CAPITULO 3:

<u>DISEÑO DE SISTEMAS DE</u> <u>OLFATO ELECTRÓNICO</u>

<u>3.1 INTRODUCCIÓN</u>

Como ya se ha comentado anteriormente, los primeros sistemas de olfato electrónico experimentales aparecieron a finales de los ochenta. De hecho, se lleva más de dos décadas investigando y perfeccionando este tipo de instrumentos, a pesar de lo cual las narices electrónicas actuales distan mucho de la perfección y versatilidad del sistema olfativo humano. Hoy por hoy es impensable diseñar una nariz electrónica genérica que pueda substituir a un operario en todas y cada una de las actividades en las que actualmente es necesario utilizar el olfato humano.

Desde principios de los noventa existen narices electrónicas comerciales que permiten realizar estudios sobre la utilización de esta tecnología en diferentes aplicaciones [3.1-5]. Estos equipos son de carácter genérico ya que no han sido diseñados específicamente para una aplicación concreta. Sin embargo, debido al estado actual de esta tecnología, hay muchas aplicaciones en las que la optimización del instrumento es vital para un funcionamiento eficaz.

Por este motivo existe otra clase de sistemas de olfato electrónico que se han diseñado desde un principio para aplicaciones específicas. Esta dedicación exclusiva permite una optimización del equipo que de otra forma no puede realizarse. A este tipo de sistemas en inglés se les denomina "Application Specific Electronic Noses" o "ASEN " (narices electrónicas para aplicaciones específicas) y solo recientemente están apareciendo en el mercado equipos comerciales que siguen esa filosofía, como el "Freshsense", sistema expresamente diseñado para monitorizar el estado de conservación del pescado [3.6]. El futuro de estos equipos, a juicio del autor de esta memoria, es mucho más prometedor que el de las aproximaciones genéricas.

Los prototipos de nariz electrónica diseñados en este trabajo pertenecen a esta nueva categoría de sistemas, puesto que han sido expresamente concebidos para monitorizar el nivel de madurez y la calidad de la fruta. Se han diseñado dos prototipos puesto que la filosofía de trabajo que se ha seguido es la de un perfeccionamiento sucesivo. Así, el objetivo del primer equipo consistía simplemente en comprobar la posibilidad de utilizar una nariz electrónica como instrumento de seguimiento del proceso de maduración de la fruta. Posteriormente, basándose en la experiencia adquirida, se diseñó un nuevo equipo optimizado para aplicaciones concretas como son la determinación de la fecha óptima de recolección en melocotones, evaluación del mejor periodo de conservación en cámara de peras decanas, etc.

La diferencia fundamental entre ambos prototipos reside en el método de muestreo. Mientras que en el primer caso se utilizó el procedimiento de inyección, en el prototipo más avanzado se incorporó un muestreo automatizado utilizando un flujo de aire como portador de la muestra. Por ese motivo al primero lo llamaremos prototipo de inyección y al segundo prototipo de flujo continuo.

3.2 PROTOTIPO DE INYECCIÓN

3.2.1 Descripción general

Una nariz electrónica es un equipo de medida formado por una serie de módulos que trabajan de forma conjunta con el objetivo de cuantificar y/o clasificar muestras gaseosas o aromáticas. Tanto en el primer como en el segundo prototipo construidos en este trabajo se pueden distinguir tres módulos básicos con funcionalidad similar pero cuyas características constructivas son notablemente diferentes. En concreto, ambos sistemas se componen de un módulo de muestreo, de la matriz de sensores químicos y de un sistema informático.



Ordenador Personal Cámara de medida Cámara de concentración

Figura 3.1: Esquema general del prototipo de inyección

La figura 3.1 muestra el esquema general del primer prototipo. En él se pueden distinguir los diferentes elementos que conforman el equipo. El módulo de muestreo lo componen la cámara de concentración, la jeringa cromatográfica y la cámara de medida, en cuyo interior se aloja el segundo módulo, la matriz de sensores de gases. El ordenador es el tercer módulo que completa el sistema; sus funciones cubren las tareas de adquisición y procesado de las señales eléctricas que provienen de la matriz de sensores.

La figura 3.2 muestra una fotografía de este primer prototipo midiendo el grado de maduración de unas manzanas. En ella se puede distinguir perfectamente la cámara de concentración, la cámara de medida y el ordenador personal.

El proceso de medida en este prototipo empieza con la introducción de muestras de fruta en la cámara de concentración, donde permanecen el tiempo necesario para producir suficientes volátiles. Transcurrido un intervalo prefijado de tiempo se recoge una muestra de la atmósfera contaminada de la cámara de concentración y se inyecta en la cámara de medida utilizando una jeringa cromatográfica.

En ese momento la matriz de sensores reacciona ante la presencia de nuevos volátiles en la cámara de medida cambiando sus características eléctricas, variaciones que son monitorizadas y grabadas por el ordenador personal a través de una placa de adquisición de datos y un programa creado específicamente para gestionar todo el proceso de medida.



Figura 3.2: Fotografía del prototipo de inyección midiendo la madurez de manzanas

Posteriormente, el mismo ordenador procesa los datos con algoritmos diseñados a medida utilizando un paquete de programación matemática comercial.

3.2.2 Sistema de muestreo

Como ya se ha comentado, el sistema de muestreo está formado por tres módulos que pueden distinguirse perfectamente en la figura 3.1: Una cámara de concentración, una cámara de medida y una jeringa cromatográfica.

3.2.2.1 Cámara de concentración

El motivo principal por el que se ha incorporado una cámara de concentración es para obtener volátiles con concentraciones elevadas de forma sencilla. Además, su inclusión permite ajustar mucho más las dimensiones de la cámara de medida (aumentando así la sensibilidad de los sensores) al tiempo que dota al sistema de una gran flexibilidad, ya que con cámaras de concentración de diferentes dimensiones se pueden realizar medidas para diferentes cantidades de fruta o incluso para diferentes variedades (desde peras a sandías, por ejemplo).

Desde el punto de vista constructivo, se trata de un recipiente hermético de metracrilato de dimensiones 20x20x10 cm, lo que proporciona un volumen total de 5 litros. En su parte frontal dispone de una tapa con anclajes y junta de goma que permite introducir las piezas de fruta a medir. Dispone, además, de un orificio sellado con septum que puede ser atravesado por la punta de la jeringa cromatográfica para poder extraer una muestra de los volátiles generados por la fruta depositada en su interior.

3.2.2.2 Cámara de medida

La cámara de medida es donde se encuentra la matriz de sensores químicos del sistema. Se trata de una cámara estanca que no es necesario abrir para realizar cada medida ya que incorpora un septum por el que se pueden inyectar los volátiles que provienen de la cámara de concentración mediante una jeringa.



Figura 3.3: Esquema detallado de los componentes de la cámara de medida

La figura 3.3 muestra, con mayor detalle, los elementos que conforman la cámara de medida. Dentro de la misma, además de los sensores, se puede encontrar un ventilador que homogeneiza su atmósfera y un equipo comercial de medición de temperatura y humedad.

Desde el punto de vista constructivo, se trata de una cámara de metacrilato de 1.7 litros de volumen total (14.5x13x9 cm). En sus paredes se han practicado dos orificios adicionales para la entrada y salida de aire seco, de forma que después de cada medida puede ser limpiada de contaminante con aire a presión sin necesidad de abrir la tapa de la misma. Los cables de conexión, tanto de los sensores como de la sonda de temperatura y humedad, atraviesan la carcasa a través de un agujero fresado y sellado en el que se ha incorporado un conector de 54 pines.

3.2.2.3 Jeringa cromatográfica

Para realizar el transporte de la muestra gaseosa presente en la cámara de concentración hasta la cámara de medida se utiliza una jeringa cromatográfica para gases con una capacidad de 50 ml. En concreto, el modelo utilizado pertenece a la casa Hamilton y está diseñada para análisis de cromatografía líquida de alta precisión.

3.2.3 Matriz de sensores

Dentro del módulo genéricamente denominado matriz de sensores se ha incluido tanto los sensores de gases que conforman la matriz como toda la circuiteria electrónica asociada.

3.2.3.1 Los sensores de gases

Los sensores de gases utilizados en ambos prototipos son de tipo semiconductor, concretamente de óxido de estaño. Este tipo de sensores son los más utilizados en los sistemas de olfato electrónico puesto que presentan una alta sensibilidad ante la presencia de diversos volátiles orgánicos, pueden ser integrados en un equipo portátil y su coste de fabricación es bajo. Además, no requieren de una instrumentación demasiado compleja para su operación y pueden ser utilizados en tiempo real [3.7-9].

Los sensores semiconductores basan su funcionamiento en la variación de la resistencia que presenta su capa activa ante diferentes compuestos volátiles. En la literatura, por lo tanto, están catalogados como sensores resistivos [3.10-13].

Cuando el sensor se calienta a una temperatura cercana a 400°C, ante la ausencia de oxígeno, los electrones libres fluyen fácilmente entre las fronteras granuladas de dióxido de estaño. En aire puro, el oxigeno, que atrapa electrones debido a su afinidad electrónica, queda adsorbido en la superficie de dióxido de estaño creando una barrera de potencial en las fronteras granulares. Esta barrera dificulta la libre circulación de electrones aumentando la resistencia eléctrica de la capa activa.

Ante una atmósfera rica en gases reductores (como pueden ser los gases combustibles), la superficie de dióxido de estaño absorbe estas moléculas gaseosas provocando su oxidación. Este proceso disminuye la barrera potencial facilitando la circulación de electrones libres, lo que reduce la resistencia del sensor. La reacción entre los gases y el oxígeno de la superficie varía según la temperatura y composición de la capa activa. Combinando diferentes temperaturas de trabajo y dopantes en la capa activa se pueden crear sensores con sensibilidades optimizadas para detectar compuestos volátiles concretos, consiguiendo de esta manera una familia de sensores con sensibilidades solapadas entre sí.

La sensibilidad de este tipo de sensores se suele definir por la relación entre incremento de concentración de un determinado gas y el incremento de resistencia que se produce. En determinados rangos de concentración, la relación entre la resistencia del sensor y la concentración del gas desoxidado puede ser descrita mediante la ecuación experimental (3.1) :

$$R = A \cdot [C]^{-\alpha} \tag{3.1}$$

Donde: R, resistencia eléctrica del sensor

A y α son constantes características de cada gas

[C], concentración del gas

Los fabricantes suelen describir las especificaciones de cada modelo con gráficas logarítmicas en las que se representa la relación entre la resistencia final y la de reposo (R_S/R_0) frente a la concentración de diferentes volátiles. De todas formas, estas gráficas representan características típicas ya que la reproducibilidad entre sensores no es muy buena.

Además de utilizarse en sistemas de olfato electrónico, los sensores de óxido de estaño se han probado en diferentes aplicaciones comerciales. Su falta de selectividad permite considerarlos en un amplio rango de aplicaciones, aunque esa misma característica ha limitado en gran medida su aplicación industrial. La tabla 3.1 muestra algunas de las aplicaciones en las que se ha estudiado utilizar este tipo de sensores:

| Categoría | Uso doméstico | Uso comercial e industrial |
|--|--|---|
| Gases combustibles | | |
| MetanoPropanoHidrógeno | - Alarma de gases para casas, vehículos y barcas | Sistemas de detección de gas para comercios, plantas industriales y petroquímicas |
| | | - Detectores de gas portables |
| Gases tóxicos | | |
| Monóxido de | -Detectores de CO | - Detectores de fugas de amoniaco |
| carbono | para casas, | para refrigeradores |
| - Amoniaco | vehículos, barcas | - Detectores de amoniaco para el |
| - Otros | | sector primario |
| | | - Detectores de gas portables |
| Alcohol | Etilómetros | Etilómetros profesionales |
| Vapores orgánicos | | Detectores de disolventes para fábricas |
| CFCs | | Detectores CFCs para congeladores, |
| (Clorofluorocarbonatos) | | aires acondicionados, procesos de |
| | | limpiado para componentes eléctricos |
| Otros | | - Detectores de oxígeno |
| - Oxígeno | | - Detectores de oxígeno para el |
| - Hidrógeno | | mantenimiento de |
| | | transformadores, baterías, etc. |
| Detectores de fuego | - Alarmas de fuego | - Sistemas de detección de fuego |

Tabla 3.1: Aplicaciones de los sensores químicos de óxido de estaño.

3.2.3.2 Sensores Figaro

Figaro Inc. fue la primera empresa en comercializar este tipo de sensores [3.14,15]. La larga vida útil de sus unidades, su elevada sensibilidad, rapidez de respuesta, excelente durabilidad y bajo coste, son las características que permiten considerar su utilización en un gran abanico de aplicaciones dentro del sector industrial y de servicios.

En consecuencia, se creyó oportuno dotar de sensores Figaro al prototipo inicial. La línea de productos de la casa Figaro dispone de cuatro tipos de sensores elementales de los cuales se han usado modelos de las series 8 y 2000:



Figura 3.4: Esquema de los sensores de la serie 8

 Sensores de la Serie 8: Se caracterizan por tener un heater dentro de un tubo cerámico de alúmina, estando la pasta semiconductora depositada sobre la superficie cilíndrica con dos electrodos grabados en oro. Para conseguir una buena estabilidad a largo plazo, la pasta es sinterizada durante un período largo de tiempo bajo condiciones de temperatura y atmósfera controladas. Gracias a su complicada geometría, estos sensores gozan de alta sensibilidad y de buena estabilidad a largo plazo.



Figura 3.5: Versiones comerciales de los sensores de la serie 8

Comercialmente, los sensores de la serie 8 presentan dos configuraciones esquematizadas en la figura 3.5. La figura de la izquierda corresponde a una configuración estándar, con una base y encapsulado de resina. La segunda configuración (representada en la derecha) se caracteriza por tener una base cerámica sobre la que descansa el elemento sensor y estar recubierto por una malla metálica, empleada como medio de protección.

 Serie 2000: Estos sensores se caracterizan por tener una capa gruesa de óxido de metal semiconductor como elemento sensor. Tanto el *heater* como el elemento sensor están situados sobre un mismo substrato plano. Estos sensores "thick film" son fabricados con tecnología "screen printing" perfeccionada por la propia compañía. Además, el material sensor ya no se reduce a dióxido de estaño, incluyendo otros óxidos metálicos. En la serie 2000, existen cuatro modelos con diferentes estructuras:



Figura 3.6: TGS Serie 2000 tipo S1

Tipo S1: Su estructura es muy simple, dispone de una sola cara en la que se encuentran el heater y el elemento sensor.



Figura 3.7: TGS Serie 2000 tipo S2

Tipo S2: Dispone de dos elementos sensores, que están en una sola cara, lo que permite obtener información de dos sensores al mismo tiempo.



Figura 3.8: TGS Serie 2000 tipo M1

Tipo M1: Su estructura es un poco más compleja, dispone de una sola cara en la que se encuentra de forma miniaturizada y multicapa el *heater* y el elemento sensor.



Figura 3.9: TGS Serie 2000 tipo D1

Tipo D1: Se distingue del resto por tener dos caras. En una se encuentra el elemento sensor y en la otra el *heater*.

La tabla 3.2 muestra los sensores escogidos para el primer prototipo. En ella se especifica, para cada sensor, el modelo, su aplicación principal y los gases que detecta con mayor sensibilidad.

El criterio fundamental que se siguió al escoger estos sensores fue, por encima de cualquier otro, la diversidad. A pesar de que cada uno de los sensores se optimiza para sensar una determinada clase de vapores, lo cierto es que la mayoría son sensibles a un gran espectro de volátiles. Por ese motivo, sensores que en principio podían descartarse se introdujeron también en la matriz. Siguiendo con esa filosofía se optó por utilizar sensores de dos series diferentes para incrementar el espectro de tecnologías presente en el prototipo inicial, algo cada vez más habitual en las narices electrónicas comerciales, en las que, en casos extremos, se llegan a combinar matrices de sensores semiconductores con espectrómetros de masas [3.1].

| Sensor | Aplicación | Detección |
|----------|----------------------------------|-------------------------------------|
| TGS 800 | Control de calidad del aire | Aire contaminado: Tabaco, gasolina, |
| | | etc |
| TGS 822 | Detección de vapores de alcohol | Alcohol, Tolueno, Xileno, etc |
| TGS 825 | Detección de gas tóxico | Sulfuro de hidrogeno |
| TGS 826 | Detección de gas tóxico | Amoníaco |
| TGS 880 | Control de cocinas | Gases volátiles, vapor de agua en |
| | | alimentos |
| TGS 882 | Control de cocinas | Vapor de alcohol en los alimentos |
| TGS 2610 | Detección de gas combustible. | Hidrocarburos en general |
| TGS 2611 | Detección de gas combustible. | Metano, Gas natural |
| TGS 2620 | Detección de solubles orgánicos. | Alcohol, solubles orgánicos |

Tabla 3.2: Sensores utilizados en el primer prototipo

3.2.4 Circuitos de polarización y medida

Los sensores de la casa Figaro, como todos los sensores de óxido de estaño, pueden catalogarse como sensores resistivos. Además, para trabajar correctamente, requieren que la capa activa esté a temperaturas elevadas, del orden de 300°C, por lo que necesitan una resistencia calefactora o "heater" que eleve la temperatura hasta su valor de trabajo.

A pesar de tener diferente patillaje, tanto los sensores de la serie 8 como los de la serie 2000 presentan un modo de operación muy parecido. La figura 3.10 muestra los patillajes de las series 8 y 2000 con sendos esquemas situados a la izquierda y derecha respectivamente.



Figura 3.10: Esquema de los patillajes de los sensores Taguchi serie 8 y 2000

Como se puede observar, ambas series tienen terminales de acceso que permiten alimentar tanto la resistencia calefactora ("heater") como medir la resistencia que presenta la capa activa del sensor ante la presencia de diferentes volátiles.

El circuito para medir la resistencia de la capa activa es fundamental ya que la variación de este parámetro físico es la base del funcionamiento de este tipo de sensores. La figura 3.11 muestra el circuito de medida de los sensores de la serie 8. El circuito de la serie 2000 es muy parecido.



Figura 3.11: Circuito de medida de cualquier sensor de la serie 8

Como se puede observar en la figura, el circuito de medición que se utiliza se basa en el principio del divisor de tensión. Del análisis del circuito de la figura se desprende la siguiente fórmula:

$$Rs = \frac{Vc \cdot R_L}{V_{RL}} - R_L \tag{3.2}$$

Donde:

- *Vc*: Tensión de referencia (10 V d.c.)
- *Vh*: Tensión de heater (5 V d.c.)
- R_L : Resistencia de carga
- V_{RL} : Tensión de salida (variable a medir con la tarjeta de adquisición de datos)
- *Rs* : Resistencia medida del sensor, la cual variará según los volátiles presentes en la cámara.

"Diseño de una nariz electrónica para monitorizar el grado de maduración de la fruta" Pág. 48

El circuito de alimentación del heater y el divisor de tensión para medir la resistencia activa deben implementarse tantas veces como sensores tenga el equipo. Por ese motivo, para reducir el volumen, sólo la placa impresa que contiene los sensores está dentro de la cámara de medida. La placa que contiene la electrónica que controla todos los heaters y extrae las tensiones necesarias para medir las resistencias de todos los sensores se encuentra fuera de la misma.

3.2.5 Sistema de adquisición y procesado

Como se ha comentado con anterioridad, el módulo de procesado de señal está basado en un ordenador personal convenientemente equipado que es controlado por dos programas diferentes.

Un primer programa se encarga de la adquisición de datos y su posterior almacenamiento en un fichero de texto. Para ello debe controlar una tarjeta de adquisición de datos de 16 canales conectada al ordenador a través de su bus de expansión. El programa realiza un muestreo periódico de la tensión presente en la resistencia de carga de los circuitos de medida de cada uno de los sensores que componen la matriz. A partir de esa tensión calcula la resistencia de la capa activa mediante la ecuación 3.2. Al finalizar el proceso de medición, el conjunto de datos se archiva en un fichero de texto. Este archivo contiene la evolución temporal que han experimentado las resistencias activas de cada sensor de la matriz durante la medida.

Debido a la particularidad tanto del equipo como de la aplicación, este programa se escribió expresamente para el prototipo. En su desarrollo se utilizó un compilador de C comercial.

Posteriormente, una vez realizadas las medidas pertinentes, un segundo programa extrae las características importantes y aplica algoritmos de reconocimiento de patrones. Este segundo programa está escrito utilizando el lenguaje matemático MATLAB [3.16]. Los algoritmos de reconocimiento de patrones integrados son el análisis de componentes

principales (PCA) y las redes neuronales artificiales. En el capitulo 4, Procesado de señal, se detallará con mayor profusión la utilización de estas técnicas en el análisis de los datos generados por la matriz de sensores de la nariz electrónica.

3.3 PROTOTIPO DE FLUJO CONTINUO

3.3.1 Descripción general

En la figura 3.12 se puede contemplar una fotografía del segundo prototipo. Como ya se ha comentado anteriormente, la principal diferencia entre el primer y segundo equipo radica en el módulo de muestreo. En el nuevo prototipo este módulo está basado en la generación y control de un flujo de aire que dirige los volátiles desde la cámara de concentración hacia la de medida. Por este motivo, el sistema de muestreo consta de las tradicionales cámaras de concentración y medida más cuatro electroválvulas y una bomba de aire.



Figura 3.12: Vista general del segundo prototipo.

El procedimiento de medida en este segundo equipo consta de tres fases bien diferenciadas: La fase de concentración, la fase de medida y la fase de reposo. En todas ellas el flujo de aire que atraviesa la cámara de medida (donde están ubicados los sensores) permanece constante. La figura 3.13 muestra un esquema del módulo de muestreo en el que se pueden distinguir claramente los diferentes caminos que sigue el flujo de aire en cada una de las fases.



Figura 3.13: Diferentes caminos para el flujo de aire según la fase de medida

Cuando el sistema se encuentra en la fase de concentración, la bomba toma el aire del laboratorio y las electroválvulas lo conducen a través de la cámara de medida. El flujo de aire abandona el sistema y es devuelto al exterior sin circular a través de la cámara de concentración, ya que las electroválvulas han cerrado dicho camino con la finalidad de que se acumulen volátiles en su interior. Esta fase puede durar unos 90 minutos, tiempo suficiente para acumular una gran concentración de volátiles y así obtener una buena señal de los sensores.

Durante la fase de medida, la bomba de aire empuja los volátiles a través de un circuito cerrado desde la cámara de concentración a las de medida. Durante dicha etapa no entra ni sale aire del exterior. Para esta fase un tiempo total de 10 minutos es considerado adecuado, ya que este intervalo de tiempo permite que los sensores alcancen un valor estable.

Cuando la medida ha finalizado, el sistema pasa a la fase de reposo. En esta etapa se pretende limpiar todo el circuito de medida y restablecer la respuesta de los sensores a su resistencia de reposo. El aire es tomado del laboratorio, circula en primer lugar a través de las cámaras de medida, seguidamente pasa a través de la cámara de concentración, y empuja los volátiles que hayan podido quedar fuera del circuito. Una duración apropiada para esta fase puede ser de 15 minutos.

3.3.2 Sistema de muestreo

Este módulo es el que genera y controla el flujo de aire durante el proceso de medida. Dentro de él se encuentran las dos cámaras de medida, una bomba de aire con un flujo de dos litros por minuto y un conjunto de 4 electroválvulas.

3.3.2.1 Cámara de concentración

La cámara de concentración es un recipiente hermético de metacrilato en el que se introduce la fruta. Al igual que en el primer prototipo, se trata de una cámara que tiene como finalidad acumular los volátiles desprendidos por las piezas que se hallan en su interior.

La cámara dispone sobre dos de sus paredes laterales una entrada y una salida de aire que permiten trasladar los volátiles hasta las cámaras de medida en el momento adecuado. Si se cierran estas entradas mediante electroválvulas, se aísla el interior de la cámara. De esa manera, transcurrido un tiempo, se habrá creado una concentración de volátiles que posteriormente serán arrastrados por el flujo de aire hasta las cámaras de medida en las que se encuentran los sensores.

Además, esta cámara dispone de una tapa a través de la cual podemos introducir las piezas. Consta de unos anclajes y una junta de goma situados por su perímetro para poder cerrarla herméticamente. Dicha tapa tiene un *septum*, para poder extraer muestras de su atmósfera o bien inyectar substancias de calibración con una jeringa cromatográfica. Sus dimensiones son 17.7x26.3x15.5 cm, totalizando un volumen de

7.2 litros. La figura 3.14 muestra una foto de la cámara de concentración con piezas de fruta en su interior. Como se puede observar, en su interior se pueden alojar un número máximo de muestras que dependerá de la variedad de fruta que se pretenda estudiar.



Figura 3.14: Cámara de concentración del prototipo de flujo continuo

3.3.2.2 Cámaras de medida

A diferencia del primer prototipo, en el segundo equipo se dispone de 2 cámaras de medida conectadas en serie con un volumen de 1.7 litros cada una. En ellas se alojan los diferentes sensores empleados, unos ventiladores para homogeneizar la atmósfera y unas sondas que facilitan la lectura de la humedad y temperatura en su interior, ya que estos dos factores influyen en la respuesta de los sensores de óxidos metálicos [3.17-18]. Para evitar el mayor número de interferencias posibles el laboratorio se mantuvo siempre a una temperatura de 20 °C y la humedad relativa entre el 50 y 65 %. Sin embargo, la humedad relativa en el interior de las cámaras se mantuvo siempre entorno al 30% de humedad relativa en reposo, aumentando como máximo al 45% al realizar medidas con fruta. La inclusión de una sonda de humedad permitió utilizar el

incremento de humedad relativa como información adicional para compensar su influencia utilizando algoritmos de aprendizaje supervisado [3.19-21].

El motivo de utilizar dos cámaras radica en la flexibilidad que aporta esta aproximación. Si para una aplicación se quieren utilizar menos sensores se puede conectar una de ellas, con la consecuente reducción en volumen y aumento de señal en los sensores debido a la mayor concentración de volátiles. En los estudios realizados con fruta, se alojaron sensores de las casas Figaro [3.14-15] y Fis [3.22] (series 8 y SB respectivamente) en la primera cámara, mientras que en la segunda se instalaron sensores FIS de la serie SP.

Por lo tanto, el prototipo dispone en total de 3 tipos de sensores, cuya tecnología de fabricación y respuesta ante la presencia de volátiles es diferente. Frente a una configuración en la que existieran sensores de un solo fabricante, la aproximación escogida permite monitorizar un mayor espectro de volátiles.

Las características constructivas de las dos cámaras son idénticas. En ambos casos se han construido con metacrilato transparente. En su interior, además de los sensores (colocados en la tapa que cierra la cámara) y el sistema de medición de humedad y temperatura (apoyado sobre la base de la cámara), se incluye un ventilador para homogeneizar la atmósfera del interior.

Al igual que en la cámara de concentración, las cámaras de medida disponen de una entrada y salida de aire, a través de las cuales circula un flujo de aire constante que en la fase de medida transporta los volátiles de la fruta que provienen de la cámara de concentración. Para sellar herméticamente las cámaras, se emplean 4 anclajes metálicos que ejercen una presión sobre la tapa y el cuerpo de la misma. Esta tapa descansa sobre una junta de goma que asegura el cierre hermético.

Se ha dispuesto un agujero fresado, posteriormente sellado, para colocar un conector a través del cual se alimenta eléctricamente a los sensores y al ventilador. Por ese mismo orificio se conectan las señales de los sensores hasta las placas que adaptan su señal

para ser adquiridas por las tarjetas de adquisición de datos. La figura 3.15 muestra las dos cámaras de medida conectadas en serie.



Figura 3.15: Detalle de las dos cámaras de medida del prototipo de flujo continuo

3.3.3 Matrices de sensores

Al igual que en el primer prototipo, los sensores utilizados en esta nariz electrónica fueron todos de óxido de estaño. Mientras que en el primer equipo se utilizaron sensores exclusivamente de la casa Figaro, en este segundo instrumento también se incluyeron sensores Fis de las series SB y SP.

Con la experiencia adquirida con el primer prototipo, el segundo equipo se diseñó con la intención de que fuese fácilmente reconfigurable. Esta característica se traduce, fundamentalmente, en poder cambiar de forma sencilla los sensores que constituyen la matriz de la nariz electrónica. La tabla 3.3 detalla los sensores utilizados así como las aplicaciones para las que han sido pensados.

| <u>SENSOR</u> | APLICACION |
|-------------------|---|
| FIS (Serie-SB) | |
| S1SB-AQ1A-00 | Propósito general. Calidad del aire |
| S2SB-19-00 | Hidrógeno |
| S3SB-AQ4-00 | Humo de tabaco |
| S4SB-11A-00 | Propósito general. Vapores inflamables |
| S5SB-31-00 | Propósito general. Disolventes orgánicos |
| S6SB-30-00 | Alcohol. Disolventes orgánicos |
| S7SB-15-00 | Propano/Butano |
| Taguchi (Serie-8) | |
| S1TGS-800-1 | Calidad del aire. Humo de tabaco, Vapores de gasolina |
| S2TGS-800-2 | Calidad del aire. Humo de tabaco, Vapores de gasolina |
| S3 TGS-880-2 | Control de cocina. Olores alimenticios, vapores, humedad. |
| S4 TGS-880-1 | Control de cocina. Olores alimenticios, vapores, humedad. |
| S5 TGS-825-1 | Sulfato de hidrógeno |
| S6 TGS-822 | Disolventes orgánicos |
| S7 TGS-882-5 | Control de cocina. Vapores alcohólicos de alimentos |
| FIS (Series-SP) | |
| S1SP-MW0 | Propósito general. Control de cocina. |
| S2SP-12A-00 | Metano |
| S3SP-11-00 | Propósito general. Vapores inflamables |
| S4SP-MW1-00 | Humedad. Control de cocina. |
| S5SP-AQ1-00 | Propósito general. Calidad del aire |
| S6SP-19-00 | Hidrógeno |
| S7SP-AQ3-00 | Humo de tabaco |

Tabla 3.3. Sensores utilizados en el segundo prototipo



Figura 3.16: Matrices de sensores ubicadas en la cámara de medida 1

La figura 3.16 muestra con detalle las dos matrices de sensores de tecnología diferente que se alojan en la primera cámara de medida. En ella se puede llegar a incluir un total de 21 sensores repartidos en dos placas impresas. Una de ellas contiene sensores Taguchi y la otra sensores FIS microbola (SB). En la segunda cámara se ha incluido una única matriz con sensores FIS serie SP. Las dimensiones de la cámara pueden permitir, en un futuro, incluir sensores adicionales. La figura 3.17 muestra una foto de los sensores incluidos en la segunda cámara de medida.



Figura 3.17: Matriz de sensores en la cámara de medida número 2

A continuación pasaremos a describir las características más relevantes de estas dos nuevas series de sensores, puesto que las características de los sensores Taguchi ya han sido expuestas en apartados anteriores.

3.3.3.1 Sensores FIS serie SP

Son sensores de Óxido de Estaño cuyo funcionamiento y tecnología es muy similar al de los Taguchi Serie 8 [3.15]. En la siguiente figura podemos ver un esquema del elemento sensor correspondiente a los sensores de la serie SP.



Figura 3.18: Elemento sensor de la serie SP.

Su fabricación se basa en una avanzada tecnología de impresión Thick-Film aplicada sobre un delgado substrato cerámico de alúmina en el que se encuentran los electrodos de oro. Esta configuración permite una reducción de potencia del 50% respecto a los sensores de la casa Figaro. En la cara opuesta del substrato se deposita el heater de platino u óxido de rutenio. El encapsulado que protege al elemento sensor se puede ver en la figura 3.19.



Figura 3.19: Encapsulado del sensor SP

La tabla 3.4 muestra de forma detallada los diferentes modelos de la serie SP [3.22] que comercializa Fis, incluyendo los gases para los que se ha optimizado la sensibilidad de cada sensor y el consumo de potencia de heater.

| Categoría | Gas detectado | Modelo (consumo de potencia) |
|----------------------------|----------------------|------------------------------|
| Mezcla de dos gases | CO y Metano | # |
| Gases inflamables | Hidrocarburos | SP-11-00 (Ph: 400 mW) |
| | Metano | SP-12A (Ph: 380Mw) |
| | Propano/butano | SP-15A-00 (Ph: 380 mW) |
| | Hidrógeno | SP-19-00 (Ph: 315 mW) |
| Disolventes orgánicos | De propósito general | SP-31-00 (Ph: 315 mW) |
| - | Alcohol | SP-32-00 (Ph: 315 mW) |
| Gases refrigerantes | HCFCs (R-22) | SP-41-00 (Ph: 400 mW) |
| - | HFCs (R-134a) | SP-42-00 (Ph: 400 mW) |
| | | SP-42A sensor bajo prueba |
| Gases Tóxicos | Monóxido de carbono | # |
| | Sulfuro de | SP-51 sensor bajo prueba |
| | Hidrógeno | |
| | Amoniaco | SP-53-00 (Ph: 315mW) |
| Gases oxidantes | Ozono | SP-61 sensor bajo prueba |
| | Óxido de nitrógeno | # |
| | Clorhídrico | SP-65 sensor bajo prueba |
| Control de alimentos | De propósito general | SP-MW0-00 (Ph: 400 mW) |
| | Humedad | SP-MW1-00 (Ph: 400 mW) |
| | Alcohol | SP-MW2-00 sensor bajo prueba |
| | Gases combustibles | SP-MW3-00 sensor bajo prueba |
| Control de calidad de aire | Propósito general | SP-AQ1-00 (Ph: 315mW) |
| interior | | SP-AQ2-00 (Ph: 315mW) |
| | | SP3-AQ2-00 (Ph: 315mW) |
| | | SP3-AQ2Y-00 (Ph: 315mW) |
| | Humo de cigarrillos | SP-AQ3-00 (Ph: 315mW) |
| | CO_2 | Bajo test |
| Gases emitidos por los | Gasolina | SP-AD1/SP-AD3 bajo test |
| vehículos | Gas-oil | SP-AD2/SP-AD3 bajo test |

Tabla 3.4: Campo de aplicaciones de los sensores Fis SP(Ph = Potencia heater).

3.3.3.2 Sensores FIS serie SB

Al igual que la casa Figaro con su serie 2000, FIS ha sacado al mercado sensores con tecnología diferente a la de las series 8 y SP [3.22]. En la serie SB, el objetivo primordial ha sido la disminución del consumo de potencia y tamaño del sensor gracias a la integración de todo el conjunto que constituye el sensor (elemento sensor, encapsulado, patillaje, etc.).

La serie SB [3.23] tiene un elemento sensor como el de la figura 3.20, semiconductor tipo *mini bead*, principalmente compuesto de dióxido de estaño (SnO_2) . La bobina calefactora y los electrodos están incrustados en el elemento sensor.



Figura 3.20: Elemento sensor

Los sensores Fis micro bola que se han empleado en la primera cámara de medida presentan un encapsulado metálico, que protege al elemento sensor. Dicho encapsulado está compuesto por dos mallas metálicas de acero inoxidable que descansan sobre una base de plástico.



Figura 3.21: Presentación comercial de los Fis serie SB

La tabla 3.5 recoge de forma detallada los diferentes modelos FIS SB [3.23] con los gases que detectan y su consumo de potencia. Obsérvese que ésta es notablemente inferior a la que consumen los FIS SP, facilitando su incorporación en equipos portátiles.

| Aplicación | Gas detectado | Modelo (consumo de potencia) |
|---------------------------|----------------------|---------------------------------------|
| Mezcla de dos gases | CO y Metano | SB-95-00 (Ph: 120 mW - máx.) |
| Gases inflamables | Hidrocarburos | SB-11 ^a -00 (Ph: 120 mW) |
| | Metano | SB-12 ^a sensor bajo prueba |
| | Propano/butano | SB-15-00 (Ph: 120 mW) |
| | Hidrógeno | SB-19-00 (Ph: 120 mW) |
| Disolventes orgánicos | De propósito general | SB-31-00 (Ph: 120 mW) |
| | Alcohol | SB-30-00 (Ph: 120 mW) |
| Gases refrigerantes | HCFCs (R-22) | SB-41-00 (Ph: 120 mW) |
| | HFCs (R-134a) | SB-42-00 (Ph: 120 mW) |
| | | SB-42 ^a sensor bajo prueba |
| Gases Tóxicos | Monóxido de | SB-50-00 (Ph: 120 mW - máx.) |
| | carbono | SB-500-00 (Ph: 120 mW - máx.) |
| | Amoniaco | SB-53 sensor bajo prueba |
| Gases oxidantes | Óxido de nitrógeno | SB-62 sensor bajo prueba |
| Control de la calidad del | De propósito general | SB-AQ1A-00 (Ph: 120 mW) |
| aire (sistemas de control | Humos de cigarrillos | SB-AQ4-00 (Ph: 140 mW) |
| de ventilación,) | | |

Tabla 3.5: Campo de aplicaciones de los sensores Fis SB (Ph = Potencia heater)

Al igual que los sensores de la serie SP, los sensores SB son sensores resistivos cuyo funcionamiento está basado en la relación entre la resistencia del sensor (Rs), y la concentración de los gases. La resistencia del sensor se decrementa en función del gas depositado sobre el sensor según una función logarítmica (de igual forma que los TGS).

El rasgo más significativo de estos sensores es el bajo consumo del heater, garantizando, además, las características típicas de un sensor de óxido de estaño:

- Larga vida útil
- Alta fiabilidad
- Modo de empleo sencillo
- Bajo coste



3.3.4 Circuitos de polarización y medida

Figura 3.22: Detalle de la placa que contiene los sensores Fis SP

La figura 3.22 muestra con detalle la placa donde se aloja la matriz de sensores FIS SP. Como ya se ha comentado con anterioridad, esta placa se encuentra en la segunda cámara de medida. Los sensores Fis están montados sobre un zócalo idéntico al utilizado para los sensores Taguchi.



Figura 3.23: Patillaje de los sensores FIS SP

En la figura 3.23 se puede ver el layout de los pins y su equivalente eléctrico, que será de gran utilidad a la hora de diseñar el circuito de medida de la resistencia del sensor. Se trata de una disposición idéntica a la de los sensores de la casa Taguchi, lo cual implica que su circuito de medida lo forma una simple resistencia de carga que configura un divisor de tensión con la Rs del sensor, exactamente el mismo circuito que en su momento se detalló para los sensores Taguchi. (Véase figura 3.11)

Los sensores Fis micro bola, dada su reducida dimensión y patillaje, están montados sobre un zócalo "dual in line", aprovechando los pines de éste para insertar los sensores. Además, se ha utilizado esta misma placa para colocar las resistencias de carga del circuito de medida. Véase a continuación dicha placa:



Figura 3.24: Detalle de la placa que contiene todos los sensores Fis micro bola

Los sensores Fis micro bola se encuentran ubicados en una placa situada en el interior de la primera cámara de medida. Sin embargo, para ahorrar volumen, los circuitos de medida de estos sensores se encuentran en otra placa (interficie) situada fuera de la cámara.

Para poder medir las variaciones de la resistencia del sensor, debemos ayudarnos de un circuito de medida (facilitado por el fabricante) formado básicamente por una resistencia de carga y una tensión de control:



Figura 3.25: Circuito de medida D.C. de los sensores Fis micro bola, y patillaje del sensor.

Las condiciones de operación del circuito de la figura anterior son las siguientes:

- *Vc*: Tensión de control, que debe ser menor a 5 V d.c.
- Vh: Tensión de heater, la cual debe estar entre 900 mV y 1 V, aproximadamente
- R_L : Resistencia de carga, su valor es variable. Se recomienda que sea superior a 750 Ω . En nuestro caso se optó por un valor de $R_L = 2700 \Omega$.
- V_{RL} : Tensión de salida flotante que deberemos referenciar a una masa común con el circuito que detallaremos a continuación, en el siguiente punto.
- *Rs*: Resistencia medida del sensor, que variará según los volátiles presentes en el sensor. Dicho valor será el que calcularemos mediante software, y lo monitorizaremos para que el usuario tenga conocimiento de la evolución de la respuesta del sensor.

La placa interficie se encarga de realizar la comunicación entre las señales recogidas procedentes de los sensores alojados en la cámara de medida número 1 y la tarjeta de adquisición de datos. Según se ha podido ver en la figura 3.25, la tensión de salida V_{RL}

no está referenciada a una masa común. Para poder fijar dicha tensión a una masa común (y evitar así incompatibilidades con los canales de entrada de la tarjeta) tanto para el sensor, resistencia de carga, fuentes de alimentación y la tarjeta de adquisición, se ha diseñado un circuito basado en un amplificador operacional que garantiza una copia referida a masa de la tensión flotante que conectamos a su entrada. La figura 3.26 detalla este esquema:



Figura 3.26: Circuito para referenciar a masa la tensión de salida de los sensores Fis micro bola

Básicamente la placa interficie está constituida por 7 circuitos como el de la figura anterior (uno para cada sensor Fis micro bola utilizado), y además dispone de una serie de conectores para cable aéreo plano, a través de los cuales se reciben las señales de la matriz de sensores Fis micro bola.

Todas estas señales, junto con las de alimentación, son canalizadas hasta un conector, y enviadas hacia la tarjeta (incluida dentro del ordenador personal PC), compartiendo una única masa común, tanto para las señales, como para la tarjeta.

3.3.5 Sistema de adquisición y procesado

Al igual que en el prototipo inicial, un ordenador personal gestiona el proceso experimental y posteriormente aplica algoritmos de reconocimiento de patrones para extraer resultados sobre las medidas realizadas. Estas dos tareas son realizadas por programas diferentes que no es necesario que se ejecuten de forma paralela ni coordinada.

A diferencia del primer equipo en el que el muestreo se realizaba de forma manual, el nuevo equipo gestiona el proceso de forma automática. Con la ayuda de 2 tarjetas de adquisición de datos (modelo PCL-818 [3.24]), con un total de 32 canales analógicos/digitales de entrada, y un programa realizado a medida en lenguaje C, se controla todo el proceso de medida.

| CÁMARA Nº | SENSORES | TARJETA DE ADQUISICIÓN |
|-----------|--------------------------|------------------------|
| 1 | Taguchi y Fis micro bola | PCL 818_1 |
| 2 | Fis SP | PCL 818_2 |

Tabla 3.6: Distribución de las placas de adquisición de datos, según las cámaras de medida

Las electroválvulas son gobernadas por las salidas digitales de la tarjeta de adquisición, reconduciendo el flujo de aire según en la fase de la medida que se encuentre el sistema. Cuando los sensores están expuestos a los volátiles, durante la fase de medida, el ordenador almacena los cambios de resistencia que experimentan los sensores. Al finalizar cada medida, el programa de adquisición genera un fichero de texto que almacena en el disco duro del ordenador. Los datos que procesa este programa son:

- La resistencia de todos los sensores (Taguchi, FIS SB y FIS SP)
- La temperatura (de la cámara de medida 1 y 2).
- La humedad (de la cámara de medida 1 y 2).

Estos cálculos se presentan en pantalla para que el usuario pueda ir comprobando como varía la resistencia de los sensores en tiempo real.

Posteriormente, un nuevo programa matemático de alto nivel procesa la señal para extraer los resultados requeridos por cada aplicación. Al igual que en el primer prototipo, se trata de algoritmos programados con MATLAB. En el capítulo 4, "Procesado de señal", se profundizará sobre los algoritmos de inteligencia artificial que utilizan los prototipos diseñados en este trabajo.

<u>REFERENCIAS</u>

- [3.1] Alpha Mos inc., http://www.alpha-mos.com
- [3.2] Lennartz Electronic, http://www.lennartz-electronic.de
- [3.3] Cyranno, http://www.cyrannosciences.com
- [3.4] Applied Sensor inc., http://www.appliedsensor.com
- [3.5] MicroSensor Systems, http://www.microsensorsystems.com
- [3.6] Element Ltd., http://www.element.is

[3.7] Göpel W., *Sensors, a Comprehensive Survey*, Vol. 2, Chemical and biochemical Sensors, VCH, Weinheim, 1991, pp. 430-466.

[3.8] Moseley P.T., Norris J.O.W. and Williams D.E., *Techniques and Mechanisms in Gas Sensing*, Adam Hilger, Bristol, 1991

[3.9] di Benedetto L.T., Alexander P.W. and Hibbert D.B., *Portable battery-powered* flow injection analyser for volatile alcohols using semiconductor gas sensors, Anal. Chim. Acta, 321 (1996), 61-67

[3.10] Moseley P.T., Prudenziati M., *Thick Film sensors*, Elsevier Science, Amsterdam, 1994, 261-288

[3.11] Moseley P.T. and Tofield B.C., *Solid-State gas sensors*, Adam Hilger, Bristol, 1987, 1-16

[3.12] Kostafad P., Non-stoichiometric, *Diffusion and Electrical Conductivity in Binary Metal Oxides*, Wiley-Interscience, New York, 1972

[3.13] Clifford P.K. and Tuma D.T., *Characteristics of semiconductor gas sensors I. Steady-state gas response*, Sensors and Actuators, 3, (1983), 233-54

[3.14] N. Taguchi, US Patent 3 631 436, 1971

[3.15] Figaro Engineering Inc, Figaro Gas Sensor Technical Reference

[3.16] Matlab (version 5.3), The Mathworks, inc. http://www.mathworks.com

[3.17] Van Geloven P., Honore M., Roggen J., Leppavuori S., Rantala T., *The influence of relative humidity on the response of tin oxide gas sensors to carbon monoxide*, Sensors and Actuators B, 4, (1991), 185-188

[3.18] Romppainen P., Lantto V., Leppavuori S., *Effects of water vapour on the CO response behaviour of tin dioxide sensors in constant temperature and temperature-pulsed modes of operation*, Sensors and Actuators B,1, (1990), 73-78

[3.19] J.Brezmes, E.Llobet, X.Vilanova, X.Correig, Vapour identification and quantification under variable moisture conditions using gas sensor arrays and artificial neural networks, Proceedings of the 11th European Conference on Solid-State Transducers, Eurosensors XI, Warsaw (Poland) 1997, 1317-1320

[3.20] J.Brezmes, E.Llobet, X.Vilanova, X.Correig, *Quantification of volatile compounds using gas sensor arrays and artificial neural networks*, Proc. Of the International conference on Engineering applications of neural networks, EANN96, Londres (1996), pp 91-96

[3.21] Brezmes, J.; Llobet, E.; Vilanova, X.; Correig, X., *Compensation of moisture effects in the quantification and identification of VOC's using artificial neural networks*, Proceedings of CAC'96, Chemometrics in Analytical Chimestry, Tarragona (1996), pp 109

[3.22] FIS inc., http://www.fisinc.co.jp

[3.23] Products Review, Sensor and systems technology, FIS inc.,

http://www.fisinc.co.jp

[3.24] PC labcard, Advantech co, Ltd., http://www.advantech.com