre devido o atraso de fase do filtro. Isto não pe um problema para esta aplicação, porque o objetivo do circuito de condicionamento é determinar a intensidade da luz refletida, proporcional à amplitude de V_B . A deformação de fase pode ser evitada ao escolher uma frequência de corte menor para o filtro, mas isso faz com que o sistema esteja mais sujeito a ruído da rede de 60 Hz.

O sinal V_B é aplicado ao amplificador *Lock-in*. O sinal resultante é mostrado na Figura 4.8. A saída do AD630 é a versão retificada do sinal desejado de V_B com um ganho de 6.02 dB. V_C é o sinal de saída do amplificador *Lock-in*, que é igual ao valor médio do sinal de saída do AD630. V_C apresentou baixo nível de ruído, o que contribui para minimizar a incerteza da medida de reflectância.

4.1 Conclusões do capítulo

O protótipo construído foi apresentado por meio de imagens, que mostram os principais componentes que compõem o sistema. Além disso, foram apresentados sinais elétricos da placa de condicionamento de sinais, que mostram o funcionamento do equipamento na detecção de radiação NIR. V_C , que é um sinal contínuo e proporcional à reflectância da amostra analisada, apresentou baixo nível de ruído,

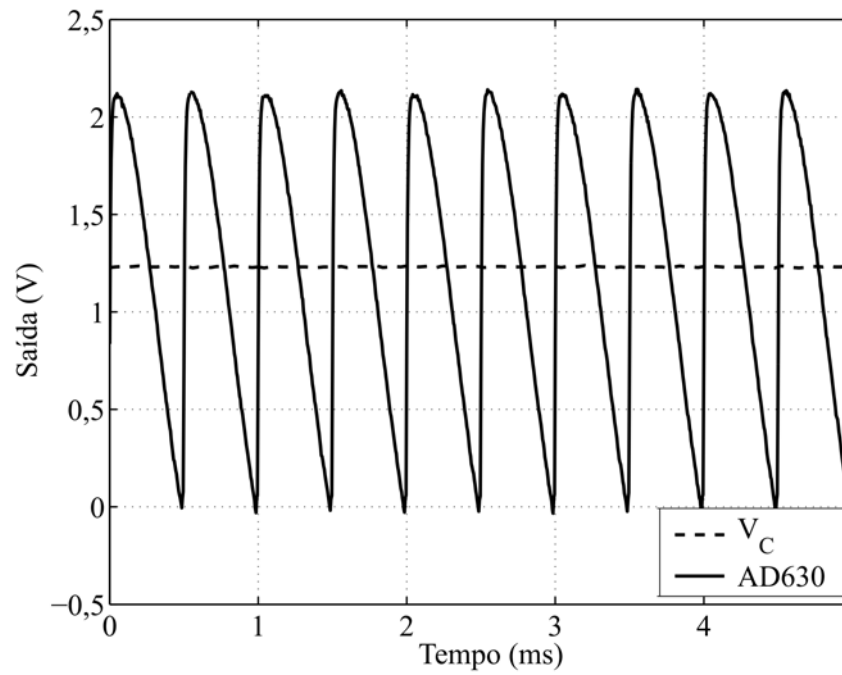


Figura 4.8: Saída do estágio de detecção síncrona (V_C).

visível pela Figura 4.8. Isso contribui para minimizar a incerteza no cálculo da reflectância. No próximo capítulo será apresentado um teste de estabilidade à variação de temperatura e os resultados obtidos com o equipamento desenvolvido. A estabilidade foi avaliada em termos de variação da temperatura do compartimento com temperatura controlada e a variação na medida da reflectância de uma amostra padrão realizada pelo protótipo.

5 Teste de estabilidade de temperatura

A estabilidade do sistema para variações de temperatura ambiente pe apresentada neste capítulo. Além disso, a precisão do equipamento foi testada. Para isso, um teste foi realizado. A temperatura ambiente foi mudada aleatoriamente entre 21,19 e 27,88 °C. A temperatura ambiente, a temperatura interna do protótipo, a ação de controle do controlador PI e a resposta do sistema para 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm foram adquiridos para verificar a performance do sistema. Um disco de Politetrafluoretileno (PTFE) foi utilizado como amostra de referência para refletir difusamente o sinal luminoso dos LEDs. O PTFE foi utilizado devido a sua alta estabilidade química. A configuração do sistema para este teste é mostrada na Tabela 5.1.

Tabela 5.1: Configuração do sistema para o teste de estabilidade.

| Parâmetro: | $N_{CURRENT}$ | N_{COARSE} | N_{FINE} | N_{GAIN} |
|------------|---------------|--------------|------------|------------|
| 1.200 nm: | 17 | 1 | 30 | 0 |
| 1.450 nm: | 10 | 1 | 55 | 0 |
| 1.750 nm: | 128 | 0 | 20 | 75 |

O teste foi realizado após a estabilização inicial do sistema. O equipamento foi ligado e após uma hora o teste foi realizado. Isso garante que os efeitos da estabilização inicial do sistema não estejam presentes nos resultados gerados durante o teste. A temperatura ambiente foi variada aleatoriamente durante 5 horas. Neste período, a temperatura ambiente, temperatura no interior do equipamento e a ação de controle PI foram adquiridos a cada 300 milissegundos. O período entre aquisições dos valores de reflectância (1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm) é de 39,9 segundos. A medida da reflectância é realizada em 3,9 s. Durante este tempo, todas as medidas de temperatura e o sistema de controle de temperatura são desligados para evitar ruído durante a medida das reflectâncias.

A Figura 5.1 mostra as temperaturas ambiente e controlada interna. Ela também mostra a ação de controle gerada pelo controlador PI que controla a

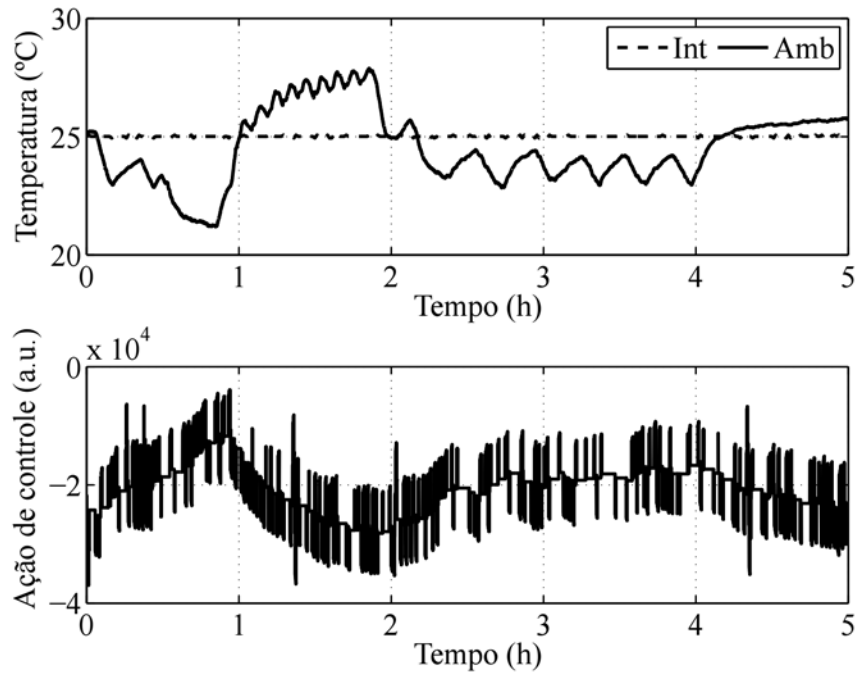


Figura 5.1: Resposta do sistema de controle de temperatura para o teste de estabilidade.

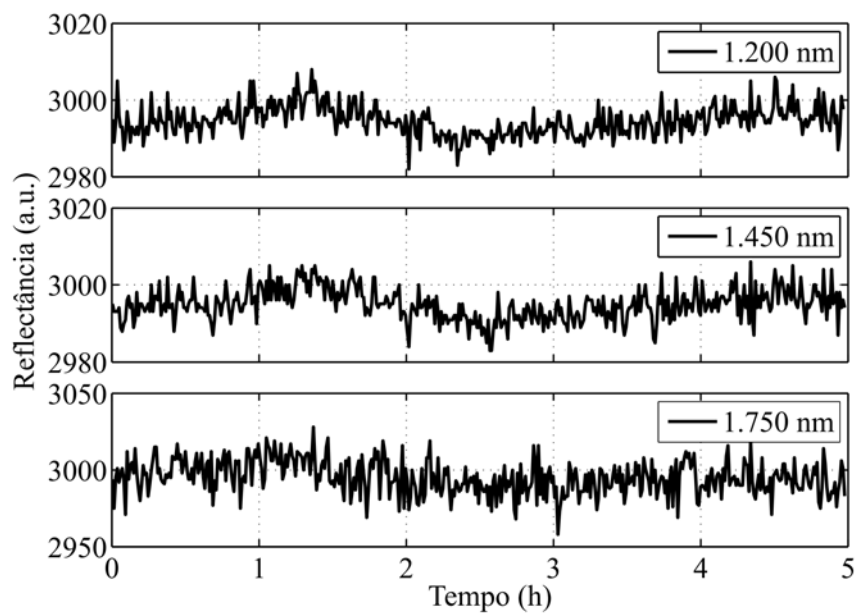


Figura 5.2: A resposta do sistema para 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm durante o teste.

potência desenvolvida pela pastilha Peltier. A Figura 5.2 apresenta os resultados de reflectância para as observações do espectro durante o teste.

Os resultados mostram que a temperatura interna manteve-se estável durante o teste. O desvio padrão foi igual a $0,0342\text{ }^{\circ}\text{C}$ e possui distribuição normal segundo o teste estatístico de Kolmogorov-Smirno. Os valores médio, mínimo e máximo foram $25,01$, $24,88$ e $25,13\text{ }^{\circ}\text{C}$. A análise estatística foi realizada com 54.402 amostras de temperatura adquiridas durante as 5 horas.

As medidas de reflectância também apresentaram respostas estáveis. As reflectâncias para 1.200 nm e 1.450 nm apresentaram distribuição normal. Por outro lado, os dados obtidos para 1.750 nm não possuem distribuição normal. Isso foi concluído com o uso do teste de Kolmogorov-Smirnov. Os desvios padrões de 1.200nm, 1.450 nm e 1.750 nm foram 3,95, 4,12 e 11,08 respectivamente. Isto representa 0,13%, 0,14% e 0,37% do valor de reflectância médio para cada observação espectral. Usando a regra estatística 68-95-99,7 para os resultados obtidos, pode-se concluir que a incerteza do sistema para 1.200 nm e 1.450 nm foi menor que $\pm 1\%$ para o teste de estabilidade de temperatura. Um total de 543 leituras foram realizadas durante as 5 horas para cada observação espectral. A reflectância para 1.750 nm possui a maior incerteza. Isto ocorre por causa da baixo nível de sinal emitido pelos LEDs de 1.750 nm, o que diminui a relação sinal-ruído. Isso explica, também, a razão da necessidade de maior amplificação para a análise do espectro em 1.750 nm (N_{GAIN} mostrado na tabela 5.1).

Comparando a temperatura ambiente, a temperatura interna do protótipo, a ação de controle (Figura 5.1) e os resultados estatísticos, conclui-se que o equipamento é estável para as temperaturas ambiente estudadas (21,19 a 27,88 °C). A incerteza total do sistema de medida foi menor que $\pm 1\%$ para 1,200 nm e 1,450 nm.

5.1 Conclusões do capítulo

A variação da temperatura ambiente entre 21,19 a 27,88 °C apresentou efeitos desprezíveis sobre as medidas durante o teste, já que as variáveis avaliadas do sistema apresentaram baixos níveis de incerteza. O próximo capítulo aborda o teste realizado com leite adulterado com água.

6 Experimento de adulteração do leite

Este capítulo apresenta um experimento realizado para validar o equipamento proposto. Água foi adicionada em leite para testar a resposta do sistema para diferentes níveis de adulteração. Leite UHT homogenizado foi utilizado como amostra. Este tipo de leite apresenta boa estabilidade, o que ajuda a avaliar a resposta do equipamento para adição de água. Leite cru pode ser utilizado, mas isso necessitará de um processo de homogeneização por causa da possível formação de creme de leite em amostras em descanso. Todas as medidas foram realizadas em situações similares, em ambiente climatizado a 25 °C e leite com mesma composição química. Foi realizada uma calibração para converter os resultados em reflectância em porcentagem de água adicionada. A quantidade de água adicionada e o resultado calculado pela calibração foram comparados.

Um béquer de borossilicato foi utilizado como receptáculo para a amostra. Foi adicionado 100 ml de leite UHT homogenizado. O béquer foi colocado no porta-amostra do equipamento desenvolvido. O teste de resposta do protótipo foi realizado adicionando 1 ml de água sucessivamente ao béquer entre as medidas. Os valores de V_{1200} , V_{1450} e V_{1750} foram adquiridos cinco vezes para cada diluição. O tempo de medida é 3,9 s. Elas foram espaçadas em um tempo aproximado de 10 segundos. Depois de cada adulteração, o leite foi agitado com um bastão de vidro por um minuto. Os valores mínimo e máximo de adição de água em leite foram 0% e 23%.

A configuração do sistema para este teste (valores de $N_{CURRENT}$, N_{COARSE} , N_{FINE} e N_{GAIN}) é mostrada na Tabela 6.1.

Tabela 6.1: Configuração do sistema para o teste de adulteração do leite.

| Parâmetro: | $N_{CURRENT}$ | N_{COARSE} | N_{FINE} | N_{GAIN} |
|------------|---------------|--------------|------------|------------|
| 1.200 nm: | 17 | 1 | 30 | 0 |
| 1.450 nm: | 64 | 1 | 55 | 2 |
| 1.750 nm: | 128 | 0 | 20 | 128 |

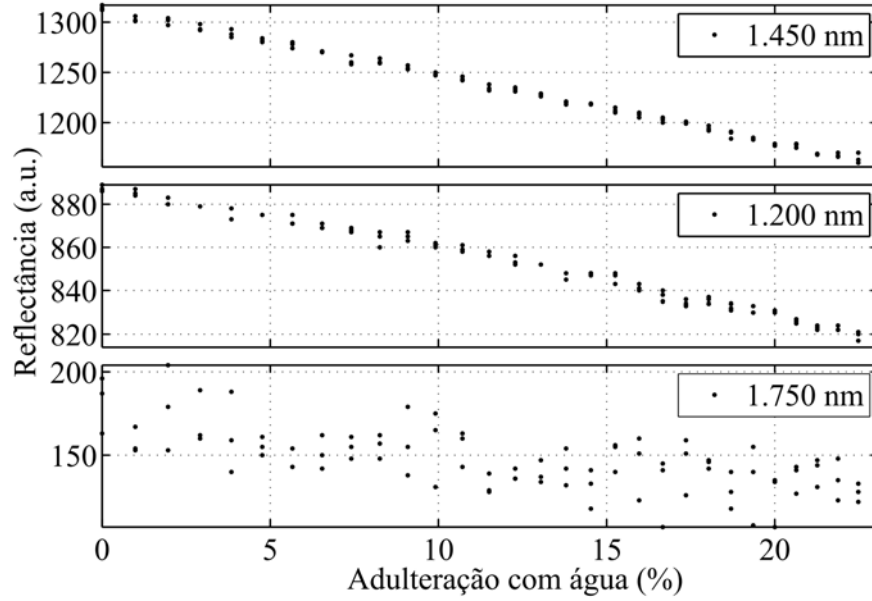


Figura 6.1: A resposta do sistema em função da adulteração do leite para 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm.

O experimento de adulteração do leite resultou em três curvas de reflectância mostradas na Figura 6.1. Cada curva é composta por três das cinco medidas realizadas para cada adição de água. Os outros dois pontos restantes foram utilizados para validar o teste. O desvio padrão máximo obtido foi 2,588 em 8.26% de adição de água para 1.200 nm, 4,037 em 8.26% e 23.08% de adição de água para 1.450 nm e 22,150 em 14.56% para 1750 nm. A regressão linear de cada curva obtida (Figura 6.1) foi realizada. Para 1.200 nm, regressão polinomial de segunda ordem foi utilizada. Para 1.450nm e 1.750 nm, as medidas foram aproximadas a uma função de primeira ordem. Os coeficientes de determinação obtidos para as equações encontradas foram 0,9919, 0,9967 e 0,4743 para 1.200, 1.450 e 1.750 nm respectivamente. Usando a inversa de cada função obtida pela regressão, a porcentagem de adição de água em leite foi estimada. Estas funções são

$$A_{1.200nm}(r) = \frac{-2,363 + \sqrt{100,671 - 0,107r}}{0,054}, \quad (6.1)$$

$$A_{1.450nm}(r) = -0,150r + 196,682, \quad (6.2)$$

$$A_{1.750nm}(r) = -0,519r + 89,071, \quad (6.3)$$

onde r é a reflectância, o valor digitalizado da saída do estágio de ganho e *offset* (V_{1200} , V_{1450} ou V_{1750}). Estas equações resultam na quantidade em porcentagem de água adicionada no leite em função da reflectância.

Um teste de validação foi realizado para (6.1),(6.2) e (6.3) com os dois pontos restantes de reflectância das cinco medições feitas para cada adição de água. As Figuras 6.2 e 6.3 mostram os resultados obtidos para 1.200 e 1.450 nm. A

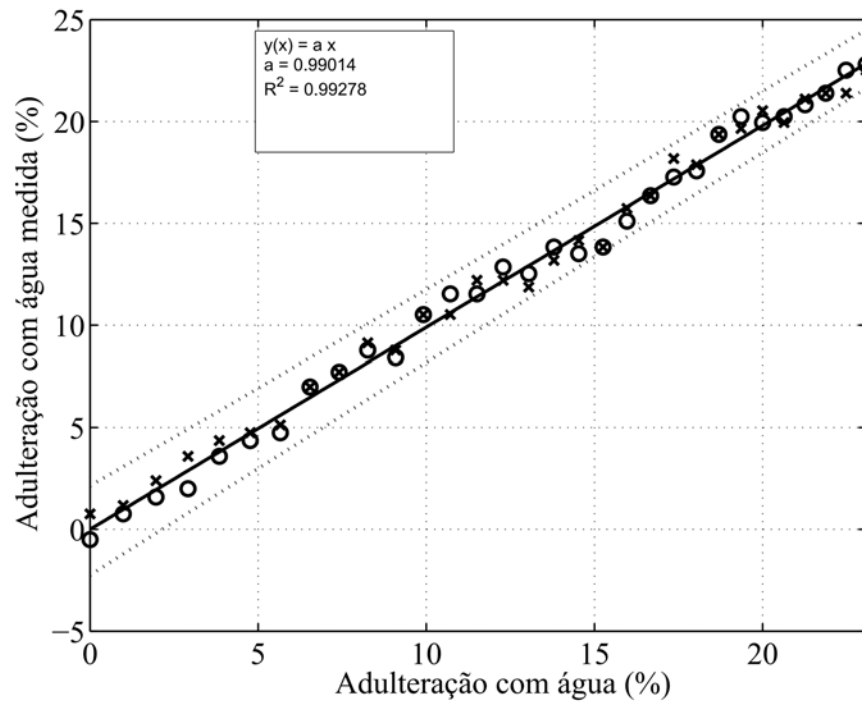


Figura 6.2: Adulteração do leite calculada com base nas medidas de reflectância para 1.200 nm.

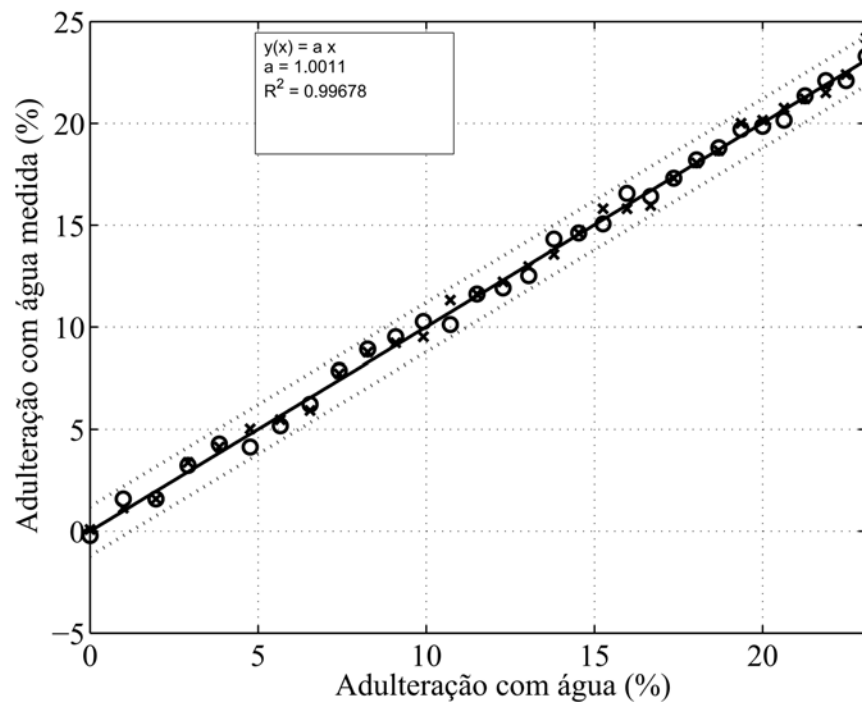


Figura 6.3: Adulteração do leite calculada com base nas medidas de reflectância para 1.450 nm.

regressão linear das curvas resultaram em coeficientes de primeira ordem iguais a 0,9901 e 1,0011 e coeficientes de determinação 0,9928 e 0,9968 para 1.200 nm e 1.450 nm respectivamente. O teste para 1.750 nm apresentou coeficiente de primeira ordem e R^2 de 1,0505 e 0,6110. O valor calculado de adição de água para reflectância em 1.750 nm foi omitida por causa do baixo R^2 . A incerteza

do sistema foi representado por linhas pontilhadas nas Figuras 6.2 e 6.3. Elas foram obtidas com base no valor máximo do desvio padrão para as reflectâncias apresentadas nesta seção (2,588 para 1200 nm e 4,037 para 1450 nm). Baseado nos resultados obtidos no Capítulo 5, foi assumido que as medidas para 1.200 e 1.450 nm possuem distribuição normal. As linhas pontilhadas, referentes a incerteza das medidas, foram calculadas utilizando uma faixa de dois desvios padrões. Isto significa idealmente que, pela regra estatística 68-95-99,7, 95% das medidas realizadas neste teste estarão dentro da área entre as linhas pontilhadas. Isso é afirmado pelas medidas apresentadas nas Figuras 6.2 e 6.3. Com isso, a incerteza máxima das medidas realizadas, calculadas em função dos desvios padrões 2,588 para 1200 nm e 4,037 para 1450 nm em reflectância, foram de $\pm 2,248\%$ e $\pm 1,209\%$ de adição de água para 1.200nm e 1.450 nm respectivamente, em 0% de adição de água das Figuras 6.2 e 6.3.

Os resultados apresentados mostram que o equipamento é capaz de quantificar a adição de água em leite com as observações espectrais em 1.200 nm e 1.450 nm. Os coeficientes de determinação são muito próximos de 1. Então, é verificado que o sistema proposto pode ser utilizado para determinar a presença de uma substância e/ou sua concentração. Por outro lado, a observação espectral em 1.750 nm apresentou baixo coeficiente de determinação (menos que 0,65) por causa da baixa relação sinal-ruído. A corrente do par de LEDs ($N_{CURRENT}$) e o ganho de sinal (N_{GAIN}) no estágio de ganho e *offset* para as medidas em 1.750 nm são muito maiores comparados aos mesmos valores para 1.200 nm e 1.450 nm. Isso foi necessário devido a baixa produção de luz pelos LEDs de 1.750 nm e baixa reflectância do leite para este comprimento. Ao observar os desvios padrões para as medidas em 1.200 nm, 1.450 nm e 1.750 nm e os valores de N_{GAIN} na Tabela 6.1, pode-se notar que o desvio padrão é maior para medidas com N_{GAIN} maiores. É possível que a presença de um filtro mais seletivo para filtrar o sinal de saída do estágio de ganho e *offset* possa melhorar a relação sinal ruído para condições de baixa quantidade de luz refletida.

6.1 Conclusões do capítulo

A aplicação do protótipo proposto para detectar adulteração em leite é possível. Para isto, mais experimentos devem ser realizados para determinar a resposta do sistema para outras variáveis que não foram estudadas por este trabalho, como a composição química do leite, temperatura, adição de outros adulterantes além da água, homogenização e pasteurização. Nestes casos, é provável a necessidade

de técnicas de calibração multivariada.

7 Conclusões

O desenvolvimento de um instrumento para medição de concentração de substâncias baseado em espectroscopia do infravermelho próximo por reflectância difusa foi apresentado neste trabalho.

O equipamento apresentou resultados satisfatórios utilizando componentes disponíveis comercialmente, como as lentes os LEDs e o fotodiodo de InGaAsSb. Os resultados também mostram que a técnica de detecção síncrona proposta funcionou da forma esperada. O sistema de controle de temperatura desenvolvido contribuiu para a estabilidade das medidas de reflectância do protótipo, diminuindo os efeitos da variação da temperatura ambiente.

Como apresentado no teste de adulteração do leite com água, o protótipo foi capaz de medir a quantidade de água adicionada ao leite, o que mostra a funcionalidade do equipamento desenvolvido. Para a aplicação do sistema proposto em detecção de adulteração no leite, mais experimentos são necessários para estudar a resposta do sistema a variáveis não abordadas neste trabalho. O equipamento apresentou bom coeficiente de determinação para o teste com leite, maior que 0,9900, o que valida o seu funcionamento.

7.1 Trabalhos futuros

Mais resultados podem ser obtidos com o protótipo desenvolvido. A análise da contribuição de cada parte do equipamento para a incerteza do sistema e para a resposta final do equipamento pode ser realizada. Além disso, outros testes que levem em consideração variáveis não estudadas neste trabalho para a adulteração do leite podem ser realizados. Isso contribui para a obtenção de um número maior de dados para calibração. Dessa forma, uma nova calibração poderá contribuir para a obtenção de um equipamento com maior exatidão. Neste caso, como diferentes variáveis estarão sendo analisadas, haverá a necessidade de utilizar técnicas de calibração multivariada. Alterações no protótipo que contribuam para redução de incertezas podem ser realizadas, como mudanças em circuitos

eletrônicos, realização de médias de medidas sucessivas, alterações estruturais.

Referências

ARTIME, C. E. C.; FUENTE, J. A. B. de la; GARCIA, M. A. P.; VEGA, R.; BLANCO, N. On-line estimation of fresh milk composition by means of VIS-NIR spectrometry and partial least squares method (PLS). In: *Instrumentation and Measurement Technology Conference*. [S.l.: s.n.], 2008. p. 1471–1475.

BRANDÃO, M. C. M. P.; CARMO, A. P.; BELL, M. J. B.; ANJOS, V. C. Characterization of milk by infrared spectroscopy. *Rev. Inst. Latic. “Cândido Tostes”*, 2010.

BRENNAN, D.; ALDERMAN, J.; SATTLER, L.; O’CONNOR, B.; O’MATHUNA, C. Issues in development of NIR micro spectrometer system for on-line process monitoring of milk product. *Measurement*, v. 33, n. 1, p. 67 – 74, 2003. ISSN 0263-2241.

FILIC, M.; CORLUKA, V.; VALTER, Z. Optimal signal conditioning in the NIR moisture meter. In: *Applied Electromagnetics and Communications, 2005. ICECom 2005. 18th International Conference on*. [S.l.: s.n.], 2005.

FRISH, M.; WAINNER, R.; LADERER, M.; GREEN, B.; ALLEN, M. Standoff and miniature chemical vapor detectors based on tunable diode laser absorption spectroscopy. *Sensors Journal, IEEE*, v. 10, n. 3, p. 639–646, 2010. ISSN 1530-437X.

HENNO, M.; OTS, M.; JõUDU, I.; KAART, T.; KÄRT, O. Factors affecting the freezing point stability of milk from individual cows. *International Dairy Journal*, v. 18, n. 2, p. 210 – 215, 2008. ISSN 0958-6946.

HUIMIN, H.; MI, P.; JUNHUA, L. Extending AOTF-NIR spectrometer to gas measurement. In: *Electronic Measurement and Instruments, 2007. ICEMI ’07. 8th International Conference on*. [S.l.: s.n.], 2007.

KALAMATIANOS, D.; WELLSTEAD, P.; LIATSI, P.; HOUSTON, R. Control and data analysis tool for a novel FT-NIR spectrometer. *UKACC Control 2006 Mini Symposia*, p. 235–245, 2006.

KASEMSUMRAN, S.; THANAPASE, W.; KIATSOONTHON, A. Feasibility of near-infrared spectroscopy to detect and to quantify adulterants in cow milk. *Analytical Sciences*, v. 23, p. 907–910, 2007.

LAPORTE, M. F.; PAQUIN, P. Near-infrared analysis of fat, protein, and casein in cow’s milk. *J. Agric. Food Chem.*, v. 47, p. 2600–2605, 1999.

LARRAIN, M.; GUESALAGA, A.; AGOSIN, E. A multipurpose portable instrument for determining ripeness in wine grapes using NIR spectroscopy. *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, v. 57, n. 2, p. 294–302, 2008. ISSN 0018-9456.

- LAUER, C.; SZALAY, S.; BOHM, G.; LIN, C.; KOHLER, F.; AMANN, M.-C. Laser hygrometer using a vertical-cavity surface-emitting laser (VCSEL) with an emission wavelength of 1.84 μm . *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, v. 54, n. 3, p. 1214–1218, 2005. ISSN 0018-9456.
- LI, X.; PAWLAT, J.; LIANG, J.; UEDA, T. Measurement of low gas concentrations using photonic bandgap fiber cell. *Sensors Journal, IEEE*, v. 10, n. 6, p. 1156–1161, 2010. ISSN 1530-437X.
- LIANG, X. Y.; LI, X. Y.; LEI, T. W.; WANG, W.; GAO, Y. Study of sample temperature compensation in the measurement of soil moisture content. *Measurement*, v. 44, n. 10, p. 2200 – 2204, 2011. ISSN 0263-2241.
- MALINEN, J.; KÄNSÄKOSKI, M.; RIKOLA, R.; EDDISON, C. G. LED-based NIR spectrometer module for hand-held and process analyser applications. *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 51, n. 1-3, p. 220 – 226, 1998. ISSN 0925-4005.
- NAES, T.; ISAKSSON, T.; FEARN, T.; DAVIES, T. *A user friendly guide to multivariate calibration and classification*. [S.l.]: NIR publications, 2002.
- OTTO, M. *Chemometrics: statistics and computer application in analytical chemistry*. [S.l.]: New York Wiley-VCH, 1999.
- PASQUINI, C. Near Infrared Spectroscopy: fundamentals, practical aspects and analytical applications. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, scielo, v. 14, p. 198 – 219, 04 2003. ISSN 0103-5053.
- RUIZ, J.-R. R.; CANALS, T.; GOMEZ, R. C. Comparative study of multivariate methods to identify paper finishes using infrared spectroscopy. *Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on*, v. 61, n. 4, p. 1029–1036, 2012. ISSN 0018-9456.
- SCHNELL, L. *Technology of Electrical Measurements*. [S.l.]: Wiley, 1993. ISBN 978-0471934356.
- TSENKOVA, R.; ATANASSOVA, S.; TOYODA, K.; OZAKI, Y.; ITOH, K.; FEARN, T. Near-infrared spectroscopy for dairy management: Measurement of unhomogenized milk composition. *Journal of Dairy Science*, 1999.
- UKIL, A.; BERNASCONI, J.; BRAENDLE, H.; BUIJS, H.; BONENFANT, S. Improved calibration of near-infrared spectra by using ensembles of neural network models. *Sensors Journal, IEEE*, v. 10, n. 3, p. 578–584, 2010. ISSN 1530-437X.
- VESELÁ, A.; BARROS, A. S.; SYNITSYA, A.; DELGADILLO, I.; COPÍKOVÁ, J.; COIMBRA, M. A. Infrared Spectroscopy and outer product analysis for quantification of fat, nitrogen, and moisture of cocoa powder. *Analytica Chimica Acta*, v. 731, p. 77–86, 2007.
- WILLIAMS, P.; NORRIS, K. *Near-infrared Technology: In the Agricultural and Food Industries*. [S.l.]: American Association of Cereal Chemists, 2001. ISBN 9781891127243.

WOO, Y.-A.; TERAZAWA, Y.; CHEN, Y.; IYO, C.; TERADA, F.; KAWANO, S. Development of a new measurement unit (milkspec-1) for rapid determination of fat, lactose, and protein in raw milk using near-infrared transmittance spectroscopy. *Int. Journal of Dairy Technology*, 2011.

YANG, H.; WEI, X.; LIANG, X.; SU, M.; LU, X. A SoC and led based reconfigurable subminiature spectrometer for hand-held measurement applications. *Measurement*, v. 41, n. 1, p. 44 – 54, 2008. ISSN 0263-2241.

ZHIHAI, Z.; XIANGXIA, M.; YUANJUN, G.; WEI, W. A novel MOEMS NIR spectrometer. *Physics Procedia*, v. 19, n. 0, p. 110 – 114, 2011. ISSN 1875-3892.