



CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS  
AVANZADOS DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

UNIDAD ZACATENCO

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ELÉCTRICA

SECCIÓN DE BIOELECTRÓNICA

**“Plataforma olfatométrica para la evaluación de  
muestras alimentarias”**

**TESIS**

Que presenta

**LUIS FERNANDO VALDEZ GARDUÑO**

Para obtener el grado de

**DOCTOR EN CIENCIAS**

**EN LA ESPECIALIDAD DE**

**INGENIERÍA ELÉCTRICA**

Director de la Tesis:

Dr. Juan Manuel Gutiérrez Salgado



## Agradecimientos

En primer lugar agradezco a mi familia, mis padres y hermanos por soportarme a lo largo de tantos años, brindarme su apoyo y consejos siempre.

A mis compañeros del laboratorio que más que compañeros son amigos y me han ayudado con consejos, soportado mis consejos y que hicieron ameno mi paso por el CINVESTAV, haciendo dos menciones especiales: a mi director de tesis el Dr. Juan Manuel Gutiérrez y al Dr. Roberto Muñoz quienes siempre estuvieron al pendiente de las necesidades del laboratorio y buscando la forma de que todos los proyectos que se desarrollan lleguen a buen término, además de promover la sana convivencia dentro de la familia a la que conocemos como laboratorio 11.

Finalmente un agradecimiento al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca que se me otorgo tanto para el doctorado como para la estancia realizada, sin las cuales este trabajo no podría haberse realizado.



## Indice

Indice.....	I
Indice de figuras.....	III
Indice de tablas.....	VII
Resumen.....	1
Abstract.....	2
1. Introducción.....	3
1.1 Planteamiento del problema.....	6
1.2 Objetivos.....	7
1.3 Estructura de la tesis.....	8
2. Marco teórico y estado del arte.....	11
2.1 Olfatometría y olfatómetros.....	11
2.2 Narices electrónicas (NE).....	16
2.2.1 Arquitectura de una NE.....	17
2.2.2 Arreglo de sensores para gases y tipos de sensores.....	18
2.2.3 Procesamiento de señales (sistema de reconocimiento/identificación).....	21
2.3 Estado del arte.....	25
3. Desarrollo Experimental.....	33
3.1 Propuesta de solución.....	33
3.2 Diseño.....	34
3.2.1 Olfatómetro activo mezclador de olores.....	35
3.2.1.1 Primer Etapa experimental- Caracterización del olfatómetro mezclador de olores.....	44
3.2.2 Selección del arreglo de sensores MOX y diseño de instrumentación.....	44
3.2.2.1 Segunda etapa experimental- Pruebas del arreglo de sensores MOX.....	46
3.2.2.1a Respuesta del arreglo MOX a alcoholes.....	47
3.2.2.1b Experimental con muestras complejas.....	48
3.2.3 Diseño del control de temperatura del arreglo de sensores MOX.....	51
3.2.3.1 Tercera etapa experimental- Pruebas del control de temperatura del arreglo de sensores MOX.....	55
3.2.4 Sistema de adquisición de señales e interfaz de control.....	56
3.2.4.1 Cuarta etapa experimental- Pruebas del sistema de adquisición de señales e interfaz de control.....	57
3.2.5 Diseño de la cámara de intercambio gaseoso e interfaz de usuario y registro.....	58
3.2.5.1 Quinta etapa experimental- Prueba general del sistema con muestras complejas.....	63
4. Resultados y discusión.....	67
4.1 Resultados 1ra etapa experimental (Caracterización del olfatómetro).....	67
4.2 Resultados 2da etapa experimental (Pruebas del arreglo de sensores MOX).....	71
4.2.1 Respuesta del arreglo MOX a alcoholes.....	71
4.2.2 Experimental con muestras complejas.....	72

4.3 Resultados 3ra etapa experimental- Pruebas del control de temperatura del arreglo de sensores MOX. ....	83
4.4 Resultados 4ta etapa experimental- Pruebas del sistema de adquisición e interfaz de control.....	84
4.5 Resultados 5ta etapa experimental- Pruebas general del sistema.....	85
5 Conclusiones y perspectiva a futuro.....	95
5.1 Diseño del olfatómetro mezclador de olores (1ra etapa experimental). ....	95
5.2 Selección del arreglo de sensores y diseño de instrumentación (2da etapa experimental). ....	96
5.3 Control de temperatura del arreglo de sensores.....	97
5.4 Diseño del sistema de adquisición e interfaz de control.....	97
5.5 Diseño de la cámara de intercambio gaseoso e interfaz de usuario y registro. ....	98
5.6 Conclusiones generales.....	99
5.7 Perspectiva y trabajo a futuro .....	100
Bibliografía.....	103
Apendice I. Productos resultantes del trabajo de tesis.....	109

## Índice de figuras

Fig. 1 Composición del epitelio Olfatorio[15].....	12
Fig. 2 Prisma de Henning.....	13
Fig. 3 Diagrama básico de un olfatómetro.....	16
Fig 4. Ciclo de respuesta de 4 sensores de gas MOX a un estímulo de olor (té verde) de 35 s seguido de una limpieza con aire limpio de 310 s.....	22
Fig 5. Diagrama del proceso general de una nariz biológica y electrónica.....	23
Fig 6. Herramientas utilizadas generalmente en el procesamiento de datos de las narices electrónicas.....	25
Fig. 7 Diagrama a bloques de la plataforma. (Flecha gris corriente de aire limpio, Flecha negra corriente de aire olorizado y flecha punteada control electrónico y transferencia de datos).....	33
Fig. 8 Diagrama a neumático del olfatómetro (a) Fuente de aire (b) Filtrado y regulador de seguridad (c) Válvulas de entrada/ selección (d) Contenedores (e) Mezclador (f) Sección de administración (salida)[1].....	36
Fig. 9 Diagrama a bloques de la interacción de entre los dispositivos que componen al olfatómetro mezclador de olores.....	38
Fig. 10 Diagrama a bloques de la lógica de control del mezclador de olores.....	39
Fig. 11 Diagrama de flujo del programa de control del olfatómetro mezclador con sus dos modos de operación.....	41
Fig. 12 Olfatómetro con carcasa impresa.....	42
Fig. 13 Detalle de ubicación de los componentes electrónicos del olfatómetro.....	43
Fig. 14 Sensores de la serie MQ y su diagrama eléctrico mínimo.....	46

Fig. 15 Diseño de la carcasa de la nariz a imprimir y disposición de los sensores .....	46
Fig. 16 Composición de la plataforma de registro.....	47
Fig. 17 Diagrama de control de temperatura para un sensor. ....	51
Fig. 18 (a)Sensors MQ con ventana perforada (b)Tarjeta del sensor IR TMP006 (c) Socket para sensor MQ (d) Sistema ensamblado .....	52
Fig. 19 Diagrama eléctrico a bloques del circuito de control de temperatura para el arreglo de sensores MOX .....	53
Fig. 20 Cámara de intercambio gaseoso provisional con ranuras para cada módulo sensor a) detalle de la ranura para el sensor de humedad y temperatura b) detalle de las ranuras para los módulos sensores MOX. ....	54
Fig. 21 Plataforma de registro para las pruebas del control de temperatura. ....	56
Fig. 22 Interacción de los dispositivos que componen a la plataforma.....	57
Fig. 23 a) Diseño CAD del esqueleto de la cámara, b) Colocación de los sensores en los rieles del esqueleto y c) módulos sensores colocados y tapa flexible. ....	59
Fig. 24 Ensamble de los sensores IR y MOX con las juntas modificadas. ....	60
Fig. 25 Diagrama y definición de la función “ <i>RegistroMuestra</i> ”.....	61
Fig. 26 Formato de los archivos .txt generados, conexiones del módulo de adquisición y sensores IR.....	62
Fig. 27 Plataforma de Análisis olfatométricos completa.....	63
Fig. 28 Diagrama de tiempos de la prueba con té. ....	64
Fig. 29 Curvas de calibración (a) canales olorizados (b) canal de aire limpio.....	69
Fig. 30 Tiempo de respuesta ( $T_r$ ) y tiempo de estabilización ( $T_s$ ) para los canales olorizados a distintos flujos deseados ( $F_s$ ). ....	70



Fig. 31 Respuesta del arreglo de sensores MQ-X a un ciclo de estimulación (30 s odorante x 70 s limpieza) a una dilución 1:5 de Alcohol : Aire limpio..... 72

Fig. 32 Datos concatenados de los 7 sensores de gas a través de las 40 repeticiones del experimento 1 para el chocolate G y porcentajes de decremento de la señal. .... 73

Fig. 33 Datos concatenados de los 7 sensores de gas a través de las 40 repeticiones del experimento 2 para el chocolate G y porcentajes de decremento de la señal. .... 74

Fig. 34 Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Rojo- Oscuro, Verde- semi oscuro y Azul- con leche), a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%..... 75

Fig. 35 Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Ingredientes extra Cian- sin ingrediente extra, Rojo-Coco, Verde –Fresa, Azul-Naranja, Magenta- Menta y Negro-Pistache), a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%..... 76

Fig. 36 Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Endulzante:Verde- Azúcar, Negro-Acesulfame-K/Aspartame, Azul-Maltitol y Rojo- Splenda®), a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%. .... 77

Fig. 37 Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Caducidad: Rojo-caduco y Verde – Fresco ) a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%..... 78

Fig. 38 Temperatura entregada por los sensores IR a cuatro temperaturas objetivo (100°C, 105°C, 110°C y 115°C). a) Señales entregadas por el sensor IR para 7 minutos de prueba en uno de los sensores b) Graficas de caja del acumulado de los 7 sensores para las 4 pruebas realizadas. ....	84
Fig. 39. Interfaz de control mostrando la captura de un segmento de 3 minutos de las señales entregadas por la unidad de sensado durante el precalentamiento de los sensores. ....	85
Fig. 40 Vista preliminar de un archivo del experimental recuperado desde la nube (Google Drive).....	86
Fig. 41 Respuesta de los sensores MOX capturada por la plataforma para tres muestras diferentes de té y sus blancos. ....	87
Fig. 42 PCA (primeras 3 componentes) del segmento de estimulación con blanco (las líneas unen muestras sucesivas). ....	88
Fig. 43 PCA (primeras 3 componentes) del segmento de estimulación con té (las líneas unen muestras sucesivas).....	88
Fig. 44 PCA (primeras 3 componentes) del segmento de estimulación con té corregida por la respuesta a la estimulación con el blanco (las líneas unen muestras sucesivas). ..	89
Fig. 45 Diagrama de procesamiento para el clasificador de té. ....	90

## Índice de tablas

Tabla 1 Ejemplos de descripciones organolépticas de los catálogos de fragancias y sabores de Sigma-Aldrich® .....	14
Tabla 2. Resumen de las características de los olfatómetros más destacados del estado del arte.....	28
Tabla 3. Resumen de trabajos que utilizan arreglo de sensores MOX. ....	31
Tabla 4. Instrucciones del dispositivo.....	40
Tabla 5 Descripción de los sensores utilizados en el arreglo de la nariz electrónica.....	45
Tabla 6 Clasificación de las barras de chocolate según las características descritas en el empaque. ....	48
Tabla 7 Descripción detallada de las barras de chocolate utilizadas. ....	50
Tabla 8. Tabla de comandos de la unidad de sensado.....	55
Tabla 9 Arreglo de sensores utilizados para el experimental con bolsas de té. ....	64
Tabla 10. Detalles de los téis seleccionados para el experimental.....	65
Tabla 11. Flujos máximos medidos para cada canal del olfatómetro. ....	67
Tabla 12. Pruebas de flujo a la salida del olfatómetro en modo mezclador.....	71
Tabla 13 Resultados del clasificador 1 para el experimento 1 .....	80
Tabla 14 Resultados del clasificador 1 para el set de prueba del experimento 2.....	81
Tabla 15 Parámetros de entrenamiento del clasificador 1. ....	81
Tabla 16 Resultados del clasificador 2 para el experimento 2.....	82
Tabla 17 Parámetros de entrenamiento para el clasificador 2 experimento 2.....	82

Tabla 18. Parámetros de la Red Neuronal Artificial para la clasificación de té.....	91
Tabla 19 Tabla de confusión para el acumulado de la prueba con validación usando 5 PCs y 18 Neuronas en la capa intermedia con ajuste de blancos. ....	91
Tabla 20 Resultados para la fase de prueba del clasificador de Té, utilizando el ajuste de blancos.....	92
Tabla 21 Resultados para la fase de prueba del clasificador de Té, sin el ajuste de blancos.....	92

# Resumen

---

Tradicionalmente los análisis de olfatometría para la evaluación de muestras alimentarias se realizan sin tener en cuenta una estimulación controlada o la evaluación objetiva del estímulo que se administra (composición-concentración) solamente se enfocan en analizar la respuesta producida en el sujeto de prueba (opinión del catador o respuesta del panel de prueba). Este hecho provoca que los resultados obtenidos contengan un alto grado de subjetividad y poca repetibilidad; empeorando en estudios donde la composición del estímulo se ve alterada entre pruebas o a lo largo de ellas. En este sentido, el instrumento ideal para estudios olfatométricos sería aquel que nos permitiera entregar estímulos controlados al tiempo que son registradas sus características (composición, concentración, temperatura y flujo). Sin embargo, esto es imposible usando las técnicas analíticas convencionales por su complejidad y tiempo requerido; haciendo necesario el uso de nuevas herramientas como las narices electrónicas y las señales que éstas entregan.

Por lo cual el presente trabajo describe el desarrollo de una plataforma olfatométrica portable (7.6 kg y 43 cm x 23 cm x 25cm), compuesta por: Un olfatómetro mezclador de olores, el cual permite entregar estímulos olfativos controlados en tiempo y composición (hasta cuatro componentes) utilizando muestras odorantes solidas o liquidas sin necesidad de pretratamiento. Una nariz electrónica que permite el registro en tiempo real de los estímulos olfativos (estímulos químicos) entregados por el olfatómetro utilizando un arreglo de sensores de gas (MOX). Y finalmente una etapa de registro e interfaz de usuario, que facilita el uso de la plataforma y el acceso a los registros por medio de la nube. El sistema aumentará la repetibilidad de las pruebas olfatométricas y proporcionará una referencia objetiva a cualquier prueba que se desee realizar.

Se demuestra que los dispositivos desarrollados son aptos para la evaluación de muestras complejas (muestras alimentarias sin pretratamiento) con el desarrollo de dos clasificadores de muestras alimentarias: Uno para la detección de tipos de chocolates y otro para clasificación de muestras de té. En los cuales se obtienen resultados de identificación del 81.3%(0.99 exactitud, 0.86 precisión, 0.84 sensibilidad y 0.99 especificidad) y 85.18% (0.98 exactitud, 0.95 precisión, 0.85 sensibilidad y 0.99 especificidad) respectivamente para su fase de prueba tras la validación de los mismos.

# Abstract

---

Normally the olfactometric evaluation of alimentary samples is made by evaluating the response or reaction on a test subject (taster evaluation or human panel consensus) without stimulation control or any kind of objective evaluation. This fact makes the obtained results to have a strong subjective component and lack of repeatability, this situation get worst in tests where the stimulus composition is modified between tests or along the study. In this sense, a way to improve the results would be to use an instrument capable of delivering a controlled stimulation and recording the stimulus characteristics, characteristics like: composition, concentration, temperature and flow speed. But to record those characteristics is almost impossible with the traditional analytic techniques, because of the tests complexity and the time they would involve. Making necessary to use other tools to describe the stimulus, tools like the electronic noses and the signals they deliver.

With this settled, this work describes the development of a portable olfactométrica platform (7.6 kg y 43 cm x 23 cm x 25cm), Integrated by: An odor mixer olfactometer that delivers a time controlled stimulus from an also controlled mix of up to 4 solid or liquid samples (without sample pretreatment). An electronic nose, which enables the real time record of the characteristics of the odor stimulus using a gas sensor array (MOX sensors). And as the last component the user interface that makes possible an easy use of the platform and gives access to the recorded data using “the cloud”. The system’s purpose is to increase the repeatability of the olfactometric tests and to give an objective reference to any of them.

This work demonstrates that the developed devices are fit for the evaluation of complex samples by the development of two alimentary samples classifiers. The first one for the detection of chocolate type and the second for tea sample classification. The classifiers results were: 81.3% (0.99 accuracy, 0.86 precision, 0.84 sensitivity and 0.99 specificity) and 85.18% identification rate (0.98 accuracy, 0.95 precision, 0.85 sensitivity and 0.99 specificity) respectively for their test phase after k fold validation

# Capítulo 1. Introducción

---

El olfato es el sentido encargado de detectar y procesar los compuestos químicos volátiles transportados por el aire que son percibidos al inspirarlos [1]. Dicha percepción puede provocar una amplia gama de reacciones las cuales pueden ir desde aceptar o rechazar un alimento apetecible o potencialmente dañino, hasta desencadenar una respuesta hormonal o emocional específica [1]–[3]. Aunque los procesos *estímulo-reacción* han sido estudiados ampliamente en las últimas décadas y se ha logrado determinar la existencia de reacciones específicas, como, la influencia de ciertos compuestos químicos volátiles producidos por las plantas en el ciclo de alimentación de la mayoría de los insectos considerados como plaga [4], [5] o la influencia de las feromonas en el comportamiento humano[6], aún existen muchas incógnitas respecto del funcionamiento del olfato y la forma en la que llegan a desencadenar dichas reacciones. Las investigaciones que se desarrollan hoy en día, promueven la comprensión de las reacciones que producen los olores, a la par que se avanza en el entendimiento de la actividad sensorial del olfato, permitiendo la corrección y el planteamiento de nuevas teorías.

Tradicionalmente se consideraba que el sentido del olfato en los humanos era uno de los menos sensibles o evolucionados del reino animal especialmente cuando era comparado con otros mamíferos en el campo de umbral de olfacción y tipos de receptores olfativos. Sin embargo, se ha descubierto que estas deficiencias son compensadas hasta cierto punto por la capacidad de procesamiento que tiene el cerebro humano y el rol que el sentido del olfato tiene al utilizarse en conjunto con el gusto para generar la percepción conocida como “sabor”[7], [8], este cambio de paradigma ha sido posible gracias al avance tecnológico que permite un análisis más detallado de las estructuras anatómicas involucradas y de su operatividad bioquímica. Favorecido en gran medida por los notables avances en la instrumentación médica destinada a la detección de enfermedades, el diagnóstico y el monitoreo de tratamientos. Ejemplo de ello es el uso cada vez más frecuente de la resonancia magnética funcional RMF.

En la práctica, el dispositivo comúnmente utilizado para evaluar el sentido del olfato se conoce como olfatómetro. "Un olfatómetro es el instrumento utilizado para medir la sensibilidad del sentido del olfato con respecto a intensidad, concentración y calidad de un olor" [9] el cual suele funcionar con una dinámica simple, se expone al sujeto de prueba a un estímulo olfatorio determinado para posteriormente "medir" la reacción del mismo, esta reacción puede ser evaluada por distintos instrumentos que pueden ir desde un simple cuestionario o botones de respuesta hasta la medición de potenciales de activación en las neuronas involucradas.

Los estudios de olfatometría son los que se realizan para evaluar el sentido del olfato o la reacción que producen los olores. Estos no se encuentran restringidos a un sujeto u objeto de prueba; mientras estos posean aun un sistema olfativo susceptible de analizar. Esta situación, provoca que el diseño de olfatómetros existentes posea particularidades específicas para cada prueba y sujeto. A pesar de ello, es posible distinguir dos tipos principales de olfatómetro: *los activos* que entregan los olores en una corriente de aire portadora y *los pasivos* que requieren de la inhalación del sujeto o de una corriente de aire externa para transportar el olor. Así, mientras los olfatómetros activos, son los más utilizados en estudios de laboratorio, pues permiten controlar la mayoría de las variables del entorno de prueba; los olfatómetros pasivos suelen emplearse para efectuar pruebas rápidas en consultorio. Una segunda clasificación sería la relacionada con el tipo de muestras aromáticas que son capaces de manejar: líquidas, sólidas o gaseosas. Por último, se puede considerar una clasificación adicional basándose en el sujeto de prueba (insectos, pequeños mamíferos, humanos, narices electrónicas, etc.) donde la principal diferencia radica en los dispositivos de administración.

Así pues, el campo de aplicación de los olfatómetros permite desde el estudio de las reacciones en los sistemas biológicos hasta la calibración o evaluación de los sistemas artificiales. Considerando que la mayoría de los olfatómetros no se encuentran diseñados para interactuar con otros dispositivos o implementar modificaciones en su funcionamiento, tareas como el empleo de un sujeto de prueba distinto y protocolos de medida particularizados, demandan de un alto grado de especialización para conseguir



la adaptación del instrumental comercial o muy frecuentemente el desarrollo de equipo nuevo.

Un aspecto negativo en los diseños convencionales de cualquier tipo de olfatómetro, es la imposibilidad de evaluar objetivamente las características de los estímulos que entregan al tiempo que se realiza la estimulación. Para sortear esta desventaja, es posible hacer uso de las llamadas tecnologías bioinspiradas y la inclusión de una Nariz Electrónica (NE), siendo esta última la que brindaría la posibilidad de registrar y evaluar de manera objetiva los estímulos olorosos entregados.

Las tecnologías bioinspiradas, son aquellas tecnologías que intentan emular un sistema de origen biológico, en el caso particular de las NE se intenta emular el olfato como la capacidad de relacionar las concentraciones de los compuestos volátiles en el entorno con su correspondiente concepto “el olor”. Uno de los primeros intentos en este campo fue conceptualizado y ejecutado por Dood y Persaud [10] con la introducción de la NE, un dispositivo capaz de imitar el sistema olfativo de los mamíferos para la detección de olores.

Las narices electrónicas han tenido un gran desarrollo y hasta hoy su campo de estudio es uno de los que más publicaciones tienen respecto de otras tecnologías bioinspiradas. Su aplicación ha tenido un impacto positivo en diferentes áreas, tales como la evaluación de la calidad de los alimentos mediante su olor, seguridad alimentaria, perfumería, manejo de combustibles y explosivos, monitoreo ambiental, biomedicina y procesos industriales [11]. En donde sus tareas principales se centran en la evaluación cuantitativa o cualitativa de los compuestos volátiles presentes en el aire.

Combinar las técnicas de olfatometría con un sistema bioinspirado como la nariz electrónica, brinda la oportunidad de integrar una plataforma de análisis de muestras de odorantes que incluya una etapa de estimulación con una etapa de evaluación objetiva del estímulo (olor). Entre las ventajas que podría aportar un instrumento que integre estos sistemas, se pueden destacar las siguientes:

- Control preciso de los estímulos olfativos.

- Obtención de características del estímulo en tiempo real.
- Análisis y evaluación objetiva de olores.
- Detección de cambios en la muestra odorante.
- Adaptación del sistema a distintos tipos de muestra.
- Posibilidad de corrección del estímulo en tiempo real.

### **1.1 Planteamiento del problema**

Tradicionalmente los análisis de olfatometría se realizan sin tener en cuenta una estimulación controlada o la evaluación objetiva del estímulo que se administra (composición-concentración) solamente se enfocan a analizar la respuesta producida en el sujeto de prueba. Este hecho provoca que los resultados obtenidos contengan un alto grado de subjetividad, que suele incrementarse en situaciones donde la composición del estímulo se ve alterada entre pruebas. Por ejemplo: en los estudios de calidad de alimentos donde no siempre todas las muestras tienen la misma composición o su composición se modifica durante el tiempo de análisis. En un caso hipotético, si se hiciera un estudio para evaluar la respuesta de algún insecto a un fruto con su piel dañada el fruto se comenzara a oxidar y producir diferentes tipos de compuestos volátiles en cada etapa de dicho proceso ¿Cómo juzgar en qué etapa se produce una mayor reacción en el insecto, si cada fruto tendrá un proceso de oxidación diferente aun siendo de la misma planta? Para esto sería ideal contar con un dispositivo de medición que funcionara como un observador de los cambios en los compuestos volátiles de la muestra al mismo tiempo que estos se producen e interactúan.

Un problema común en las pruebas olfatométricas está relacionado con los falsos positivos o negativos dependientes de la respuesta del sujeto de prueba, quien por falta de entrenamiento o poca comprensión de la prueba comete constantemente a lo largo de todo el estudio. Por ejemplo, cuando se le pide al sujeto que discrimine de entre un set de muestras un olor distinto a la mayoría, este intenta acertar la respuesta a pesar de no percibir diferencia alguna entre los olores. Así mismo, en pruebas de determinación de umbral de olfacción el sujeto puede afirmar la detección en un umbral inferior a pesar de no tener ninguna percepción real. Este tipo de errores podrían evitarse, si el sistema

fuera capaz de registrar alguna señal auxiliar (por ejemplo un algún potencial evocado mediante electroencefalografía o RMF).

En este sentido, el instrumento ideal para estudios olfatométricos sería aquel que nos permitiera entregar estímulos controlados al tiempo que son registradas sus características, características tales como: composición, concentración, temperatura y flujo. Sin embargo las características de composición y concentración de los olores son prácticamente imposibles de registrar por el tiempo que lleva realizar las pruebas de laboratorio y la dificultad que existe en el muestreo y transporte de las muestras, dejándonos la tarea de encontrar una forma objetiva de caracterizar estas variables.

Por lo cual el presente trabajo plantea la creación de una plataforma de análisis olfatométricos o plataforma olfatométrica, que permita entregar una estimulación controlada de olores y la mezcla de ellos (olores provenientes de muestras alimentarias solidas o liquidas sin tratamiento previo exhaustivo) y mediante el uso de una nariz electrónica entregar de forma simultanea el registro de las características o señales que ésta proporciona. Con la finalidad de aumentar la repetibilidad de las pruebas y proporcionar una referencia objetiva para cualquier prueba olfatométrica que se desee llevar a cabo. Además de procurar que el diseño de la plataforma permita la interacción con dispositivos que permitan el monitoreo de las respuestas producidas en el sujeto de prueba.

## **1.2 Objetivos**

### **Objetivo Principal**

El objetivo principal de la presente tesis es el desarrollo de una plataforma olfatométrica que integre un olfatómetro activo mezclador de olores y una nariz electrónica. La plataforma debe permitir el análisis de olores provenientes de muestras alimentarias para su posterior caracterización, mediante la entrega de estímulos olfativos controlados con alta repetibilidad. Además, deberá permitir la evaluación de las características de dichos estímulos y registrar de forma paralela señales complementarias entregadas por dispositivos auxiliares. La plataforma diseñada debe

considerar una alta portabilidad y fácil manejo para que pueda ser utilizada en estudios de campo.

Como objetivos particulares tenemos los siguientes:

- Diseño y construcción de un olfatómetro activo que base su funcionamiento en el control de presión para la regulación del flujo de salida. El instrumento debe ser capaz de generar estímulos olfativos controlados a partir de olorantes simples (líquidos y/o sólidos) así como mezclas de los mismos.
- Construcción de una Nariz Electrónica (NE) basada en un arreglo de sensores de óxido metálico de respuesta genérica a olores que permita el análisis de muestras complejas.
- Uso de herramientas inteligentes de procesamiento de datos e identificación de patrones para la interpretación de los registros de los sensores MOX con fines de análisis cualitativos de las muestras olorantes analizadas.
- Integrar una plataforma para análisis olfatométricos (olfatometro y NE), considerando el diseño de una interfaz de uso sencillo, el registro de señales complementarias y un fácil acceso a los datos registrados.
- Compactar los sistemas para garantizar la portabilidad de la plataforma; considerando la tendencia de miniaturización en los sistemas analíticos.
- Comprobar el funcionamiento de la plataforma haciendo uso de muestras alimentarias complejas.

### **1.3 Estructura de la tesis**

El presente trabajo explica el proceso de diseño y fabricación de los componentes de la plataforma propuesta y los resultados de los experimentales planteados, distribuyéndose en 5 capítulos como se describe a continuación:

Capítulo 1 Introducción. Hace una breve descripción del objeto de estudio y los problemas que busca resolver la plataforma propuesta. Se plantean los objetivos del trabajo.

Capítulo 2 Marco Teórico y estado del arte. Se hace un breve resumen de la teoría involucrada en el desarrollo de los dispositivos: Olfato, clasificación de olores, olfatómetros y narices electrónicas. Además de una revisión del estado del arte de los olfatómetros y narices electrónicas.

Capítulo 3 Desarrollo experimental. Se plantea el diseño general de la plataforma y se describe el diseño de los dispositivos que la componen (olfatómetro, nariz electrónica e interfaz de usuario) así como las fases experimentales para llegar al diseño final de la plataforma.

Capítulo 4 Resultados y Discusión. Se muestran los resultados obtenidos en cada fase experimental y se hace una discusión de su significado, siendo las

Capítulo 5 Conclusiones y perspectiva a futuro. En este capítulo se encontraran las conclusiones de cada una de las etapas de diseño tras llevar a cabo sus respectivas etapas experimentales, la conclusión general del presente trabajo de tesis y las perspectivas a futuro del trabajo desarrollado.



# Capítulo 2. Marco teórico y estado del arte.

---

Como se mencionó el presente trabajo se compone de dos partes indispensables: Un olfatómetro activo y una nariz electrónica, por lo que en este capítulo se explicara de forma general el funcionamiento y objetivo de cada una de ellas.

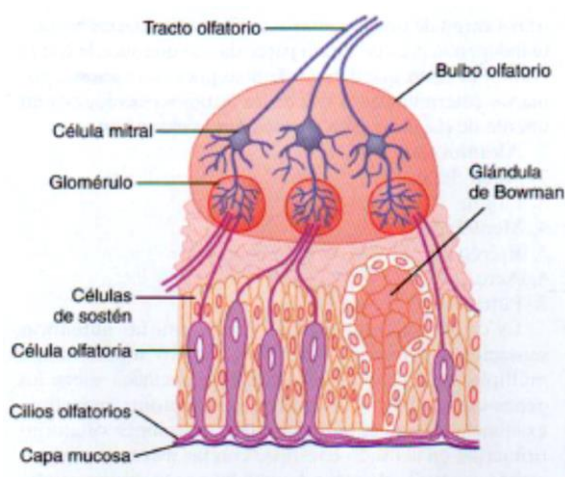
## **2.1 Olfatometría y olfatómetros.**

En general la olfatometría es la ciencia encargada de hacer mediciones ya sea cuantitativas o cualitativas mediante el uso del olfato o sistemas que lo emulan, a los cuales llamaremos sistemas olfatorios.

Los sistemas olfatorios al igual que otros sistemas de percepción se componen de una parte “tangible” y una parte “conceptual”. La parte tangible en el caso del olfato se refiere a todos los sistemas involucrados para poder percibir los compuestos volátiles que se encuentran en el ambiente y la parte conceptual se refiere a la parte que interpreta las señales generadas por dichos compuestos para lograr transformarlos en su correspondiente concepto “ el olor”. Cada una de estas partes puede ser evaluada de forma independiente por la olfatometría, pero antes de entrar en materia es prudente estudiar el funcionamiento de cada una de estas.

Generalizando, los sistemas olfatorios biológicos en los vertebrados se valen de un conjunto de neuronas bipolares especializadas las cuales actúan como receptoras de los compuestos volátiles, existiendo distintos tipos, los cuales se encuentran codificados genéticamente según la especie (Cada uno de estos presenta afinidad a distintos tipos de compuestos). Las neuronas que expresan el mismo receptor se agrupan en estructuras llamadas glomérulos, cada glomérulo agrupa cerca de 2000 neuronas y en ellos se realiza la sinapsis con las células mitrales las cuales llevan la información a distintas áreas del cerebro para su procesamiento la composición espacial del sistema puede

observarse en la Fig. 1. Esta estructura de organización y la diferencia en las interacciones de los compuestos olorantes con los receptores exponer el conjunto de receptores a mezclas de compuestos odorantes de distinta composición estos responden generando diferentes patrones de respuesta. Una particularidad de las neuronas receptoras olfativas es que son las únicas que se renuevan de forma continua, este recambio hace que la respuesta a un olor se mantenga con pocas modificaciones a lo largo de la vida y facilita el aprendizaje de patrones [11].



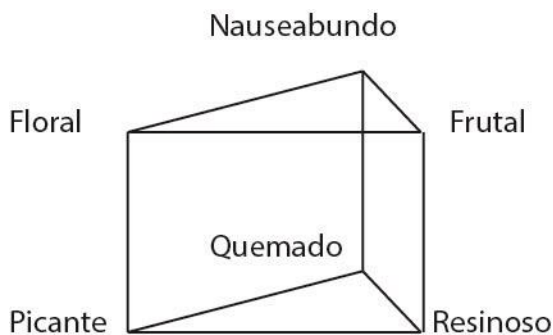
**Fig. 1 Composición del epitelio Olfatorio [15].**

Estos patrones se traducen en la llamada sensación de olor, el cual refiere a la interpretación de las señales producidas por un conjunto de compuestos y no a los componentes individuales ya que compuestos similares tienden a armonizar y mezclarse produciéndose la llamada fusión perceptual. Debido a ella, la capacidad de los humanos para distinguir los componentes odorantes individuales se ve limitada en mezclas de más de 4 componentes. Esto provoca que los olores sean descritos por su similitud y agrupados en grupos, por ejemplo olores frutales, florales o térreos, o simplemente se describan por su fuente, como el olor a limón, fresa, agua estancada, etc. o una combinación de ellos [12]. Hay que considerar que la descripción de un olor tiene un componente subjetivo muy importante debido a: las diferencias en la carga genética, ya que cada individuo cuenta con una combinación diferente de genes que codifican a los receptores olfativos y a la experiencia que se refleja en distintas descripciones por



factores psicológicos y de memoria. Sabiendo lo anterior se puede inferir el porque no existe una referencia semántica para el olfato, subsistiendo su carácter subjetivo y la imposibilidad de una desambiguación en la clasificación de olores [13]. Por otra parte se ha visto que la falta de expresión de dichos genes o daño en alguno de los glomérulos, produce una pérdida en la percepción de cierto tipo de olores a lo cual se le llama anosmia o hyposmia selectiva según sea el caso pudiendo ser temporal o permanente [14], [15].

Se han propuesto distintos sistemas de clasificación de los olores siendo una de las primeras la clasificación propuesta por Carolous Linoaeus (1707-1778) el cual sugirió clasificar los olores en siete categorías: alcanforados, almizclados, florales, mentolados, con olor a éter, pungentes y pútridos. Posteriormente Hendrik Zwaardemaker (1857-1930) propuso 9 categorías: con olores a éter, aromáticos, fragantes, ambrosiacos, aliáceos, empireumáticos, caprinos, fétidos y nauseabundos. Un sistema un poco más elaborado es el propuesto por Hans Henning en 1916, clasificando los olores con una posición dentro de un prisma, usando 6 olores como olores primarios (frutal, floral, nauseabundo, quemado, resinoso y picante)[16], [17] como se muestra en la Fig. 2.



**Fig. 2 Prisma de Henning.**

Otras clasificaciones se dan por el consenso que se hace al interior de algunas industrias como pueden ser la alimentaría o la de perfumería, los cuales utilizan una descripción de los olores según su parecido con uno o varios olores los cuales se considera básicos. Por ejemplo en los catálogos de aplicación de fragancias y sabores de Sigma-Aldrich® [18], [19] donde se da una descripción organoléptica de los

ingredientes de su catálogo alimentario, algunos ejemplos de las descripciones pueden verse en la Tabla 1.

**Tabla 1 Ejemplos de descripciones organolépticas de los catálogos de fragancias y sabores de Sigma-Aldrich®**

Nombre	Formula	Descripción organoléptica
<b>Cedrol</b>	(1S,2R,5S,7R,8R)-2,6,6,8-Tetramethyltricyclo[5.3.1.0 <sup>1.5</sup> ]undecan-8-ol [77-53-2] C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	Maderas
<b>trans-Cinnamic acid</b>	trans-3-Phenylacrylic acid; Cinnamic acid [140-10-3] C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH=CHCOOH C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub>	Canela, miel, floral dulce, picante
<b>Ethyl 3-phenylglycidate</b>	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>	Caramelo, fresa
<b>Methyl cyclopentenolone</b>	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O	Regaliz, maple
<b>Valeric acid</b>	Pentanoic acid; n-Valeric acid CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> COOH C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	Graso, terreo

Para la denominada evaluación organoléptica se hace uso de un panel de expertos los cuales cuentan con entrenamiento específico para la descripción de olores, tomando como descripción el consenso del panel.

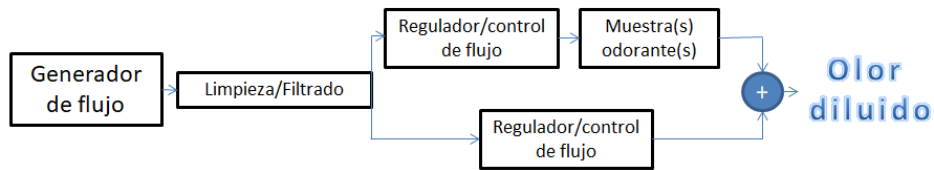
En cuanto a la instrumentación utilizada en las pruebas de evaluación de olores o para evaluar la olfacción de una persona o sujeto de prueba tradicionalmente se hace uso de un olfatómetro, que es un instrumento utilizado para controlar la dilución de una mezcla odorante la cual se presenta a un sistema olfatorio, para así poder determinar su intensidad o la concentración a la cual logra percibirlo y en ocasiones analizar la respuesta que se produce a la estimulación, por ejemplo la descripción del olor que se presenta o una reacción fisiológica que se desencadena (náuseas, incremento del apetito, etc.). En resumen el olfatómetro puede ser utilizado para evaluar una sustancia odorante o evaluar al sistema olfatorio.

En la evaluación de sistemas olfatorios se busca analizar su respuesta a distintos estímulos, variando concentraciones, flujos de presentación, componentes de la mezcla o algún parámetro ambiental como temperatura, ruido, olores de fondo, etc. por lo que se

hace uso de instrumental diseñado específicamente para cada estudio o en su defecto se utiliza instrumental diseñado para olfatometría humana.

Al analizar algunos trabajos que hacen uso de olfatómetros para hacer estudios de las respuestas olfativas en humanos [20]–[23], en animales [24]–[27] y en sistemas de artificiales [28], [29] se pueden determinar la arquitectura básica.

Los diseños comienza con un "suministro de aire" generalmente formado por un compresor y un regulador de presión dentro o fuera del dispositivo, en algunos estudios, cuando se requiere evitar la oxidación de las muestras, este suministro es reemplazado por un tanque de nitrógeno. El suministro de aire se limpia para eliminar posibles olores con un filtro de carbón activo y un filtro de partículas. El flujo suministrado es guiado por la "unidad de control / selección de olores" (formada por una serie de solenoides y válvulas de retención) a través del "recipiente de olores" seleccionado, donde el flujo transporta el olor para producir el estímulo que debe administrarse. El estímulo producido va a la sección de administración donde se mezcla con un flujo de aire portador (u otro estímulo para olfatómetros con mezcladores de olores), finalmente, la mezcla se entrega al sujeto del estudio en la salida. Los dispositivos hacen uso de materiales químicamente inertes y resistentes al olor como el politetrafluoroetileno (PTFE), acero inoxidable o vidrio; para mantener el dispositivo limpio y evitar la contaminación por olores. Hay otros componentes opcionales como "control de temperatura" y "control de humedad", pero se utilizan solo cuando se requieren condiciones específicas para la prueba. Para controlar el flujo de aire suelen utilizarse controladores de flujo de masa o MFCs (mass flow controllers) por sus siglas en inglés y en su gran mayoría son calibrados manualmente mediante válvulas y flujómetros analógicos. En la Fig. 3 puede observarse el diagrama más básico de la arquitectura de un olfatometro.



**Fig. 3 Diagrama básico de un olfatómetro.**

Stone, Pryor y Steinmetz proponen las características mínimas con las que debe de contar un olfatómetro activo en [30]:

- (i) Contar con un flujo continuo del aire diluyente.
- (ii) Flexibilidad en la selección de estímulos y su concentración/intensidad.
- (iii) Rápida inserción y remoción del estímulo (tiempos de subida y bajada mínimos).
- (iv) Facilidad de operación, registro de datos y limpieza del instrumento.

Además de proponer algunos requerimientos que se consideran opcionales:

- (v) Evitar indicios/pistas de activación
- (vi) Control de temperatura y humedad.
- (vii) Calibración/cambio del flujo de aire.
- (viii) Evaluación objetiva de las concentraciones del odorante.

## **2.2 Narices electrónicas (NE).**

Como se menciona anteriormente las NE son dispositivos que intentan imitar al sentido del olfato tanto en su función como en su composición, el concepto fue establecido por Persaud y Dodd en [10] donde plantean la idea base que dio lugar a las narices electrónicas “Sugerimos que para hacer una buena discriminación entre mezclas complejas de odorantes sin la necesidad de receptores periféricos altamente específicos,

los sistemas olfatorios hacen uso de la detección de características mediante células receptoras de amplia sintonización organizadas en un camino neuronal convergente” para probar tal hipótesis presentan la primera nariz electrónica compuesta de transductores semiconductores (sensores de óxido metálico con respuesta cruzada) como receptores y un sistema de adquisición analógico basado en amplificadores y comparadores de ventana, sin embargo, este sistema por sí solo no es capaz de clasificar olores hasta no pasar por una etapa de entrenamiento para posteriormente evaluar las entradas registradas en la “memoria” generada durante el entrenamiento. La respuesta del sistema se entregaba por medio de varios LEDs que se iluminaban al detectar un olor de los entrenados.

Una definición actual de una nariz electrónica es: “Una nariz electrónica es un arreglo de sensores químicos electrónicos con especificidad parcial a un conjunto de odorantes y un apropiado sistema de reconocimiento de patrones capaz de reconocer olores simples o complejos” [31]. Aunque su principal función es el reconocimiento de olores, en algunos casos se entregan datos de la composición de la mezcla odorante o alguna medición cuantitativa de la respuesta de los sensores que permite evaluar el olor. A continuación se hará un breve resumen de los principales componentes, arquitecturas y herramientas de procesamiento utilizadas por las NE.

### **2.2.1 Arquitectura de una NE.**

Como se menciona en la definición existen dos bloques principales que componen a una NE: el arreglo de sensores y el sistema de reconocimiento o procesamiento de las señales. El arreglo de sensores de una nariz electrónica se compone por sensores para gases y en ocasiones sensores auxiliares que sirven para medir variables adicionales que influyen en la respuesta de los sensores para gas, como puede ser un sensor de temperatura o humedad. Mientras que el sistema de reconocimiento hace uso de herramientas diversas de procesamiento de señales para poder identificar los olores que se presentan. A continuación se describirá con mayor detalle estos dos bloques y los criterios que se debe de tener para la selección de sus elementos.

### **2.2.2 Arreglo de sensores para gases y tipos de sensores.**

Al seleccionar el arreglo de sensores deben considerarse algunos criterios básicos:

- Cada sensor debe de responder a al menos un componente de las mezclas u olores que se quieren detectar.
- Es deseable que los sensores tengan respuestas cruzadas ante algunos compuestos de los olores a detectar; estos sensores con respuesta cruzada serán la base del arreglo pudiéndose auxiliar en algunos casos de sensores más específicos pero teniendo en cuenta que el principio de funcionamiento de la NE es el análisis de los patrones generados por dichas respuestas cruzadas.
- El número de sensores ideal depende de la aplicación, siendo el número mínimo 2 para ser considerada una NE y generalmente a mayor número de sensores existe mayor información en los datos que entregan los sensores, sin embargo, se debe considerar que al incrementar el número de sensores también aumenta la instrumentación necesaria para adquirir y analizar sus señales.

Además de las consideraciones mencionadas se debe tener en cuenta que existen varias tecnologías utilizadas para la fabricación de sensores de gases y que existen varios principios de funcionamiento por lo que se deben de analizar antes de seleccionar una o varias de estas tecnologías. Por lo que se procede a una revisión de los sensores más utilizados en NE.

#### **Sensores conductivos/resistivos.**

En general estos sensores interactúan con su ambiente cambiando su conductividad según la cantidad y composición de los compuestos químicos que los rodean. Existen varios tipos de sensores de gas que actúan de esta forma siendo los más populares:

- Los sensores de óxidos metálicos o mejor conocidos por sus abreviatura en inglés MOX (metal oxide) son sensores que utilizan como base la interacción que existe entre la superficie de los compuestos de óxidos metálicos y su ambiente, al adsorber y desorber los compuestos que este contiene; lo cual se ve

reflejado en un cambio en la conductividad de dichos materiales[32] producto del cambio en las cargas en su superficie. Para facilitar la medición de dicho cambio se busca tener sensores con una superficie de contacto alta y generalmente se hace uso de un calentador como dispositivo auxiliar el cual mantiene al sensor en una franja de temperatura relativamente alta que facilita el intercambio.

- Los sensores de polímeros conductivos al igual que los MOX interactúan con el medio gaseoso a su alrededor lo cual produce un cambio de conductividad, su tiempo de respuesta suele ser menor que los MOX y pueden llegar a tener una mayor sensibilidad. Uno de los aspectos más relevantes a tomar en cuenta es que muestran dichas características a temperatura ambiente y pueden ser modificados para aumentar su selectividad utilizando métodos como la copolimerización y derivación estructural[33]. Los polímeros conductivos más utilizados son polipirrol (PPy), polianilina (Pani), politiofeno (PTh) y sus derivados.

### **Sensores electroquímicos para gases**

Los sensores electroquímicos son sensores que entregan información en tiempo real de la concentración de ciertos compuestos haciendo uso de una capa selectiva o de reconocimiento y un transductor electroquímico para lograr registrar los cambios químicos provocados en el sensor por su ambiente.[34] Este tipo de sensores hacen uso de diferentes técnicas para lograr una correcta medición la cual depende del tipo de capa de reconocimiento utilizada, generalmente son utilizadas con técnicas como la potenciometría, amperometría y voltamperometría.

### **Sensores ópticos para gases**

Existen dos clasificaciones dentro de los sensores ópticos utilizados para medir las concentraciones de los gases los que miden las propiedades ópticas de los gases de forma directa y los que lo hacen de una forma indirecta.

Dentro de los que lo hacen de forma directa se encuentran los sensores de absorbancia o transmitancia, que se componen de una fuente de luz y un detector acoplados en una banda de longitud de onda determinada. Por ejemplo los sensores de

infrarrojo cercano NIR por sus siglas en inglés. Sin embargo estos sensores carecen de especificidad lo cual limita sus aplicaciones.

Los que lo hacen de forma indirecta utilizan compuestos que presentan un cambio en sus propiedades ópticas o una producción de luz al entrar en contacto con los compuestos que se desea detectar para posteriormente cuantificarlos por medio del transductor adecuado. Por ejemplo el uso de polímeros de capa delgada que cambian su espectro de absorbancia UV o IR al interactuar con los compuestos gaseosos u otros que muestran un cambio en su coloración el cual es cuantificado por un sensor CCD [35]–[39].

### **Sensores mecánicos para gases**

Como su nombre lo indica son sensores que miden cambios en las propiedades mecánicas de los gases o de algún compuesto que cambia sus propiedades mecánicas al interactuar con dichos gases. En esta clasificación los sensores más utilizados son los QCM (quartz crystal microbalance), SAW (Surface Acoustic wave) y FBAR (Film bulk acoustic resonator) [40]–[42].

### **Sensores Biológicos/ Biosensores para gases**

Como su nombre lo indica se trata de sensores que utilizan un componente biológico como elemento sensor y un transductor apropiado, los elementos sensores pueden ser desde células completas hasta proteínas extraídas de un organismo y los transductores suelen ser QCM o MOSFET [11], [43], [44].

Existen algunos criterios adicionales que se tienen que tomar en cuenta a la hora de seleccionar los sensores que se utilizaran en el arreglo, al igual que con otros sensores debemos considerar el ancho de banda del sensor, su umbral de detección, etc. Además de considerar que la respuesta entregada por los sensores engloba varios factores adicionales ajenos a los sensores seleccionados. Dos de los más importantes son la geometría de la recámara de intercambio gaseoso y la velocidad o flujo con los que los gases llegan a los sensores. Ambos factores impactan en el ancho de banda de los

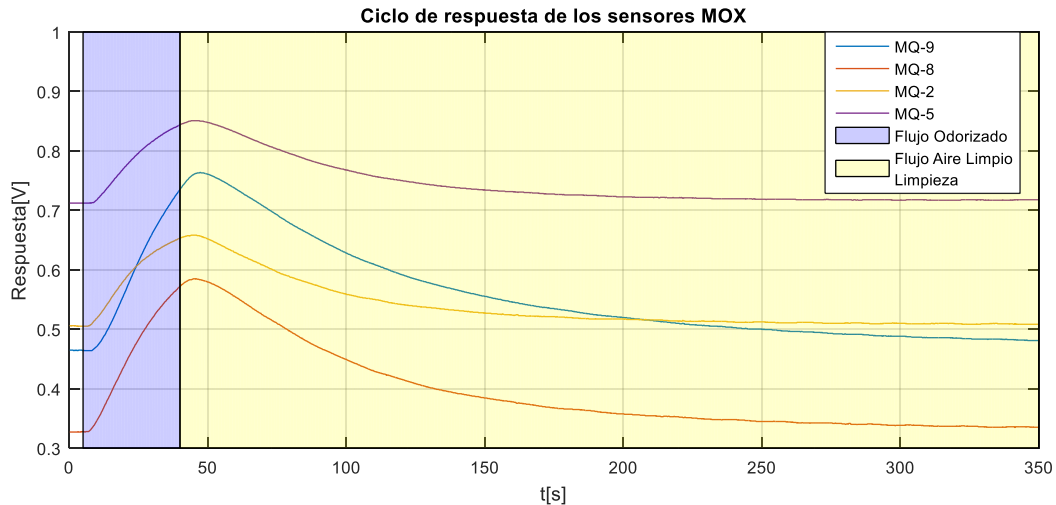


sensores, por lo que se debe tener especial cuidado en aplicaciones que involucran mediciones en línea y en las que se requiera detectar cambios rápidos de los odorantes.

### **2.2.3 Procesamiento de señales (sistema de reconocimiento/identificación).**

Una vez seleccionado un arreglo de sensores que se ajusta a la aplicación requerida debemos seleccionar que procesamiento se dará a las señales que entrega, para ello es necesario entender la naturaleza de las señales adquiridas. Como se mencionó anteriormente los sensores tienen idealmente cierto grado de respuesta cruzada además de no ser altamente específicos por lo que un compuesto desencadena respuestas diferentes en cada uno de los sensores pasando por un periodo transitorio al exponerse al compuesto hasta llegar a una etapa estable siendo generalmente una respuesta asintótica cuyas características dependen principalmente del sensor y compuesto al que se expone. La Fig 4 muestra un ejemplo de lo anterior donde se puede observar la respuesta de 4 sensores a la misma estimulación adquirida de forma simultánea, en dicha figura se puede observar como un estímulo odorante complejo como el del té verde produce una respuesta diferente en los 4 sensores MOX y se puede apreciar que en el caso de estos sensores la velocidad de respuesta es considerablemente mayor para un aumento de concentración que para la disminución. Generalmente la respuesta de los sensores es proporcional a la concentración de los gases pero en pocos casos la respuesta tiene una relación lineal. Estas características y el hecho que la información del olor se encuentra “codificada” en la respuesta conjunta de todos los sensores del arreglo nos lleva a la necesidad de utilizar herramientas de análisis de reconocimiento de patrones.

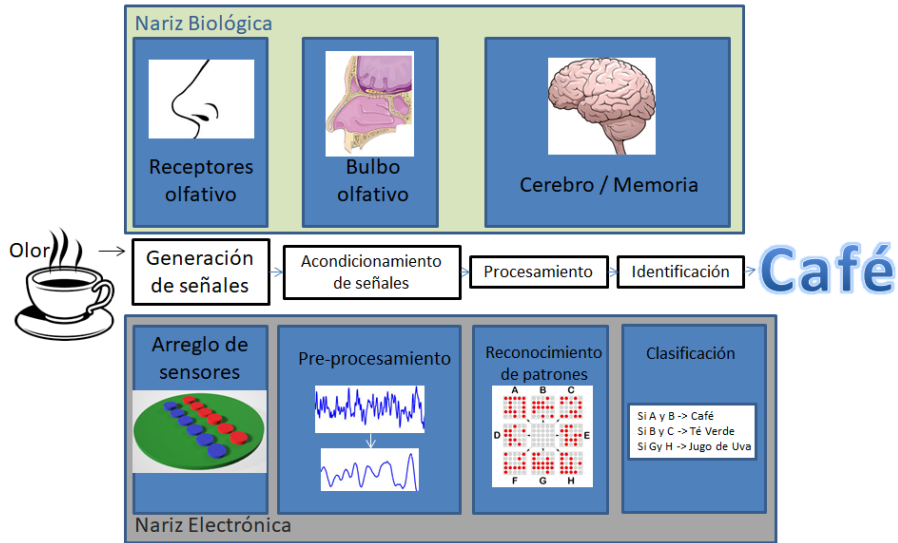
Los sistemas de reconocimiento usados en las NE se basan en herramientas como redes neuronales artificiales, análisis de componentes principales, funciones radial base, etc. [45] los cuales pueden ser implementados tanto en hardware como software. Estos sistemas analizan las señales entregadas por el arreglo de sensores para entregar una respuesta determinada según una base de conocimiento creada a través del “entrenamiento” o “experiencia”.



**Fig 4. Ciclo de respuesta de 4 sensores de gas MOX a un estímulo de olor (té verde) de 35 s seguido de una limpieza con aire limpio de 310 s.**

Para crear la base de conocimiento de la nariz electrónica se sigue un proceso análogo al del aprendizaje humano en el cual se presentan una serie de olores en repetidas ocasiones al sujeto ya sea como parte de un entrenamiento o en la vida cotidiana, dichos olores producen señales con distintos patrones en los receptores olfativos, estos patrones comienzan a ser agrupados y memorizados según su parecido u origen. A estos grupos se les asigna un nombre o etiqueta con el cual lo relacionará el sujeto; este etiquetado puede ser generado por el sujeto en cuestión o asignado por otra persona. Se debe tener en cuenta que se tiende a agrupar los olores similares, sin importar su origen, en una clasificación más general por ejemplo olores frutales, florales o cítricos.

Análogamente, el proceso general que se utiliza para el análisis de las señales entregadas por el arreglo de sensores en una nariz electrónica es: el acondicionamiento de señales, pre-procesamiento de los datos, reconocimiento de patrones e identificación. Cada una de las etapas varía según el tipo de sensores y la salida/respuesta requerida en la nariz electrónica. La Fig 5 muestra el diagrama general del procesamiento de datos en una nariz electrónica y su analogía con una nariz biológica.



**Fig 5. Diagrama del proceso general de una nariz biológica y electrónica.**

El pre-procesamiento como su nombre lo indica es el acondicionamiento de las señales previo al procesamiento de los datos por la herramienta de reconocimiento de patrones; su función es entregar los datos de una forma que permita una fácil interpretación de los datos a la herramienta de procesamiento seleccionada. Generalmente en esta etapa se elimina ruido de las señales y posibles artefactos generados durante la adquisición de las señales, en ocasiones se hace una reducción de dimensionalidad o extracción de características para disminuir el costo computacional y facilitar la implementación del proceso completo.

En cuanto a las herramientas de reconocimiento de patrones que pueden utilizarse para el tratamiento de las señales del arreglo de sensores de una NE suelen clasificarse en:

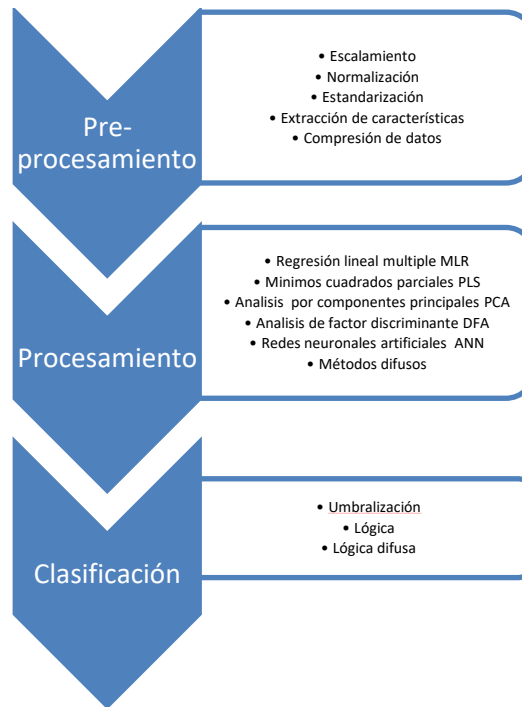
- Herramientas paramétricas y no paramétricas; según el tipo de relación que se busca en los datos.
- Herramientas de aprendizaje supervisado y no supervisado según la forma en que conforman su base de conocimiento.

Las herramientas paramétricas abordan un enfoque estadístico asumiendo que la dispersión de los datos del arreglo de sensores se describe por una función de densidad de probabilidad e intentan encontrar una relación matemática entre los datos de entrada y la salida deseada. Las no paramétricas no asumen ninguna relación estadística específica entre los datos por lo que pueden ser aplicadas de forma más general[46].

El aprendizaje supervisado consiste en introducir sistemáticamente conjuntos de valores conocidos a los cuales se les asigna un valor objetivo según la clase de manera que la herramienta intenta encontrar relaciones en los datos que respeten los valores objetivo asignados. Mientras que los no supervisados separan los datos ingresados por un método definido sin necesidad de introducir valores objetivo; dicha separación agrupa los datos similares para posteriormente hacer la clasificación [46], la separación que entregan estas herramientas no necesariamente concuerda con los grupos que se establecen al hacer el diseño experimental del set de entrenamiento.

A continuación se muestra la Fig 6 que hace un breve resumen de las herramientas comúnmente utilizadas en cada una de las etapas de procesamiento de las señales en una nariz electrónica. Cabe mencionar que en cada etapa del reconocimiento de patrones puede llegar a utilizarse más de una herramienta y pueden utilizarse herramientas de una etapa distinta.

Como ejemplo, una de las metodologías que ha mostrado buenos resultados en el análisis de patrones es la utilización de un normalizado de las señales para posteriormente utilizar un análisis de componentes principales (PCA) en la base de datos obtenida, con la finalidad de hacer una reducción de dimensionalidad al solo tomar las variables con mayor relevancia que la herramienta entrega. Para después analizar las nuevas variables con redes neuronales artificiales (ANN) en busca de patrones para cada clase asignada; al ser reducida la dimensionalidad de los datos se reduce el costo computacional de esta etapa. Y finalmente se aplica una regla lógica o de umbralización a la salida de la ANN con el fin de obtener una respuesta clara por parte del clasificador entrenado.



**Fig 6. Herramientas utilizadas generalmente en el procesamiento de datos de las narices electrónicas.**

### 2.3 Estado del arte

En cuanto a los olfatómetros de tipo activo, se encuentra una infinidad de dispositivos los cuales no cuentan con una clasificación formal definida; por lo que en el presente trabajo se describirá de forma general una serie de dispositivos enfocados a distintas aplicaciones con la finalidad de conservar las características más destacadas de cada uno de ellos en el diseño de la plataforma olfatométrica propuesta.

Comenzamos con los olfatómetros enfocados al estudio de animales pequeños e insectos que suelen mostrar diseños simples pero funcionales. En [47] y [48], Reddy y Adhikary utiliza un dispositivo con tubo "Y" para analizar la influencia que tienen algunos compuestos volátiles de diferentes plantas bajo situaciones características (infestadas/sanas/con daño mecánico/con daño por infestación) en el comportamiento de insecto depredador o plaga. Su funcionamiento se basa en colocar la muestra (una planta y papel filtro con esencia) en un canal del tubo y un blanco en otro para posteriormente regular el flujo de aire en cada uno de los canales por medio de una bomba de vacío y

dos flujómetros de bola, adicionalmente se usó un filtro de carbón activado para limpiar el aire. El flujo es continuo y no se hace control temporal de los ciclos de estimulación.

Birkett y Desneux en [47] y [48] hacen uso de un dispositivo similar pero de cuatro brazos por los que fluyen corrientes de aire iguales hacia una cámara central en la cual se extrae el aire a un flujo constante para que el flujo de los brazos sea uniforme y no se produzcan turbulencias. No existe un control dinámico de los flujos o tiempos de estimulación.

Por último en [51] Joly hace uso de una cámara con solo un tubo que hace llegar el olor desde uno de los ocho canales de muestras líquidas del olfatómetro, con el fin de comprobar la capacidad de discriminación de olores en un lémur *Microcebus murinus*. Su arquitectura es más elaborada cuenta con dos fuentes constantes de aire limpio una utilizada como corriente portadora y otra para el flujo de aire olorizado el cual se activa y desactiva por computadora haciendo uso de electroválvulas. Cabe mencionar que todos los flujos en los dispositivos antes mencionados se calibran de forma manual y no pueden ser modificados.

Comercialmente se pueden encontrar algunos olfatómetros para este tipo de pruebas siendo relativamente baratos ya que no requieren de un control temporal preciso, un ejemplo son los ofrecidos por Analytical Research Systems, Inc. que cuenta con modelos de olfatómetros de tubo en "Y" y de 4 brazos cuyos precios oscilan entre los 1,600 y 5,400 USD, permite colocar muestras líquidas y sólidas contando con los accesorios adecuados para cada muestra, para su operación es indispensable disponer de una fuente de aire a presión y ser calibrados de forma manual [52].

Hasta este punto puede observarse que los olfatómetros tienen aplicaciones diversas independientemente del sujeto de prueba, además de poder utilizarse todo tipo de odorantes lo cual abre el panorama sobre el uso de distintos tipos de muestras.

En el mercado la mayor parte de olfatómetros se encuentran enfocados a olfatometría ambiental y requieren que se les entregue la muestra gaseosa en bolsas Tedlar®, por lo que se requiere de un sistema de muestreo adicional. Algunos de ellos son los

olfatómetros de la serie TO de Odournet (Alemania) [53]. Otra opción comercial son los sistemas de olfatometría dinámica como el Nasal Ranger de St. Croix Sensory (EUA) que se utilizan para hacer mediciones *in situ* ya que funcionan diluyendo un flujo de aire ambiental con una corriente de aire limpio generada por un par de bombas al filtrar el aire con carbón activado y papel filtro[54].

Burghart Instruments por su parte, ofrece olfatómetros para estudios clínicos de distintas características: manejo de 2 a 12 olores (muestras), regulación del flujo de forma manual o automática y control de administración por PC e incluso con calefacción del flujo de aire y humidificación [55].

Las principales desventajas que muestran estos sistemas para la investigación es la difícil adaptación a las pruebas requeridas, ya que alguno de los parámetros no se ajusta a las necesidades de las etapas experimentales o se torna casi imposible su interacción con otros dispositivos de registro, además de ser muy costosas las opciones automatizadas. Dejando a los investigadores con la única opción de construir su propio olfatómetro.

Las propuestas más recientes de olfatómetros plantean el poder utilizarlos con las instrumentos que requieren de un control temporal más estricto, algunos ejemplos son [20], [22], [23], [56]–[58] donde en todos los casos se plantea el uso de tubería y componentes que eviten la contaminación por los odorantes, alta resistencia química y carezcan olor propio como PTFE, manejan un número de canales que oscilan entre 1 y 8 canales, aunque algunos incluso manejan 15 [56], los métodos de control de flujo utilizados son el ajuste manual de válvulas de flujo o el uso de controladores de flujo de masa, el uso de los controladores de flujo de masa mejora la estabilidad del sistema pero aumenta significativamente su costo.

El flujo máximo de los sistemas va de 1.5 L/min a 20 L/min, las muestras que soportan suelen ser líquidas con excepción de algunos diseños como los presentados por Sezille y Lundström en [20] y [22] que contempla el uso de muestras sólidas. Una última característica es la posibilidad de registro de señales auxiliares como se plantea en el trabajo realizado por Vigouroux donde se hace uso de un software para integrar las

mediciones de pletismografía, respiración, reacción electro dérmica y una escala analógica de percepción del olor junto con los registros temporales de estimulación [58]. A continuación en la Tabla 2 se presenta una tabla resumen con las características de operación de los olfatómetros más destacados.

**Tabla 2. Resumen de las características de los olfatómetros más destacados del estado del arte.**

Característica	Sezille et al. [20]	Sommer et al. [56]	Serie TO (Odournet) [53]	OL023 (BurgHart) [55]	OL024 (Burghart) [55]
Rango de operación	2 l/min	2 a 15 l/min	20 L/min (En conjunto)	-	8 L/min
Razón de dilución	1:9	1:3 (usando simultáneamente canales con H2O)	1:4 a 1:65536	-	-
Muestras	Líquidas	Líquidas Sólidas	Gaseosa	Líquidas	Gaseosas Líquidas
Número de canales	15	4	1	4 a 12	2 independientes
Fuente de aire	Externa	Externa	Externa	Externa	Propia
Tipo de control	3 Controladores de flujo de masa	Manual	Orificios calibrados	Controladores de flujo de masa	Controladores de flujo de masa
Tiempo de Respuesta	120 ms + retraso por recorrido	120 ms + retraso por recorrido		100 ms + retraso por recorrido	10 ms + retraso por recorrido
Dimensiones	53 x 40 x 18 cm	42 x 11 x 23 cm	65 x 65 x 47	170x 70x 170 cm	
Registros externos	-Botón de percepción -Señales por Labview	-	-	1 disparador	1 disparador
Peso	12 kg	3kg	No reportado	400 kg	90 kg
Software	Labview	GNU C++	Propio	Propio	Propio
Error	±5 mL/min	No reportado	10% desviación estándar	- No reportado	- No reportado
Costo	12500 USD	-	-	>100,000 USD	>100,000 USD



En la actualidad se han logrado grandes avances en el entendimiento de las reacciones desencadenadas por el olfato desde el punto de vista olfatométrico y en el campo de las narices electrónicas se ha logrado darles diversas aplicaciones que van desde la determinación de los componentes de un gas en un proceso industrial hasta el diagnóstico médico al detectar componentes que indican riesgo de cáncer en el aliento u algún otro “olor” corporal[11], [59].

Regularmente las narices electrónicas sólo hacen uso de las respuestas entregadas por los sensores que se encuentran en condiciones determinadas; aunque recientemente se intenta manipular de forma dinámica dichas condiciones con la finalidad de mejorar los resultados. Como en [60] donde Gwizdz *et al.* presentan el análisis de un arreglo de sensores de óxido metálico de la serie TGS al controlar de manera cíclica la temperatura de los mismos. Dicha variación de temperatura permite la correcta determinación de los niveles de concentración del gas que se les presenta a distintas condiciones de humedad; siendo la humedad uno de los principales factores que modifican la respuesta de este tipo de sensores.

Cabe destacar que todos los sistemas que se han desarrollado para identificación de olores presentan fallas al operar fuera de laboratorio, con excepción de las aplicaciones industriales las cuales presentan la ventaja de tener un entorno controlado. De aquí se puede establecer que el desempeño de los sistemas que se han desarrollado puede ser mejorado tomando en cuenta las variables que se dejan tradicionalmente a un lado durante el procesamiento de datos o encontrando la manera de controlarlas para obtener resultados repetibles.

Como se menciona con anterioridad todas las narices electrónicas conservan la misma arquitectura básica, siendo sus aplicaciones las que determinan las características adicionales que requieren y el arreglo de sensores a utilizar.

Para comenzar la revisión del estado del arte debemos recordar que el olor es producido por la mezcla de compuestos volátiles que llega a la nariz, estos compuestos volátiles se desprenden de los objetos que se encuentran alrededor de la

nariz que los percibe y pueden estar tanto cerca como lejos, ya que su detección no depende de la distancia, sino de la concentración de los compuestos.

Los compuestos volátiles que producen olor suelen ser compuestos sulfurados, amonio, amoniaco y compuestos orgánicos volátiles (VOCs por sus siglas en inglés) dentro de los que se encuentran ácidos orgánicos, ácidos grasos, fenoles, alcoholes, hidrocarburos aromáticos y otros hidrocarburos simples[61]. Por lo tanto el arreglo de sensores utilizado en las narices electrónicas suele incluir elementos sensibles a los mismos aunque pueden incluirse sensores para compuestos volátiles que no producen un olor.

Los sensores más utilizados son los sensores MOX ya que están disponibles de forma comercial y su síntesis en laboratorio es relativamente simple por lo que son los seleccionados para el presente trabajo. Existen un gran número de trabajos reportados que utilizan este tipo de sensores; algunos se resumen en Tabla 3.

Los trabajos mencionados hacen uso de sensores poco específicos por lo cual un sensor puede responder a varios gases dejando el trabajo de la discriminación a las herramientas de procesamiento y al protocolo utilizado para administrar la muestra. Puede observarse un aspecto que destaca, la versatilidad de las NE: sus aplicaciones no se restringen a muestras de un solo tipo o a un ambiente determinado, su toma de mediciones puede ser continua o cíclica.

Existen pocos trabajos en los que se menciona la interacción de un olfatómetro y una nariz electrónica para la caracterización de estímulos olfativos, uno de ellos es el presentado por Qu *et al.* en [28], trabajo en el cual se presenta el uso de un olfatómetro de dilución de muestras gaseosas, controlado por computadora cuyo funcionamiento se basa en MFCs y una NE AromaScan A32S (Osmetech, Crewe, UK) con un arreglo de 32 sensores de polímero conductor. El olfatómetro es utilizado para generar la estimulación a distintas concentraciones de  $\text{NH}_3$  y  $\text{H}_2\text{S}$  con las cuales se genera la base de conocimientos de la NE.

**Tabla 3. Resumen de trabajos que utilizan arreglo de sensores MOX.**

Nombre del trabajo	Año	Aplicación	Arreglo de sensores	Toma de muestra	Procesamiento
<b>Evaluación de olores ambientales de plantas de trataiento de residuos: olfatometría dinámica en combinación con analizadores sensoriales “narices electrónicas “.</b> [62]	2007	Evaluación objetiva de estudios de olfatometría dinamica en olores ambientales producto de plantas de tratamiento de aguas residuales.	PEN2 (airsense analitycs) 10 sensores MOX con control de temperatura individual	Aire limpio filtrado mezclado con aire ambiental (muestra) regulado por sensores de flujo	Software Winmuster predicción lineal por: Correlación euclidiana, correlación Melahnobis y Analisis de función discriminante DFA Predicción no lineal por Redes neuronales artificiales ANNs
<b>“ Compensación de la deriva de un sensor químico de gas usando ensamblés de clasificadores”</b> [63]	2012	Clasificación de VOCs y compensación de la deriva de arreglos de sensores MOX	16 sensores MOX 4 x (TGS2600 TGS2602 TGS2610 TGS2620)	Inyección por controladores de flujo de masa	Extracción de características: Estado estable, estado estable normalizado y promedio móvil exponencial (ema) Procesamiento: Maquinas de vector soporte (SVM)
<b>uSmell: explorando el potencial de los sensores de gas para la clasificación de olores en aplicaciones ubicomp relativas a flujo de aire y distancia</b> [64]	2014	Clasificación de olores en ambientes semi controlados. Clasificación de olores de bebidas. Clasificación de olores de actividades en un baño.	8 sensores MOX MQ-2, MQ-3, MQ-5, MQ-7, MG 811, TGS 825, TGS 826 y TGS 2180	Registro continuo y uso de un ventilador con flujo fijo para dirigir el aire ambiental.	Arbol de decisiones (DTC)
<b>SimSens – Un Nuevo procedimiento matemático para el analisis simultaneo de gases con sensors resistivos para gases</b> [65]	2015	Evaluación de la concentración de gases toxicos.	ARTINOS, (SYSCA AG, Alemania) 16 sensores MOX	-	Obtención de los perfiles de conductacia a lo largo del tiempo (CTPs) Regresión lineal multiple y funciones paramétricas.

**Tabla 3. Resumen de trabajos que utilizan arreglo de sensores MOX (continuación).**

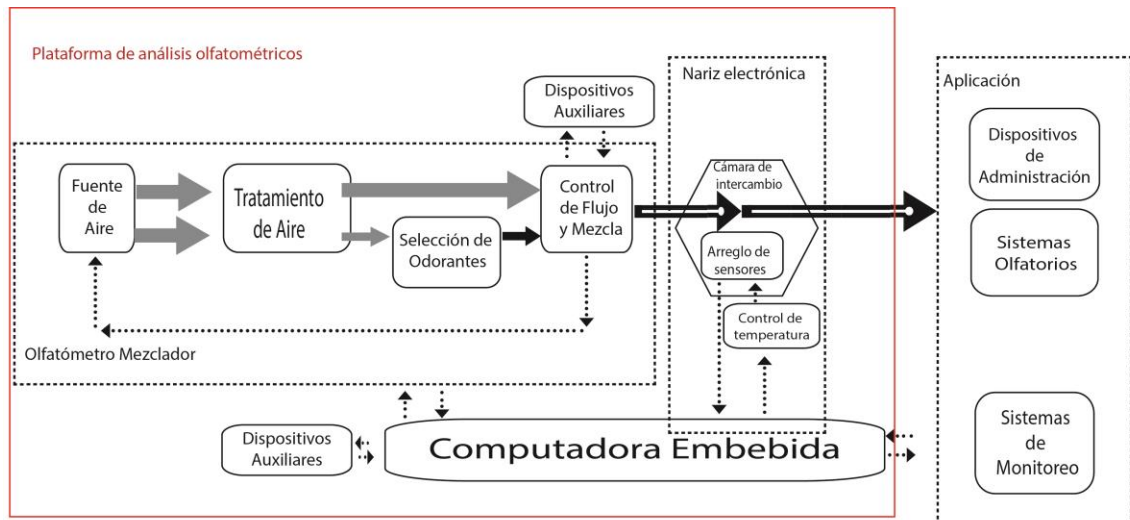
<b>Nombre del trabajo</b>	<b>Año</b>	<b>Aplicación</b>	<b>Arreglo de sensores</b>	<b>Toma de muestra</b>	<b>Procesamiento</b>
<b>Estudio de un método para la discriminación de bebidas de té usando narices electrónicas[66]</b>	2015	Clasificación de muestras de té herbal (a distintas temperaturas)	8 sensores MOX		PCA, resonancia estocástica (SR) combinado con relación señal a ruido (SNR)
<b>Estrategia activa de modulación inversa de temperatura para clasificación de olores con un solo sensor [67]</b>	2015	Predicción de concentración de muestras de alcoholes y clasificación	1 sensor MOX con modulación de temperatura	Bomba de vacío a flujo fijo y electroválvulas para selección del odorante	SVM y RBF
<b>Sistema de nariz electrónica modulada en temperatura para detección rápida y de bajo costo [68]</b>	2016	Clasificación de gases (formaldehído, Óxido nítrico y dióxido de carbono)	2 sensores MOX (TGS 2620 TGS 2602) modulados en temperatura	Cilindro de gas regulado y ventiladores de mezcla y extracción. Humidificador y registro de humedad y temperatura.	SVM, ANN y ELM (extreme learning machine)
<b>Análisis cualitativo de muestras biológicas de tuberculosis mediante nariz electrónica basada en redes neuronales artificiales [69]</b>	2017	Predicción de tuberculosis en muestras biológicas (sangre, esputo, aliento y orina )	10 sensores MOX (PEN3 airesense analytics, Alemania )	Aire seco regulado como flujo portador del aire	PCA y ANN

# Capítulo 3. Desarrollo Experimental

## 3.1 Propuesta de solución

Se plantea la creación de una plataforma olfatométrica la cual permita realizar la administración de olores de forma controlada y entregue una medida objetiva de las características de la estimulación olfativa. Para lograrlo, se plantea la integración de un olfatómetro activo con una NE que permita el uso de dispositivos auxiliares y sincronización de sus registros.

El diagrama a bloques de la Fig. 4 muestra la plataforma propuesta, el diseño brinda la posibilidad de acoplarse a distintos sistemas de diagnóstico y/o monitorización.



**Fig. 7 Diagrama a bloques de la plataforma. (Flecha gris corriente de aire limpio, Flecha negra corriente de aire olorizado y flecha punteada control electrónico y transferencia de datos).**

La plataforma contará con un olfatómetro mezclador de olores el cual permitirá una dosificación precisa de los olores generados a partir de muestras solidas o

liquidadas (que demanden poco o nulo tratamiento) mediante el control por flujo de aire.

En cuanto a la NE se plantea el diseño de una nariz fácilmente replicable por lo que se utilizará una matriz de sensores de óxido metálico (MOX) comerciales de bajo costo y un sensor de temperatura y de humedad relativa (RH). El diseño y fabricación de la recámara de intercambio de gases se hará por computadora y haciendo uso de técnicas de manufactura aditiva (impresión 3D). La nariz contará con un sistema de adquisición de señales propio y control de temperatura independiente para cada sensor MOX, al igual que una interfaz que facilite su utilización.

La plataforma será controlada por una computadora embebida, encargada de coordinar el funcionamiento del olfatómetro, gestionar el almacenamiento y procesamiento de las señales entregadas por la nariz electrónica, además de brindar la posibilidad de interactuar con otros dispositivos.

Como se mencionó anteriormente, el desarrollo de la plataforma debe tener en cuenta características como la portabilidad y la versatilidad del instrumento como directrices, mediante la inclusión de rutinas adicionales de software.

### **3.2 Diseño**

El diseño de la plataforma se dividió en cinco secciones con la finalidad de poner a punto cada sección que integra la plataforma, las etapas de diseño fueron las siguientes:

1. Diseño del olfatómetro mezclador de olores.
2. Selección del arreglo de sensores y diseño de instrumentación.
3. Control de temperatura del arreglo de sensores.
4. Diseño del sistema de adquisición e interfaz de control.
5. Diseño de la cámara de intercambio gaseoso e interfaz de usuario y registro.

A cada etapa de diseño la acompaña una etapa experimental en la cual se obtienen resultados para validar su funcionamiento.

### 3.2.1 Olfatómetro activo mezclador de olores

El diseño del olfatómetro activo tiene sus fundamentos en un trabajo previo [70] a partir del cual se rediseñó la versión actual del olfatómetro mezclador de olores. El olfatómetro consta de una serie de bombas, electro válvulas y sensores; controlados de forma automática mediante un microcontrolador para entregar a su salida un estímulo olfativo (mezcla de olores y aire limpio) de duración, composición y flujo determinados. Dichas características pueden ser modificadas a demanda del usuario mediante una interfaz de control. Adicionalmente, el prototipo cuenta con entradas y salidas tanto analógicas como digitales para su interacción con otros dispositivos. Esta última característica se implementó para que la sección del olfatómetro pueda funcionar como un dispositivo independiente en aplicaciones que no requieran del uso completo de la plataforma.

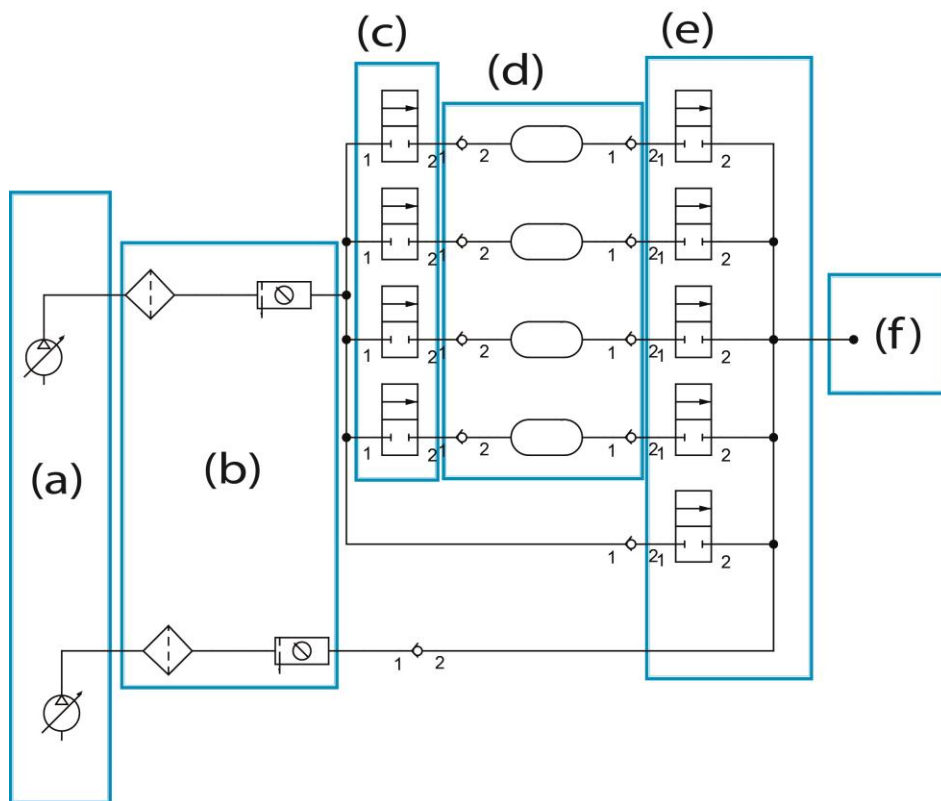
El dispositivo diseñado basa su funcionamiento en el control de presión dentro de los recipientes que contienen las muestras odorantes; ya que el flujo a la salida de una serie de componentes neumáticos es proporcional al producto de la diferencia de presión entrada-salida y su coeficiente de flujo (como se muestra en las Ec.1 y Ec.2 donde:  $q$  es el flujo de salida,  $N_2$  la constante de proporcionalidad,  $C_v$  el coeficiente de flujo de la válvula,  $p_1$  la presión de entrada,  $p_2$  la presión de salida,  $G_g$  la gravedad específica del gas,  $T_1$  la temperatura de entrada y  $\Delta p$  la diferencia de presión entre entrada y salida). Por lo que basta la obtención del coeficiente de flujo desde cada contenedor hasta la salida del sistema para calcular el flujo a la salida del sistema y así controlarlo de forma indirecta al manipular la presión de los contenedores.

$$q = \left(1 - \frac{2\Delta p}{3p_1}\right) N_2 C_v p_1 \sqrt{\frac{\Delta p}{p_1 G_g T_1}} \quad p_2 > p_1/2 \text{ (Flujo subsonico)} \quad (\text{Ec.1})$$

$$q = 0.471 N_2 C_v p_1 \sqrt{\frac{1}{G_g T_1}} \quad p_2 < p_1/2 \text{ (Flujo sonico)} \quad (\text{Ec.2})$$

El sistema cuenta con la arquitectura neumática que se muestra en la Fig. 8 y un control de flujo por presión basado en el principio de funcionamiento descrito

anteriormente. El sistema permite el control simultáneo de las electroválvulas de entrada (c) por modulación de ancho de pulso (PWM) para así controlar la presión de los contenedores y en consecuencia el flujo a la salida de cada uno de ellos. Situación que permite obtener mezclas ponderadas de odorantes sólidos o líquidos. Mediante esta técnica se consigue una liberación constante de los odorantes de las muestras al encontrarse a una presión determinada en el interior de cada contenedor.



**Fig. 8 Diagrama a neumático del olfatómetro (a) Fuente de aire (b) Filtrado y regulador de seguridad (c) Válvulas de entrada/ selección (d) Contenedores (e) Mezclador (f) Sección de administración (salida)[70].**

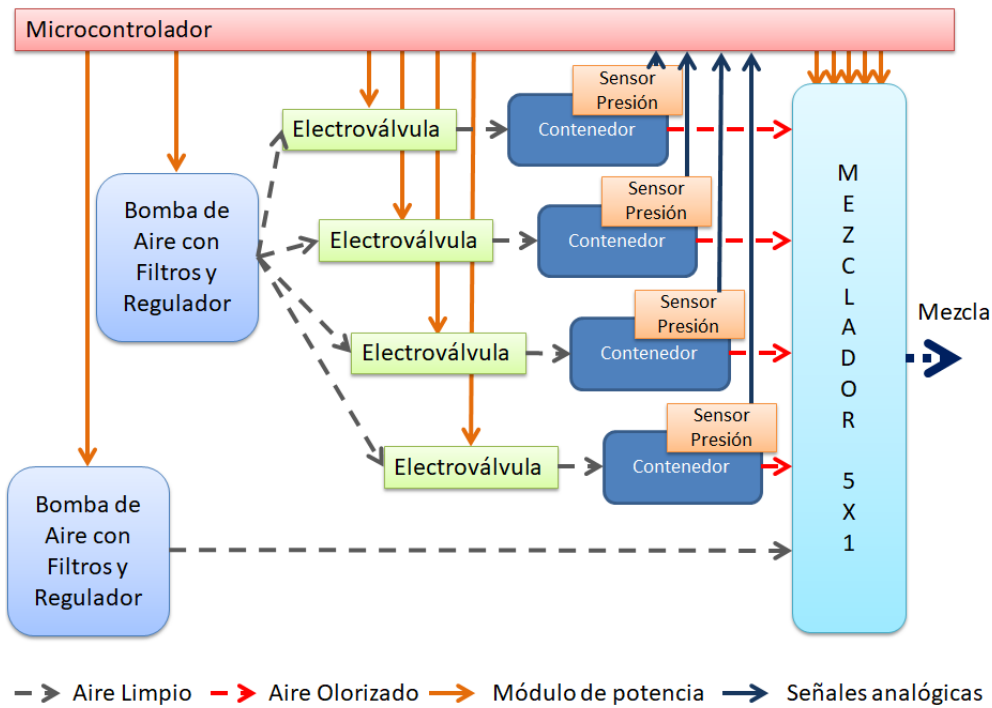
El olfatómetro hace uso del siguiente hardware:

- 2 bombas de aire (AIRPON, Mod. D2028), con un flujo y presión máximos de 12 LPM y 32 PSI respectivamente. Una bomba se encarga de alimentar la corriente de aire limpio y la otra el aire que será olorizado.



- 2 unidades de tratamiento de aire (una para cada bomba) compuestas por un filtro de partículas de 5µm con regulador y manómetro (FESTO, Mod. MS4-LFR-1/4-D5-CRM-RG) y un filtro de carbón activado (FESTO, Mod. MS4-LFX-1/4-R).
- 4 electroválvulas (Cole Parmer, Modelo 98302-06) para el control de entrada a los contenedores.
- 4 contenedores de vidrio con boquilla de diámetro 2.5 cm, deben ser capaces de soportar 0.5 bar de presión como mínimo y su volumen debe rondar entre 50 mL y 150 mL.
- 4 sensores de presión (Epcos, Mod. ASR 0.400 V1 TN H30), para el sensado de la presión en cada uno de los contenedores.
- Un "mezclador" 5x2 normalmente cerrado (NResearch Inc., Mod 161T101), para controlar la salida de los contenedores. Se compone por 5 electroválvulas y un bloque múltiple de PTFE.
- Una tarjeta de desarrollo Launchpad XL con un microcontrolador TMS320F28027 como controlador principal.
- 11 módulos de potencia, constituidos por optocopladores (Fairchild Semiconductor, Mod. 4N35) conectados a transistores MOSFET (ST Microelectronics, Mod. BUZ11) para controlar el encendido y apagado de las electroválvulas y bombas.

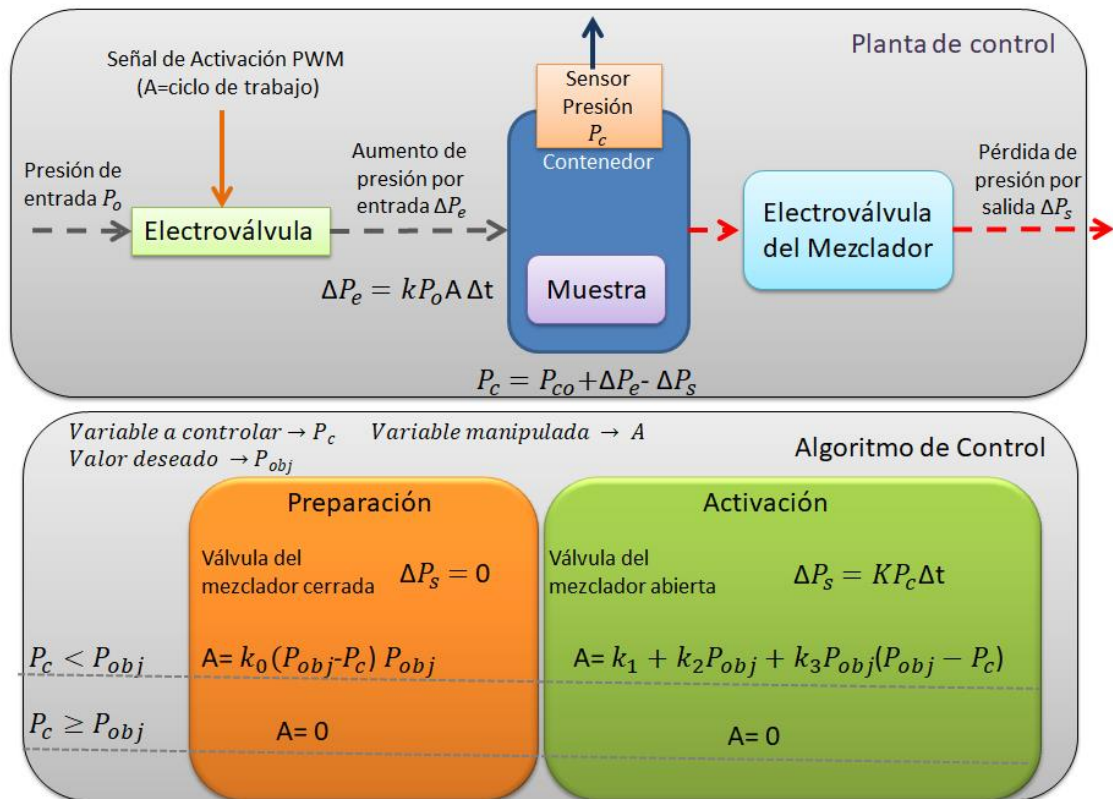
Estos componentes electrónicos interactúan siguiendo el diagrama a bloques que se muestra en la Fig. 9.



**Fig. 9 Diagrama a bloques de la interacción de entre los dispositivos que componen al olfatómetro mezclador de olores.**

El olfatómetro funciona como mezclador de olores al ejecutar una serie de pasos y hacer algunas consideraciones: como primer paso al seleccionar el modo mezclador de olores se activa la bomba de aire del canal olorizado de forma permanente por lo cual el regulador de presión llegará a la presión máxima configurada (1.5 bar) en todo momento por lo cual puede considerarse funcionan como una fuente de presión constante. Como segundo paso se configura la presión o flujo deseado en cada uno de los contenedores, una vez configurados el dispositivo entrara en un lazo de control nombrado “Preparación” en el cual se aumenta lentamente la presión en cada contenedor abriendo y cerrando rápidamente las válvulas de entrada de los contenedores; hasta llegar a la presión configurada, este proceso se realiza con todas las válvulas de salida cerradas. El dispositivo permanecerá en la fase de preparación hasta recibir una señal de activación para finalmente dosificar la mezcla de olores configurada; durante esta etapa el lazo de control cambia al denominado lazo de “Activación” en el cual se abren las válvulas de salida de los contenedores y la regla

de control cambia para compensar la salida de aire. En la Fig. 10 puede observarse un diagrama a bloques de la lógica de control y las ecuaciones asociadas.

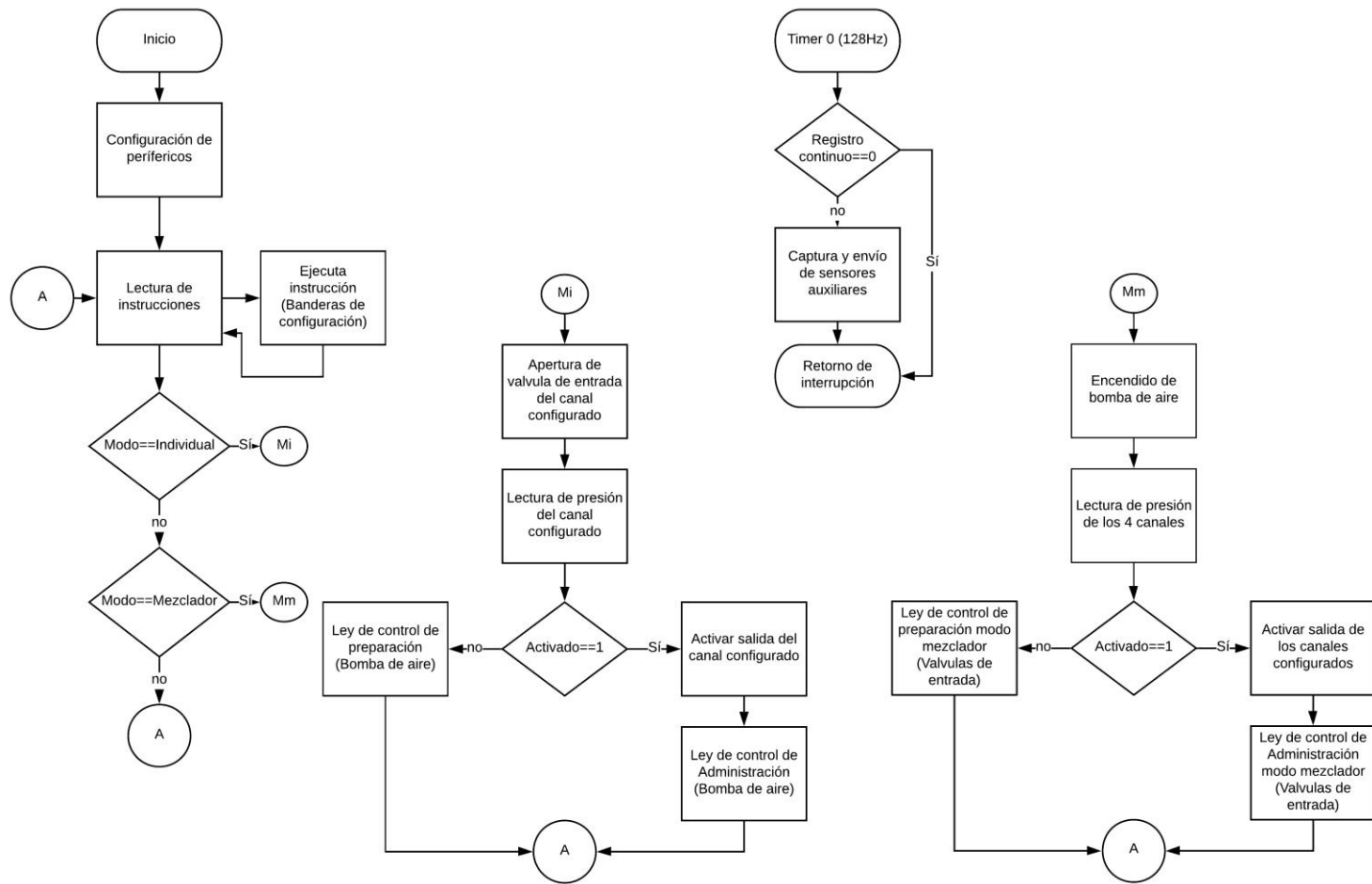


**Fig. 10** Diagrama a bloques de la lógica de control del mezclador de olores.

Una vez definida la lógica de control, se programó la misma en el microcontrolador para que opere como un dispositivo independiente. El nuevo dispositivo será capaz de funcionar tanto en modo de estimulación de un solo odorante desarrollado (Modo Individual) en el trabajo previo [70] y modo mezclador de olores. El set completo de instrucciones para el dispositivo puede verse en la Tabla 4. La programación se realizó en lenguaje C++ utilizando el programa Code Composer Studio 7.1 de Texas Instruments®. Y el diagrama de flujo del programa puede verse en la Fig. 11.

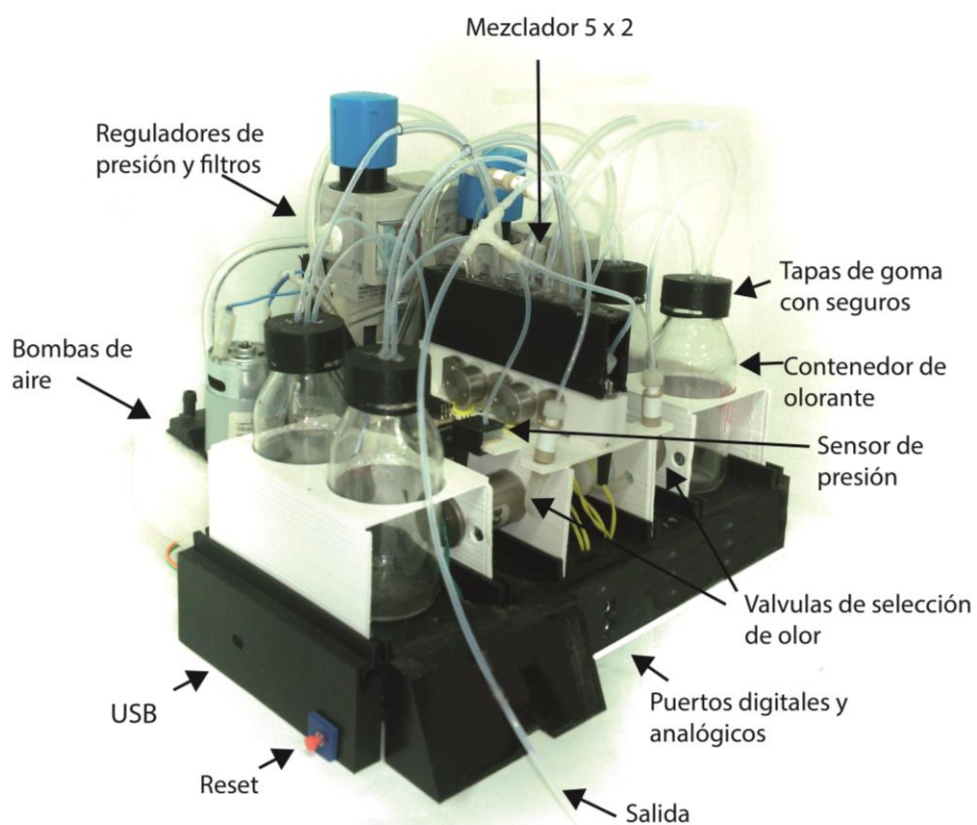
**Tabla 4. Instrucciones del dispositivo**

	Instrucción	Código a enviar por el puerto serie	Acción
INDIVIDUAL	Selección de modo Individual	0xFF + 0x00	Solo se puede realizar la estimulación de un odorante a la vez. (Es más silencioso al no estar encendida permanentemente la bomba de aire)
	Configurar Odorante	0xEF + (Numero del odorante)	Modifica el odorante a utilizar en la estimulación para el modo Individual
	Configuración de presión de la estimulación	0xFA + (% presión)	Configura la presión objetivo del contenedor dentro del rango establecido (0-100%)
	Activación/Desactivación de la estimulación	0xF0+(Valor)	1- Activa la salida de aire olorizado 0- Desactiva la salida de aire olorizado
MEZCLADOR	Selección de modo Mezclador	0xFF + 0x01	Activa el modo mezclador (enciende una bomba de aire de forma permanente)
	Configuración de presión del canal 1	0xAC + (% presión)	Configura la presión del canal 1 rango establecido (0-100%)
	Configuración de presión del canal 2	0xAD + (% presión)	Configura la presión del canal 2 rango establecido (0-100%)
	Configuración de presión del canal 3	0xAE + (% presión)	Configura la presión del canal 3 rango establecido (0-100%)
	Configuración de presión del canal 4	0xAF + (% presión)	Configura la presión del canal 4 rango establecido (0-100%)
	Activación/Desactivación de la estimulación	0xB0+(estado)	1- Activa la salida de aire olorizado 0- Desactiva la salida de aire olorizado
GENERAL	Configurar flujo de aire limpio	0xFE + (%flujo)	Activa el flujo de aire limpio al valor deseado (0-100%)
	Apagar	0xFD	Apaga todas las válvulas y bombas
	Habilitar/deshabilitar envío continuo del sensor auxiliar 1	0xEE+(estado) **Envío de datos UART 10Hz	1- Habilitar 0- Deshabilitar
	Lectura de Calibración **requiere el conexión del sensor de flujo**	0x6D+ Canal Leer (16 bits presión + 16 bits flujo)	Regresa el valor actual del sensor de presión del canal seleccionado y el valor del sensor auxiliar 1
	Lectura sencilla de sensor auxiliar 1	0x6E (leer 16 bits)	Hace una lectura del valor del sensor auxiliar
	Lectura sencilla de sensor auxiliar 2	0x6F (leer 16 bits)	Hace una lectura del valor del sensor auxiliar
	Lectura sencilla de sensor auxiliar 3	0x70 (leer 16 bits)	Hace una lectura del valor del sensor auxiliar

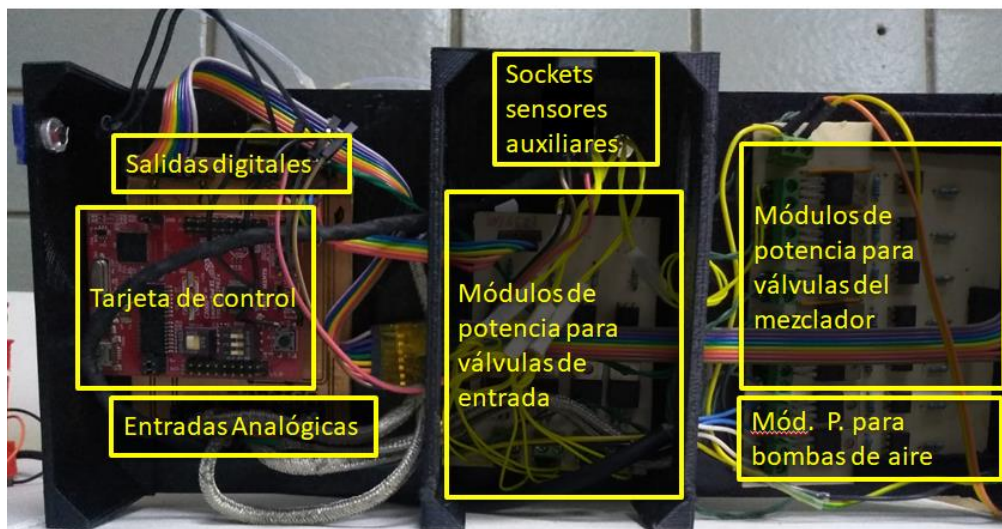


**Fig. 11 Diagrama de flujo del programa de control del olfatómetro mezclador con sus dos modos de operación.**

Para hacer facilitar la construcción y reproducibilidad del dispositivo, se diseñó la carcasa para ser fabricada por técnicas de manufactura aditiva. Y como características adicionales se agregaron piezas para evitar estrangulamientos en las tuberías y se diseñó un sistema de acoplamiento para los frascos contenedores utilizados; el cual cuenta con seguros que ayudan a que las tapas de goma permanezcan en la posición deseada y se eviten fugas. El ensamble final del olfatómetro con la carcasa diseñada y el detalle de la ubicación de los circuitos diseñados puede verse en la Fig. 12 y Fig. 13.



**Fig. 12 Olfatómetro con carcasa impresa.**



**Fig. 13 Detalle de ubicación de los componentes electrónicos del olfatómetro.**

En segundo lugar se programaron las rutinas de calibración automática del olfatómetro cuya finalidad es la obtención de respuesta para cada canal del dispositivo; haciendo un ajuste polinomial del flujo entregado a la salida del dispositivo contra la presión configurada de los contenedores. El procedimiento para lograr obtener las curvas de calibración es:

1. Se conecta el sensor de flujo (AWM5104VN Honeywell) al puerto analógico 1 del olfatómetro.
2. Se conecta la salida del olfatómetro a la entrada del sensor de flujo.
3. Se inicializa la interfaz gráfica del olfatómetro y se selecciona la calibración completa del dispositivo o del canal deseado (MATLAB). El proceso consiste en ejecutar un barrido automático de presiones en el contenedor del canal o canales seleccionados (25 puntos a lo largo del rango de operación para los canales olorizados y 10 puntos para el canal de aire limpio) y hacer una medición del flujo de salida del dispositivo con el sensor de flujo para al final hacer un ajuste polinomial (tercer grado para canales olorizados y cuarto grado para el canal de aire limpio) de la curva obtenida (Presión del contenedor vs Flujo de salida).

4. Esperar a que se muestre el mensaje de calibración finalizada para obtener las gráficas y coeficientes.

### **3.2.1.1 Primer Etapa experimental- Caracterización del olfatómetro mezclador de olores.**

Esta primera etapa experimental está destinada a la caracterización del olfatómetro mezclador de olores, dentro de los rangos de operación que establecen los sensores de presión empleados (0.05 bar y 0.38 bar), las pruebas que se plantean son:

- Obtención de las curvas de calibración de cada canal del olfatómetro haciendo uso de la rutina programada.
- Caracterización de sus tiempos de respuesta. Este procedimiento se llevó a cabo usando una tarjeta de adquisición de datos (PMD-1608FS, Measurement Computing) conectada a: una salida digital del olfatómetro (la cual indica el inicio de la estimulación) y al sensor de flujo (AWM5104VN Honeywell) conectado a la salida del olfatómetro. A modo que se registran 30 segundos de la señal del sensor de flujo después de enviada la señal de estimulación al olfatómetro. Se registraron 16 experimentos (4 por canal, mitad en modo individual y mitad en modo mezclador) para 6 presiones dentro del rango de trabajo (0.15, 0.2, 0.25, 0.3, 0.325 y 0.35 bar). Dando un total de 96 experimentos.
- Comprobar que los flujos a la salida del mezclador sean los configurados (sin muestra odorante). Haciendo uso de la plataforma de medición descrita en la prueba anterior se programaron los 4 canales para entregar el mismo flujo en 5 puntos del rango de trabajo.

### **3.2.2 Selección del arreglo de sensores MOX y diseño de instrumentación.**

Considerando que los sistemas bioinspirados se caracterizan por el uso de arreglo de sensores de baja selectividad, es importante aclarar que los sensores MOX del



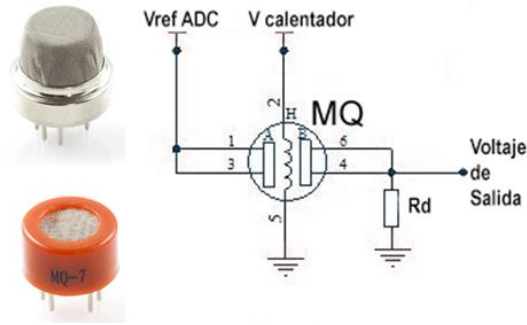
diseño fueron seleccionados por su escasa especificidad, situación que permite utilizarlos en una amplia gama de aplicaciones (como se describió en el estado del arte). En particular se determinó hacer uso de 7 sensores de la serie MQ por su disponibilidad, bajo costo, instrumentación simple y contar con el mismo “*footprint*”. Estas características, promoverán un fácil intercambio de los sensores entre sensores de la misma serie en caso de necesitarse. A este arreglo MOX se le añadió un sensor de temperatura para vigilar la estabilidad de las pruebas y realizar ajustes necesarios.

El modelo de los sensores seleccionados y su compuesto principal a detectar se encuentran en la Tabla 5.

**Tabla 5 Descripción de los sensores utilizados en el arreglo de la nariz electrónica.**

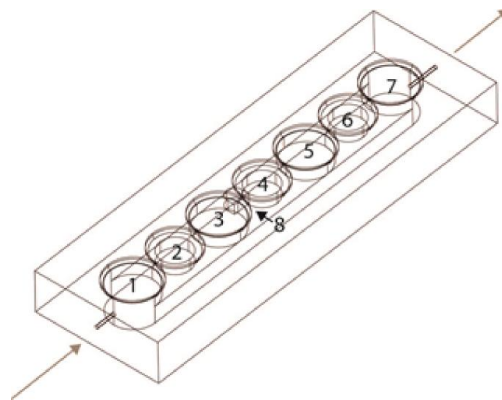
Sensor	Modelo	Marca	Principal detección
1	MQ-8	Winsen	Hidrogeno
2	MQ-9	Henan Hanwei	CO and combustible gases
3	MQ-6	Winsen	LPG
4	MQ-7	Parallax	CO
5	MQ-5	Parallax	LPG, natural gas
6	MQ-3	Parallax	Alcohol y Benceno
7	MQ-2	Parallax	LPG, i-butano, propano
8	LM 35	Texas Instruments	Temperatura

Una vez seleccionados los sensores, se diseñó la instrumentación mínima necesaria para poder hacer pruebas preliminares de su funcionamiento. Cada sensor cuenta con un calentador que permite elevar la temperatura del elemento sensor para poder detectar los cambios de concentración en los odorantes mediante un cambio en la conductividad del mismo, para su operación basta con alimentar el calentador con una fuente de CD y sensar los cambios de conductividad mediante un divisor de voltaje. En la Fig. 14 se muestran los sensores de la serie MQ y su diagrama eléctrico mínimo.



**Fig. 14 Sensores de la serie MQ y su diagrama eléctrico mínimo.**

Para garantizar que todos los sensores reciben la misma estimulación, fue necesario el diseño de una cámara de intercambio gaseoso la cual funciona como canal de administración de olores. El diseño de la cámara puede verse en la Fig. 15, la cual muestra la disposición de los sensores de gas y el sensor de temperatura. La cámara fue fabricada utilizando una impresora 3D con la finalidad de facilitar su reemplazo una vez que ésta presente deterioro o contaminación. Para evitar fugas entre los sensores y la cámara de intercambio, se colocaron juntas tóricas y se fijaron en configuración de sándwich mediante tornillos.



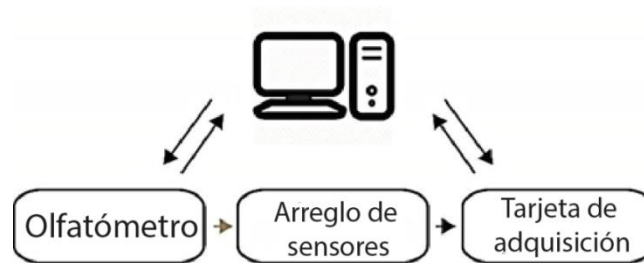
**Fig. 15 Diseño de la carcasa de la nariz a imprimir y disposición de los sensores**

### **3.2.2.1 Segunda etapa experimental- Pruebas del arreglo de sensores MOX.**

Una vez construido el arreglo de sensores se procedió a hacer pruebas de su funcionamiento en conjunto con el olfatometro diseñado.

La plataforma de registro de las pruebas consistió en conectar el olfatómetro al arreglo de sensores mediante una tubería de PTFE (30 cm de longitud y 1.5 mm de diámetro), alimentar los calentadores de los sensores MOX a un voltaje de 5 V y capturar los cambios producto de la estimulación de los sensores haciendo uso de una PC con una tarjeta de adquisición (PMD-1608FS, Measurement Computing) como se muestra en la Fig. 16. El arreglo de sensores debe someterse a una rutina de precalentado y condicionamiento para obtener una respuesta estable. La rutina consiste en alimentar el calentador de los sensores y activar la corriente portadora (aire limpio) con el flujo deseado por lo menos durante 72 horas antes de la primera prueba con olores. Cabe mencionar que el calentador y la corriente portadora deben apagarse hasta finalizar todas las pruebas.

Se ejecutaron 2 pruebas utilizando la plataforma de registro antes mencionada, las cuales se describen a continuación.



**Fig. 16 Composición de la plataforma de registro**

### **3.2.2.1a Respuesta del arreglo MOX a alcoholes**

La primera parte del experimental consistió en someter al arreglo de sensores a una estimulación cíclica pulsada haciendo uso de butanol (SKU 19422, Sigma-Aldrich) y metanol (SKU 82762, Sigma-Aldrich) grado analítico como odorante (50 mL en uno de los contenedores) para comprobar que existiera respuesta por parte de los sensores, se observara un comportamiento característico de los sensores para cada uno de los alcoholes y la respuesta llegara a ser estable.

El registro se realizó utilizando un flujo de aire limpio de 1 L/min y un flujo del canal odorante de 200 mL/min, el ciclo de la prueba programado fue 30 s de

estimulación por 70 s de limpieza. La adquisición se ejecutó a 100 Hz por canal. La resistencia de carga del divisor de voltaje (Rd) utilizado fue de 1 k $\Omega$  y el voltaje de referencia del divisor de voltaje y de alimentación de los calentadores fue 5 V.

### 3.2.2.1b Experimental con muestras complejas

Para verificar que el arreglo pueda ser utilizado como parte de una nariz electrónica se planteó estimular el arreglo con el olfatómetro usando un set de muestras complejas; para posteriormente utilizar las señales entregadas para el entrenamiento de un clasificador.

Se escogió como objeto del experimental a los chocolates por su fácil adquisición, manejo y variedad. El set de muestras elegido está conformado por 26 barras de chocolate, mismas que fueron agrupadas según las características descritas en sus envolturas. La clasificación de las muestras se presenta en la Tabla 6 y la descripción completa puede encontrarse en la Tabla 7.

**Tabla 6 Clasificación de las barras de chocolate según las características descritas en el empaque.**

Grupo/ Característica	Numero de muestras	Subgrupo	Etiqueta de subgrupo	Numero de muestras
Tipo de chocolate	26	Chocolate oscuro Chocolate semi-oscuro Chocolate con leche	OB SOB LE	10 12 4
Ingrediente añadido	26	Coco Fresa Naranja Menta Pistache Ninguno	CO FR NR ME PI -	1 2 1 1 1 20
Endulzante	26	Azúcar Libre de azúcar	AZ -	21 5
Caducidad	26	Fresco Caduco	- CAD	25 1

Las señales del arreglo de sensores y de sincronización del olfatómetro fueron grabadas con una frecuencia de 10 Hz para el experimento 1 y 1 Hz para el experimento 2.

Se ejecuta una rutina de preparación o precalentamiento de los sensores que consiste en activar los calentadores de los sensores MOX con un voltaje de alimentación de 5V y activar el flujo de aire limpio o flujo portador del olfatómetro a 250 mL/min por al menos 72 horas antes de ejecutar los experimentos. El propósito de esta rutina es llevar a los sensores a un estado estable y apto para responder a las estimulaciones. A partir de encendidos los calentadores y el flujo portador, estos no se apagan hasta finalizar los experimentos.

La secuencia experimental de las pruebas fue la siguiente:

1. Una muestra de 10 g es tomada de una de las barras de chocolate y puesta dentro de uno de los contenedores del olfatómetro. Después la barra de chocolate es almacenada en una bolsa hermética para evitar su deterioro. Para el experimento 1, el contenedor con la muestra fue conectado inmediatamente, mientras que en el segundo experimento le fue colocada una tapa para posteriormente almacenarlo durante 48 horas antes de conectarlo al olfatómetro.
2. El arreglo de sensores es expuesto a 2 min de estimulación con un flujo de 200 mL/min generados por un canal del olfatómetro que contiene la muestra en su contenedor a 0.08 bar.
3. Una secuencia de limpieza es ejecutada. Se detiene la estimulación de aire olorizado por 5 min, durante este periodo solo el flujo portador se encuentra activado, seguido por 2 min de activación de un segundo canal del olfatómetro a 200 mL/min generado con un contenedor limpio y vacío a 0.08 bar y por ultimo de nuevo 5 min de pausa con solo el flujo portador.
4. Los puntos 2 y 3 se repiten 40 veces.
5. Se hace una pausa de mínimo 2 horas y se repite todo el proceso desde el primer punto para la siguiente muestra a analizar.

Para el análisis de las señales registradas por los sensores, se planteó el uso de PCA como método de extracción de características y ANNs como clasificador.

**Tabla 7 Descripción detallada de las barras de chocolate utilizadas.**

<b>Id</b>	<b>Marca</b>	<b>Cacao %</b>	<b>Tipo de chocolate</b>	<b>Endulzante</b>	<b>Ingredientes extra</b>	<b>Caducidad</b>	<b>Lote</b>
<b>A</b>	Turín	73	Obscuro	Azúcar		04/11/2017	13926
<b>B</b>	Lindt Excellence	70	Obscuro	Azúcar		31/10/2016	1585
<b>C</b>	Turín	55	Semi Obscuro	Azúcar		03/02/2018	14560
<b>D</b>	Basel Chocolat	72	Obscuro	Acesulfame K Aspartame		30/10/2017	RJG84
<b>E</b>	Lindt Excellence	70	Obscuro	Azúcar		29/02/2016	3915
<b>F</b>	Godiva Chocolatier	72	Obscuro	Azúcar		25/09/2017	3261
<b>G</b>	Lindt Excellence	47	Semi Obscuro	Azúcar	Coco caramelizado	03/06/2016	4755
<b>H</b>	Lindt Excellence	47	Semi Obscuro	Azúcar	Trozos de fresa	31/08/2016	4685
<b>I</b>	Lindt Excellence	47	Semi Obscuro	Azúcar	Trozos de naranja	31/08/2016	4675
<b>J</b>	Lindt Excellence	47	Semi Obscuro	Azúcar	Aceite de menta	31/06/2016	4655
<b>K</b>	Turín	33	Chocolate con leche	Azúcar	Leche en polvo	21/01/2017	1610
<b>L</b>	Turín	NR	Obscuro	Maltitol		19/01/2018	13968
<b>M</b>	Lindt Excellence	85	Obscuro	Azúcar		31/08/2016	3655
<b>N</b>	Lindt Excellence	90	Obscuro	Azúcar		31/10/2016	3585
<b>O</b>	Chocolate Amatller (Ecuador)	85	Obscuro	Azúcar		dic-17	171215
<b>P</b>	Chocolate Amatller (Ghana)	85	Obscuro	Azúcar		01/12/2017	171214
<b>Q</b>	d'meals	NR	Semi Obscuro	Splenda®	Trozos de fresa	04/01/2018	B64
<b>R</b>	MDD	NR	Semi Obscuro	Splenda®		30/01/2018	b50
<b>S</b>	New Art	60	Semi Obscuro	Azúcar		22/11/2017	
<b>T</b>	d'meals	NR	Semi Obscuro	Splenda®	Pistache	30/01/2018	b58
<b>U</b>	Turín repostería	NR	Chocolate con leche	Azúcar	Leche en polvo	07/11/2017	14747
<b>V</b>	Chocolate Amatller	32	Chocolate con leche	Azúcar	Leche en polvo	01/02/2018	180208
<b>W</b>	Turín repostería	NR	Semi Obscuro	Azúcar		17/01/2018	14219
<b>X</b>	Turín repostería		Obscuro	Azúcar		15/01/2018	13823
<b>Y</b>	Chocolate Amatller	50	Semi Obscuro	Azúcar		01/12/2017	171223
<b>Z</b>	Chocolate Amatller (Ghana)	32	Chocolate con leche	Azúcar	Leche en polvo	01/11/2017	171120

### 3.2.3 Diseño del control de temperatura del arreglo de sensores MOX

Una de las características incluidas en el diseño de la nariz electrónica de la plataforma, es el control independiente de la temperatura de cada sensor, esto se puede lograr alimentando el calentador del sensor estableciendo un voltaje determinado, sin embargo, debido al bajo costo de los sensores seleccionados (asociado a su proceso de fabricación), presentan un alto grado de heterogeneidad. Esto implica que la sustitución de sensores por otros conlleva un cambio en la temperatura a pesar de alimentar con el mismo voltaje al calentador.

Para evitar este problema se propuso un sistema de control de lazo cerrado, modificando ligeramente los sensores de la serie MQ con el fin de medir la temperatura interna del elemento sensor por medio de infrarrojos (IR). El uso de IR evita el contacto y conservar la superficie sensora intacta. La Fig. 17 muestra el diagrama de control simplificado para un sensor MQ.

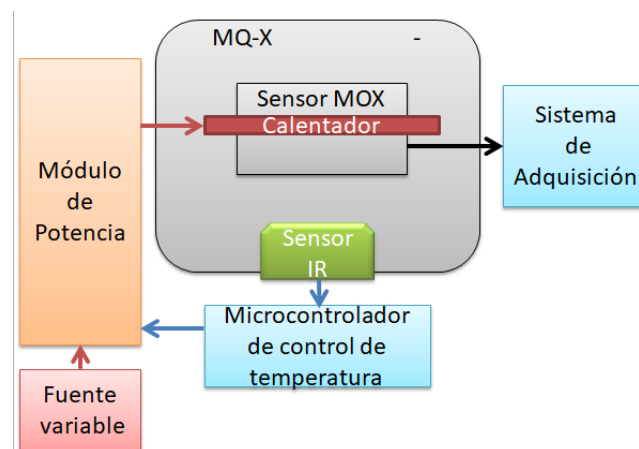
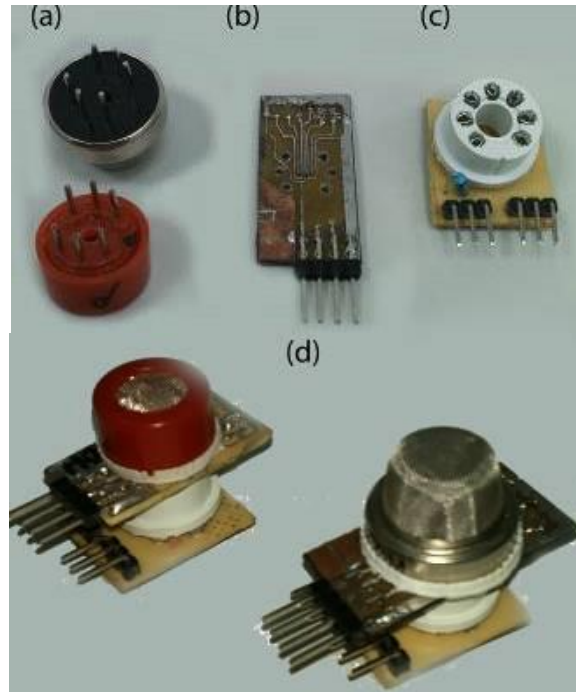


Fig. 17 Diagrama de control de temperatura para un sensor.

En la Fig. 18 se puede observar la forma en que fueron modificados los sensores de la serie MQ para poder incluir el sensor IR. El procedimiento consistió en perforar una ventana circular de 2.5 mm de diámetro mediante el cual el sensor IR podrá observar y medir la temperatura del elemento sensor. Se diseñaron las tarjetas electrónicas que se observan en (b) y (c) para poder intercambiar los sensores MOX

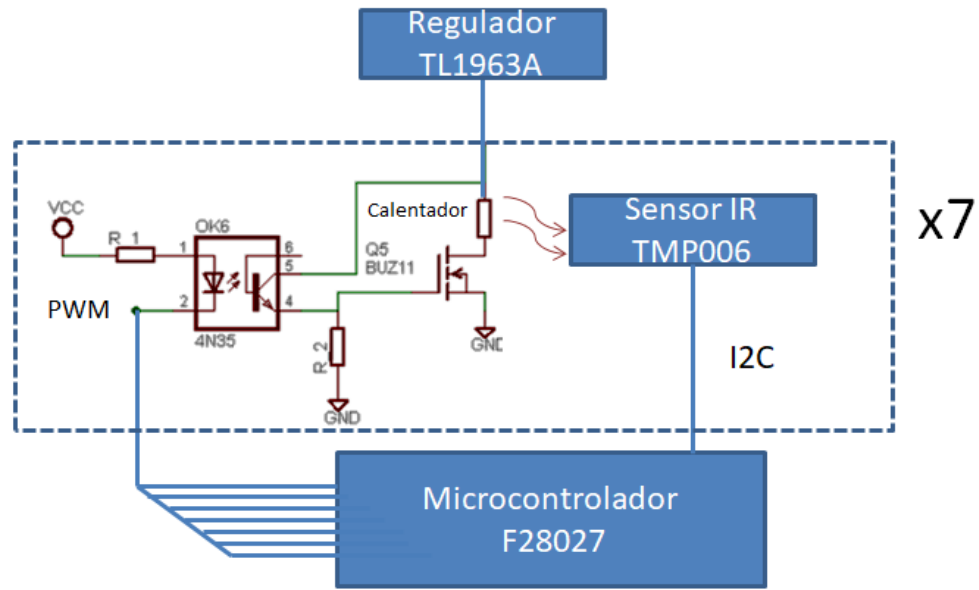
por cualquiera de la serie MQ. El sensor IR seleccionado es el TMP006 de Texas Instruments, ya que es uno de los pocos sensores IR con dimensiones reducidas (1.25mm x 1.25mm). El modulo completo con las juntas necesarias para evitar fugas de aire puede observarse en (d).



**Fig. 18 (a)Sensors MQ con ventana perforada (b)Tarjeta del sensor IR TMP006 (c) Socket para sensor MQ (d) Sistema ensamblado**

Para regular la temperatura de los sensores se implementa un control PD para cada uno de los 7 sensores MOX, haciendo uso de una tarjeta microcontroladora LAUNCHPAD XL con un microcontrolador F28027 de Texas Instruments y módulos de potencia constituidos por optocopladores (Fairchild Semiconductor, Mod. 4N35) conectados a transistores MOSFET (ST Microelectronics, Mod. BUZ11). La fuente de alimentación utilizada para los calentadores fue construida utilizando un regulador de bajo ruido y rápida respuesta TL1963A de Texas Instruments. El diagrama eléctrico a bloques puede observarse en la Fig. 19.

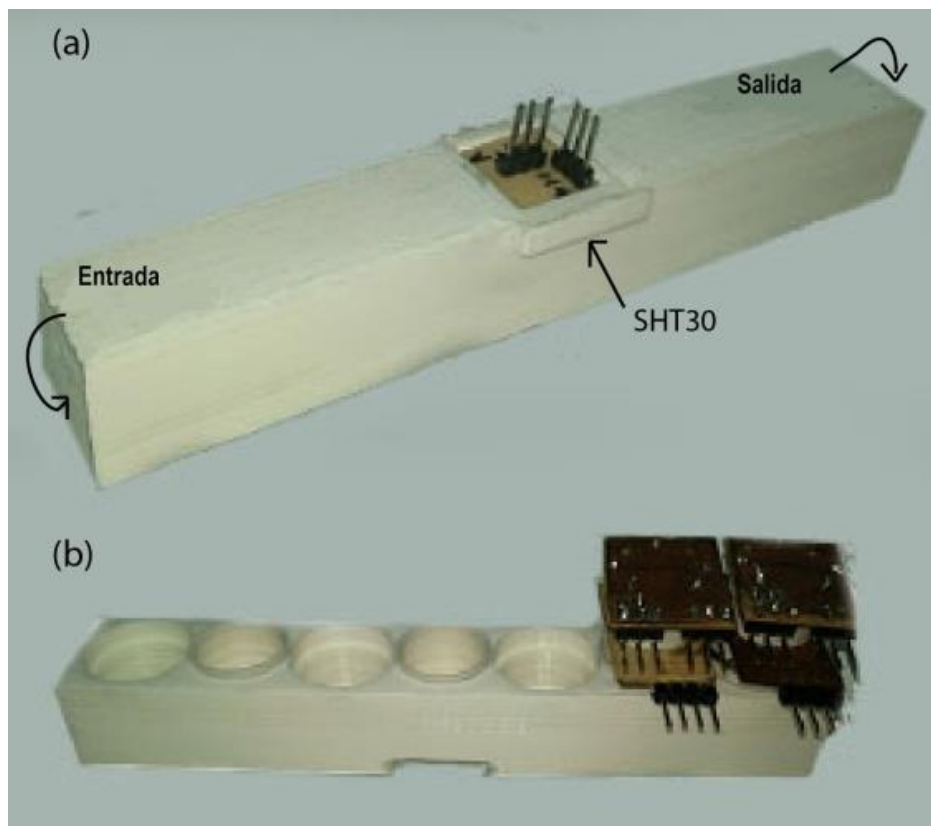




**Fig. 19 Diagrama eléctrico a bloques del circuito de control de temperatura para el arreglo de sensores MOX**

El control se ejecuta por PWM en el elemento de calefacción de cada sensor MOX. La modulación se hace un rango de ciclo de trabajo entre 75% y 100% para evitar variaciones súbitas de temperatura, en este caso la fuente fue ajustada para entregar 5 V ya que es el voltaje pico que se recomienda para los sensores de la serie MQ.

Se colocaron los sensores en una cámara provisional para hacer las pruebas del sistema de control y se agregaron los sensores auxiliares de temperatura y humedad relativa (RH). La cámara provisional puede observarse en la Fig. 20 donde se incluye un espacio para para el sensor de RH y temperatura (Sesirion, SHT30).



**Fig. 20 Cámara de intercambio gaseoso provisional con ranuras para cada módulo sensor a) detalle de la ranura para el sensor de humedad y temperatura b) detalle de las ranuras para los módulos sensores MOX.**

El arreglo de sensores MOX, sensor de RH y sensor de temperatura junto con el sistema de control de temperatura completan la unidad de sensado de la NE a la cual solo restaría agregar una etapa de procesamiento para funcionar como una NE. Ya que la etapa de procesamiento puede implementarse en una gran variedad de sistemas que puedan adquirir y procesar las señales analógicas entregadas por la nariz electrónica se decidió que funcionara como un dispositivo USB independiente al igual que el olfatómetro. Por ello se programó el microcontrolador para poder recibir las instrucciones de configuración por medio de su USART de forma codificada, la tabla de instrucciones se muestra a continuación en la Tabla 8.

**Tabla 8. Tabla de comandos de la unidad de sensado.**

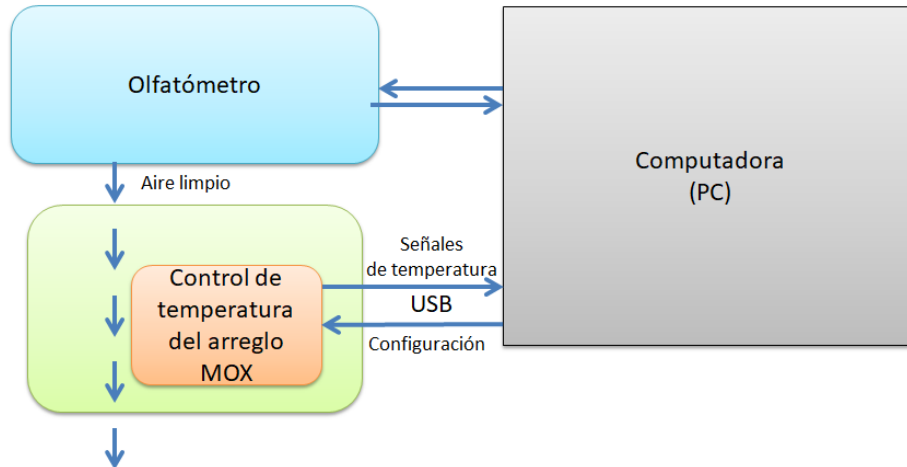
Función	Sintaxis	Respuesta
Configurar temperatura objetivo	[Sensor a configurar(0->6) + temperatura objetivo(100->135 °C)] [S,To]	-
Lectura de temperaturas	0x0A	[Número de sensor + Temperatura del sensor MOX + Temperatura local del sensor IR] para los 7 sensores IR [0,TM,TIR, 1,TM,TIR, 2,TM,TIR, 3,TM,TIR, 4,TM,TIR, 5,TM,TIR, 6,TM,TIR]
Habilitar envío continuo del registro de temperatura	0x08	La trama de lectura de temperaturas de forma continua cada 0.1s
Deshabilitar envío continuo de registro de temperatura	0x09	-

### **3.2.3.1 Tercera etapa experimental- Pruebas del control de temperatura del arreglo de sensores MOX.**

Tras concluir con la programación de la unidad de sensado se hicieron pruebas para comprobar la estabilidad térmica.

La prueba consistió en conectar el arreglo de 7 sensores MOX (MQ-2, MQ-3, MQ-5, MQ-6, MQ-7, MQ-8 y MQ-9) a la unidad de sensado y esta a su vez fue conectada a una PC para registrar la temperatura del arreglo por 7 minutos a 4 temperaturas distintas (100°C, 105°C, 110°C y 115°C) haciendo pasar por el arreglo aire limpio con un flujo de 1L/min. Siendo las temperaturas seleccionadas cercanas a la temperatura más alta observada (118°C) al alimentar los sensores con el voltaje máximo de operación y haciendo un barrido alrededor de este punto que es la franja en la que los sensores MOX presentaran respuesta a las variaciones de los gases que se les presenten.

La finalidad de la esta prueba es obtener el comportamiento estadístico de la temperatura controlada. En la Fig. 21 puede observarse la configuración del equipo utilizado para dicha prueba, el registro se realizó directamente utilizando Code Composer 7.1 y el microcontrolador utilizando una frecuencia de muestreo de 10 Hz.



**Fig. 21** Plataforma de registro para las pruebas del control de temperatura.

### 3.2.4 Sistema de adquisición de señales e interfaz de control

El Sistema de adquisición de señales se encargará de digitalizar las señales analógicas que entrega la unidad de sensado. El número de señales a adquirir como mínimo son 9 (7 sensores MOX, un sensor de temperatura y un RH), por lo que se decidió que el sistema de adquisición constará de 16 canales, a fin de que exista la posibilidad de agregar sensores auxiliares adicionales o bien las señales de 7 sensores MOX de una segunda unidad sensora.

El sistema de adquisición se compone de 2 convertidores analógico/digital ADC128D818 de Texas Instruments, los cuales cuentan con 8 canales y una interfaz I<sup>2</sup>C, que permite su comunicación con la computadora embebida que se utilizara para la interfaz de control.

La interfaz de control y procesamiento debe ser capaz de manejar los sistemas que componen a la plataforma, registrar las señales entregadas por el sistema de adquisición y posteriormente poder procesar las señales adquiridas. Los sistemas que debe controlar son:

- Olfatómetro (USB).

- Sistema de adquisición de señales (I<sup>2</sup>C)- El cual adquiere las señales analógicas de la unidad de sensado.
- Unidad de sensado (USB).

Para poder lograrlo se utiliza una microcomputadora Raspberry Pi 2 modelo B, la cual será programada con el sistema operativo Raspbian que es una distribución a la medida de Linux. Como dispositivo de interfaz de usuario se utilizara una pantalla *touch-screen* de 5 pulgadas (DIYmore, 5" HDMI LCD) y un teclado USB genérico. Fue necesaria la programación de las librerías de usuario necesarias para manejar el olfatómetro, la unidad de sensado y el sistema de adquisición haciendo uso de Python 3.6.

El diagrama a bloques de la interacción de los sistemas puede observarse en la Fig. 22.

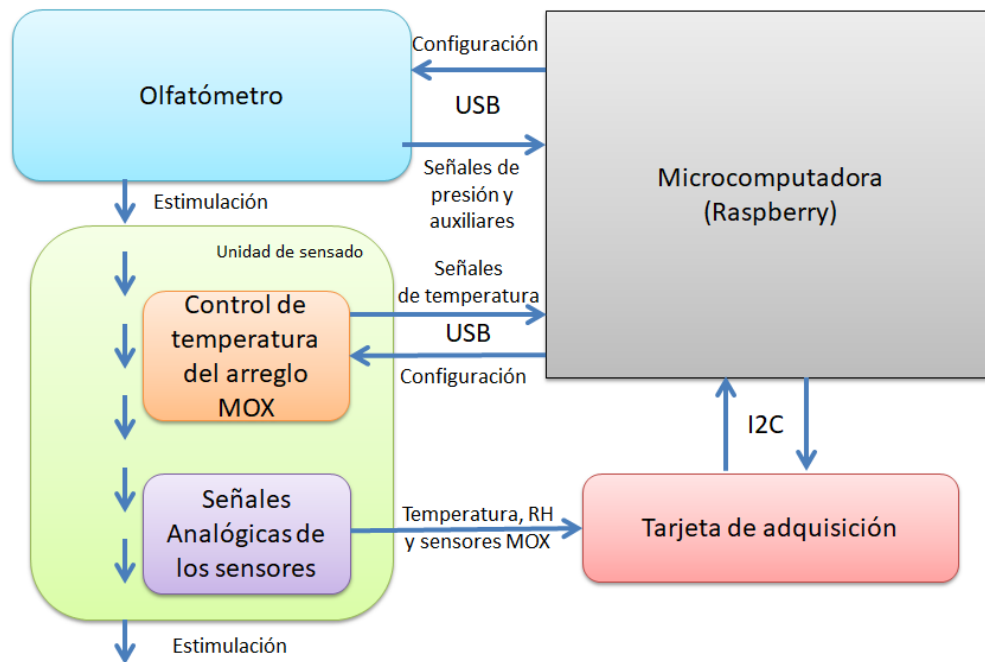


Fig. 22 Interacción de los dispositivos que componen a la plataforma.

### 3.2.4.1 Cuarta etapa experimental- Pruebas del sistema de adquisición de señales e interfaz de control

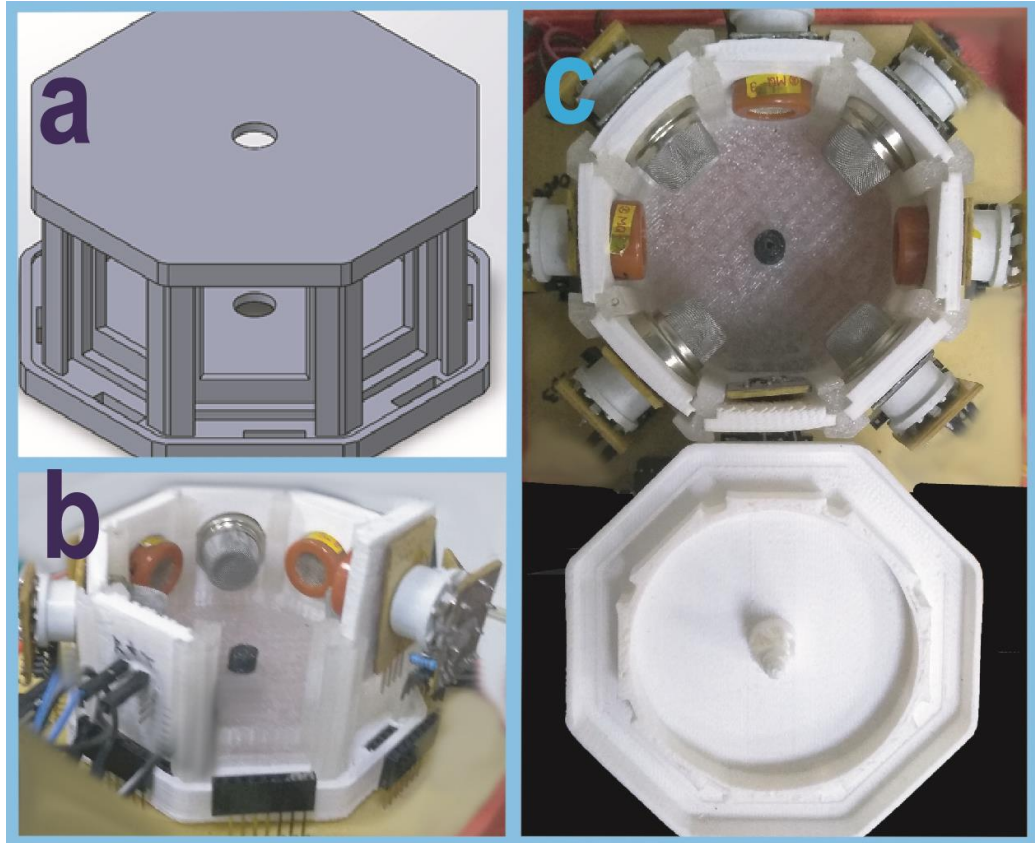
Se realizaron pruebas con la microcomputadora y los dispositivos de la plataforma (Unidad de sensado, olfatómetro y pantalla *touch-screen*) conectados a ella para con la finalidad de verificar el comportamiento deseado en la plataforma. Los objetivos fueron:

- Verificar que el sistema fuera capaz de manejar correctamente todos los dispositivos y almacenar los registros en un archivo *.txt* a una velocidad de 10 Hz para posteriormente graficar los registros.
- Evaluar la facilidad de manejo del sistema.

Para lo anterior se hizo el registro de las señales de la plataforma en fragmentos de 1, 2, 3, 4, 5, 6 y 7 horas durante 28 horas de precalentado de la plataforma (115°C en los 7 sensores MOX) haciendo pasar un flujo constante de aire limpio de 1 L/min y adquiriendo las señales a una tasa de muestreo de 10 Hz y posteriormente se graficaron las señales adquiridas en la misma plataforma. Además se intentó graficar y segmentar las señales usando MATLAB® 2015a en una computadora convencional para comprobar que puedan ser importados los archivos.

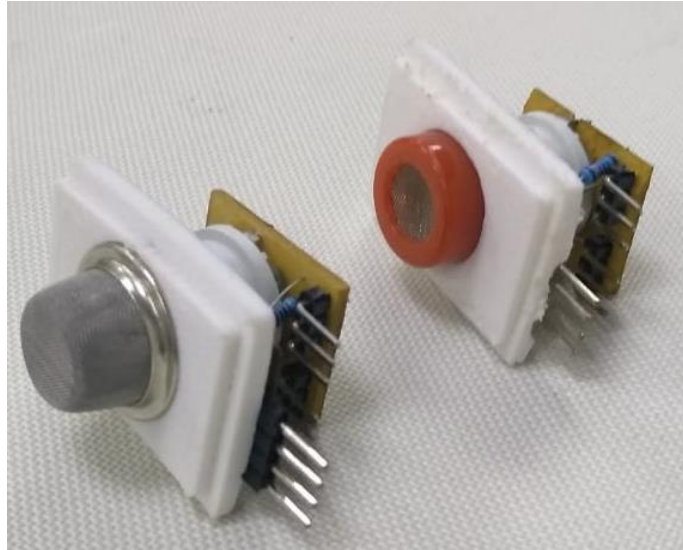
### **3.2.5 Diseño de la cámara de intercambio gaseoso e interfaz de usuario y registro**

La visión del diseño final de la plataforma surge de superar deficiencias técnicas evidenciadas en las etapas experimentales previas e incrementar la robustez del sistema en conjunto. En este sentido, se realizó un re-diseño de la cámara de intercambio gaseoso y las juntas de acoplamiento de los sensores MOX para evitar posibles fugas. En la Fig. 23 puede observarse el diseño modificado de la cámara. Se compone de un esqueleto con forma de prisma octagonal con rieles en sus caras laterales (en las cuales se pueden introducir módulos sensores) y una tapa superior. La entrada y salida de la muestra gaseosa se encuentra en el centro de las caras inferior y superior respectivamente; creando un flujo ascendente dentro de la cámara. Los módulos sensores se encuentran distribuidos a la misma altura para evitar los cambios de respuesta dependientes de la posición y también aquellos cambios producto del gradiente de temperatura generado por el flujo de muestra.



**Fig. 23 a) Diseño CAD del esqueleto de la cámara, b) Colocación de los sensores en los rieles del esqueleto y c) módulos sensores colocados y tapa flexible.**

Se optimizó el sistema de juntas de los sensores haciendo que cada una de ellas sea el cuerpo de los módulos sensores, las cuales se deslizan en el esqueleto de la recámara con los sensores ya ensamblados y sellados. Las juntas y la tapa de la recámara fueron fabricadas en poliuretano flexible para lograr un sello perfecto. En la Fig. 24 puede observarse el ensamble de los sensores MOX, sensor IR y la junta modificada, en ella se puede apreciar como el sello entre la junta y el sensor se logra de forma perfecta alrededor del cuerpo de los sensores MOX. De la misma forma se diseñó un *PCB* y junta especial para incluir un sensor de humedad relativa RH y Temperatura (Sensorion, SHT30)

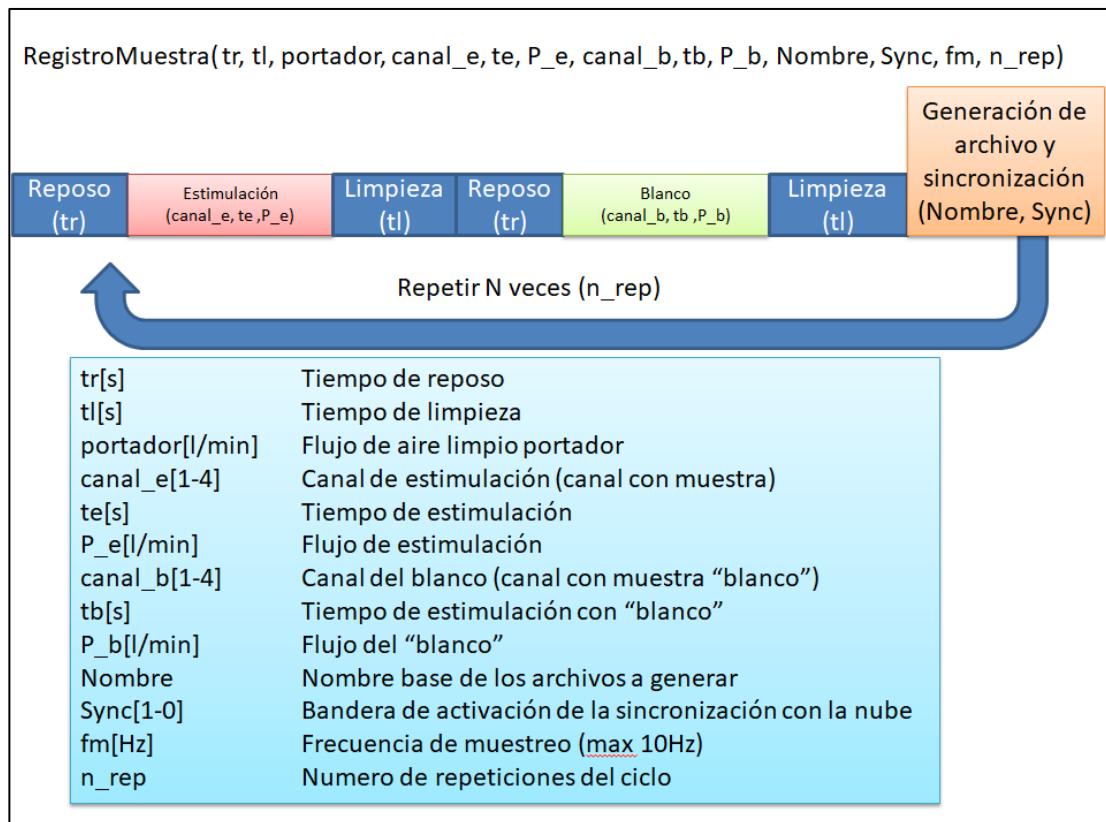


**Fig. 24** Ensamble de los sensores IR y MOX con las juntas modificadas.

En lo que respecta al diseño de la interfaz de usuario y registro se tomó como directriz de diseño el simplificar el acceso a los registros generados, por lo que se sustituyó la microcomputadora hasta ahora utilizada por una de modelo superior, una Raspberry Pi 3 Modelo B, misma que presenta la ventaja de contar con un módulo Wi-Fi. El manejo de las rutinas se puede hacer directamente en Python haciendo uso de las librerías programadas o haciendo uso de la función *RegistroMuestra* la cual sigue un ciclo definido y en la cual se pueden modificar los parámetros de estimulación, el significado de los parámetros de la función programada puede verse en la Fig. 25.

Para mejorar el manejo de los archivos se decidió almacenar la información capturada durante cada ciclo de estimulación en archivos independientes, los cuales se sincronizan en un servicio en la nube conforme son generados. Para llevar a cabo la sincronización se utilizó Google Drive y el paquete Rclone. Esto permite el respaldo de los datos en tiempo real, fácil acceso a la información desde cualquier computadora o dispositivo móvil y facilita el entrenamiento de los clasificadores en un equipo con mayor poder de procesamiento.





**Fig. 25 Diagrama y definición de la función "RegistroMuestra".**

El formato de los archivos generados es *.txt* y contiene los registros (valores crudos en bits expresados en formato decimal) de los 16 canales del módulo de adquisición (conectados a el sensor de RH, temperatura y los 7 sensores MQ, los canales no utilizados se encuentran conectados a tierra), una estampa temporal y las señales de temperatura enviados por el módulo de control de temperatura de la unidad de sensado. La información es organizada cómo se muestra en la Fig. 26.

Experimento[dia][mes]_[#muestra]_[repetición].txt			
[Numero de muestras] [Periodo de muestreo]			
[A1] [A2] [A3] [A4] [A5] [A6] [A7] [A8] [G1] [G2] [G3] [G4] [G5] [G6] [G7] [G8] [t1] [0]			
[IR0] [P0] [1] [IR1] [P1] [2] [IR2] [P2] [3] [IR3] [P3] [4] [IR4] [P4] [5] [IR5] [P5] [6] [IR6]			
[P6] [7] [IR7] [P7]			
[A1] [A2] [A3] [A4] [A5] [A6] [A7] [A8] [G1] [G2] [G3] [G4] [G5] [G6] [G7] [G8] [t2] [0]			
[IR0] [P0] [1] [IR1] [P1] [2] [IR2] [P2] [3] [IR3] [P3] [4] [IR4] [P4] [5] [IR5] [P5] [6] [IR6]			
[P6] [7] [IR7] [P7]			
...			
Abreviaturas:	Modulo Adquisición:		Mediciones sensor IR:
	A- Sensor Auxiliar	A1-Sensor T	
G- Sensor de gas	A2-Sensor RH	G2-MQ5	0-MQ9
t- Estampa de tiempo	A3-GND	G3-MQ3	1-MQ8
IR- Temperatura del elemento sensor MQ	A4-GND	G4-MQ4	2-MQ4
P- Temperatura del PCB del sensor IR	A5-GND	G5-MQ9	3-MQ2
	A6-GND	G6-MQ8	4-MQ3
	A7-GND	G7-GND	5-MQ5
	A8-GND	G8-MQ2	6-MQ7

**Fig. 26 Formato de los archivos .txt generados, conexiones del módulo de adquisición y sensores IR.**

Una vez finalizada la programación de las funciones mencionadas, se ensambló la plataforma como se observa en la Fig. 27. Siendo sus dimensiones 15 cm x20 cm x12 cm con 1.3 kg para sección de NE e interfaz y 25 cm x 30 cm x 25 cm con 4.3 kg para el olfatómetro, a los cuales hay que agregar las dimensiones y pero de las fuentes, en este caso 10 cm x 13 cm x 4 cm con 600 g y 12 cm x 7 cm x 5cm con 400g respectivamente.

Por ultimo con la plataforma completa, se realizó una etapa experimental adicional con muestras alimentarias para comprobar el correcto funcionamiento de las funciones añadidas y sus componentes.



**Fig. 27** Plataforma de Análisis olfatométricos completa.

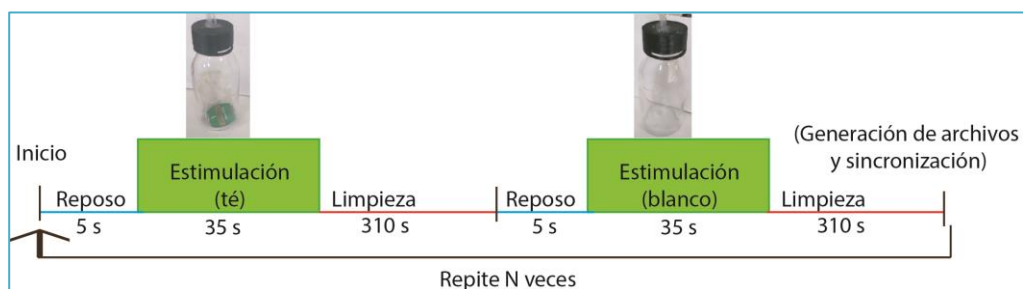
### **3.2.5.1 Quinta etapa experimental- Prueba general del sistema con muestras complejas**

Para esta etapa experimental, se eligió emplear muestras de té, al ser una de las muestras que con mayor frecuencia es evaluada por paneles humanos con fines de comercialización, además de ser una muestra común en los estudios de evaluación de respuesta en mamíferos pequeños o insectos.

Las muestras seleccionadas fueron de las denominadas “bolsitas de té”, esta selección se hizo por las siguientes razones:

- Se trata de una muestra compleja (distintas mezclas de materia vegetal seca) con un alto contenido de volátiles aromáticos.
- Fácil obtención de muestras, ya que el té, tizanas o infusiones son de las bebidas aromáticas más populares y con mayor distribución alrededor del mundo, pudiendo encontrarse una infinidad de marcas, tipos, mezclas y empaquetados.
- No se necesita un manejo especial para trabajar con las muestras.

El experimento consiste en estimular al arreglo de sensores con los volátiles que desprende una bolsa de té (seca) a temperatura ambiente, la bolsa de té será introducida en el olfatómetro de la plataforma para generar una secuencia de estimulación de 5s de reposo (obtención de la línea base), 35s de estimulación y 310 s de limpieza. El flujo de la corriente portadora de 500 mL/min se mantiene a lo largo de toda la prueba. La estimulación a 250 mL/min (generado a una presión de 0.2 bar). Entre cada ciclo de estimulación se programó un ciclo de blanco para poder determinar el estado de “contaminación” de los sensores; el cual fue generado por otro canal del olfatómetro el cual no contenía muestra alguna (250 mL/min y 0.19 bar). Este ciclo se repitió 9 veces con cada muestra sin hacer una limpieza del arreglo de sensores entre muestras, solo intercambiando el frasco del canal correspondiente por uno limpio con la nueva muestra. En la Fig. 28 puede observarse el diagrama de tiempos de la prueba. El arreglo de sensores utilizado se muestra en la Tabla 9.



**Fig. 28 Diagrama de tiempos de la prueba con té.**

**Tabla 9 Arreglo de sensores utilizados para el experimental con bolsas de té.**

Sensor	Modelo	Marca	Principal detección
1	MQ-7	Parallax	CO
2	MQ-5	Parallax	LPG, natural gas
3	MQ-3	Parallax	Alcohol y Benceno
4	MQ-4	Winsen	Metano
5	MQ-9	Henan Hanwei	CO and combustible gases
6	MQ-8	Winsen	Hidrogeno
8	MQ-2	Parallax	LPG, i-butano, propano
Temperatura y RH de la cámara de intercambio gaseoso	SHT30	Sensirion	Temperatura
Sensores de temperatura IR (del elemento sensor MOX)	TMP006	Texas Instruments	Temperatura por infrarrojo (1 por sensor de gas)

Se configuró el sistema para guardar los archivos de cada repetición en Google Drive® de modo que todas las señales se encuentran sincronizadas y con la misma frecuencia de 5Hz utilizando la estructura mostrada en Fig. 26.

Los detalles del set de muestras seleccionado pueden observarse en la Tabla 10, todos los téis se encuentran dentro de caducidad y fueron comprados en supermercado, por lo cual se asume fueron manejados de la misma forma mientras se encontraban en almacén.

**Tabla 10. Detalles de los téis seleccionados para el experimental**

<b>No. te</b>	<b>ID</b>	<b>Marca</b>	<b>Sabor/Tipo</b>
1	A	Celestial Seasoning	True Blueberry
2	B	Celestial Seasoning	Raspberry Zinger
3	C	Celestial Seasoning	Country peach passion
4	D	Celestial Seasoning	Wild berry Zinger
5	E	Celestial Seasoning	Black cherry berry
6	F	Vitte	Té verde
7	G	Vitte	Té limón
8	H	Vitte	Te manzanilla
9	I	Vitte	Frutos rojos
10	J	Vitte	Durazno maracuya
11	K	Vitte	Te negro
12	L	Celestial Seasoning	Sleepy
13	M	Celestial Seasoning	Chamommile
14	N	Celestial Seasoning	Lemon Zinger
15	O	Celestial Seasoning	Peppermint
16	P	Celestial Seasoning	Honey Vanilla Chamomile
17	Q	La pastora	Manzanilla
18	R	Twinings	Te Verde/earl grey papel sellado

Para el procesamiento de las señales se propone hacer una corrección de las señales entregadas en el ciclo de estimulación con odorante por el ciclo de estimulación de blanco, con la finalidad de observar si es posible corregir la deriva que presentan los sensores entre cada ciclo de estimulación. Para posteriormente hacer uso de PCA y por ultimo ANNs como clasificador.



# Capítulo 4. Resultados y discusión

---

En este capítulo se presentan y analizan los resultados obtenidos de las diferentes etapas experimentales descritas en el capítulo tres.

## 4.1 Resultados 1ra etapa experimental (Caracterización del olfatómetro)

Las pruebas de esta primera etapa experimental se propusieron con el fin de obtener los rangos de operación del olfatómetro, las curvas de calibración y la caracterización de los tiempos de respuesta.

El diseño final del olfatómetro consta de cuatro canales olorizados, en cada uno de ellos el intervalo de presión (0.05 bar - 0.38 bar) está restringido por los sensores de presión empleados en el diseño. Utilizando el sensor de flujo AWM5104VN y el procedimiento descrito en la sección 3.2.1.1, se obtuvieron las magnitudes de los flujos máximos correspondientes a cada canal. Esta información se muestra en la Tabla 11.

**Tabla 11. Flujos máximos medidos para cada canal del olfatómetro.**

Canal	Flujo máximo (L/min)
1	0.49
2	0.66
3	0.60
4	0.53

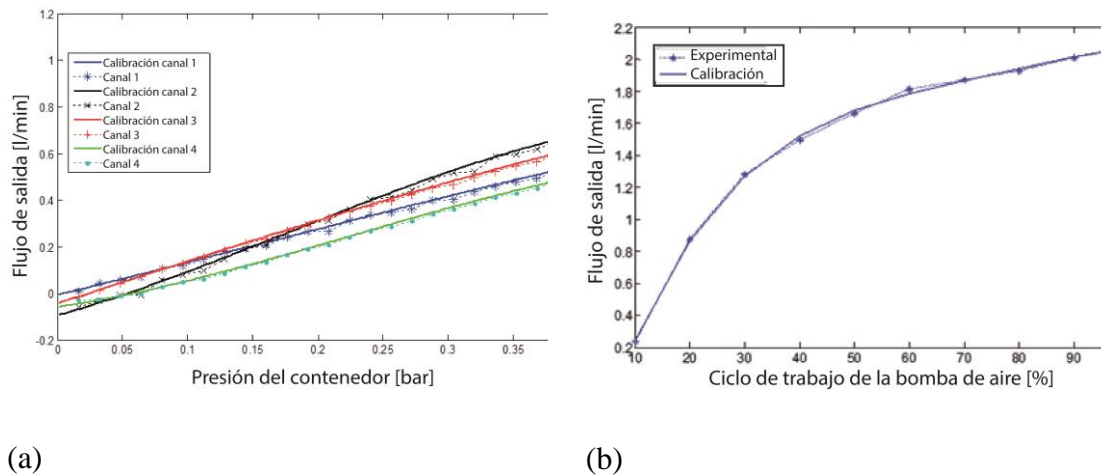
La variación existente en los valores del flujo de los canales del sistema tiene origen en la existencia de pequeñas diferencias en el canal de transmisión que va desde cada contenedor hasta la salida del instrumento. Estas diferencias se deben a:

- Las válvulas check utilizadas a la salida de cada contenedor, ya que estas no son idénticas por su proceso de fabricación.
- La longitud del recorrido desde la entrada de cada canal dentro del mezclador utilizado es diferente, habiendo una diferencia de 5cm entre el canal más próximo y el más lejano de la salida.
- Pequeñas variaciones de diámetro en la tubería flexible utilizada.

Para la obtención de las curvas de calibración de canal se consideraron 25 puntos de medida, tomando como medición el flujo promedio de 2 s de la salida 1 s después de configurada a presión deseada. El número de puntos fue seleccionado para lograr ajustar de forma correcta la curva de calibración, ya que si se hiciera un barrido más laxo se podría perder la verdadera tendencia de la curva aumentando sustancialmente el error. Se ajustaron las curvas usando un polinomio de tercer grado. Obedeciendo el tipo de respuesta observado. El error cuadrático medio (ECM) del ajuste de las curvas obtenidas fue de  $0.142 \times 10^{-3}$  para el canal 1,  $5.5 \times 10^{-3}$  para el canal 2,  $1.5 \times 10^{-3}$  para el canal 3 y  $5.1 \times 10^{-3}$  para el canal 4.

Por otra parte, para el canal de aire limpio se utilizaron 10 puntos ya que el número de componentes involucrado de entrada a salida es menor que el de los canales olorizados por lo que se esperan menos cambios en la tendencia de la curva. Para ajustar la curva se usó un polinomio de cuarto grado, ya que era el que se ajusta mejor a la curva con un ECM de  $0.263 \times 10^{-3}$ . Un ejemplo de las curvas de calibración obtenidas se pueden observar en la Fig. 29.

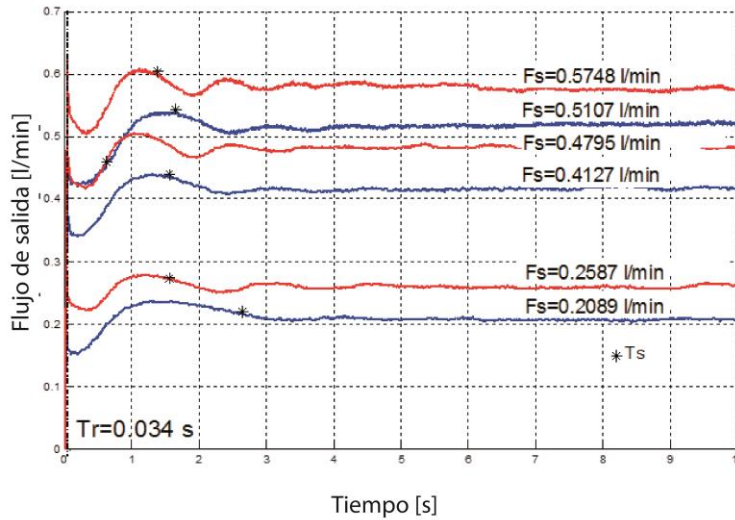




**Fig. 29 Curvas de calibración (a) canales olorizados (b) canal de aire limpio**

Posterior a la obtención de las curvas de calibración se optimizó la rutina de control (se ajustaron los rangos de operación y depuro el código para ejecutar el lazo de control a una frecuencia de 25 Hz) y se procedió a caracterizar el tiempo de respuesta de los canales como se menciona en **3.2.1.1**.

El tiempo de respuesta promedio de los canales es de 0.034 s con una desviación estándar de  $\pm 0.0074$ , un tiempo de estabilización promedio de 1.577s con desviación estándar de  $\pm 0.643$  (las respuestas se consideran estables una vez la oscilación presente en ellas no supera el 5% del valor deseado) y finalmente un error en el flujo medio de  $\pm 1\%$  con una desviación estándar de 3% (promedio de 20s después de la estabilización). Un ejemplo de las curvas de respuesta obtenidas para las distintas presiones programadas puede verse en la Fig. 30.



**Fig. 30 Tiempo de respuesta ( $T_r$ ) y tiempo de estabilización ( $T_s$ ) para los canales olORIZADOS a distintos flujos deseados ( $F_s$ ).**

Cabe mencionar que en todo momento la variable de control es la presión en los contenedores y los flujos se calculan con las curvas de calibración obtenidas las cuales pueden cambiar debido al desgaste natural de los componentes del olfatómetro o al intercambiar alguno de ellos, por lo que se sugiera hacer una calibración cada que uno se los componentes sea intercambiado o se haga una manipulación mayor del instrumento.

Respecto a los tiempos de respuesta hay que enfatizar que los 0.034 s no es el tiempo que le toma a la muestra odorante en ser percibida a la salida, si no el tiempo que tarda el instrumento en llegar al flujo deseado en la salida, por lo que habría que añadir el tiempo que se tarda en desplazar aire en el espacio muerto del instrumento, siendo este de alrededor de 1.5 mL (con una tubería a la salida de 30 cm de PTFE con diámetro interno de 1mm). Suponiendo una prueba estándar de olfatometría donde el flujo portador (canal de aire limpio) se configura a 1 L/min y el canal olORIZADO a 100 mL/min el tiempo presentarse el olor a la salida sería de 115.8 ms (34 ms del tiempo de respuesta + 81.81 ms del tiempo de arrastre).

Para comprobar que el olfatómetro es capaz de realizar mezclas de olores, se programaron distintos flujos en cada canal y se verificó que la suma de los flujos

programados se entregara a la salida en 5 puntos del rango de trabajo, la medición se realizó durante la fase estable de la estimulación (2 segundos después de iniciada) y se obtuvo el flujo promedio de 10s de señal.

Estadísticamente tras el barrido del rango de trabajo se obtuvo un error en el flujo promedio de  $\pm 1.03\%$  con una desviación estándar promedio de 3.11%. En la Tabla 12 puede observarse un resumen de los resultados obtenidos a diferentes valores de flujo programados en el sistema.

**Tabla 12. Pruebas de flujo a la salida del olfatómetro en modo mezclador.**

<b>Flujo programado en cada canal [mL/min]</b>	<b>Flujo esperado a la salida [mL/min]</b>	<b>Flujo promedio obtenido [mL/min]</b>	<b>Error promedio [%]</b>	<b>Desviación estándar [%]</b>
<b>100</b>	400	396	1	2.14
<b>200</b>	800	807	0.87	2.58
<b>250</b>	1000	1009	0.9	3.15
<b>300</b>	1200	1214	1.16	3.68
<b>400</b>	1600	1620	1.25	3.98

De los datos anteriores es posible establecer que el olfatómetro se comporta de manera estable dentro de su rango de operación y que muestra un comportamiento muy similar al del modo individual.

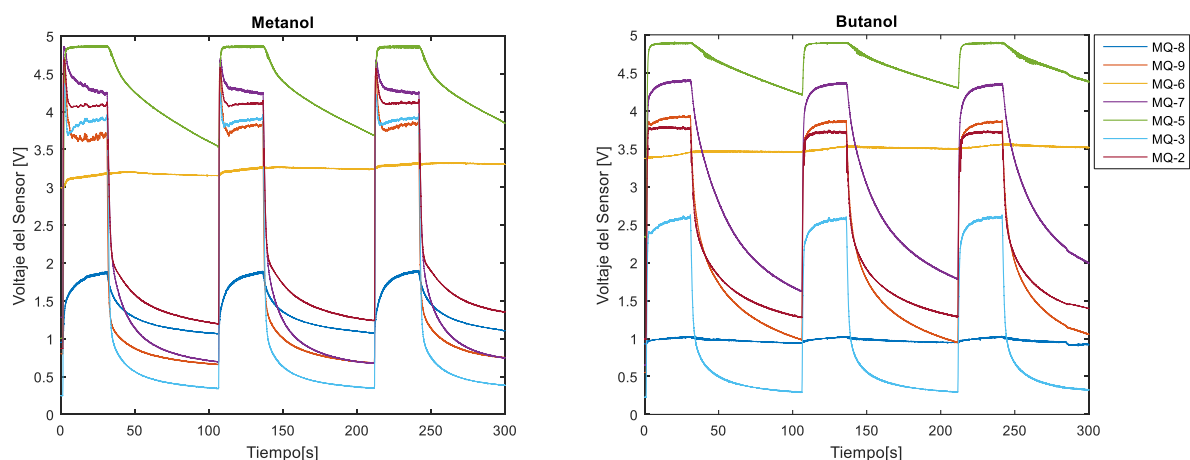
Se debe tener cuidado al utilizar el olfatómetro ya que debemos recordar la variable de control es la presión por lo cual si se presenta una obstrucción o modificación de las tuberías en el transcurso de una prueba, el flujo final se verá afectado.

## **4.2 Resultados 2da etapa experimental (Pruebas del arreglo de sensores MOX)**

### **4.2.1 Respuesta del arreglo MOX a alcoholes**

Para corroborar que la respuesta de los sensores MOX empleados presentan una huella característica ante cada tipo de muestra odorante, se decidió utilizar dos

alcoholes simples: metanol y butanol, de acuerdo a lo descrito en la sección 3.2.2.1.a. La Fig. 31 muestra una sección de las señales obtenidas para los ciclos de estimulación programados (flujo de aire limpio de 1 L/min y un flujo del canal odorante de 200 mL/min) para cada uno de los alcoholes mencionados. En ellas se puede observar que la forma de las señales adquiridas para cada alcohol es diferente. Así mismo, la respuesta entre los sensores MOX para un mismo tipo alcohol también lo es, este hecho es un claro indicio de que los MOXs seleccionados pueden constituir un arreglo sensor útil para el diseño de la nariz electrónica.



**Fig. 31** Respuesta del arreglo de sensores MQ-X a un ciclo de estimulación (30 s odorante x 70 s limpieza) a una dilución 1:5 de Alcohol : Aire limpio.

Aunado a lo anterior, también es posible corroborar el correcto funcionamiento de la plataforma de adquisición y la instrumentación diseñada, para así proceder con la etapa de experimentación con muestras complejas.

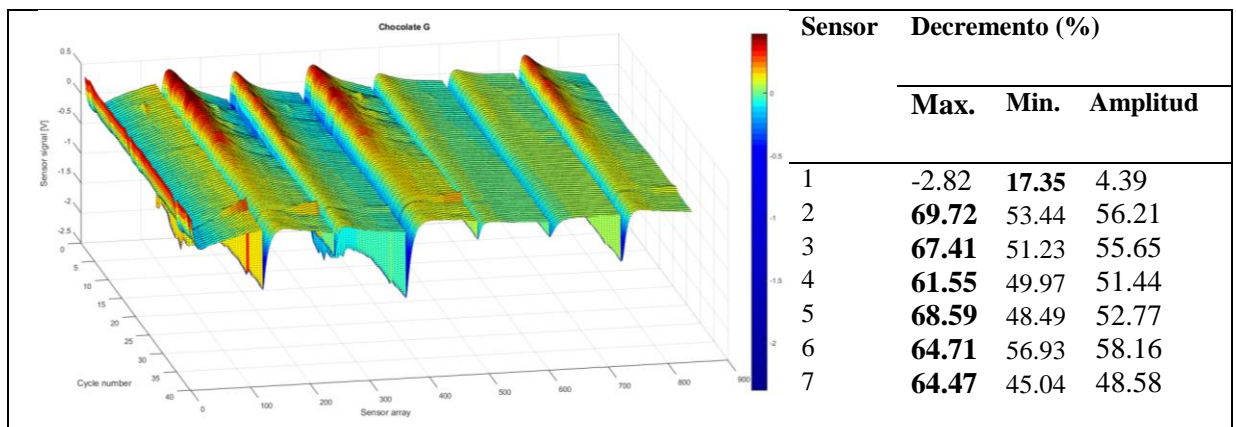
#### 4.2.2 Experimental con muestras complejas

En esta sección se describen los resultados obtenidos en los experimentos con muestras complejas que se plantean en la sección 3.2.2.1b. de diseño experimental del presente trabajo y que son reportados en [71].

Una vez adquiridas las señales, los segmentos de 2 minutos de estimulación fueron centrados restando la media de cada uno de ellos. Los segmentos del experimento 1 fueron submuestreados usando un filtro de media de 9 muestras para así disminuir la

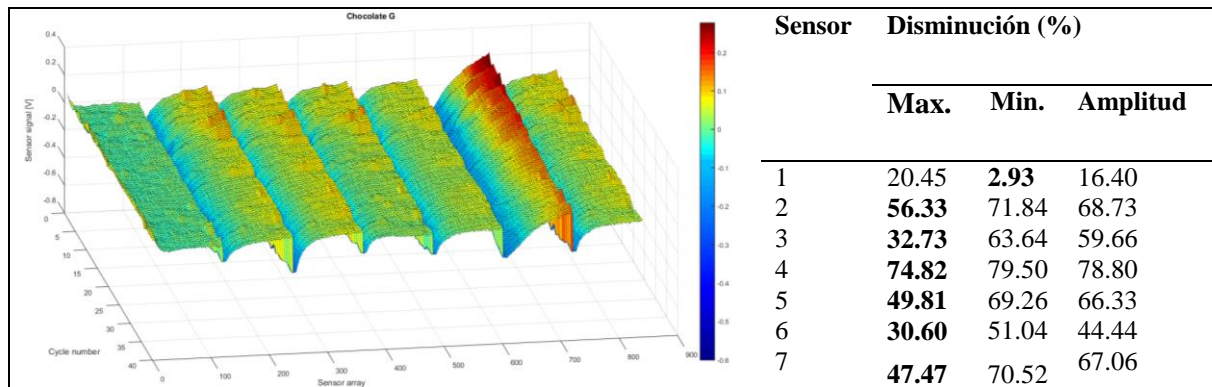
cantidad de datos y contar con ambos experimentos a una frecuencia de 1 Hz. Los datos de ambos experimentos fueron organizados en matrices para su manejo en Matlab ver.2015a , resultando para el experimento 1 una matriz de dimensiones 120x8x26x40 (muestras, sensores, barras de chocolate, repeticiones) y para el experimento 2 de 120x8x10x40.

Los datos fueron analizados en busca de diferencias entre experimentos o entre muestras. En la Fig. 32 puede observarse los datos concatenados de los 7 sensores de gas a través de las 40 repeticiones para el chocolate G, donde se puede apreciar una disminución en el máximo de los sensores con excepción del sensor 1 el cual muestra una respuesta negativa por lo que la disminución se ve en su mínimo.



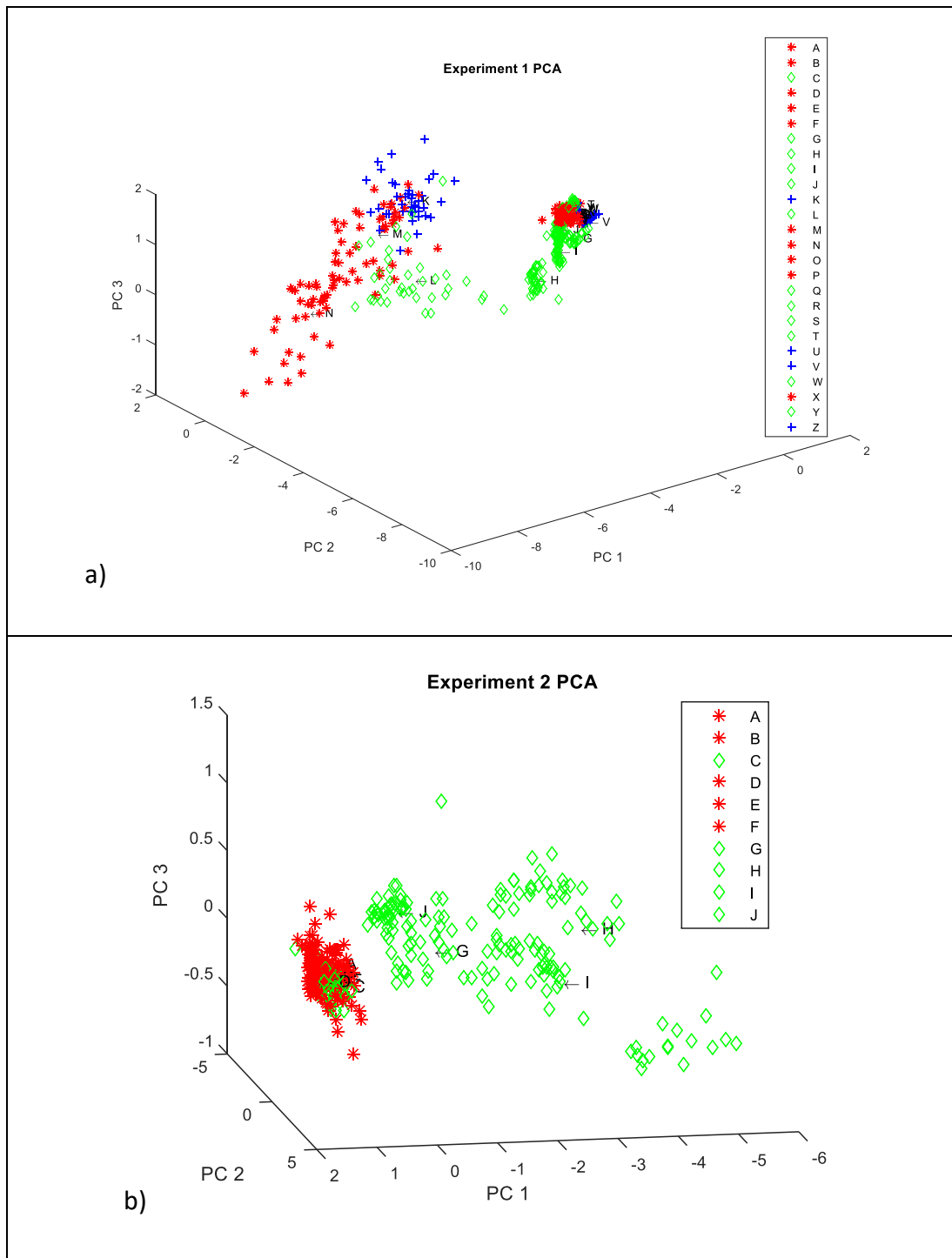
**Fig. 32 Datos concatenados de los 7 sensores de gas a través de las 40 repeticiones del experimento 1 para el chocolate G y porcentajes de decremento de la señal.**

Este fenómeno puede deberse al agotamiento u oxidación de los volátiles contenidos en el chocolate. Por lo cual puede ser asociado a un proceso de envejecimiento de la muestra. Debido a esto se llevó a cabo el experimento 2 modificando el protocolo para incluir una fase de envejecimiento de la muestra de 48 horas de almacenamiento esperando capturar una fase más avanzada del proceso de envejecimiento. La Fig. 33 muestra los resultados donde se puede apreciar una respuesta casi plana de todos los sensores y sin embargo aún existe un decremento en los máximos de la señal.

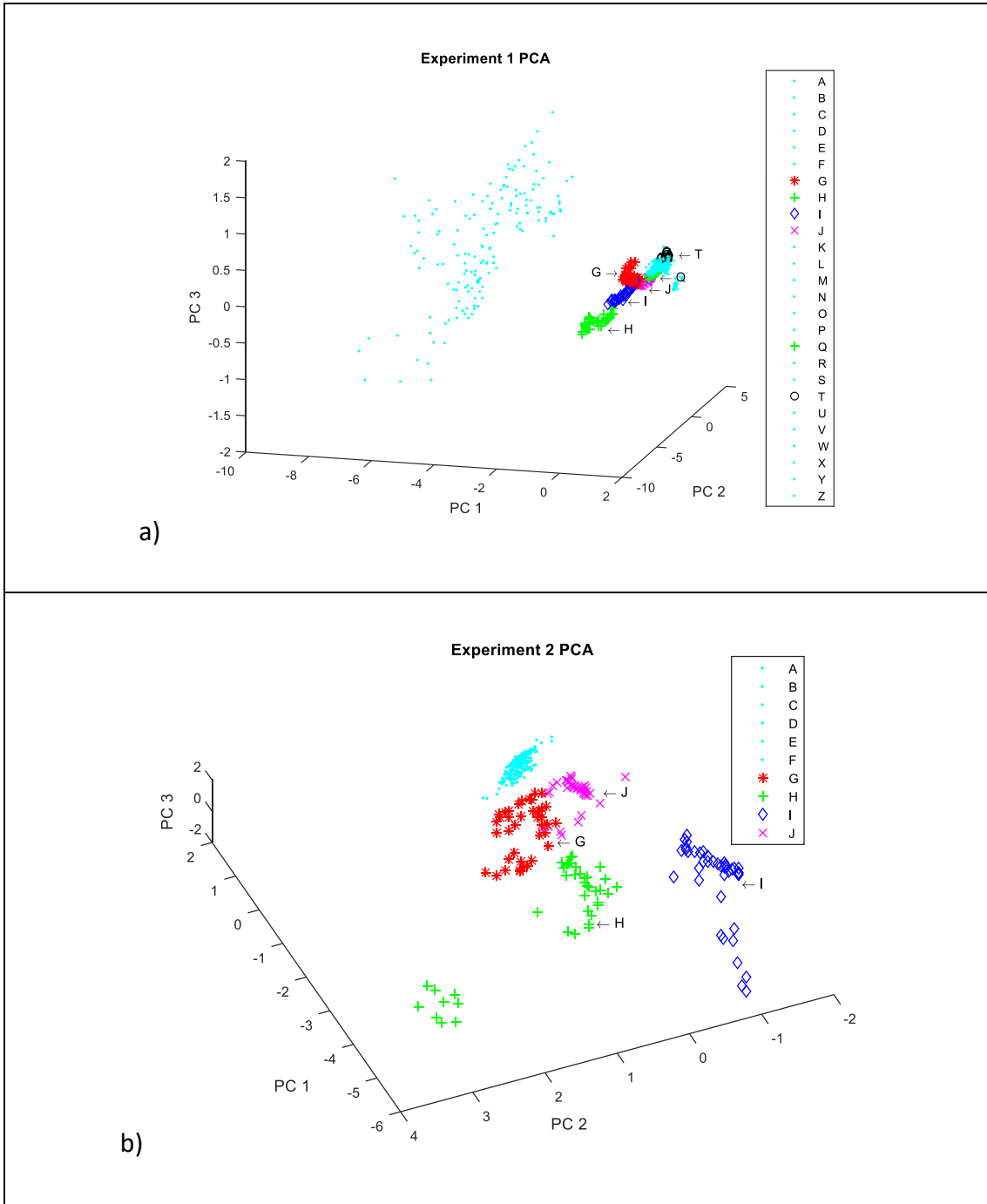


**Fig. 33 Datos concatenados de los 7 sensores de gas a través de las 40 repeticiones del experimento 2 para el chocolate G y porcentajes de decremento de la señal.**

A partir de los resultados anteriores, es posible considerar que la respuesta obtenida de los sensores ante la estimulación generada por el olfatómetro es estable. Se optó por utilizar un análisis de componentes principales (PCA) para obtener un modelo de reconocimiento preliminar, la intención de este modelo es evidenciar cierto agrupamiento entre las muestras de chocolates que compartan características similares o que son elaborados por la misma marca de producto como es dicho por [72]. A continuación se muestran las gráficas con los tres primeros componentes del PCA para el experimento 1 y 2 coloreando los resultados según diferentes características de las muestras para observar su agrupamiento según: tipo de chocolate (Fig. 34), ingrediente extra (Fig. 35), endulzante (Fig. 36) y caducidad (Fig. 37). Estos resultados son alentadores, pues son un indicativo de que existe información analítica suficiente en las señales de los sensores MOX empleados para observar diferencias entre clases. Cabe mencionar que el sensor de temperatura fue descartado para el análisis PCA.

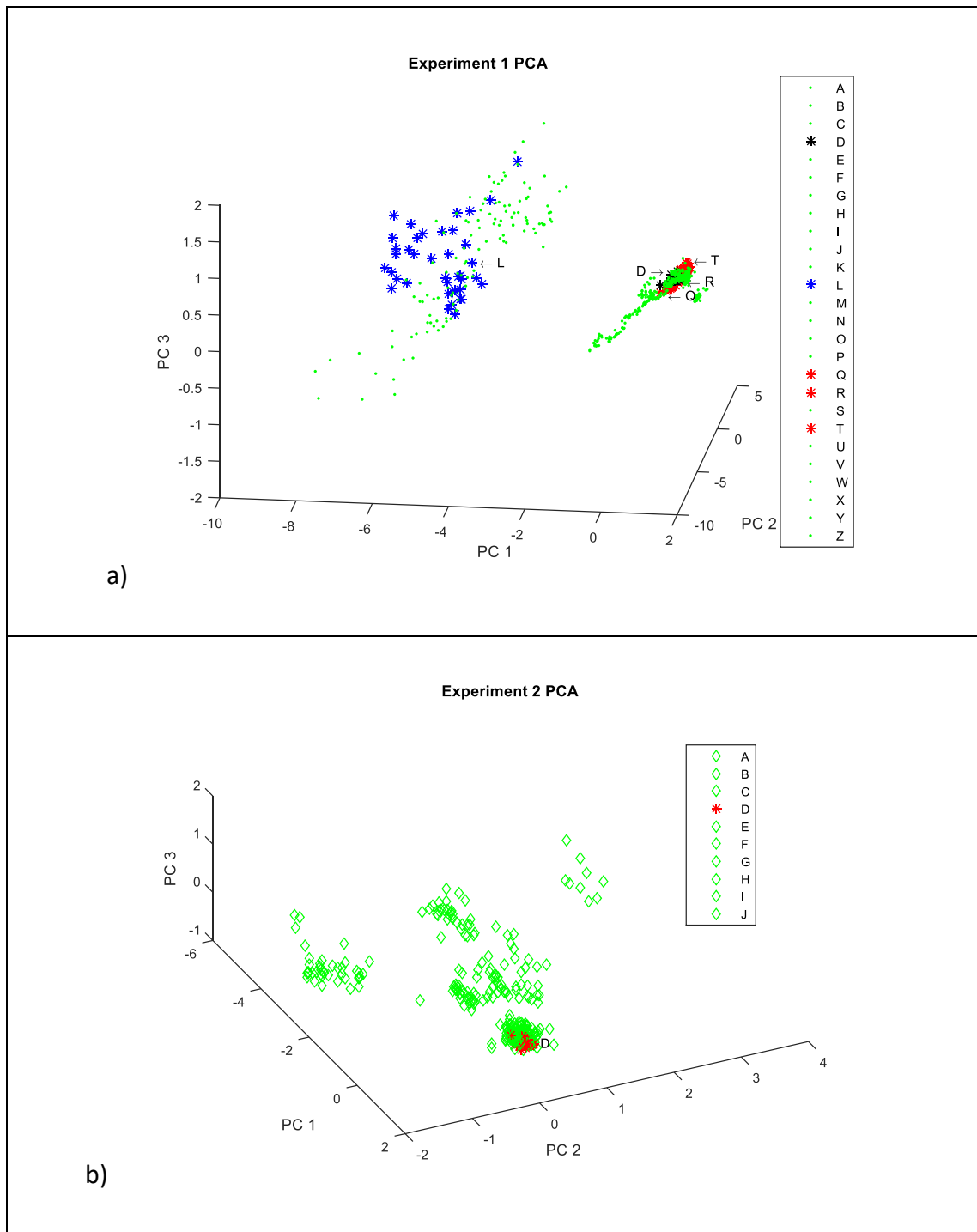


**Fig. 34** Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Rojo- Oscuro, Verde- semi obscuro y Azul- con leche), a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%).

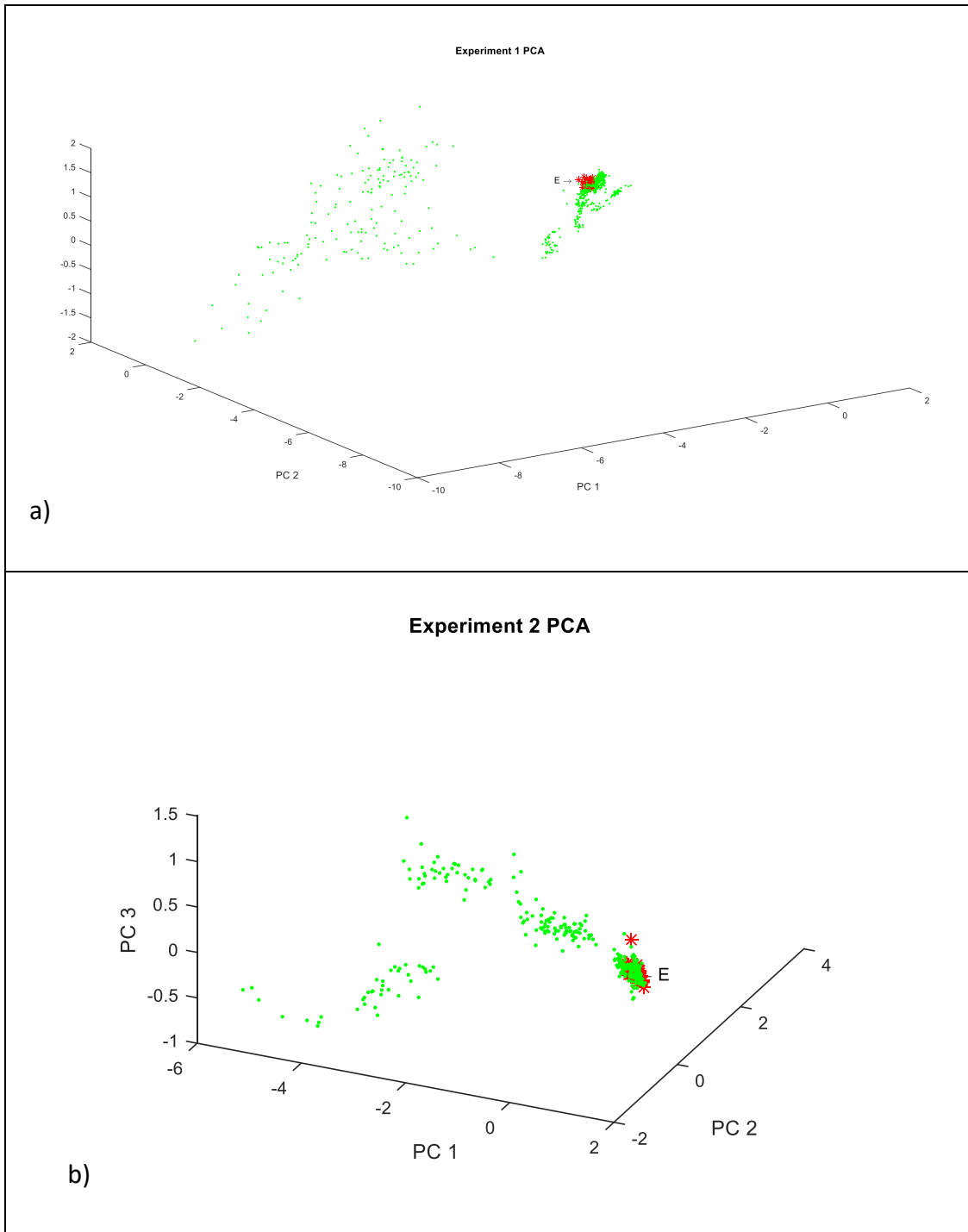


**Fig. 35** Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Ingredientes extra Cian- sin ingrediente extra, Rojo-Coco, Verde –Fresa, Azul-Naranja, Magenta- Menta y Negro-Pistache), a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%).





**Fig. 36** Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Endulzante: Verde- Azúcar, Negro-Acesulfame-K/Aspartame, Azul-Maltitol y Rojo- Splenda®), a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%).



**Fig. 37** Graficas de las primeras 3 componentes del PCA coloreadas según las características de los chocolates (Caducidad: Rojo-caduco y Verde – Fresco ) a) muestras sin envejecer b) muestras envejecidas (La varianza expresada de las PCs para el experimento 1 son PC1 83.97%, PC2 10.91% y PC3 2.56%, mientras que para el experimento 2 son PC1 81.44% PC2 12.9% y PC3 2.09%).

Una vez analizados los resultados del PCA se procedió a hacer un clasificador por medio de un perceptrón multicapa (MLP), el cual será alimentado por una selección de los componentes principales obtenidos. Esta selección de componentes tiene como objetivo reducir la dimensionalidad del MLP (en número de neuronas) que posteriormente pueda ser fácilmente implementada en un sistema embebido, con la intención de que cumpla la tarea de identificación de muestras en línea.

El primer modelo de MLP entrenado cuenta con una salida para cada tipo de chocolate analizado, 26 para el experimento 1 y 10 para el experimento 2. Se realizaron varias pruebas para su optimización, obteniendo una arquitectura final en el MLP para cada experimento con las siguientes características:

- Experimento 1: 15x10x26 con funciones de activación tangente sigmoideal en la capa oculta y de salida. El umbral de clasificación seleccionado fue de 0.8 a 1.
- Experimento 2: 10x6x10 con funciones de activación tangente sigmoideal en la capa oculta y de salida. El umbral de clasificación seleccionado fue de 0.8 a 1.

El entrenamiento del modelo neuronal se efectuó con un 75% de los datos (30 repeticiones por muestra) y la prueba con el 25% restante (10 repeticiones por muestra) usando el algoritmo de entrenamiento de retropropagación resiliente (Rprop). La validación se llevó a cabo empleando un algoritmo de validación cruzada basado en la técnica de K-fold con  $k=4$ . Los resultados obtenidos para la fase de prueba se muestran en la Tabla 13 para el experimento 1 y en la Tabla 14 para el experimento 2. En ellas reportan el promedio 10 repeticiones del proceso de validación, en cada una de estas repeticiones se realizó una selección aleatoria de los datos para entrenamiento y prueba.

Para el experimento 1 se obtuvieron porcentajes de clasificación del 93.2% en entrenamiento y 84.2% en prueba. Para el experimento 2 de 94.6% para entrenamiento y 79.7% en prueba. Los parámetros de entrenamiento de la red pueden verse en la Tabla 15.

**Tabla 13 Resultados del clasificador 1 para el experimento 1**

<b>Clasificador</b>	<b>Porcentaje de clasificación (%)</b>	<b>Exactitud</b>	<b>Precisión</b>	<b>Sensitividad</b>	<b>Especificidad</b>
A	82.50	0.99	0.80	0.83	0.99
B	82.25	0.98	0.78	0.82	0.99
C	65.75	0.97	0.65	0.66	0.99
D	78.75	0.98	0.77	0.79	0.99
E	47.75	0.97	0.68	0.48	0.99
F	45.50	0.97	0.66	0.46	0.99
G	95.75	1.00	0.95	0.96	1.00
H	97.25	1.00	0.94	0.97	1.00
I	98.25	1.00	0.97	0.98	1.00
J	97.50	1.00	0.96	0.98	1.00
K	93.50	1.00	0.95	0.94	1.00
L	85.50	0.99	0.91	0.86	1.00
M	85.50	0.99	0.89	0.86	1.00
N	90.75	0.99	0.93	0.91	1.00
O	71.75	0.98	0.79	0.72	0.99
P	75.25	0.98	0.81	0.75	0.99
Q	74.75	0.99	0.85	0.75	0.99
R	94.25	0.99	0.87	0.94	0.99
S	94.25	0.99	0.88	0.94	0.99
T	92.25	0.99	0.90	0.92	1.00
U	93.00	0.99	0.91	0.93	1.00
V	99.50	1.00	0.95	1.00	1.00
W	92.00	0.99	0.88	0.92	0.99
X	75.75	0.99	0.85	0.76	0.99
Y	90.75	0.99	0.83	0.91	0.99
Z	88.50	0.99	0.86	0.89	0.99
<b>Promedio</b>	<b>84.2</b>	<b>0.99</b>	<b>0.86</b>	<b>0.84</b>	<b>0.99</b>

**Tabla 14 Resultados del clasificador 1 para el set de prueba del experimento 2**

Clasificado como:	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	Exactitud	Precisión	Sensitividad	Especificidad
A	<b>6.6</b>	1.7	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.98	0.76	0.66	0.98
B	1.5	<b>6.8</b>	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.98	0.81	0.68	0.98
C	0.0	0.0	<b>6.1</b>	0.1	0.7	0.9	0.0	0.0	0.0	0.0	0.98	0.77	0.61	0.98
D	0.1	0.1	0.2	<b>9.5</b>	0.2	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	0.99	0.94	0.95	0.99
E	0.0	0.0	0.8	0.1	<b>7.1</b>	0.4	0.0	0.1	0.1	0.0	0.99	0.86	0.71	0.99
F	0.0	0.0	1.1	0.0	0.7	<b>6.7</b>	0.1	0.1	0.0	0.0	0.98	0.77	0.67	0.99
G	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.1	<b>8.9</b>	0.2	0.0	0.3	0.99	0.92	0.89	0.99
H	0.0	0.1	0.1	0.0	0.1	0.1	0.4	<b>9.1</b>	0.1	0.1	0.99	0.92	0.91	0.99
I	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.1	0.0	0.1	<b>9.8</b>	0.0	1	0.97	0.98	1
J	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.3	0.1	0.2	<b>9.3</b>	0.99	0.93	0.93	0.99
<b>Clasificación total</b>							79.7%	<b>Promedio</b>			0.99	0.87	0.80	0.99

<sup>1</sup> Números en negritas para clasificación correcta

**Tabla 15 Parámetros de entrenamiento del clasificador 1.**

Parámetro de entrenamiento	Clasificador	
	Experimento 1	Experimento 2
<b>Protocolo de entrenamiento</b>	Retropropagación resiliente	Retropropagación resiliente
<b>Función de desempeño</b>	Error cuadrático medio	Error cuadrático medio
<b>Meta</b>	$1 \times 10^{-4}$	$7.5 \times 10^{-3}$
<b>Límite de épocas</b>	10000	10000
<b>Tasa de aprendizaje</b>	$1.2 \times 10^{-4}$	$1.2 \times 10^{-4}$
<b>Gradiente mínimo de desempeño</b>	$1 \times 10^{-12}$	$1 \times 10^{-12}$

Los resultados obtenidos de este segundo modelo clasificador indican:

- Las muestras pueden ser correctamente clasificadas según su tipo de chocolate sin importar los ingredientes adicionales.
- Existe la posibilidad que el endulzante modifique los compuestos volátiles de las muestras y es por eso que el clasificador dedicado al endulzante tiene un buen desempeño.
- Para las muestras que contienen fresa en su composición, el desempeño disminuye debido a que la mitad de ellas contiene azúcar y la otra mitad no. Sin embargo, esto no evita que exista un cierto grado de clasificación adecuada.

- El clasificador de caducidad tiene un mal desempeño, esta situación puede ser causada por la falta de muestras caducas en el conjunto empleado, sería necesaria la inclusión de más muestras de este tipo para mejorar la clasificación.

Para el experimento 2 se utilizaron los mismos parámetros pero las salidas del MLP clasificador fueron reducidas a 8 ya que no se tienen chocolates con leche o pistache. De esta forma, la arquitectura final tiene las siguientes dimensiones 30x10x8. Los resultados obtenidos del entrenamiento se reportan en la Tabla 16 y los parámetros de entrenamiento en la Tabla 17.

**Tabla 16 Resultados del clasificador 2 para el experimento 2**

Clase <sup>1</sup> :	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	Clasif. (%)	Ex.	Prc.	Sen.	Esp.
OB	<b>9.38</b>	<b>9.93</b>	0.13	<b>8.48</b>	<b>9.95</b>	<b>9.03</b>	0.03	0.00	0.08	0.00	93.50	0.97	1.00	0.94	1.00
SOB	0.08	0.00	<b>7.48</b>	0.08	0.00	0.15	<b>9.80</b>	<b>9.83</b>	<b>9.75</b>	<b>9.83</b>	93.35	0.96	0.99	0.93	0.99
CO	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.03	<b>8.03</b>	0.00	0.00	0.03	80.25	0.98	0.99	0.80	1.00
FR	0.00	0.00	0.03	0.00	0.00	0.00	0.03	<b>9.60</b>	0.00	0.00	96.00	1.00	0.99	0.96	1.00
NR	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	<b>9.60</b>	0.00	96.00	1.00	1.00	0.96	1.00
ME	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.08	<b>8.38</b>	83.75	0.98	0.99	0.84	1.00
AZ	<b>9.23</b>	<b>9.78</b>	<b>8.95</b>	0.25	<b>7.70</b>	<b>9.63</b>	<b>9.95</b>	<b>9.95</b>	<b>9.98</b>	<b>10.00</b>	94.61	0.95	1.00	0.95	0.98
CAD	0.00	0.00	0.00	0.00	<b>6.73</b>	2.8	0.00	0.00	0.01	0.00	67.5	0.96	0.88	0.67	0.99
<b>Promedio</b>											88.09	0.98	0.98	0.88	0.99

<sup>1</sup> Números en negritas para clasificación correcta

**Tabla 17 Parámetros de entrenamiento para el clasificador 2 experimento 2**

Parámetro de entrenamiento	Clasificador 2
	Experimento 2
Protocolo de entrenamiento	Retropropagación resiliente
Función de desempeño	Error cuadrático medio
Meta	$1 \times 10^{-4}$
Límite de épocas	10000
Tasa de aprendizaje	$1.2 \times 10^{-4}$
Gradiente mínimo de desempeño	$1 \times 10^{-12}$

El clasificador muestra un buen desempeño general con clasificación de muestras del 88.09% pero se pueden hacer un par de observaciones:

- Aun después de que las muestras fueron sometidas al proceso de envejecimiento pueden ser clasificadas con un desempeño similar.
- El clasificador de caducidad funciono mejor que en el experimento 1 y esto puede ser explicado si consideramos que todas las muestras del experimento 2 fueron envejecidas provocando cambios más significativos en las muestras caducas.

Los resultados de ambos clasificadores indican que el arreglo de sensores MOX cuenta con las características adecuadas para adquirir la información necesaria para lograr la identificación de muestras alimentarias como los chocolates; basándose en la información de los compuestos volátiles emitidos sin necesidad de un preprocesamiento exhaustivo de la muestra. Por lo anterior se continuara usando un arreglo de sensores similar en las pruebas subsecuentes.

#### **4.3 Resultados 3ra etapa experimental- Pruebas del control de temperatura del arreglo de sensores MOX.**

En la Fig. 38 se muestran las señales adquiridas, en la cual se puede apreciar el funcionamiento del sistema de control a las distintas temperaturas objetivo  $T_s$  de: 100°C, 105°C, 110°C y 115°C todas dentro del rango de operación de los sensores MOX. Las temperaturas promedio obtenidas fueron 100.032°C, 105.361°C, 110.373°C y 114.973°C con desviaciones estándar de 0.533°C, 0.99°C, 0.932°C y 0.529°C respectivamente.

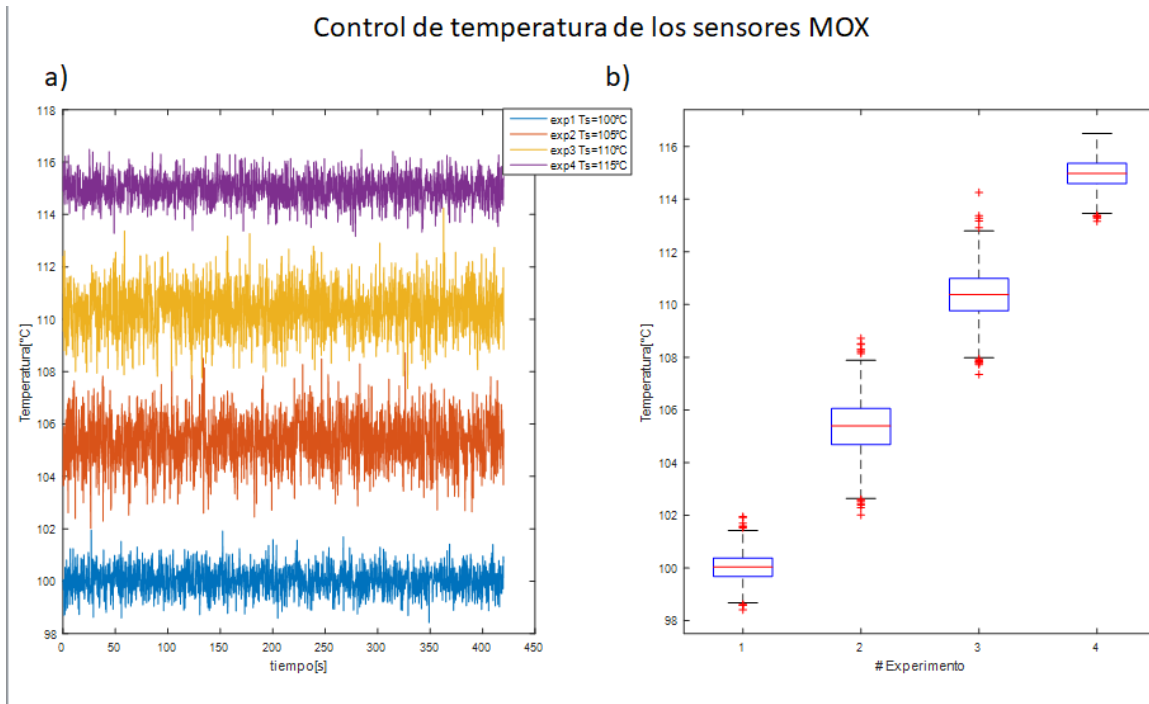


Fig. 38 Temperatura entregada por los sensores IR a cuatro temperaturas objetivo (100°C, 105°C, 110°C y 115°C). a) Señales entregadas por el sensor IR para 7 minutos de prueba en uno de los sensores b) Gráficas de caja del acumulado de los 7 sensores para las 4 pruebas realizadas.

Los resultados muestran fluctuaciones de hasta  $\pm 2^{\circ}\text{C}$ , lo cual puede atribuirse en parte al sensor IR ya que tiene un error típico de  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  y un error máximo de  $\pm 3^{\circ}\text{C}$ , además, de verse afectada la medición por las turbulencias generadas por la corriente de aire. Dicho error debe ser tolerado ya que en el mercado no se encuentra disponible otro sensor que tenga el factor de forma adecuado para ser introducido en los sensores de la serie MQ.

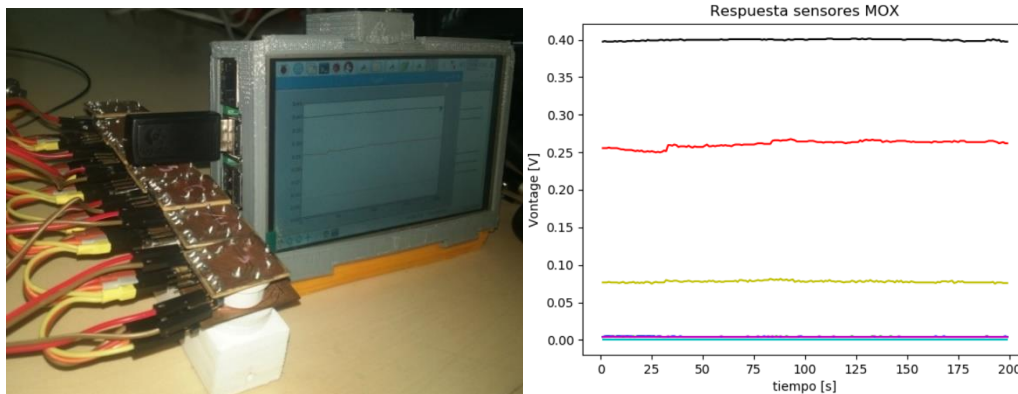
#### **4.4 Resultados 4ta etapa experimental- Pruebas del sistema de adquisición e interfaz de control**

A lo largo de estas pruebas se pudo observar que el sistema se puede manejar de forma casi idéntica a la que se maneja una PC. En lo referente al control de la instrumentación (olfatómetro, módulo de adquisición y módulo de sensado) se pudo



observar que este se pudo llevar a cabo sin mayores inconvenientes, por lo que las librerías de control programadas funcionan de forma correcta.

Las pruebas de registro fueron satisfactorias, entregando archivos con tamaño cercano a los 10 MB/h de registro. En la Fig. 39 se puede observar al sistema graficando un fragmento de las señales adquiridas. Sin embargo para los registros de una duración mayor a 5 horas se comienzan a tener problemas en la lectura de los archivos por programas de procesamiento como Matlab e inclusive procesadores de texto por el tamaño de los mismos siendo su importación muy lenta (hasta 1 hora). Otro aspecto que hay que destacar es que la extracción de los archivos de la plataforma se ve entorpecida al tener que utilizarse una conexión ETHERNET o memoria USB para ser analizados en una PC convencional. Fuera de los inconvenientes ya mencionados, el sistema opero de la forma esperada.



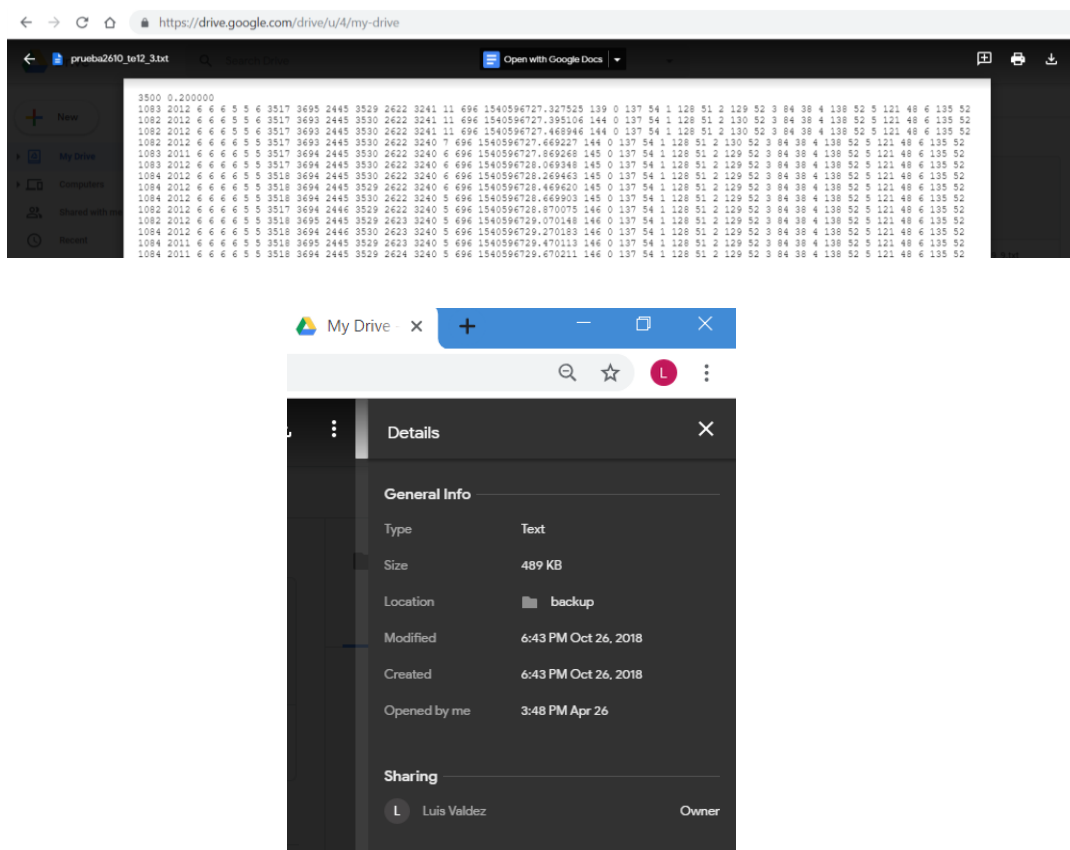
**Fig. 39. Interfaz de control mostrando la captura de un segmento de 3 minutos de las señales entregadas por la unidad de sensado durante el precalentamiento de los sensores.**

#### **4.5 Resultados 5ta etapa experimental- Pruebas general del sistema**

Pruebas de la plataforma con muestras complejas (análisis de muestras de té)

Como primer resultado de esta etapa experimental se debe mencionar que se lograron superar los inconvenientes que tenía el sistema respecto a su facilidad de manejo al implementar la sincronización con la nube.

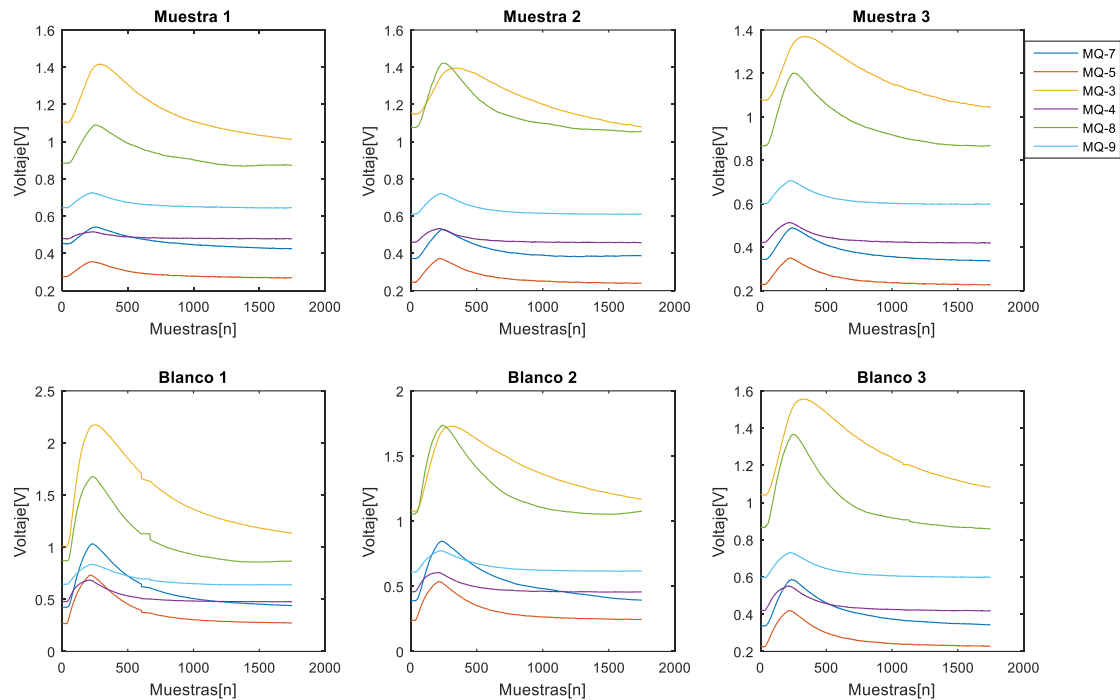
Tras llevar a cabo los experimentos planteados en la sección 3.2.5.1 se recuperaron los archivos de registro desde la nube, obteniendo ficheros de 489 KB los cuales son rápidamente sincronizados y de fácil manejo por cualquier herramienta de software. La información se almacena conforme al formato propuesto, sin tener problema alguno a lo largo de todo el experimental. La Fig. 40 muestra la vista preliminar de uno de los archivos generados durante el experimental, en ella puede observarse que el formato del nombre y la información es el correcto y la fecha de creación indica la hora en que se llevó a cabo la prueba.



**Fig. 40 Vista preliminar de un archivo del experimental recuperado desde la nube (Google Drive).**

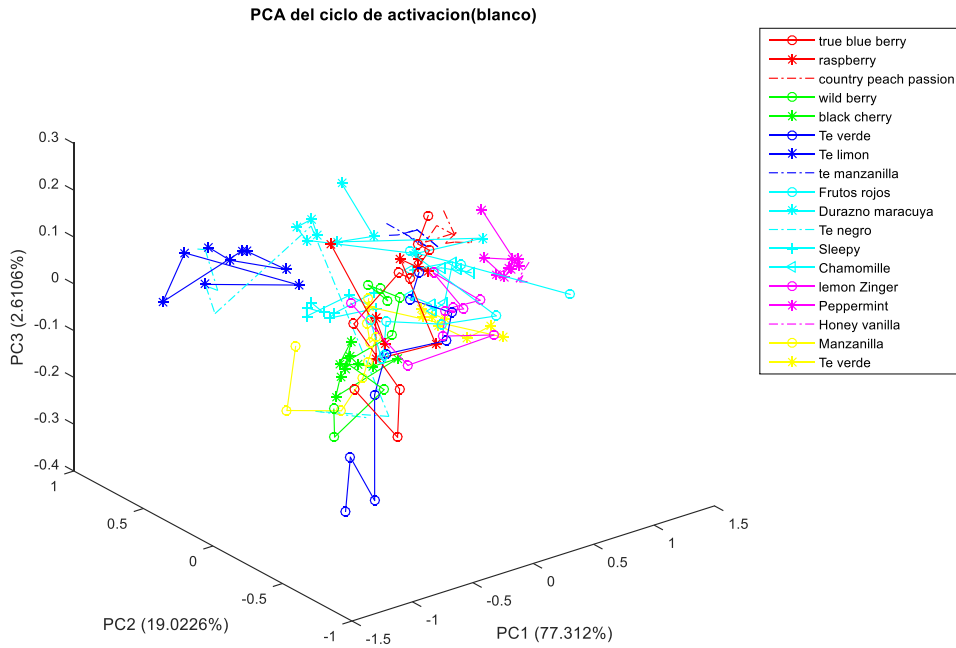
Tras analizar los registros recuperados de la nube, se descartó uno de los sensores MOX al presentar artefactos por desconexión del módulo de forma intermitente. La respuesta de los 6 sensores restantes (MQ7, MQ5, MQ3, MQ4, MQ8 y MQ9) a lo largo del ciclo de estimulación con la muestra de té y su blanco (ciclo de

estimulación con aire limpio después de un ciclo estimulación de la muestra) puede observarse en la Fig. 41.

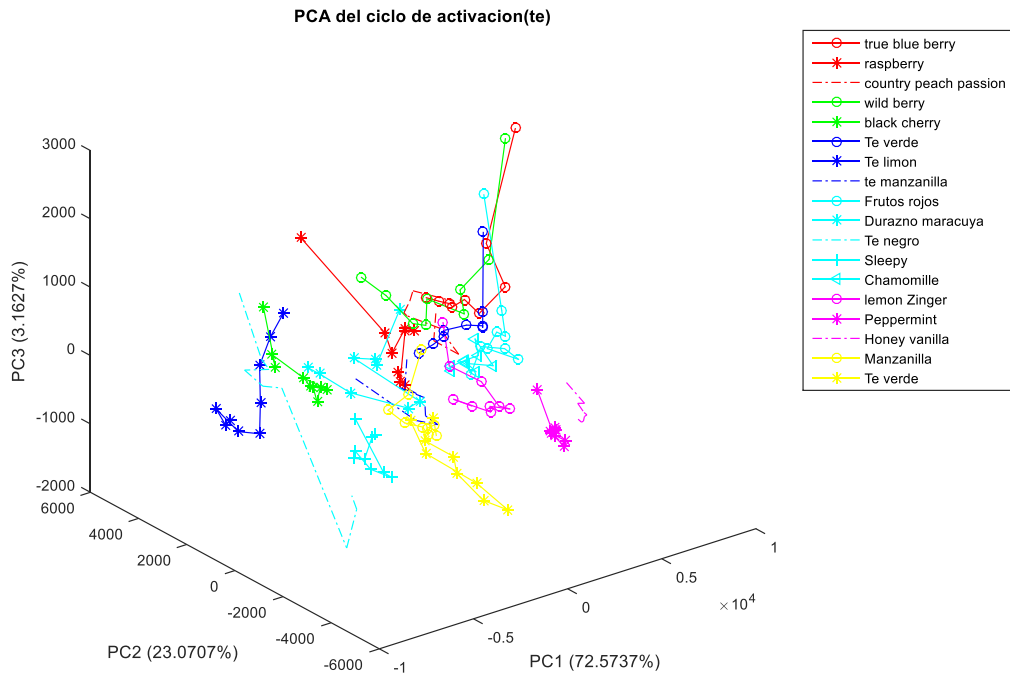


**Fig. 41** Respuesta de los sensores MOX capturada por la plataforma para tres muestras diferentes de té y sus blancos.

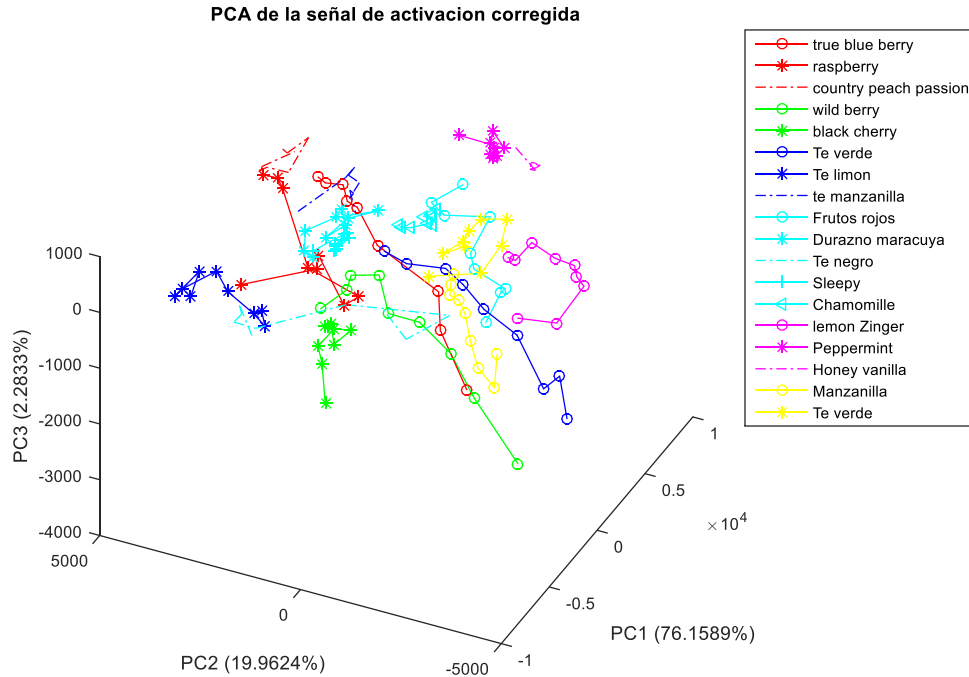
Posteriormente se hizo el análisis de los registros obtenidos utilizando PCA para lo cual se filtraron todas las señales usando un filtro de promedio móvil de 11 muestras o 2 segundos. La Fig. 42 muestra los resultados obtenidos utilizando el fragmento de activación de los registros del blanco entre estimulaciones expresado en % de variación (tomando como el 100% la línea base que se obtiene durante el ciclo de reposo), mientras que la Fig. 43 muestra los resultados para los registros de la estimulación y finalmente la Fig. 44 la señal de estimulación con la muestra de té corregida por la respuesta que muestran los sensores en la sección de estimulación con el blanco (para la corrección de las señales se multiplica la señal de estimulación por la señal normalizada del blanco).



**Fig. 42 PCA (primeras 3 componentes) del segmento de estimulación con blanco (las líneas unen muestras sucesivas).**



**Fig. 43 PCA (primeras 3 componentes) del segmento de estimulación con té (las líneas unen muestras sucesivas).**



**Fig. 44** PCA (primeras 3 componentes) del segmento de estimulación con té corregida por la respuesta a la estimulación con el blanco (las líneas unen muestras sucesivas).

En las gráficas obtenidas se puede observar cierto grado de agrupamiento, siendo mayor en el PCA de las estimulaciones con el blanco al tratarse en todos los casos de una estimulación con aire limpio. Sin embargo puede apreciarse la deriva que tienen los sensores producto de posibles contaminaciones, al hacer la corrección de las señales propuesta se logra observar una mayor separación de las clases y mayor agrupamiento entre muestras sucesivas, sin llegar a producirse una corrección total de la deriva.

Una vez confirmado el agrupamiento de clases, existe una alta probabilidad de poder clasificar las muestras tomando la información entregada por el PCA. Por ello se procedió a entrenar una ANN MLP para actuar como elemento de procesamiento. Dicha RNA intentara clasificar las muestras en 18 clases, una para cada muestra de té. La Fig. 45 muestra el diagrama del procesamiento realizado para obtener el clasificador.

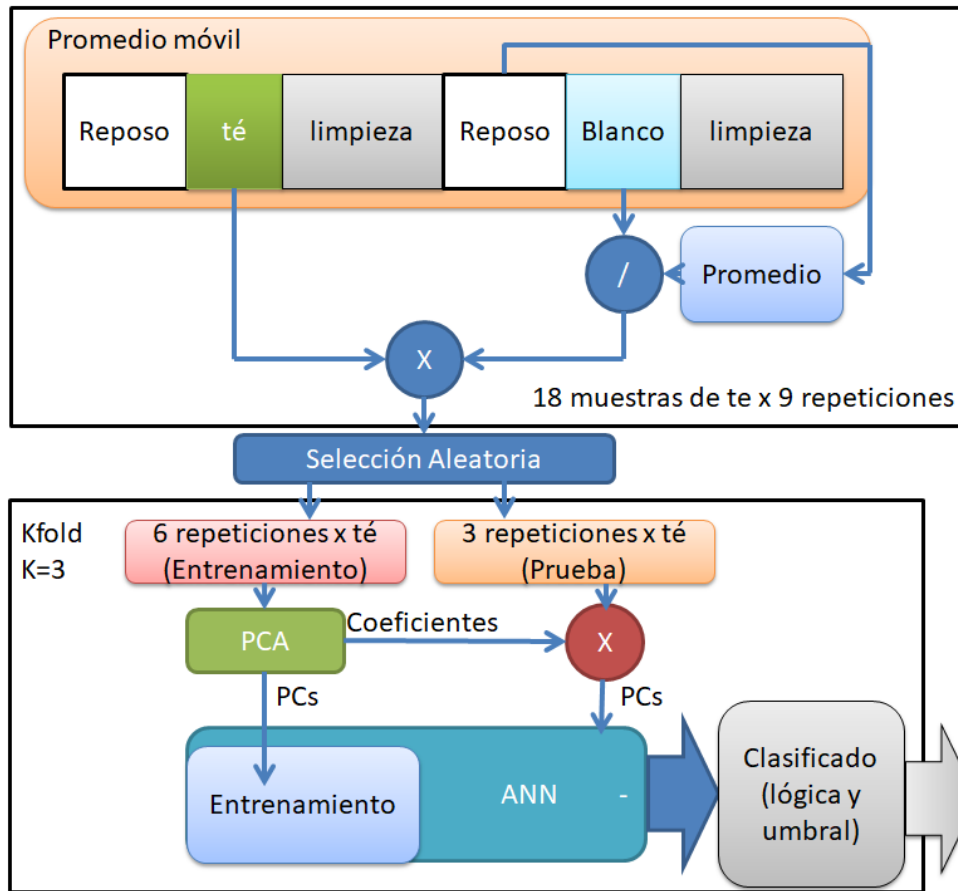


Fig. 45 Diagrama de procesamiento para el clasificador de té.

La arquitectura de la ANN utilizada y los parámetros utilizados para su entrenamiento pueden verse en la Tabla 18. La salida de la ANN entrega valores entre 0 y 1, indicando una mayor probabilidad de ser de cierta clase si entrega un valor cercano a 1. Para hacer el clasificar los resultados se utiliza un clasificador de umbral con un umbral de 0.8.

Se probó la arquitectura propuesta variando el número de componentes principales (PCs) para la entrada y el número de neuronas de la capa intermedia. Un ejemplo de la tabla de confusión obtenida en la validación del modelo durante la fase de prueba (acumulado) puede observarse en la Tabla 19 y el resumen del desempeño de los clasificadores probados teniendo como entrada la señal entregada por los sensores MOX con y sin ajuste de blanco pueden observarse en la Tabla 20 y la Tabla 21 respectivamente.

Tabla 18. Parámetros de la Red Neuronal Artificial para la clasificación de té

Parámetro	Valor
Función de entrenamiento	Retropropagación Levenberg-Marquardt
Meta	0,001
Función de Activación (Capa Intermedia)	Tangente sigmoidal
Función de Activación (Capa de salida)	Logaritmo Sigmoidal
# de Neuronas Capa de Entrada	# de PCs (Componentes principales)
# de Neuronas Capa Intermedia	Variable
# de Neuronas Capa de salida	18
Tasa de aprendizaje	0.05
Meta	$1 \times 10^{-3}$
Límite de épocas	10000
Muestras de entrenamiento	6 x té
Muestras de prueba	3 x té
Validación	kfold k=3

Tabla 19 Tabla de confusión para el acumulado de la prueba con validación usando 5 PCs y 18 Neuronas en la capa intermedia con ajuste de blancos.

		Clase Real																	
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q	R
S a l i d a  C l a s i f i c a d o r	A	9	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	B	0	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	C	0	0	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	D	0	0	0	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	E	0	0	0	0	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	F	0	0	0	2	0	6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	G	0	0	0	0	0	0	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	H	0	0	0	0	0	0	0	7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	I	0	0	0	0	0	1	0	0	9	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	J	0	0	0	0	0	0	0	0	0	7	0	0	0	0	0	0	0	0
	K	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	8	0	0	0	0	0	0	0
	L	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	7	0	0	0	0	0	0
	M	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	0	0	0	0	0
	N	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	6	0	0	0	1
	O	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	9	0	0	0
	P	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	9	0	0
	Q	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	8	1
	R	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	5
Porcentaje Positivo de Clasificación		82.716%																	

**Tabla 20 Resultados para la fase de prueba del clasificador de Té, utilizando el ajuste de blancos.**

<b>Con ajuste por blanco</b>						
<b>Neuronas</b>	<b>PCs</b>	<b>Clasificación Positiva</b>	<b>Exactitud</b>	<b>Precisión</b>	<b>Sensibilidad</b>	<b>Especificidad</b>
<b>18</b>	3	70.988%	0.979	0.888	0.710	0.995
<b>15</b>	3	74.691%	0.977	0.832	0.747	0.991
<b>10</b>	3	71.605%	0.975	0.839	0.716	0.990
<b>5</b>	3	70.370%	0.968	0.724	0.704	0.984
<b>18</b>	5	82.716%	0.988	0.945	0.827	0.997
<b>15</b>	5	80.247%	0.986	0.947	0.802	0.997
<b>10</b>	5	79.012%	0.985	0.931	0.790	0.996
<b>5</b>	5	81.481%	0.985	0.914	0.815	0.995
<b>18</b>	10	76.543%	0.983	0.912	0.765	0.996
<b>15</b>	10	75.926%	0.984	0.952	0.759	0.997
<b>10</b>	10	79.012%	0.984	0.906	0.790	0.995
<b>5</b>	10	70.988%	0.977	0.871	0.710	0.993
	Promedio	76.132%	0.981	0.888	0.761	0.994

**Tabla 21 Resultados para la fase de prueba del clasificador de Té, sin el ajuste de blancos.**

<b>Sin ajuste por blanco</b>						
<b>Neuronas</b>	<b>PCs</b>	<b>Clasificación Positiva</b>	<b>Exactitud</b>	<b>Precisión</b>	<b>Sensibilidad</b>	<b>Especificidad</b>
<b>18</b>	3	74.074%	0.978	0.850	0.741	0.992
<b>15</b>	3	69.753%	0.975	0.815	0.698	0.991
<b>10</b>	3	70.988%	0.974	0.807	0.710	0.989
<b>5</b>	3	67.284%	0.969	0.777	0.673	0.987
<b>18</b>	5	85.185%	0.989	0.959	0.852	0.997
<b>15</b>	5	79.630%	0.984	0.905	0.796	0.995
<b>10</b>	5	79.012%	0.985	0.922	0.790	0.996
<b>5</b>	5	77.160%	0.980	0.877	0.772	0.992
<b>18</b>	10	74.074%	0.984	0.956	0.741	0.998
<b>15</b>	10	75.309%	0.983	0.947	0.753	0.996
<b>10</b>	10	79.012%	0.985	0.913	0.790	0.996
<b>5</b>	10	71.605%	0.975	0.834	0.716	0.990
	Promedio	75.257%	0.980	0.880	0.753	0.993

De los resultados anteriores podemos observar que los clasificadores tienen un buen desempeño y que el ajuste por blanco ayuda poco siendo marginal la diferencia entre los dos tipo de preprocesamiento.



En cuanto a la selección de número de neuronas de la capa intermedia y el número de PCs utilizadas en la entrada, se optaría por usar 10 neuronas y 5 PCs ya que facilitaría su implementación en la computadora embebida dado el número de operaciones a realizar.

La plataforma se desempeñó de forma adecuada, los registros obtenidos entregaron información suficiente para poder clasificar los téis con un preprocesamiento relativamente sencillo: lo cual indica que para las muestras de té la selección del arreglo de sensores y protocolo fueron los correctos. Adicionalmente, la sincronización de los registros en la nube se llevó a cabo sin inconveniente alguno, no se detectaron fugas en la cámara de intercambio gaseoso y se comprobó que la variación de la humedad y temperatura durante las pruebas no sobrepasa el  $\pm 1\%$  y  $\pm 1^\circ\text{C}$  respectivamente, indicando que la nueva geometría de la cámara promueve una mayor estabilidad que la observada durante las pruebas del control de temperatura.



# Capítulo 5 Conclusiones y perspectiva a futuro

---

En este capítulo se encontraran las conclusiones de cada una de las etapas de diseño tras llevar a cabo sus respectivas etapas experimentales, la conclusión general del presente trabajo de tesis y las perspectivas a futuro del trabajo desarrollado.

## **5.1 Diseño del olfatómetro mezclador de olores (1ra etapa experimental).**

El diseño propuesto muestra un buen desempeño con un error promedio en el flujo de salida del  $\pm 1.03\%$  en su fase estable, lo cual es comparable a los tradicionales controladores de flujo de masa (MFC), pero el sistema propuesto no presentan el inconveniente de poder resultar dañado al usarse con mezclas de aire y compuestos volátiles que en el caso de los MFCs pueden adherirse a sus elementos sensores. En cuanto a los tiempos de respuesta (0.034 s) y estabilización (1.577 s) se puede decir que son lo suficientemente cortos para poder operar con sensores MOX que suelen ser considerados de respuesta lenta. Y en caso de requerir la producción de una estimulación de duración menor al tiempo de estimulación, el olfatómetro puede producirla, aunque, se debe considerar que el error en el flujo de salida aumentaría de entre el 5% y el 20% del flujo objetivo.

Uno de los inconvenientes que muestra el dispositivo es que una vez que está calibrado se debe procurar no manipular en exceso las tuberías del mismo para conservar los flujos de salida. En este supuesto, el proceso de calibrado es un procedimiento sencillo que se realiza conectando el sensor de flujo y ejecutando la rutina de calibración correspondiente.

El olfatómetro puede utilizar tanto muestras líquidas como sólidas, teniendo en cuenta que la concentración de los compuestos volátiles en la salida del instrumento

puede variar si la superficie de contacto de las muestras no permite la reposición constante de los compuestos, estos llegan a agotarse o se ven modificados por reacciones químicas (como la oxidación de la muestra).

El peso y dimensiones del olfatómetro (4.3 kg y 25 cm x 30 cm x 25 cm) permiten su portabilidad, además de poder ser fácilmente replicado al utilizar materiales comerciales y piezas producidas por manufactura aditiva de forma automatizada (Impresión 3D).

## **5.2 Selección del arreglo de sensores y diseño de instrumentación (2da etapa experimental).**

En primera instancia los experimentos indican que la instrumentación diseñada funciona de forma correcta al interactuar con el olfatómetro entregando señales con forma definida según el ciclo de estimulación y los componentes con los que se estimula el arreglo de sensores como se vio en las pruebas con alcoholes.

Por otra parte en la etapa experimental con muestras complejas, es posible reconocer la diferencia de comportamiento entre los dos experimentos propuestos. En general, se puede observar un cambio en la posición de los máximos de las señales entregadas por los sensores MOX, en el experimento 1 se encuentran al inicio de la estimulación lo cual puede indicar que: Durante el ciclo de estimulación la concentración de los compuestos volátiles se ve modificada, probablemente disminuida, debido a que la velocidad de volatilización de uno o varios compuestos del chocolate no es la suficiente para permanecer constante a lo largo de la prueba, es decir que durante la fase de pausa y limpieza al no existir una salida de volátiles del contenedor éstos llegan a su máximo en el espacio libre del contenedor. Posteriormente, al comenzar la estimulación y producirse una salida e intercambio por aire limpio; la concentración comienza a disminuir produciendo esta fluctuación. En contraste, en el experimento 2 el pico se encuentra al final del ciclo de estimulación indicando que las concentraciones se mantienen “constantes” y muestran una respuesta casi asintótica (como se esperaría de una estimulación constante), lo que puede indicar que los compuestos que variaban su concentración ya

no están en las muestras, se encuentran en menor concentración o se produjeron nuevos compuestos; todo esto producto del envejecimiento de la muestra.

Respecto al procesamiento de las señales y el diseño de los clasificadores, se mostró que se pueden obtener resultados aceptables con un diseño simple (centrado-PCA-ANN-umbralizado) que es susceptible de implementarse en un sistema embebido considerando las dimensiones de la matriz de datos de los sensores y las dimensiones de las redes de los clasificadores.

La selección del arreglo de sensores mostró ser la adecuada al entregar información analítica suficiente que permite la identificación de diferencias tan sutiles como las que hay entre un chocolate amargo y semi-amargo a pesar de que sus ingredientes son los mismos y solo se varían los porcentajes de composición.

### **5.3 Control de temperatura del arreglo de sensores.**

La instrumentación diseñada fue apropiada para el control de temperatura pues los errores obtenidos se encuentran dentro de los reportados para el sensor utilizado (Texas Instruments, TMP006), estas variaciones también se pueden atribuir a las turbulencias producidas en la cámara de intercambio gaseoso y al gradiente de temperatura que produce la posición de los sensores, por lo que se decidió mejorar la cámara de intercambio del diseño final.

Se comprobó que el arreglo tipo sándwich entre los sensores MQ y el sensor IR propuesto funciona adecuadamente, aunque cabe mencionar que la temperatura entregada corresponde al promedio de la temperatura de los objetos en el rango de visión del sensor, esta situación no impide que la medida de temperatura sea representativa, ya que el elemento sensor MOX se encuentra al centro del mismo y el entorno de los sensores es uniforme al no haberse modificado su cubierta.

### **5.4 Diseño del sistema de adquisición e interfaz de control.**

Esta etapa experimental demostró el funcionamiento del módulo de adquisición de señales diseñado y la interacción entre todos los dispositivos electrónicos que

conforman a la plataforma final, operando correctamente. Además se demostró que todos ellos pueden ser fácilmente manejados por las librerías programadas como interfaz de control. Adicionalmente al observarse los problemas de manejo de los archivos con los registros capturados se pudo establecer el formato final de los archivos, formato con los que la plataforma podrá resolverlos y mejorar su disponibilidad para procesamiento haciendo la propuesta de incorporar tecnologías propias del internet de las cosas (IoT) como lo es la sincronización de los registros con “la nube”.

### **5.5 Diseño de la cámara de intercambio gaseoso e interfaz de usuario y registro.**

En primera instancia el re-diseño de la cámara de intercambio gaseoso mostró tener ventajas respecto a la facilidad de intercambio de los sensores y una clara reducción en la incidencia de fugas. La interfaz de usuario funcionó de forma adecuada y al tener una plataforma abierta deja la posibilidad de generar nuevas interfaces ya sea graficas o funciones para otro tipo de usuarios.

El manejo de los archivos y la sincronización de los mismos representan una mejora muy significativa respecto a la facilidad de manejo y procesamiento de los mismos, permitiendo trabajar con los datos desde el preciso momento en que eran generados usando una computadora independiente al sistema, lo que redujo el tiempo de diseño y prueba de los clasificadores. Haciendo evidente las ventajas de las tecnologías de la información como lo son “la nube” y el IoT.

En cuanto al procesamiento de la información entregada por la plataforma, se reafirmó que el proceso compuesto por centrado de las señales, PCA, ANN y Umbralizado (también utilizado en el experimental con chocolates) entrega buenos resultados considerando que las muestras no fueron sometidas a pretratamiento alguno; dando como resultado porcentajes de clasificación arriba del 75%. Los resultados del PCA antes y después de la corrección de la señal con el blanco, sugieren que si logra implementarse un protocolo que logre reducir de manera

significativa la deriva propia de los sensores MOX el porcentaje de clasificación aumentaría significativamente.

Por lo anterior se puede decir que se resolvieron los inconvenientes detectados en las fases experimentales previas y se logró llegar al diseño final de la plataforma de registro, la cual es capaz de generar un estímulo olfatorio determinado desde una muestra solida o liquida, registrar y entregar las señales que el estímulo produce en el arreglo de sensores de gas el cual funge como observador objetivo del mismo y permite el procesamiento de sus señales para su evaluación.

El sistema obtenido se diferencia de los dispositivos comerciales de olfatometría y NEs en varios aspectos:

- Permite la integración de NE y olfatómetro al grado que no se tendrán problemas de sincronización de registro además de poder agregar dispositivos auxiliares en el mismo.
- El sistema permitirá la caracterización de las muestras (entrenamiento de la nariz), para posteriormente fungir como un observador de las pruebas olfatométricas aplicadas a sujetos de prueba y podrá evaluar de manera objetiva el estímulo aplicado. Aumentando la objetividad de las pruebas.
- Al contar con la capacidad de programar nuevas rutinas por medio de su interfaz de control y poder agregar dispositivos auxiliares a la plataforma se incrementa el número de posibles aplicaciones.
- La portabilidad de la plataforma.

## **5.6 Conclusiones generales**

Se cumplieron los objetivos particulares de la tesis al desarrollar:

El olfatometro mezclador de olores, el cual: Puede manejar muestras liquidas y solidas; comprobado al operar con muestras de butanol, metanol, chocolate y té. Cuenta con un peso y dimensiones que permiten su portabilidad (4.3 kg y 25 cm x 30 cm x 25 cm).

Una NE (con un arreglo de sensores MOX y control de temperatura) cuyos registros correctamente procesados son capaces de diferenciar las muestras odorantes.

Integrar los dispositivos diseñados haciendo uso de la instrumentación (microcomputadora y tarjeta de adquisición) y programación necesaria. La cual permite un uso sencillo de la plataforma, facilita el acceso a los registros por medio de la nube y conserva dimensiones aptas para su portabilidad (7.6 kg y 43 cm x 23 cm x 25cm).

Los clasificadores de muestras alimentarias (chocolate y té), demostrando que el sistema desarrollado funciona y muestra que el dispositivo es apto para la evaluación de muestras complejas.

En resumen la plataforma diseñada cuenta con: Un olfatómetro mezclador de olores, el cual permite entregar un estímulo olfativo controlado en tiempo y composición (hasta cuatro componentes) utilizando muestras odorantes sólidas o líquidas sin necesidad de un pretratamiento de las mismas. Un sistema que permite el registro en tiempo real de los estímulos olfativos (estímulos químicos) entregados por el olfatómetro utilizando un arreglo de sensores de gas (MOX) con la capacidad de hacer un análisis de los mismos. Finalmente ambos dispositivos pueden trabajar de forma conjunta y sus dimensiones permiten que la plataforma sea portable. Cumpliéndose así el objetivo principal de la tesis

Adicionalmente se puede mencionar que la versatilidad y capacidad de adaptación de la plataforma es alta al poder ser dividida en dispositivos independientes y contar con una interfaz que permite la modificación de su programación lo cual puede expandir sus posibles aplicaciones a cualquiera que requiera una dosificación de olores con un registro objetivo de la misma.

El uso de la plataforma en análisis olfatométricos brindará objetividad a las pruebas olfatométricas que se realicen con ella; al incorporar la NE como observador.

## **5.7 Perspectiva y trabajo a futuro**



Las pruebas realizadas con la plataforma generaron una serie de ideas que pueden ser utilizadas para la mejora de la misma:

Caracterización de sensores de gas, creando un protocolo que permita el uso de los modelos entrenados entre dispositivos. De igual forma integrar una red de dispositivos que permita expandir la base de datos de la NE una vez creado el protocolo.

Realizar pruebas que permitan el modelado de la deriva de los sensores producto de su contaminación y/o establecer un protocolo de limpieza más elaborado para disminuir su influencia en los resultados, por ejemplo, implementar un ciclo de limpieza adicional para los sensores entre pruebas utilizando uno o varios solventes como “odorante”, de modo que estos arrastren los compuestos que contaminan a los sensores y estos logren comenzar el registro del ciclo del odorante bajo el mismo estado. Pudiendo aprovecharse los canales adicionales del mezclador de olores.

Crear una versión del dispositivo con solo un canal que permita hacer una versión aún más portable y económica del dispositivo para control de calidad de alimentos y bebidas, con el fin de evitar la venta de productos adulterados.

Si bien la plataforma demostró ser funcional, resta utilizarla en otros escenarios, con otros tipos de muestra e interactuando con otros dispositivos de medición; su complejidad deja espacio a pensar una gran cantidad de aplicaciones las cuales pueden ir desde el análisis de calidad de alimentos hasta su aplicación como una herramienta de diagnóstico médico. A continuación se mencionan algunas de ellas:

El uso del sistema para la evaluación de distintos tipos de bebidas, la cual integre el uso de una cámara para la evaluación del color de las muestras y/o sensores de PH y conductividad para caracterizar las soluciones.

Utilizar la plataforma en pruebas olfatométricas con seres vivos, por ejemplo insectos en análisis de repelencia con el fin de determinar las características que hacen efectivos a los repelentes y entrenar a la nariz electrónica del sistema para lograr evaluar dichas características *in situ* al hacer uso de los mismos.

Utilizar la plataforma en pruebas de olfatometría en humanos haciendo usos de EEG como dispositivo auxiliar con la finalidad de determinar de manera objetiva los umbrales de olfacción de los sujetos de prueba. Y utilizar los resultados como herramienta de diagnóstico y seguimiento en enfermedades que causan alteraciones en el sentido del olfato como pueden ser la diabetes y Alzheimer.

Por ultimo hay que recordar que pueden encontrarse aplicaciones independientes para cada uno de los dispositivos que se desarrollaron ya que funcionan de forma independiente. La plataforma quedara disponible como parte de la infraestructura del laboratorio 11 de Bioelectrónica y se espera sea utilizada en futuros trabajos de tesis.

# Bibliografía

---

- [1] K. Scott, “Chapter 23 - Chemical Senses: Taste and Olfaction,” L. R. S. B. E. B. du L. G. C. B. T.-F. N. (Fourth E. Spitzer, Ed. San Diego: Academic Press, 2013, pp. 513–530.
- [2] B. Auffarth, “Understanding smell--the olfactory stimulus problem.,” *Neurosci. Biobehav. Rev.*, vol. 37, no. 8, pp. 1667–79, Sep. 2013.
- [3] J. Feher, “4.6 - The Chemical Senses,” J. B. T.-Q. H. P. Feher, Ed. Boston: Academic Press, 2012, pp. 359–369.
- [4] A. Mukherjee, N. Sarkar, and A. Barik, “Long-chain free fatty acids from *Momordica cochinchinensis* leaves as attractants to its insect pest, *Aulacophora foveicollis* Lucas (Coleoptera: Chrysomelidae),” *J. Asia. Pac. Entomol.*, vol. 17, no. 3, pp. 229–234, Sep. 2014.
- [5] L. . Collins, M. . Wakefield, J. Chambers, and P. . Cox, “Progress towards a multi-species lure: comparison of behavioural bioassay methods for multi-species attractants against three pests of stored grain,” *J. Stored Prod. Res.*, vol. 40, no. 3, pp. 341–353, Jan. 2004.
- [6] T. Mostafa, G. El Khouly, and A. Hassan, “Pheromones in sex and reproduction: Do they have a role in humans?,” *J. Adv. Res.*, vol. 3, no. 1, pp. 1–9, Jan. 2012.
- [7] G. M. Shepherd, “Shepherd- (2006) Smell images and the flavour system in the human brain- Nature,” *Nature*, 2006.
- [8] G. M. Shepherd, “Outline of a theory of olfactory processing and its relevance to humans,” *Chem. Senses*, vol. 30 SUPPL., no. suppl 1, pp. 3–5, 2005.
- [9] Merriam-Webster, “Olfactometer,” *Merriam-Webster.com*, 2014. [Online]. Available: <http://www.merriam-webster.com/dictionary/olfactomete>.
- [10] K. Persaud and G. Dodd, “Analysis of discrimination mechanisms in the mammalian olfactory system using a model nose,” *Nature*, vol. 299, no. 5881, pp. 352–355, Sep. 1982.
- [11] S. Sankaran, L. R. Khot, and S. Panigrahi, “Biology and applications of olfactory sensing system: A review,” *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 171–172, pp. 1–17, Aug. 2012.
- [12] J. W. Gardner, V. K. Varadan, H. K. Tönshoff, I. Inasaki, O. Gassmann, H. Meixner, H. Baltes, G. K. Fedder, and J. G. Korvink, *Handbook of Machine Olfaction: Electronic Nose Technology*. 2003.
- [13] Y. Hasin-Brumshtein, D. Lancet, and T. Olender, “Human olfaction: from

- genomic variation to phenotypic diversity.,” *Trends Genet.*, vol. 25, no. 4, pp. 178–84, Apr. 2009.
- [14] C. H. Hawkes and B. C. Shephard, “Selective anosmia in Parkinson’s disease?,” *Lancet*, vol. 341, no. 8842, pp. 435–436, Feb. 1993.
- [15] R. Farbiszewski and R. Kranc, “Olfactory receptors and the mechanism of odor perception,” *Polish Ann. Med.*, vol. 20, no. 1, pp. 51–55, Sep. 2013.
- [16] M. A. Amerine, R. M. Pangborn, and E. B. Roessler, “CHAPTER 3 - Olfaction,” M. A. Amerine, R. M. Pangborn, and E. B. B. T.-P. of S. E. of F. Roessler, Eds. Academic Press, 1965, pp. 145–219.
- [17] C. M. Philpott, a Bennett, and G. E. Murty, “A brief history of olfaction and olfactometry.,” *J. Laryngol. Otol.*, vol. 122, no. 7, pp. 657–62, Jul. 2008.
- [18] Sigma-Aldrich, “Flavor & Fragrance Ingredients.” p. 20, 2018.
- [19] Sigma-Aldrich, “Ingredients Catalog : Flavors & Fragrances.” 2014.
- [20] C. Sezille, B. Messaoudi, a Bertrand, P. Joussain, M. Thévenet, and M. Bensafi, “A portable experimental apparatus for human olfactory fMRI experiments.,” *J. Neurosci. Methods*, vol. 218, no. 1, pp. 1–10, Aug. 2013.
- [21] A. Komnidis, E. Konstantinidis, I. Stylianou, M. A. Klados, A. Kalfas, and P. D. Bamidis, “A modular architecture of a computer-operated olfactometer for universal use,” *IFMBE Proc.*, vol. 29, pp. 280–283, 2010.
- [22] J. N. Lundström, A. R. Gordon, E. C. Alden, S. Boesveldt, and J. Albrecht, “Methods for building an inexpensive computer-controlled olfactometer for temporally-precise experiments.,” *Int. J. Psychophysiol.*, vol. 78, no. 2, pp. 179–89, Nov. 2010.
- [23] B. N. Johnson and N. Sobel, “Methods for building an olfactometer with known concentration outcomes.,” *J. Neurosci. Methods*, vol. 160, no. 2, pp. 231–45, Mar. 2007.
- [24] C. Sengonca and J. Kranz, “A modified, four-armed olfactometer for determining olfactory reactions of beneficial arthropods,” *Anzeiger fur Schadlingskd.*, vol. 74, pp. 127–132, 2001.
- [25] U. Livneh and R. Paz, “An implicit measure of olfactory performance for non-human primates reveals aversive and pleasant odor conditioning,” *J. Neurosci. Methods*, vol. 192, no. 1, pp. 90–95, 2010.
- [26] J. H. Fox and D. E. L. D. Thiessen, “METHODS & DESIGNS An olfactometer for small rodents,” vol. 16, no. 5, pp. 415–419, 1985.
- [27] G. H. Baker, S. Beckett, and B. Thammavongsa, “Are the European snails, *Theba pisana* (Müller, 1774) (Helicidae), *Ceruella virgata* (da Costa, 1778)

and *Cochlicella acuta* (Müller, 1774) (Hygromiidae) attracted by potential food odours?," *Crop Prot.*, vol. 42, pp. 88–93, Dec. 2012.

- [28] G. Qu, M. M. Omotoso, M. Gamal El-Din, and J. J. R. Feddes, "Development of an integrated sensor to measure odors," *Environ. Monit. Assess.*, vol. 144, no. 1–3, pp. 277–283, 2008.
- [29] P. Mielle and F. Marquis, "One-sensor electronic olfactometer for rapid sorting of fresh fruit juices," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 76, no. 1–3, pp. 470–476, Jun. 2001.
- [30] V. A. Benignus and J. D. Prah, "A computer-controlled vapor-dilution olfactometer," *Behav. Res. Methods Instrum.*, vol. 12, no. 5, pp. 535–540, 1980.
- [31] J. W. Gardner and P. N. Bartlett, "A brief history of electronic noses," *Sensors Actuators B Chem.*, vol. 18, no. 1, pp. 210–211, 1994.
- [32] T. Seiyama, A. Kato, K. Fujiishi, and M. Nagatani, "A new detector for gaseous components using semiconductive thin films.," *Anal. Chem.*, vol. 34, no. October, pp. 1502–1503, 1962.
- [33] H. Bai and G. Shi, "Gas Sensors Based on Conducting Polymers," *Sensors*, vol. 7, pp. 267–307, 2007.
- [34] D. Antuña-Jiménez, G. Díaz-Díaz, M. C. Blanco-López, M. J. Lobo-Castañón, A. J. Miranda-Ordieres, and P. Tuñón-Blanco, *Molecularly Imprinted Electrochemical Sensors: Past, Present, and Future*. 2012.
- [35] F. Shen, Q. Wu, P. Liu, X. Jiang, Y. Fang, and C. Cao, "Detection of *Aspergillus* spp. contamination levels in peanuts by near infrared spectroscopy and electronic nose," *Food Control*, vol. 93, no. March, pp. 1–8, 2018.
- [36] M. E. Nicho, M. Trejo, A. García-Valenzuela, J. M. Saniger, J. Palacios, and H. Hu, "Polyaniline composite coatings interrogated by a nulling optical-transmittance bridge for sensing low concentrations of ammonia gas," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 76, no. 1–3, pp. 18–24, 2001.
- [37] H. Li, B. Zhang, W. Hu, Y. Liu, C. Dong, and Q. Chen, "Monitoring black tea fermentation using a colorimetric sensor array-based artificial olfaction system," *J. Food Process. Preserv.*, no. February, p. e13348, 2017.
- [38] J. R. Askim, Z. Li, M. K. LaGasse, J. M. Rankin, and K. S. Suslick, "An optoelectronic nose for identification of explosives," *Chem. Sci.*, vol. 7, no. 1, pp. 199–206, 2016.
- [39] X. Huang, X. Zou, J. Shi, Y. Guo, J. Zhao, J. Zhang, and L. Hao, "Determination of pork spoilage by colorimetric gas sensor array based on natural pigments.," *Food Chem.*, vol. 145, pp. 549–54, Feb. 2014.

- [40] T. Ponrathnam, J. Cho, P. U. Kurup, J. Kumar, and R. Nagarajan, “Enhancing detection of nitroaromatic vapors by utilizing polymer coatings on quartz crystal microbalances having strong dipoles,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 216, pp. 443–452, 2015.
- [41] H. Singh, V. B. Raj, J. Kumar, U. Mittal, M. Mishra, a. T. Nimal, M. U. Sharma, and V. Gupta, “Metal oxide SAW E-nose employing PCA and ANN for the identification of binary mixture of DMMP and methanol,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 200, pp. 147–156, 2014.
- [42] Y. Zhang, J. Luo, A. J. Flewitt, Z. Cai, and X. Zhao, “Film bulk acoustic resonators (FBARs) as biosensors: A review,” *Biosens. Bioelectron.*, vol. 116, no. May, pp. 1–15, 2018.
- [43] Y. Adiguzel and H. Kulah, “Biosensors and Bioelectronics Breath sensors for lung cancer diagnosis,” *Biosens. Bioelectron.*, vol. 65, pp. 121–138, 2015.
- [44] T. Wasilewski, J. Gębicki, and W. Kamysz, “Advances in olfaction-inspired biomaterials applied to bioelectronic noses,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 257, pp. 511–537, 2018.
- [45] A. Loutfi, S. Coradeschi, G. K. Mani, P. Shankar, and J. B. B. Rayappan, “Electronic noses for food quality: A review,” *J. Food Eng.*, vol. 144, pp. 103–111, Jan. 2015.
- [46] E. L. Hines, P. Boilot, J. W. Gardner, and M. A. Gongora, “Pattern Analysis for Electronic Noses,” in *Handbook of Machine Olfaction*, 2003, pp. 133–160.
- [47] G. V. P. Reddy, “Plant volatiles mediate orientation and plant preference by the predator *Chrysoperla carnea* Stephens ( Neuroptera : Chrysopidae ),” vol. 25, pp. 49–55, 2002.
- [48] P. Adhikary, A. Mukherjee, and A. Barik, “Role of surface wax alkanes from *Lathyrus sativus* L. seeds for attraction of *Callosobruchus maculatus* (F.) (Coleoptera: Bruchidae),” *J. Stored Prod. Res.*, vol. 59, pp. 113–119, Oct. 2014.
- [49] M. a. Birkett, T. J. a. Bruce, and J. a. Pickett, “Repellent activity of *Nepeta grandiflora* and *Nepeta clarkei* (Lamiaceae) against the cereal aphid, *Sitobion avenae* (Homoptera: Aphididae),” *Phytochem. Lett.*, vol. 3, no. 3, pp. 139–142, Sep. 2010.
- [50] N. Desneux, H. Rafalimanana, and L. Kaiser, “Dose-response relationship in lethal and behavioural effects of different insecticides on the parasitic wasp *Aphidius ervi*,” *Chemosphere*, vol. 54, no. 5, pp. 619–27, Feb. 2004.
- [51] M. Joly, B. Michel, B. Deputte, and J.-M. Verdier, “Odor discrimination assessment with an automated olfactometric method in a prosimian primate, *Microcebus murinus*,” *Physiol. Behav.*, vol. 82, no. 2–3, pp. 325–9, Sep. 2004.

- [52] A. R. S. Inc., “ARS Inc. Bio-Assay Equipment Home,” 2005. [Online]. Available: <http://www.ars-fla.com/mainpages/Bio-Assay/Bio-Assay.html>.
- [53] Odournet, “Product catalogue,” 2014. [Online]. Available: [http://www.odournet.com/fileadmin/uploads/product\\_catalogues/Odournet\\_PC\\_2014\\_DRAFT\\_20141031.pdf](http://www.odournet.com/fileadmin/uploads/product_catalogues/Odournet_PC_2014_DRAFT_20141031.pdf).
- [54] St. Croix Sensory, “Nasal Ranger,” 2014. [Online]. Available: <http://www.nasalranger.com/>.
- [55] Burghart, “Burghart-mt,” 2014. [Online]. Available: <http://www.burghart-mt.de/index.php?p1=produkte&p2=olfaktometrie>.
- [56] J. U. Sommer, W. Maboshe, M. Griebe, C. Heiser, K. Hörmann, B. a Stuck, and T. Hummel, “A mobile olfactometer for fMRI-studies.,” *J. Neurosci. Methods*, vol. 209, no. 1, pp. 189–94, Jul. 2012.
- [57] R. Popp, M. Sommer, and J. Müller, “Olfactometry in fMRI studies : odor presentation using nasal continuous positive airway pressure,” pp. 171–176, 2004.
- [58] M. Vigouroux, B. Bertrand, V. Farget, J. Plailly, and J. P. Royet, “A stimulation method using odors suitable for PET and fMRI studies with recording of physiological and behavioral signals.,” *J. Neurosci. Methods*, vol. 142, no. 1, pp. 35–44, Mar. 2005.
- [59] S. Marco, “The need for external validation in machine olfaction: emphasis on health-related applications.,” *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 406, no. 16, pp. 3941–56, Jun. 2014.
- [60] P. Gwiżdż, a. Brudnik, and K. Zakrzewska, “Temperature Modulated Response of Gas Sensors Array - Humidity Interference,” *Procedia Eng.*, vol. 47, pp. 1045–1048, 2012.
- [61] E. Psillakis and V. Gekas, “Odor Problems in the Food Industry,” in *Odors in the Food Industry*, 2006, pp. 1–13.
- [62] P. Littarru, “Environmental odours assessment from waste treatment plants: dynamic olfactometry in combination with sensorial analysers ‘electronic noses’ .,” *Waste Manag.*, vol. 27, no. 2, pp. 302–9, Jan. 2007.
- [63] A. Vergara, S. Vembu, T. Ayhan, M. A. Ryan, M. L. Homer, and R. Huerta, “Chemical gas sensor drift compensation using classifier ensembles,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 166–167, pp. 320–329, 2012.
- [64] S. H. Hirano, G. R. Hayes, and K. N. Truong, “uSmell: exploring the potential for gas sensors to classify odors in ubicomp applications relative to airflow and distance,” *Pers. Ubiquitous Comput.*, 2014.
- [65] R. Seifert, H. B. Keller, and H. Kohler, “SimSens - A new mathematical

- procedure for simultaneous analysis of gases with resistive gas sensors,” *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 209, pp. 203–207, 2015.
- [66] J. Jin, S. Deng, X. Ying, X. Ye, T. Lu, and G. Hui, “Study of herbal tea beverage discrimination method using electronic nose,” *J. Food Meas. Charact.*, vol. 9, no. 1, pp. 52–60, 2015.
- [67] E. Polit, M. Calle, and F. Tom, “An active, inverse temperature modulation strategy for single sensor odorant classification,” vol. 206, pp. 555–563, 2015.
- [68] X. Yin, L. Zhang, F. Tian, and D. Zhang, “Temperature Modulated Gas Sensing E-Nose System for Low-Cost and Fast Detection,” *IEEE Sens. J.*, vol. 16, no. 2, pp. 464–474, 2016.
- [69] E. I. Mohamed, M. A. Mohamed, M. H. Moustafa, and A. M. Moro, “Qualitative analysis of biological tuberculosis samples by an electronic nose-based artificial neural network,” *Int J Tuberc Lung Dis*, vol. 21, no. March, pp. 810–817, 2017.
- [70] L. F. Valdez, “Desarrollo de un olfactómetro controlado por computadora para investigación clínica,” Cinvestav, 2014.
- [71] L. F. Valdez and J. M. Gutiérrez, “Chocolate classification by an electronic nose with pressure controlled generated stimulation,” pp. 1–17, 2016.
- [72] V. Acierno, S. Yener, M. Alewijn, F. Biasioli, and S. Van Ruth, “Factors contributing to the variation in the volatile composition of chocolate: Botanical and geographical origins of the cocoa beans, and brand-related formulation and processing,” *Food Res. Int.*, vol. 84, pp. 86–95, 2016.



# Apendice I Productos resultantes del trabajo de tesis

---

## **I.1 Artículos publicados en extenso en revistas internacionales indexadas con arbitraje estricto.**

L. F. Valdez and J. M. Gutiérrez, “Chocolate Classification by an Electronic Nose with Pressure Controlled Generated Stimulation,” *Sensors (Basel)*, vol. 16, no. 10, 2016.

## **I.2 Artículos publicados en extenso en memorias de congresos internacionales con arbitraje estricto.**

L. F. Valdez and J. M. Gutierrez, “Portable olfactometric platform,” *2016 Glob. Med. Eng. Phys. Exch. Am. Heal. Care Exch. GMEPE/PAHCE 2016*, pp. 3–8, 2016.

L. F. Valdez and J. M. Gutierrez, “Towards a common affordable E-nose platform for clinical applications and research,” in *2018 Global Medical Engineering Physics Exchanges/Pan American Health Care Exchanges, GMEPE/PAHCE 2018*, 2018.

## **I.3 Estancias de Investigación.**

Estancia de Investigación en el Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C. en Chihuahua, Chihuahua bajo la tutela de la Dra. Berenice Domínguez Cruz. En esta estancia se estudiaron los principios de cromatografía de gases para la determinación de la concentración de compuestos volátiles y se colaboró en la puesta a punto de un extrusor para la fabricación de filamento para impresión 3D.

Estancia de investigación en el Instituto de Bioingeniería de Catalunya (IBEC) en Barcelona, España bajo la tutela del Dr. Santiago Marco Colas. En esta estancia se estudiaron los principios de funcionamiento de los detectores de foto-ionización y se diseñó un dispositivo de microcanales para hacer el registro simultáneo de señales de compuestos volátiles con sensores de gas de la serie TGS y un detector detector

rápido de fotoionización con mira a mejorar el desempeño de ambos dispositivos al analizarse sus señales. Como producto escrito se tiene el envío de un artículo al ISOEN (The International Symposium on Olfaction and Electronic Nose) 2019 con título “*High-bandwidth e-nose for rapid tracking of turbulent plumes*”.

Article

# Chocolate Classification by an Electronic Nose with Pressure Controlled Generated Stimulation

Luis F. Valdez and Juan Manuel Gutiérrez \*

Bioelectronics Section, Department of Electrical Engineering, CINVESTAV, Mexico City 07360, Mexico; fvaldez@cinvestav.mx

\* Correspondence: mgutierrez@cinvestav.mx; Tel.: +52-55-5747-3800; Fax: +52-55-5747-3981

Academic Editors: Takeshi Onodera and Kiyoshi Toko

Received: 30 August 2016; Accepted: 13 October 2016; Published: 20 October 2016

**Abstract:** In this work, we will analyze the response of a Metal Oxide Gas Sensor (MOGS) array to a flow controlled stimulus generated in a pressure controlled canister produced by a homemade olfactometer to build an E-nose. The built E-nose is capable of chocolate identification between the 26 analyzed chocolate bar samples and four features recognition (chocolate type, extra ingredient, sweetener and expiration date status). The data analysis tools used were Principal Components Analysis (PCA) and Artificial Neural Networks (ANNs). The chocolate identification E-nose average classification rate was of 81.3% with 0.99 accuracy (Acc), 0.86 precision (Prc), 0.84 sensitivity (Sen) and 0.99 specificity (Spe) for test. The chocolate feature recognition E-nose gives a classification rate of 85.36% with 0.96 Acc, 0.86 Prc, 0.85 Sen and 0.96 Spe. In addition, a preliminary sample aging analysis was made. The results prove the pressure controlled generated stimulus is reliable for this type of studies.

**Keywords:** E-noses; olfactometer; metal oxide gas sensors

## 1. Introduction

Food analysis has always been important in order to characterize the properties of foods and their constituents. To obtain this information, it is common to use sophisticated procedures capable of providing a complete fingerprint on a wide variety of characteristics associated with the composition, structure, physicochemical properties, and sensory attributes [1]. In the last two decades, the technology of aroma-sensors has been developed and is now a competitive analytical tool even with the classical analytical chemistry methods such as gas chromatographic techniques. These novel analytical tools known as Electronics Noses (E-noses) can be successfully used as a rapid screening technique in aroma analysis [2]. An E-nose is an electronic device that tries to emulate the mammalian olfactory system process of detection, recording, memory search and recognition of odors. Its main component is an array of nonspecific chemical sensors [3].

Nowadays, we can find several works on the E-nose field, each one with different goals like food products evaluation [4–7], environment safety [8–11], disease diagnosis [12–14], etc. Making a review of the mentioned systems in the last decade, we can divide E-noses into three main blocks, each one presenting a few variations:

- The “odor sampling” unit is the one in charge of supplying a controlled “stimulus” to the sensor array. The controlled features can be different for each device, and the most widely used is flow control.
- The sensor array contains more than one gas sensor, which might have different gas sensors technology, gas chamber shapes and sensor distribution.

- The data processing unit is the one in charge of recording and recognition of the odors. It uses a combination of multiple techniques to extract the useful data from the sensors signals. Some of these techniques are Linear Discriminant Analysis (LDA), Principal Component Analysis (PCA), Artificial Neuronal Networks (ANNs), Support Vector Machines (SVM) and other artificial intelligence tools. This block implementation can be found on a variety of devices from personal computer to a digital signal processor.

The purpose of this work is to analyze the response of a Metal Oxide Gas Sensor (MOGS) array to a flow controlled stimulus generated in a pressure controlled canister using our portable olfactometer design [15] and build an E-nose. The selected odor source was chocolate because it is a commercialized product worldwide and one of the most popular snacks in the world. In addition, there are various products and, usually, its real contents or ingredient quality is unknown. There are some works related to the characterization and evaluation of chocolate, they use different techniques and procedures like colorimetry, panelist groups, high performance liquid chromatography (HPLC), High-sensitivity-Proton Transfer Reaction Mass Spectrometry (HS-PTR-MS), Fourier Transformed Infrared Spectroscopy (FT-IR), Gas Chromatography (GC) or Mass Spectrometry, among others [16–21]. These studies indicate chocolate can be characterized by its volatiles composition being a mix of alcohols, aldehydes, esters, ketones, furans, pyrans, pyrazines, pyridines, pyrroles, phenols, pyrenes and thiozoles [19]. This composition may be sensed by the MOGSs array to make an evaluation of their quality, freshness or even its packing/storage quality. Finally, we will evaluate the possibility to integrate our olfactometer design and the build E-nose in a portable “product odor evaluation platform” to characterize other products with ease.

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Samples

The chocolate samples were taken from 26 commercial chocolate bars that share one or more characteristics between them (a complete description of the set is shown in Table S1). Considering the label description, the different chocolate bars were grouped as follows: first classification according to chocolate type (dark, soft dark and milk chocolate), followed by a second classification with 5 groups based in the extra ingredients (fruit, oils, etc.) added to the bars, a third classification based in the sweetener (with sugar and sugar free), and a fourth one based on the expiration date (spoiled and unspoiled). The samples subdivision is shown in Table 1. All chocolate bars were stored in separated sealed airtight bags at room temperature.

**Table 1.** Sample subdivision according to properties of interest.

Group/Characteristic	Total Number of Samples	Subgroup	Subgroup Tag	Number of Samples
Chocolate type	26	Dark chocolate	DK	10
		Soft dark chocolate	SD	12
		Milk chocolate	ML	4
Extra Ingredient	26	Coconut	CO	1
		Strawberry	ST	2
		Orange	OR	1
		Mint	MI	1
		Pistachio	PI	1
		None	-	20
Sweetener	26	Sugar	SU	21
		Sugar free	-	5
Expiration date status	26	Unspoiled	-	25
		Spoiled	SP	1

## 2.2. Olfactometer

A homemade laboratory olfactometer [15] was used to control the sensor array stimulation. The main function of an olfactometer is to produce a controlled olfactory stimulus. In our design, the stimulus is produced by controlling the pressure inside the odor canister (a 100 mL glass flask where the liquid or solid odorant samples are placed) and activating the output valve of the desired channel. The olfactometer can make mixes between 4 odor channels and a clean air channel. It can use the clean air channel to generate a carrier flow and dilute the odor stimulus if needed.

Figure 1 illustrates the general dynamics of one channel when its output is activated. The pressure in the canister ( $p$ ) is regulated by controlling the clean air input giving the needed increase of pressure ( $\Delta p_i$ ) to reach the desired pressure and after it is achieved it will only compensate the pressure decrease ( $\Delta p_o$ ) produced by the odorized air output. With the canister pressure controlled, the output flow will also be controlled. Considering all the experiments were conducted in laboratory-controlled environment (room temperature of 25 °C) and that the temperature of the canister is the same as the room temperature a regular volatilization of the volatile compounds in the sample can be achieved. This process will be ruled by the vapor pressure of the volatile compounds mixture and the selected system pressure, but we must consider that a steady concentration of the volatile compounds at the output will be obtained only if the composition of the mixture remains the same.

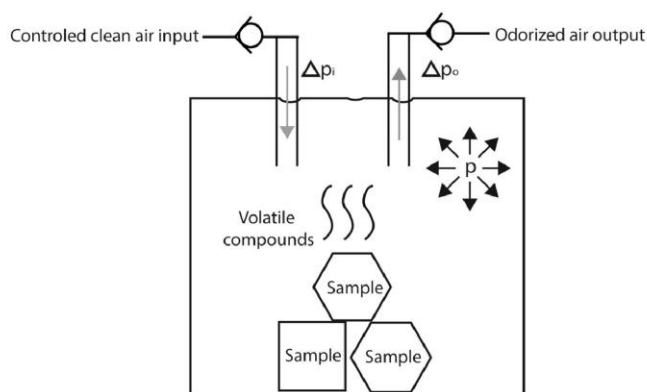


Figure 1. General odor canister dynamics.

The test routine will be programmed using its graphical interface and signal acquisition will be synchronized using the olfactometer digital outputs.

## 2.3. E-Nose Sensor Array

E-nose sensor array case design and sensors characteristics. The sensor array used was composed by 7 commercial MOGSs plus a temperature sensor. The gas sensors were placed inside of a 3D printed case made of polylactide (PLA) and the temperature sensor is located in the middle of the array as shown in Figure 2. O-rings were placed between the sensors and the case to avoid possible leaks. Finally, the olfactometer was connected to the sensor array via polytetrafluoroethylene (PTFE) tubing with 30 cm length and 1 mm of intern diameter.

Sensor	Model	Brand	Main Detection
1	MQ-8	Winsen	Hydrogen
2	MQ-9	Henan Hanwei	CO and combustible gases
3	MQ-6	Winsen	LPG
4	MQ-7	Parallax	CO
5	MQ-5	Parallax	LPG, natural gas
6	MQ-3	Parallax	Alcohol and Benzine
7	MQ-2	Parallax	LPG, i-butane, propane
8	LM 35	Texas Instruments	Temperature

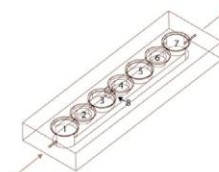


Figure 2. E-nose sensor array case design and sensors characteristics.

#### 2.4. Test Settings

The test platform was built using the reported olfactometer [15] to control the stimulus, the sensors array, a data acquisition board (Measurement Computing, PMD-1608FS) and a personal computer as is shown in Figure 3. Two sensor arrays were constructed; one was used in experiment 1 and the other in experiment 2.

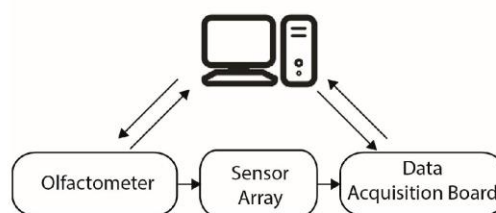


Figure 3. General setting of the system.

A sensor array preparation routine was executed before the tests were started; it consists on the activation of the sensor array heaters and the carrier airflow (clean air channel at 250 mL/min) at least 72 h before the first sample was introduced to the olfactometer. This routine is necessary to achieve a steady response of the sensor array. The heater and carrier flow will not be turned off until the end of all the experiments.

Sensor array and synchronization signals were recorded with a sample rate of 10 Hz for experiment 1 and 1 Hz for experiment 2. The test sequence was:

- 1 Ten grams of a chocolate bar were placed inside a clean canister of the olfactometer (after the sample was taken the chocolate was stored in its airtight bag). For experiment 1, the canister was connected to the olfactometer right away. Instead, for experiment 2, a cap was placed and the sample was stored for 48 h before connecting it.
- 2 Two minutes of 200 mL/min odor flow (generated by one of the olfactometer channels with the sample in and a canister pressure of 0.08 bar)
- 3 A cleaning sequence of 5 min pause, 2 min of 200 mL/min flow (generated by a second olfactometer channel with clean empty canister at 0.08 bars) and another 5 min pause.
- 4 Points 2 and 3 were repeated 40 times.
- 5 Wait at least 2 h and repeat from point 1 with the next sample.

Experiment 1 was conducted from 10 to 30 May and experiment 2 from 3 to 10 June. In addition, experiment 2 was only conducted for the first 10 chocolate bars. The reasons of the changes in experiment 2 will be explained later.

### 2.5. Signal Processing

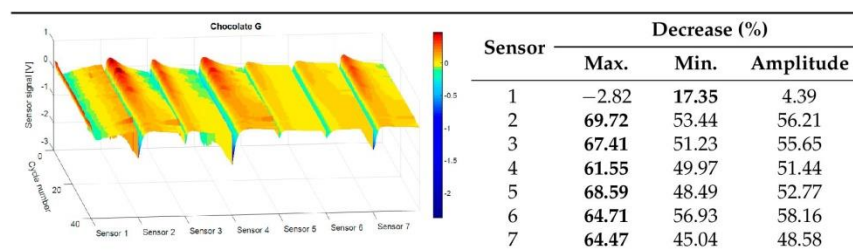
After the acquisition of the signals, the 2-min sections of odor stimulation were segmented from the record. Each segment was centered by subtracting its mean value. Data analysis was made to evaluate the frequency and data content of the signals. After the analysis, it was decided to reduce the sample frequency of experiment 2 in order to reduce the data to process in the future when the E-nose is implemented in an embedded device.

The segmented data were organized in a data matrix; the experiment 1 data were subsampled using a moving average filter of 9 samples to 1 Hz making both experiment vectors the same length. The obtained data base size was  $120 \times 8 \times 26 \times 40$  (samples, sensors, chocolate bars, and repetitions) for experiment 1 and  $120 \times 8 \times 10 \times 40$  for experiment 2.

A preliminary PCA was made to evaluate the dispersion of the obtained data; gas sensor data was concatenated and all the tests were organized as rows for each experiment, giving a  $1040 \times 840$  matrix to apply PCA for feature selection in experiment 1 and  $400 \times 840$  for experiment 2. Afterwards, ANNs were used to build classification models to prove the acquired signals can be used to identify which chocolate is analyzed or to identify some of its characteristics.

### 3. Results and Discussion

Recorded data were analyzed in order to identify differences between experiments or along them. Figure 4 shows the concatenated response of the gas sensors across the 40 test cycles in experiment 1 for chocolate G, where a decrease in the maximum value of the signal is observed from the first test to the last. We must consider sensor 1 shows a decreasing response so its minimum value is the one to be evaluated. The depletion of the volatile compounds in the samples or sample oxidation may be the responsible of this change so it can be associated with an aging process.



**Figure 4.** Gas sensors response to chocolate G stimulation across experiment 1. Bold numbers for the greater decrease.

To see if this process is also shown using an aged sample, the preparation protocol was modified by adding the 48 h storage of the samples before starting the test. In this way, we expect to capture an advanced stage of this aging process. The aging process is clearly visible by observing the results on Figure 5; there are no crests at the start of the test. However, the signals still show a decrease in the response of the sensors this may indicate the pressure controlled canister helps to have a regular depletion of the volatile compounds. Nevertheless, further tests are needed to identify if this measure can be used to evaluate this sample aging. If it is possible, it can be used for chocolates and similar products as a quality characteristic or to evaluate its packing/storage state.

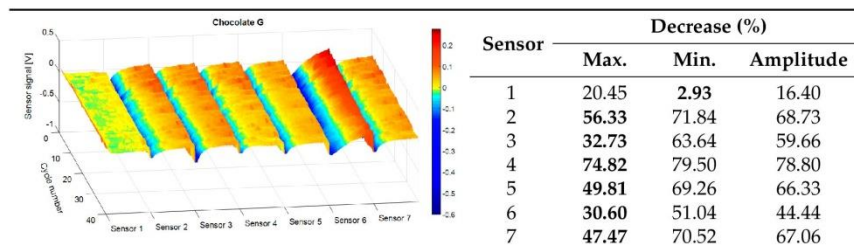


Figure 5. Gas sensors response to chocolate G across experiment 2. Bold numbers for the greater decrease.

The aging of the samples can only be attributed to the alteration or loss of their volatile compounds and not to the sensor aging drift. Aging drift was considered to be non-existent considering the whole experimental phase spans around one month and based on a study of long term stability of MOGS, the variations in the signal amplitude are around 2.5% per month [22].

Once the pressure controlled generated stimulus proved to produce a stable response in the sensor array, a PCA analysis was done in order to build a preliminary recognition model, expecting to see some clustering produced by the variations in the volatiles composition of chocolate and brand-related processing as stated in [18]. Figures 6 and 7 show Experiment 1 and Experiment 2 PCA results, respectively, where we can see some clustering based on chocolate type. Other PCA results can be consulted on the supplementary materials (Figures S1–S6) colored to see clustering associated to other characteristics such as extra ingredients, sweetener and expiration date.

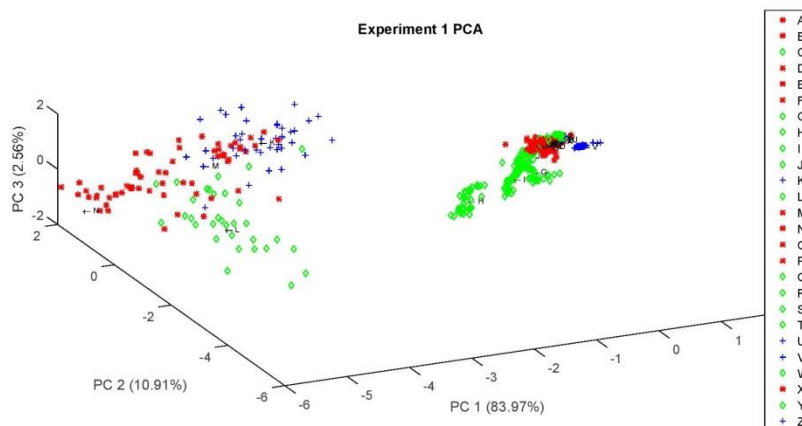
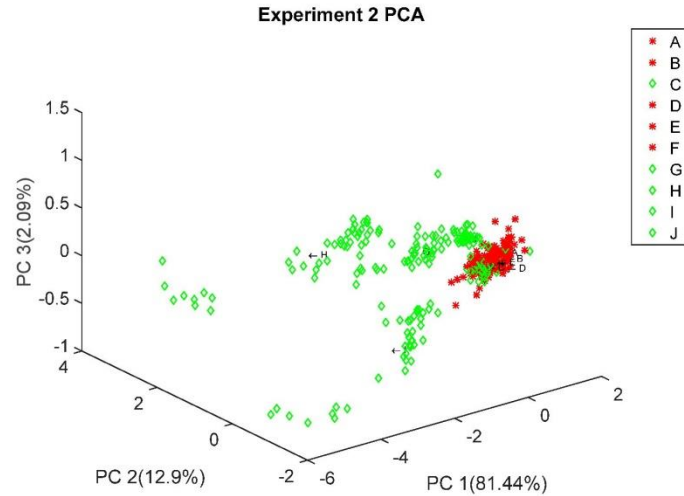


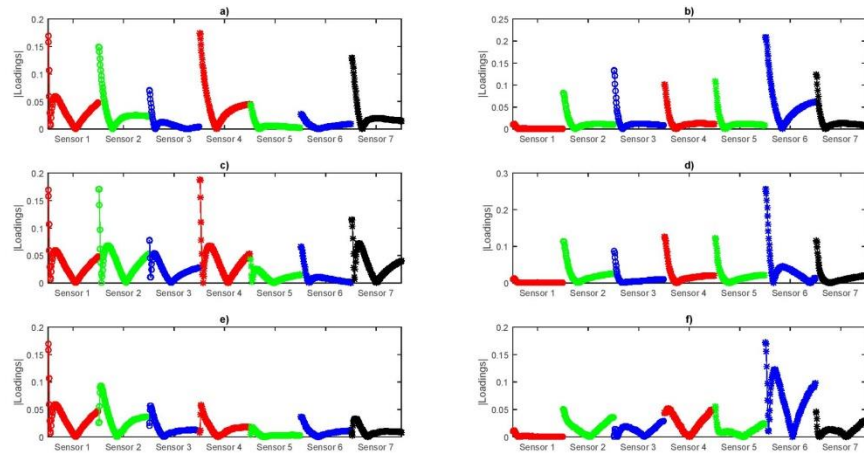
Figure 6. Experiment 1 PCA colored by chocolate type (Red, Dark; Green, soft dark; and Blue, milk). A to Z tags correspond to the chocolate samples listed in Table S1.





**Figure 7.** Experiment 2 PCA, colored by chocolate class (Red, dark; and Green, soft dark). A to J tags correspond to the chocolate samples listed in Table S1.

Besides the clustering, we can analyze the contribution of each sensor from the loadings of the first three components shown in Figure 8, where we can see in experiment 1 all the sensors contribute but in experiment 2 sensor 1 has almost no contribution to the Principal Components (PCs) indicating that it reacts almost in the same way for all the aged samples. PC4 to PC18 Loadings plots can be consulted in Supplementary Materials (Figures S7–S12). Nevertheless, we will make use of the whole array data according to the concept of an E-nose.



**Figure 8.** Experiment 1 and 2 loadings plot (X-axis corresponding to sensor array signals and Y-axis to the absolute value of the loadings). (a) Experiment 1 PC1; (b) Experiment 2 PC1; (c) Experiment 1 PC2; (d) Experiment 2 PC2; (e) Experiment 1 PC3 and (f) Experiment 2 PC3.

The other objective of the PCA was focused on the dimensionality reduction of the input vector that feed the ANN. In this way, some of the PCs were selected, considering that the accumulative variance of the them was at least 95% [23]. The dimensionality reduction assures the constructed network will be easily implemented in hardware as part of an on-line identification device in the near future. Two different classifiers were made using Multilayer Perceptron Neural Networks (MLPs). The first one will identify which chocolate is being analyzed, so it will have one output neuron for each trained chocolate bar (experiment 1, 26 neurons; and experiment 2, 10 neurons). Several tests were made for the optimization of the network architecture and selection of the number of PCs to be used. The selected architectures based in its performance and dimensionalities were:

- Experiment 1:  $15 \times 10 \times 26$  with sigmoid tangent activation functions in the hidden and output layer. The classifier threshold was set from 0.8 to 1.
- Experiment 2:  $10 \times 6 \times 10$  with sigmoid tangent activation functions in the hidden and output layer. The classifier threshold was set from 0.8 to 1.

Training was conducted for each experiment with 75% of the data (30 cycles per sample) and tested with the remaining information (10 cycles per sample) using the Resilient Back Propagation (Rprop) training algorithm [24]. Training settings are shown on Table S2. Cross validation was made through K-fold validation algorithm with  $k = 4$ .

The tests average results for 10 repetitions of training and validation after random selection of the training and test data is shown on Table 2 for experiment 1 and Table 3 for experiment 2. Experiment 1 classification rate is 93.2% for training and 84.2% for test. Experiment 2 classification rate is 94.6% for training and 79.7% for test.

**Table 2.** Classification results of classifier 1 with experiment 1 data.

Classifier	Classification Rate (%)	Accuracy	Precision	Sensitivity	Specificity
A	82.50	0.99	0.80	0.83	0.99
B	82.25	0.98	0.78	0.82	0.99
C	65.75	0.97	0.65	0.66	0.99
D	78.75	0.98	0.77	0.79	0.99
E	47.75	0.97	0.68	0.48	0.99
F	45.50	0.97	0.66	0.46	0.99
G	95.75	1.00	0.95	0.96	1.00
H	97.25	1.00	0.94	0.97	1.00
I	98.25	1.00	0.97	0.98	1.00
J	97.50	1.00	0.96	0.98	1.00
K	93.50	1.00	0.95	0.94	1.00
L	85.50	0.99	0.91	0.86	1.00
M	85.50	0.99	0.89	0.86	1.00
N	90.75	0.99	0.93	0.91	1.00
O	71.75	0.98	0.79	0.72	0.99
P	75.25	0.98	0.81	0.75	0.99
Q	74.75	0.99	0.85	0.75	0.99
R	94.25	0.99	0.87	0.94	0.99
S	94.25	0.99	0.88	0.94	0.99
T	92.25	0.99	0.90	0.92	1.00
U	93.00	0.99	0.91	0.93	1.00
V	99.50	1.00	0.95	1.00	1.00
W	92.00	0.99	0.88	0.92	0.99
X	75.75	0.99	0.85	0.76	0.99
Y	90.75	0.99	0.83	0.91	0.99
Z	88.50	0.99	0.86	0.89	0.99
Average	84.2	0.99	0.86	0.84	0.99

**Table 3.** Classification results of classifier 1 with experiment 2 data.

Classified as: <sup>1</sup>	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	Accuracy	Precision	Sensitivity	Specificity
A	<b>6.6</b>	1.7	0.1	0.1	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.98	0.76	0.66	0.98
B	1.5	<b>6.8</b>	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.98	0.81	0.68	0.98
C	0.0	0.0	<b>6.1</b>	0.1	0.7	0.9	0.0	0.0	0.0	0.0	0.98	0.77	0.61	0.98
D	0.1	0.1	0.2	<b>9.5</b>	0.2	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	0.99	0.94	0.95	0.99
E	0.0	0.0	0.8	0.1	<b>7.1</b>	0.4	0.0	0.1	0.1	0.0	0.99	0.86	0.71	0.99
F	0.0	0.0	1.1	0.0	0.7	<b>6.7</b>	0.1	0.1	0.0	0.0	0.98	0.77	0.67	0.99
G	0.0	0.0	0.1	0.0	0.0	0.1	<b>8.9</b>	0.2	0.0	0.3	0.99	0.92	0.89	0.99
H	0.0	0.1	0.1	0.0	0.1	0.1	0.4	<b>9.1</b>	0.1	0.1	0.99	0.92	0.91	0.99
I	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.1	0.0	0.1	<b>9.8</b>	0.0	1	0.97	0.98	1
J	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.3	0.1	0.2	<b>9.3</b>	0.99	0.93	0.93	0.99
Total classification rate						79.7%			Average		0.99	0.87	0.80	0.99

<sup>1</sup> Bold numbers for correct classification.

We can highlight some trends in the results:

- In both experiments, the chocolates that contain fruit have a better classification rate than other chocolates, as expected from the PCA results.
- In experiment 2, from chocolates without fruit, the best classification is observed in Chocolate D. It has the peculiarity of being the only sugar free chocolate included in this test.
- In both experiments, Chocolates B and E have a low confusion rate between them despite being from the same brand. This may point the E-nose has the ability to differentiate between spoiled and fresh samples.

The second classifier used a 10-output codification; this network will try to classify the samples as shown on Table 1 to verify if it possible to identify these chocolate characteristics at the same time. The selected architecture was  $30 \times 10 \times 10$  with sigmoid tangent activation functions in the hidden and output layers because of its performance. Training was conducted as the previous classifier (75% training and 25% test). K-fold cross validation with  $k = 4$  was performed and the test average results for 10 repetitions of training and validation after random selection of the training and test data is shown on Table 4 for experiment 1, giving an average classification rate of 85.36%.

**Table 4.** Test classification results of classifier 2 with experiment 1 data.

Classified as:	Classification Rate	Accuracy	Precision	Sensitivity	Specificity
DK	87.00	0.92	0.92	0.87	0.95
SDK	93.08	0.91	0.89	0.93	0.90
ML	88.56	0.96	0.87	0.89	0.98
CO	96.50	1.00	0.95	0.97	1.00
ST	73.38	0.97	0.89	0.73	0.99
OR	97.50	1.00	0.97	0.98	1.00
MI	95.25	1.00	0.94	0.95	1.00
PI	93.75	0.99	0.79	0.94	0.99
SU	93.61	0.92	0.96	0.94	0.86
SP	35.00	0.96	0.45	0.35	0.98
Average	85.36	0.96	0.86	0.85	0.96

The results indicate:

- Chocolate samples can be correctly classified as dark, soft dark and milk chocolate regardless of its other ingredients. In addition, these ingredients can be identified.
- It is possible that the used sweetener modifies the volatile compounds and that is why sugar classifier have a good performance and the strawberry classifier has troubles classifying Q samples that have Splenda® (Tate & Lyle, London, UK) as sweetener.
- Spoiled samples classifier has a bad performance but this can be caused by the lack of samples, so we propose to make another study with more spoiled samples in the future.

For experiment 2, the same classification was made but the outputs were reduced to eight based on the analyzed samples. The classifier architecture was  $30 \times 10 \times 8$  and the results are shown in Table 5.

**Table 5.** Test classification results of classifier 2 with experiment 2 data.

Classified as: <sup>1</sup>	Chocolate Sample										C. Rate (%)	Acc.	Prc.	Sen.	Spe.
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J					
DK	<b>9.38</b>	<b>9.93</b>	0.13	<b>8.48</b>	<b>9.95</b>	<b>9.03</b>	0.03	0.00	0.08	0.00	93.50	0.97	1.00	0.94	1.00
SDK	0.08	0.00	<b>7.48</b>	0.08	0.00	0.15	<b>9.80</b>	<b>9.83</b>	<b>9.75</b>	<b>9.83</b>	93.35	0.96	0.99	0.93	0.99
CO	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.03	<b>8.03</b>	0.00	0.00	0.03	80.25	0.98	0.99	0.80	1.00
ST	0.00	0.00	0.03	0.00	0.00	0.00	0.03	<b>9.60</b>	0.00	0.00	96.00	1.00	0.99	0.96	1.00
OR	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	<b>9.60</b>	0.00	96.00	1.00	1.00	0.96	1.00
MI	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.08	<b>8.38</b>	83.75	0.98	0.99	0.84	1.00
SU	<b>9.23</b>	<b>9.78</b>	<b>8.95</b>	0.25	<b>7.70</b>	<b>9.63</b>	<b>9.95</b>	<b>9.95</b>	<b>9.98</b>	<b>10.00</b>	94.61	0.95	1.00	0.95	0.98
SP	0.00	0.00	0.00	0.03	<b>6.73</b>	2.8	0.00	0.00	0.01	0.00	67.25	0.96	0.88	0.67	0.99
Average											88.09	0.98	0.98	0.88	0.99

<sup>1</sup> Bold numbers for correct classification.

The results show good performance of the classifier but we must make a couple of notes:

- After the samples were aged, they could still be classified with similar performance.
- Spoiled sample detection was better in experiment 2. This can be explained if we consider the spoiled sample aging leads to the loss of the remaining volatile compounds or its accelerated decomposition.

The classifiers have a good performance considering the sensors used in the sensor array are one of the most simple and economic gas sensors available.

#### 4. Conclusions

This study demonstrates that the use of commercial and nonspecific gas sensors to cocoa volatile compounds can be useful in the characterization of real chocolate samples without any pretreatment. The results prove that the pressure controlled generated stimulus is reliable for these types of studies, and the employed sensor array gives sufficient data for the proposed classification through a characteristic fingerprint of a mixture of volatile compounds present in each sample.

Connected to this, the differences between the performance of experiment 1 and experiment 2 classifiers indicate the possibility to identify an aging sample process that must be considered in future experiments. This preliminary finding suggests that the analysis of this aging process could be improved, not only by the measure of a wide range of volatile compounds (integrating other MOGS to the current sensor array) but also using features related to the measuring conditions used. In addition, there is the alternative of evaluating sample aging itself, using features like the time or number of cycles that the maximum value of a signal takes to fall a certain percentage or others related to signal shape changes.

It is interesting to note that the integration between the olfactometer and the E-nose on a single device to obtain a “product odor evaluation platform” has shown good performance of discrimination and can be used to evaluate other products with ease in the near future.

**Supplementary Materials:** The following are available online at <http://www.mdpi.com/1424-8220/16/10/1745/s1>, Table S1: Chocolate samples description, Table S2: Training parameters for both classifiers, Table S3: Classifier 1, experiment 1 full test results, Table S4: Classifier 1, experiment 1 full training results, Table S5: Classifier 2, experiment 1 full test results, Table S6: Classifier 2, experiment 1 full training results, Figure S1: Experiment 1 PCA colored by extra ingredient, Figure S2: Experiment 2 PCA colored by extra ingredient, Figure S3: Experiment 1 PCA colored by Sweetener, Figure S4: Experiment 2 PCA colored by Sweetener, Figure S5: Experiment 1 PCA colored by expiration date, Figure S6: Experiment 1 PCA colored by expiration date, Figure S7: Experiment 1 PC1 to PC6 loadings plot, Figure S8: Experiment 1 PC7 to PC12 loadings plot, Figure S9: Experiment 1 PC13 to PC18 loadings plot, Figure S10: Experiment 2 PC1 to PC6 loadings plot, Figure S11: Experiment 2 PC7 to PC12 loadings plot, Figure S12: Experiment 2 PC13 to PC18 loadings plot, Test database.

**Acknowledgments:** Authors would like to express their gratitude to the Mexican National Council of Science and Technology (CONACyT) for the financial support and Ph.D. fellowship for Luis Fernando Valdez.

**Author Contributions:** All the authors contributed equally to this work.

**Conflicts of Interest:** The authors declare no conflict of interest.

## References

- Magdalena, S.; Wisniewska, P.; Dymerski, T.; Namiesnik, J.; Wardencki, W. Food Analysis Using Artificial Senses. *J. Agric. Food Chem.* **2014**, *62*, 1423–1448.
- Wilson, A.; Baietto, M. Applications and advances in electronic-nose technologies. *Sensors* **2009**, *9*, 5099–5148. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Patel, H.K. *The Electronic Nose: Artificial Olfaction Technology*; Biological and Medical Physics, Biomedical Engineering; Springer: New Delhi, India, 2014.
- Sberveglieri, V.; Carmona, E.N.; Comini, E.; Ponzoni, A.; Zappa, D.; Pirrotta, O.; Pulvirenti, A. A novel electronic nose as adaptable device to judge microbiological quality and safety in foodstuff. *Biomed. Res. Int.* **2014**, *2014*, 529519. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Biondi, E.; Blasioli, S.; Galeone, A.; Spinelli, F.; Cellini, A.; Lucchese, C.; Braschi, I. Detection of potato brown rot and ring rot by electronic nose: From laboratory to real scale. *Talanta* **2014**, *129*, 422–430. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Kiani, S.; Minaei, S.; Ghasemi-Varnamkhasti, M. Application of electronic nose systems for assessing quality of medicinal and aromatic plant products: A review. *J. Appl. Res. Med. Aromat. Plants* **2016**, *3*, 1–9. [[CrossRef](#)]
- Kiani, S.; Minaei, S.; Ghasemi-Varnamkhasti, M. A portable electronic nose as an expert system for aroma-based classification of saffron. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* **2016**, *156*, 148–156. [[CrossRef](#)]
- Olguín, C.; Laguarda-Miró, N.; Pascual, L.; García-Breijo, E.; Martínez-Mañez, R.; Soto, J. An electronic nose for the detection of Sarin, Soman and Tabun mimics and interfering agents. *Sens. Actuators B Chem.* **2014**, *202*, 31–37. [[CrossRef](#)]
- Joseph, P.; Bakirtzis, D.; Vieille, A. An “electronic nose” as a potential device for fire detection of forest product fire loads in enclosures. *Wood Mater. Sci. Eng.* **2015**, *10*, 130–144. [[CrossRef](#)]
- Deshmukh, S.; Jana, A.; Bhattacharyya, N.; Bandyopadhyay, R.; Pandey, R.A. Quantitative determination of pulp and paper industry emissions and associated odor intensity in methyl mercaptan equivalent using electronic nose. *Atmos. Environ.* **2014**, *82*, 401–409. [[CrossRef](#)]
- Herrero, J.L.; Lozano, J.; Santos, J.P.; Suárez, J.I. On-line classification of pollutants in water using wireless portable electronic noses. *Chemosphere* **2016**, *152*, 107–116. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Adiguzel, Y.; Kulah, H. Biosensors and Bioelectronics Breath sensors for lung cancer diagnosis. *Biosens. Bioelectron.* **2015**, *65*, 121–138. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Bruins, M.; Rahim, Z.; Bos, A.; Van De Sande, W.W.J.; Endtz, H.P.; Van Belkum, A. Diagnosis of active tuberculosis by E-nose analysis of exhaled air. *Tuberculosis* **2013**, *93*, 232–238. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Schnabel, R.M.; Boumans, M.L.; Smolinska, A.; Stobberingh, E.E.; Kaufmann, R.; Roekaerts, P.M.; Bergmans, D.C. Electronic nose analysis of exhaled breath to diagnose ventilator-associated pneumonia. *Respir. Med.* **2015**, *109*, 1454–1459. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Valdez, L.F.; Gutiérrez, J.M. Portable olfactometric platform. In Proceedings of the 2016 Global Medical Engineering Physics Exchanges/Pan American Health Care Exchanges (GMEPE/PAHCE), Madrid, Spain, 4–9 April 2016; pp. 1–6.
- Popov-Raljic, J.V.; Lalicic-Petronijevic, J.G. Sensory properties and color measurements of dietary chocolates with different compositions during storage for up to 360 days. *Sensors* **2009**, *9*, 1996–2016. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Cheng, C.M.; Jalil, A.M.M.; Ismail, A. Phenolic and theobromine contents of commercial dark, milk and white chocolates on the Malaysian market. *Molecules* **2009**, *14*, 200–209.
- Aciermo, V.; Yener, S.; Alewijn, M.; Biasioli, F.; Van Ruth, S. Factors contributing to the variation in the volatile composition of chocolate: Botanical and geographical origins of the cocoa beans, and brand-related formulation and processing. *Food Res. Int.* **2016**, *84*, 86–95. [[CrossRef](#)]
- Compagnone, D.; Faieta, M.; Pizzoni, D.; Di Natale, C.; Paolesse, R.; Van Caelenberg, T.; Beheydt, B.; Pittia, P. Quartz crystal microbalance gas sensor arrays for the quality control of chocolate. *Sens. Actuators B Chem.* **2015**, *207*, 1114–1120. [[CrossRef](#)]

20. Afoakwa, E.O.; Paterson, A.; Fowler, M.; Ryan, A. Matrix effects on flavour volatiles release in dark chocolates varying in particle size distribution and fat content using GC–mass spectrometry and GC–olfactometry. *Food Chem.* **2009**, *113*, 208–215. [CrossRef]
21. Hu, Y.; Pan, Z.J.; Liao, W.; Li, J.; Gruget, P.; Kitts, D.D.; Lu, X. Determination of antioxidant capacity and phenolic content of chocolate by attenuated total reflectance-Fourier transformed-infrared spectroscopy. *Food Chem.* **2016**, *202*, 254–261. [CrossRef] [PubMed]
22. Romain, A.C.; Nicolas, J. Chemical Long term stability of metal oxide-based gas sensors for E-nose environmental applications: An overview. *Sens. Actuators B. Chem.* **2010**, *146*, 502–506. [CrossRef]
23. Cetó, X.; Manuel, J.; Gutiérrez, M.; Céspedes, F.; Capdevila, J.; Mínguez, S.; Jiménez-jorquera, C. Analytica Chimica Acta Determination of total polyphenol index in wines employing a voltammetric electronic tongue. *Anal. Chim. Acta* **2012**, *732*, 172–179. [CrossRef] [PubMed]
24. Riedmiller, M.; Braun, H. A direct adaptive method for faster backpropagation learning: The RPROP algorithm. In Proceedings of the 1993 IEEE International Conference on Neural Networks, San Francisco, CA, USA, 28 March–1 April 1993; pp. 586–591.



© 2016 by the authors; licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC-BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

## Portable Olfactometric Platform

L. F. Valdez, J. M. Gutiérrez

Bioelectronics Section, Department of Electrical Engineering, CINVESTAV, 07360 Mexico City, Mexico  
Email: fvaldez@cinvestav.mx, mgutierrez@cinvestav.mx

*Abstract* — The aim of this work is to present an ongoing research related to the design of a computer controlled olfactometer, which can be used in olfaction studies and e-noses tests. This design doesn't use mass flow controllers instead it implements pressure controllers to regulate the output flow making it a less expensive solution. The designed device is PC controlled, portable and it has: Four ways/channels capable of handling solid and liquid odorant samples, its own clean air source, one clean air channel as odor carrier that allows dilutions, graphical interfaces for individual and cyclic stimulation, 8 supplementary analogic signal recording input ports and 5 digital input/output ports and two modes of operation single odor stimulation or odor mixing.

The average top flow obtained was of 0.57 L/min for odor channels and of 2 L/min for the clean air channel. The flow stabilization time of 1.577 s makes the device a potential alternative for olfactometric tests or e-nose characterization.

*Keywords* — Olfactometer, e-noses, olfactometry, odor.

### I. INTRODUCTION

Lately the olfactometry field it's growing at an increased speed thanks to the development of electronics and instrumentation. Giving the possibility to design and build devices with more accurate control of the olfactory stimulus. These devices known as olfactometers are used on several areas of science related to human and animal olfactometry studies, as well as applications with electronic noses (E-noses)[1–7].

The olfactometers have different features based on their specific field of application, but the most common classification is based on the kind of stimulation that they provide (passive or active)[8]. The main difference between the two kinds of stimulation is that passive stimulation needs of the ventilatory movements of the test subject to ensure that the odorant reach the olfactory receptors, whereas the active stimulation uses a controlled air flow current to deliver the stimulus into the olfactory receptors. Passive olfactometers are commonly used for quick tests (discrimination and identification between smells) such as the University of Pennsylvania Smell Identification Test (UPSIT) or the "sniffi'n sticks"[9]. The active olfactometers are used on experiments that need precise time control or the manipulation of one or more characteristics of the stimulus such as temperature, humidity, concentration, flow, etc.

The aim of this work is to present an ongoing research related to the design of a computer controlled olfactometer, which can be used in olfaction studies and e-noses tests. In electronics design, it's common to start from the scratch. However, in order to include the best features in our prototype, we started analyzing different reported works.

For human olfactometry there are some proposed designs in the last years [2], [5], [10–15] most of them aimed for fMRI studies and others for animal studies[6], [7], [16], [17]. Analyzing them we can see the basic architecture of an olfactometer. Every design starts with an "air supply" usually formed by a compressor and a pressure regulator inside or outside of the device, in some studies when no oxidation of the odorants is needed this supply is replaced by a nitrogen tank. When an airflow is supplied it's cleaned to eliminate possible odors by an active charcoal filter and a particle filter. The supplied flow is guided by the "odor control/selection unit"(formed by a series of solenoid and check valves) through the selected "odor canister" where the odorant is placed to produce the stimulus to be delivered and finally a delivery section where the produced stimulus is mixed with a carrier airflow (or other stimulus for olfactometers with odor mixers) and the mix is delivered to the study subject. A "must" in every device is the use of chemically inert and odor resistant materials like polytetrafluoroethylene (PTFE), stainless steel or glass; to keep the device clean and avoid odor contamination. There are other optional components like "temperature control" and "humidity control" but they are required only when specific conditions are needed for the test.

From this point, every design have different ways to control the flow supplied. The most popular way is to use mass flow controllers (MFCs) adjusted manually or via PC. The drawback on using MFCs is that they are expensive and commonly used at the output of the "air supply" where a mass flow control don't guarantee an steady output flow because gases are compressible. So a reliable and less expensive flow controller is desirable.

A weak point of almost every design is the lack of flexibility. They can't interact with other devices nor include other sensors for supplementary signal recording, also a few of them can act as an odor mixer so the present design will try to mend this problems.

## II. METHODOLOGY

### A. Design Characteristics

We established that our design must operate with the following characteristics: Portable, PC controlled, no MFC's, Four ways/channels, capable of handling solid and liquid odor sources, operational range for odor airflow from 0 to 0.5 L/min and 0 to 2 L/min for clean airflow, graphical interfaces for individual and cyclic stimulation, supplementary signal recording, having its own clean air source, at least four channels for odor mixing functions, one clean air channel as odor carrier or to make dilutions. The main architecture of the device is shown on Fig. 1.

### B. Materials and methods

**Air supply:** Made of two DC air pumps (AIRPON, Mod. D2028) with maximum airflow of 12 LPM and pressure of 32 PSI, each pump is connected to one air treatment unit.

**Air treatment:** In each air treatment unit air is cleaned by a particle filter (5um) with manometer and regulator (FESTO, Mod. MS4-LFR-1/4-D5-CRM-RG) as security measure for overpressure and an active charcoal filter (FESTO, Mod. MS4-LFX-1/4-R). There are two clean air units, one will feed the carrier flow and the other the odor selection unit. Enabling independent control of both flows.

**Odor selection unit:** Composed by 4 NC solenoid valves (Cole Parmer, Model 98302-06) the 4 inputs are connected to one of the clean air lines and each output to an odor canister, when opened they enable the air to pass only to the desired odor canisters.

**Odor canister:** Each odor canister is composed by a 130 ml glass flask with a rubber cap with a cap-lock, one check valve and a pressure sensor (Epcos, Mod. ASR 0.400 V1 TN H30), all connected by PTFE tubing. The input tubing can act as a bubbler when using liquid odorants. The pressure sensor makes a differential measure between the pressure inside the flask and the atmospheric pressure (outside the flask) giving a proportional signal from 0 V to 1 V for a range from 0 bar to 0.4 bar. Almost any liquid or solid odorants can be used. Avoid using powders and contact between the input tubing and solid odorants.

**Odor channel- Flow control:** The system's flow control is based on the regulation of the canister pressure. The output flow rate  $q$  can be calculated, given an input pressure  $p_1$  and an output pressure  $p_2$  of a system with known flow coefficient  $C_v$  [18]. Being  $\Delta p$  the pressure drop between input and output,  $G_g$  the gas gravity,  $T_1$  the upstream temperature, and the constant  $N_2=6950$  (when working with

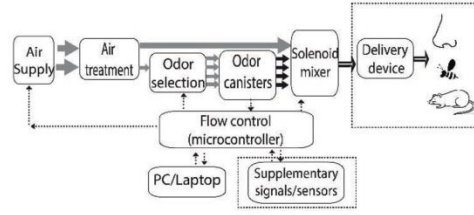


Fig. 1. Olfactometer Architecture (Gray arrow-clean air, Black arrow-odorized air).

the following units: flow [L/min], temperature [K] and pressure [bar]); as shown in (1).

$$q = \begin{cases} (1 - \frac{2\Delta p}{3p_1})N_2 C_v p_1 \sqrt{\frac{\Delta p}{p_1 G_g T_1}} & p_2 > p_1/2 \\ (0.471)N_2 C_v p_1 \sqrt{\frac{1}{G_g T_1}} & p_2 < p_1/2 \end{cases} \quad (1)$$

We can obtain  $q$  using the pressure sensor reading  $P_c$  as  $p_1$ , the atmospheric pressure as  $p_2$ , room temperature as  $T_1$  and  $G_g$  of the air considering the odorant concentration is very low (in the ppm order). Knowing flow rate is proportional to the upstream pressure we can establish different ways to control this pressure:

**Control Mode 1. Canister air input control,** this mode enables the odor mixer function (2 or more odorants at a time). Achieved by controlling the opening and closing of each solenoid valve in the selection unit with a pulse width modulator (PWM).

**Control Mode 2. System air input control,** achieved by modifying the duty cycle of the air pump (Only one odorant at a time).

The canister pressure on the system can be modeled as shown in (2) being  $P_c$  the canister pressure,  $P_{co}$  the initial canister pressure,  $\Delta P_{ic}$  the pressure increase given by an air input,  $\Delta P_{oc}$  the pressure decrease given an air output and  $\Delta P_{leak}$  a pressure loss given a leakage as shown in Fig.2.

$$P_c = P_{co} + \Delta P_{ic} - \Delta P_{oc} - P_{leak} \quad (2)$$

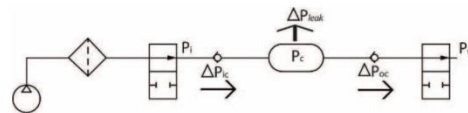


Fig. 2. Simplified pneumatic diagram for one channel of the olfactometer.



The behavior of  $\Delta P_{ic}$  depends on the mode the system is working: Mode 1, the average input pressure will change according to the duty cycle of the PWM  $d_c$  controlling the air pump leaving the pressure increase  $P_i$  as a function of input pressure (3a). Mode 2, we can leave the air pump “on” and set the input pressure to a fixed value  $p_1$  thanks to the pressure regulator on the air treatment section granting sonic flow at the canister, leaving the pressure increase  $C$  as a function of the flow coefficient controlled by the average position of the selection valve spool (3b). Position can be controlled by PWM duty cycle  $d_c$  as stated by M. Taghizadeh et al.[19]. In this mode all the channels can be controlled simultaneously. Enabling the device to work as an odor mixer where the flow of each channel can be controlled, but it will consume more energy because of the always activated air pump.

$$\Delta P_{ic} = k C_v \sqrt{\frac{1}{g g T_1}} P_i(d_c) \quad (3a)$$

$$\Delta P_{ic} = k p_1 \sqrt{\frac{1}{g g T_1}} C(d_c) \quad (3b)$$

For both modes when the mixer valve is opened  $\Delta P_{oc}$  is proportional to  $q$  and it depends only on  $P_c$  as shown in (1), otherwise is 0.

**Clean Air- Flow control:** The clean air flow is adjusted by the activation of the air pump at different duty cycles because the duty cycle fixes the top pressure that can apply the pump to the output check valve, giving a nearly steady output flow.

This channel doesn't have any control loop cause a constant clean air flow is expected if the device is not modified between calibration and tests.

**Control law:** As previously mentioned, the variable to control is the canister pressure so a proportional control will be applied to the duty cycle of the actuator responsible of increasing that pressure (Mode 1: air pump  $P_{Dc}$ . Mode 2: input valve  $V_{Dc}$ ). The control law is shown in (4a) for mode 1 and (4b) for mode 2; where  $A_1$  and  $A_2$  are the proportional constants for mode 1 and mode 2,  $B_1$  and  $B_2$  are the minimum duty cycle to activate the actuator,  $p(t)$  is the current pressure of the controlled canister and  $p_0$  the desired pressure,  $P_{Dc}$  is the pump duty cycle and  $V_{Dc}$  is the valve duty cycle.

$$P_{Dc} = A_1(p(t) - p_0) + B_1 \quad (4a)$$

$$V_{Dc} = A_2(p(t) - p_0) + B_2 \quad (4b)$$

**Electronic design:** The control laws are executed by a microcontroller (Texas Instruments, TMS320F28027) which control the solenoid valves and pumps. Using as power interface a custom board, whose design is based on power

MOSFETs (Fairchild Semiconductor, BUZ11) and optocouplers (Texas Instruments, 4N35). All the modules used on the device are connected to the microcontroller using a “shield board” designed with the Texas Instrument’s 40 pin BoosterPack standard, allowing an easy maintenance and modification of the device when needed. The power supplies are a 12V 3A AC Adapter and the USB port of the control PC/laptop, the AC adapter can be replaced by a 12V battery for portability.

The microcontroller receive the desired configuration (mode, clean air flow, canister pressure/odor flow and channel configuration) from a PC/laptop via USB port and then the activation and deactivation signals. The configuration can be modified between activation and deactivation to produce complex stimulus.

**Solenoid mixer:** The solenoid mixer(2x5 normally closed, NResearch Inc., Mod 161T101) is the one in charge of selecting which odor output will be blended with the clean air line, the number of opened channels will depend of the control mode and the desired composition of the output stimulus.

**Delivery device:** The output of the system will be delivered by different devices, the selection will be made according to the study subject and the test. For example in human olfactometry an oxygen mask or in insect olfactometry a Y tube.

**Supplementary signals/sensors:** The device has 8 analogic input ports and 5 digital input/output ports available for supplementary signal recording like response buttons, temperature sensors, gas sensors, flow sensors, etc. or for other device control and synchronization. The input signals must be between 0 V and 2 V.

### C. Construction and characterization.

The device was assembled using the previously described materials making the connections between sections with PTFE or Tygon® tubing to avoid odor contamination. All the sections were put together on a custom 3d printed 25 x 30 x 25 cm case as shown in Fig. 3. The microcontroller board and the power interface were put inside the control box, on the left side we can find the reset button and USB port and on the right the power input port, above the odor selection unit and behind the air supply. The total weight of the olfactometer is 4.3 kg.

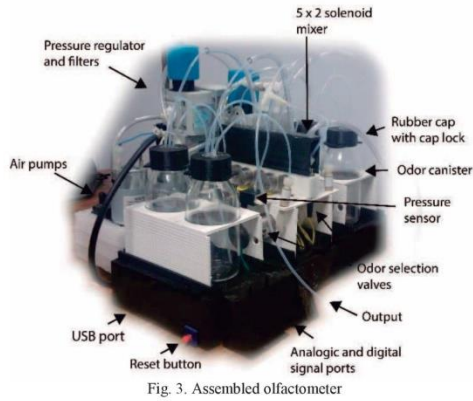


Fig. 3. Assembled olfactometer

Clean Air Channel characterization consisted on the activation of the air pump at different duty cycles and measuring the output flow of the olfactometer with a flowmeter (Honeywell, AWM5104VN) and a data acquisition board (Diligent, Analog Discovery Rev.C), results are shown on Fig. 4. For all the tests a 70 cm length and 1.5 mm intern diameter PTFE tubing was used as delivery device.

The next step was obtaining the flow coefficient of each odor channel by applying air pressure to the odor canister using a pressure regulator manually adjusted from 0 to 0.4 bar and measuring the output of the system the same way as in the clean air channel, the results are shown in Fig. 5. The initial constants in the control law were adjusted considering the average Cv obtained.

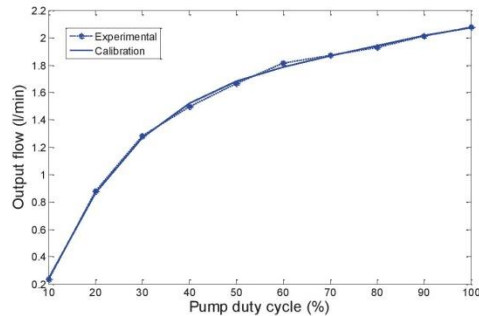


Fig. 4. Clean air channel characterization and calibration curve (grade 4 polynomial).

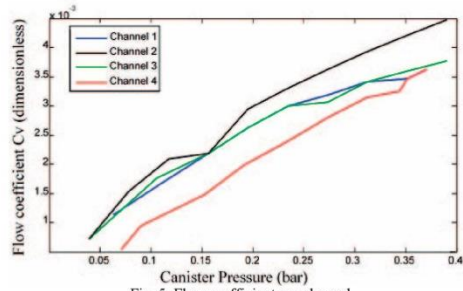


Fig. 5. Flow coefficient per channel.

#### D. Operation.

To start using the olfactometer some preparation steps need to be done. First the odorant samples need to be loaded on the glass flask of the canister leaving at least 30 ml of free space, then the rubber cap and cap lock need to be placed, finally the pressure sensor, input and output tubing are connected in their respective place on the rubber cap and finally place the canister on its canister bay.

To have a simple way to interact with the device a Matlab Graphical User Interface (GUI) was programmed to execute 4 main tasks: Clean air flow configuration, mode selection, odor flow configuration and odor output temporization. Also a cleaning routine was programmed.

To ensure a good operation of the system a calibration routine was programed on the GUI and is recommended to run the routine every time the system is modified or moved to reduce the output error. For this task is necessary to connect the flowmeter (Honeywell, AWM5104VN) to the analogic port 1 of the device and to connect the output of the device to the input of the flowmeter (calibration setting). The main window of the programed GUI is shown in Fig. 6.



Fig. 6. Olfactometer Matlab GUI.

### III. RESULTS

The average output flows after the optimization of the control law constants were obtained for each channel across the operational range (25 points) for both modes using the calibration setting. Being the top output flow of 0.56 L/min for channel 1, 0.95 L/min for channel 2, 0.68 L/min for channel 3 and 0.66 L/min for channel 4. After that the data was fitted with a grade 3 polynomial, to avoid nonlinear effects the pressure operational range was restrained from 0.05 bar to 0.38 bar. After calibration the top output flow for each channel is 0.49 L/min for channel 1, 0.66 L/min for channel 2, 0.60 L/min for channel 3 and 0.53 L/min for channel 4, the results are shown on Fig. 7

The behavior of the system for the average of 16 experiments (half in mode 1 and the others in mode 2) of a 10 s stimulus at different output flows are shown on Fig. 8. The test was made using a flowmeter (Honeywell, AWM5104VN) and a data acquisition board (Digilent, Analog Discovery Rev.C). To ensure a correct synchronization of the recording, the digital port 1 of the system was used as trigger for the acquisition board.

The test show an average rise time of the stimulus of 0.0342 s with a standard deviation of 0.0074 and an average stabilization time of 1.577 s and standard deviation of 0.643 for a  $\pm 5\%$  tolerance of the stabilized flow were obtained.

### IV. DISCUSSION

As expected the flow response of each channel is different and nearly linear in the restrained operational range, giving an average top flow of 0.57 L/min for odor channels and of 2 L/min for the clean air channel. If a greater clean airflow is needed it can be modified by changing the check valve or the air pump of the clean air channel. For odor channels the pressure sensor can be replaced for other of the same family but different pressure range but the calibration routine may be modified.

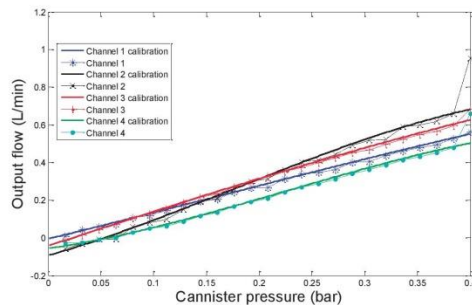


Fig. 7. Cannister pressure vs. output flow for each channel and it's calibration curve.

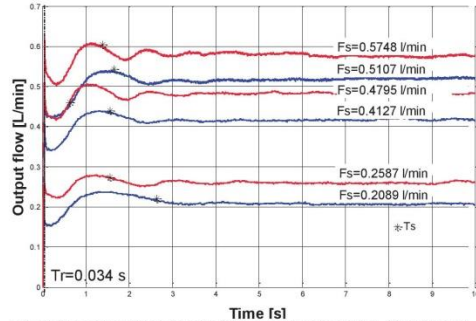


Fig. 8. Output flow behavior at 6 different output flows (Tr- Rise time, Ts- Stabilization time for a  $\pm 5\%$  tolerance).

The temporal behavior of the olfactometer is proved to be stable and some recommendations can be made from the results: The minimum stimulus duration to obtain a steady flow must be around 2 s and the delay between activation order and air flowing at the output can be neglected when connecting the olfactometer to the delivery device with a 1.5 mm intern diameter tubing of up to 1 m length.

The ability of the olfactometer to record supplementary signals and interact with other devices was probed by using the analogic port 1 to capture the flow meter data in the calibration routine and using digital port 1 to trigger the acquisition on the temporal behavior test.

Further tests are needed to ensure the odor mixing function works for the full operational range and program a specific calibration routine if needed.

### V. CONCLUSIONS

The present olfactometer design fulfill the general needs of an olfactometric platform by being able to reproduce the same stimulus routine every time it's needed, plus having the advantage of easy supplementary signal recording and communication with other devices.

The results indicate the pressure control is reliable and it opens the possibility to calculate the real concentration of the stimulus if we know the vapor pressure of the odorant used, making this design a perfect instrument to help with e-nose characterization and may be possible to improve some odor identification tests. Also its size and weight makes it a good option to make a portable olfactometric laboratory if used with other portable tools as an electroencephalography headset.

## REFERENCES

- [1] M. Brattoli, G. de Gennaro, V. de Pinto, A. D. Loiotile, S. Lovascio, and M. Penza, "Odour detection methods: olfactometry and chemical sensors," *Sensors (Basel)*, vol. 11, no. 5, pp. 5290–322, Jan. 2011.
- [2] R. Popp, M. Sommer, and J. Müller, "Olfactometry in fMRI studies : odor presentation using nasal continuous positive airway pressure," pp. 171–176, 2004.
- [3] H. Stone, G. Pryor, and G. Steinmetz, "The design and operation of an improved olfactometer for behavioral and physiological investigation I," *Behav. Res. Methods Instrum.*, vol. 1, pp. 153–156, 1968.
- [4] T. S. Lorig, "Beyond Self-report: Brain Imaging at the Threshold of Odor Perception," *Chemosens. Percept.*, vol. 5, no. 1, pp. 46–54, Jan. 2012.
- [5] J. U. Sommer, W. Maboche, M. Griebel, C. Heiser, K. Hörmann, B. a. Stück, and T. Hummel, "A mobile olfactometer for fMRI-studies," *J. Neurosci. Methods*, vol. 209, no. 1, pp. 189–94, Jul. 2012.
- [6] U. Livneh and R. Paz, "An implicit measure of olfactory performance for non-human primates reveals aversive and pleasant odor conditioning," *J. Neurosci. Methods*, vol. 192, no. 1, pp. 90–95, 2010.
- [7] C. Sengonca and J. Kranz, "A modified, four-armed olfactometer for determining olfactory reactions of beneficial arthropods," *Anzeiger für Schadlingskd.*, vol. 74, pp. 127–132, 2001.
- [8] T. S. Lorig, D. C. Matia, J. J. Peszka, and D. N. Bryant, "The effects of active and passive stimulation on chemosensory event-related potentials," *Int. J. Psychophysiol.*, vol. 23, no. 3, pp. 199–205, 1996.
- [9] T. Hummel, B. Sekinger, S. R. Wolf, E. Pauli, G. Kobal, and C. Pharmacology, "' Sniffin ' Sticks ': Olfactory Performance Assessed by the Combined Testing of Odor Identification , Odor Discrimination and Olfactory Threshold."
- [10] C. Sezille, B. Messaoudi, A. Bertrand, P. Jousain, M. Thévenet, and M. Bensafi, "A portable experimental apparatus for human olfactory fMRI experiments," *J. Neurosci. Methods*, vol. 218, no. 1, pp. 1–10, Aug. 2013.
- [11] A. Konmidis, E. Konstantinidis, I. Stylianou, M. A. Klados, A. Kalfas, and P. D. Bamidis, "A modular architecture of a computer-operated olfactometer for universal use," *IFMBE Proc.*, vol. 29, pp. 280–283, 2010.
- [12] J. N. Lundström, A. R. Gordon, E. C. Alden, S. Boesveldt, and J. Albrecht, "Methods for building an inexpensive computer-controlled olfactometer for temporally-precise experiments," *Int. J. Psychophysiol.*, vol. 78, no. 2, pp. 179–89, Nov. 2010.
- [13] B. N. Johnson and N. Sobel, "Methods for building an olfactometer with known concentration outcomes," *J. Neurosci. Methods*, vol. 160, no. 2, pp. 231–45, Mar. 2007.
- [14] M. Vigouroux, B. Bertrand, V. Farget, J. Plailly, and J. P. Royet, "A stimulation method using odors suitable for PET and fMRI studies with recording of physiological and behavioral signals," *J. Neurosci. Methods*, vol. 142, no. 1, pp. 35–44, Mar. 2005.
- [15] T. S. Lorig, D. G. Elmes, D. H. Zald, and J. V Pardo, "A computer-controlled olfactometer for fMRI and electrophysiological studies of olfaction," *Behav. Res. Methods. Instrum. Comput.*, vol. 31, no. 2, pp. 370–375, 1999.
- [16] J. H. Fox and D. E. L. D. Thiessen, "METHODS & DESIGNS An olfactometer for small rodents," vol. 16, no. 5, pp. 415–419, 1985.
- [17] G. H. Baker, S. Beckett, and B. Thammavongsa, "Are the European snails, *Theba pisana* (Müller, 1774) (Helicidae), *Cermeilla virgata* (da Costa, 1778) and *Cochlicella acuta* (Müller, 1774) (Hygromiidae) attracted by potential food odours?," *Crop Prot.*, vol. 42, pp. 88–93, Dec. 2012.
- [18] Swagelok, "Valve Sizing," 2007. [Online]. Available: <http://www.swagelok.com/downloads/webcatalogs/EN/ms-06-84.pdf>.
- [19] M. Taghizadeh, A. Ghaffari, and F. Najafi, "Modeling and identification of a solenoid valve for PWM control applications," *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 337, no. 3, pp. 131–140, 2009.

## Towards a Common Affordable E-nose Platform for Clinical Applications and Research

L. F. Valdez, J. M. Gutiérrez

Bioelectronics Section, Department of Electrical Engineering, CINVESTAV, 07360 Mexico City, Mexico  
 Email: fvaldez@cinvestav.mx, mgutierrez@cinvestav.mx

**Abstract** — This work presents the advances in the design of a low cost portable e-nose platform for clinical applications and research the system will allow to make the analysis of the volatile organic compounds contained in the breath or other samples, with the aim of being used as a rapid diagnostic tool and help unifying the efforts made by different research laboratories around the world. The partial results show the system budget will be less than 250 USD making it a good alternative even for developing countries and its portability will enable its use in some hard to reach communities.

**Keywords** — E-nose, breath analysis, VOCs

### I. INTRODUCTION

Nowadays there are a great number of clinical applications for electronic noses (e-noses)[1-8], despite the great number of laboratories conducting research around the world there's no agreement about the use of a common platform to make the results transferable between laboratories. In this connection, the popularity of e-noses in clinical applications is still small; they are rarely observed outside of a laboratory environment because they are expensive and usually they need to be calibrated or trained with a specific set of samples and these samples are not always available like in cancer detection studies[9-11].

There are some handheld e-noses that have proved to be effective on infield studies and are proposed as a tool for rapid screening of a vulnerable population with a high risk of having a dangerous disease; like in [1] where an e-nose was used to detect tuberculosis in a hospital population or [9] where the e-nose was capable of discriminating patients with lung cancer from healthy subjects and subjects with other pulmonary diseases. These studies and many others proved that e-noses have a great potential for medical diagnosis. If a common e-nose platform were available worldwide, we would be able to collect sufficient data to improve the detection algorithms and eventually distribute a trustworthy tool to every hospital around the world.

In this sense we propose the development of a low cost portable e-nose platform and a "training" protocol that will allow the easy transfer of the obtained model between systems; promoting popularization of the system even for developing countries.

### II. METHODOLOGY

After the analysis of the state of art we can detect the similarities between the used e-noses and the principal components or units needed for a functional e-nose device. These components will be described next and a block diagram is shown in Fig. 1:

**Sample feeding unit-** This unit is in charge of regulating the exposure of the gas sensors to the sample. We can classify the feeding units in two types as follows: Self feed sample analysis (breath analysis) and force feed sample analysis (collected sample). In the first one the sample reach the sensors headspace on its own and in the other the collected sample is forced to the headspace by a pump or similar device.

**Gas sensor unit-** The gas sensor unit is the one that contains the gas sensors array and all the systems needed for them to give a valid signal, these systems will depend on the sensor technology.

**Supplementary/auxiliary sensors-** In this unit the e-nose records the signal of the auxiliary sensors needed to improve the data recorded from the gas sensors, the most common auxiliary sensors used are the temperature and humidity sensors.

**Signal capture and processing-** This unit is the one that reads and records all the sensors signals. On some systems this unit processes the obtained signal and displays a result on others the processing unit is contained on an additional device (usually a PC).

**Control unit-** This unit coordinates all the other ones to obtain a synchronized train of actions and records. It is also responsible for the user interface.

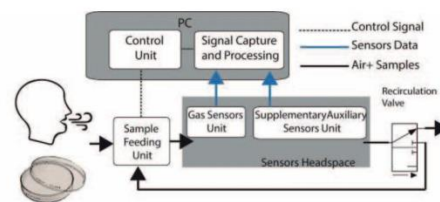


Fig. 1 General block diagram of a clinical e-nose device

To obtain a low cost and reliable platform we need to select a sensor array formed by devices that have a low market price and good performance, we will focus on the optimization of the algorithms used to extract valuable data from them. The selected type of sensors is the Metal Oxide Gas Sensors (MOGS) that have showed a good performance on detecting volatile organic compounds (VOCs) for e-nose applications and its use is simple compared to other technologies. MOGS are commercialized worldwide for a wide variety of uses like smoke detectors, alcohol detection, etc. and have prices as low as 5 USD per unit.

One way to improve the information obtained by a MOGS is to collect data from: the oxide-reduction reactions by making a cyclic variation of its temperature as stated by [12–15], or the absorption/desorption interactions by regulating the sample flow or the airflow in the headspace(sample dilution). A temperature modulation unit and a flow control unit as feeding unit will be included to enable the device to apply those techniques.

The proposed system will include in its modules:

*Sample feeding unit-* This unit will include two modes of operation: sample self-feed mode and a forced feed mode that will control the sample flow by a pressure controller as in our previous works[16-17]. The design will allow the sample recirculation when needed.

*Gas sensor unit-* The gas sensor unit will have at least 6 slots for MOGS or other chemoresistive sensors with a heater. The unit must control each sensor temperature independently with a closed loop control and must send the measure of the temperature to the signal capture unit. The slot design will allow the easy removal and replacement of sensors.

*Supplementary/auxiliary sensors-* The headspace must consider at least 3 slots for auxiliary sensors along the headspace: humidity, temperature and headspace pressure sensor.

*Signal capture and processing-* The signal capture must have at least 10 analogic channels (6 for the gas sensors 3 for the auxiliary sensors and 1 for synchronization with other devices) with 12-bit resolution and a 2Hz sample rate. This unit will also have a I<sup>2</sup>C port to receive the temperature record from the gas sensor unit. The system will always record the raw signals and must have at least 48hrs of storage capacity and will run a special protocol for the detection of faulty sensors.

*Control unit-* the control unit will allow the easy operation of the device and the selection and reconfiguration of the trained models for an online evaluation of the samples.

The system will be designed as a handheld device so it must use batteries as power source; all the custom made parts will be 3D-printed parts to allow an easy reproduction of the device. The device will allow the easy transference of the prediction/detection algorithms between systems and easy management of the generated database.

### III. PARTIAL RESULTS

We have developed the gas sensor unit based on our previous work but adding an infrared temperature sensor (Texas Instruments, TMP006) to the low cost MQ series MOGS. Fig. 2 show how a round 2mm diameter window was drilled in the bottom of the MQ-3and MQ-8 sensor to allow the TMP006 to read the temperature of the surface of the gas sensor. The TMP006 card and the MQ sensor socket will be assembled in a tower-like configuration as shown in Fig. 2. After assembling them a calibration of the module was conducted using a multimeter (Steren, MUL-600) by putting its thermocouple in contact with the sensing element of an MQ-8 sensor (a small orifice was made at the top of the sensor to introduce the thermocouple) to measure its temperature.

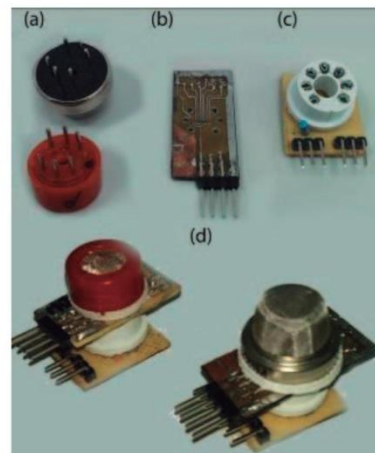


Fig. 2 (a)MQ sensors with a 2mm window drilled (b) TMP006 IR temperature sensor board (c) MQ sensor socket (d) Assembled devices

The headspace was designed to hold 7 MOGS from the MQ series, the temperature and humidity sensor (Sensirion, SHT30-ARP-B) and a pressure sensor (Honeywell, TBPDANS015PGUCV). The design considered a seal gasket between the sensors and the sensors headspace to avoid leakage. The parts were made using Solidworks (2013 x64 SP) and a 3D printer (Makerbot, Makerbot 5<sup>th</sup> gen) and printed in ABS material. On Fig. 3 we can see the sensors placed in their respective sockets. The inlet and outlet of the

e-nose are placed in the left and right side and will be connected to the sample feeding unit via PTFE tubing.

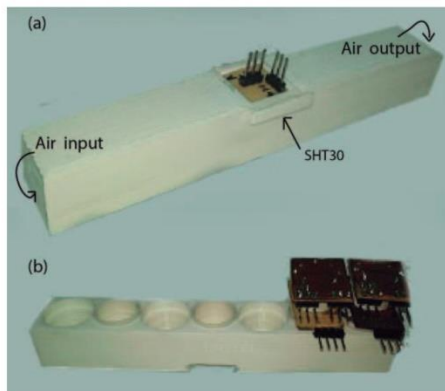


Fig. 3 (a) Headspace base bottom view with SHT30 sensor placed (b) Headspace top view with 2 gas sensor modules placed.

A generic Arduino UNO board (DIYmore, UNO R3) was used to acquire the 7 MOGS temperature and control it by pulse width modulation (PWM) of the heater elements. To avoid a fast drop of the temperature the voltage of the heaters was switched between 4V and 5V at a 10Hz frequency using a relay (Axicom, V23079) as a first approach. The temperature signals can be send to any device using the microcontroller USART.

To prove the temperature control using this low cost setting a test was made. The test consisted on sending a goal temperature to the controller and recording the signal with a PC for at least 6 min. The results are shown on Fig. 4 where the goal temperatures were 100°C, 105°C, 110°C and 115°C, the obtained mean error was -0.005°C, 0.361°C, 0.373°C and -0.2687°C respectively with standard deviations of 0.533°C, 0.99°C, 0.932°C and 0.529°C.

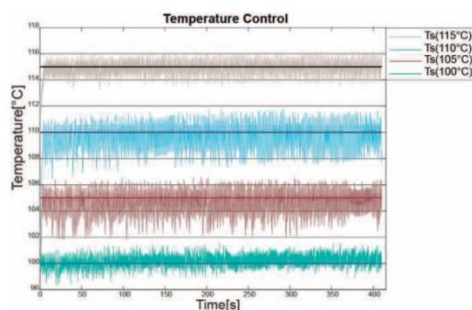


Fig. 4 Temperature controller output to 4 different goal temperatures (100°C, 105°C, 110°C and 115°C).

To digitalize the signals of the MOGS and the auxiliary sensors a 16 channels conversion card was designed; this card contains 2 analogic to digital converters (Texas Instruments, ADC128D818) with I<sup>2</sup>C Interface. This card will send its data to a Raspberry Pi device (Raspberry Pi 2 model B, Raspberry Pi) that will act as capture, processing and control unit; taking advantage of its capabilities. For the user interface a 5 inch display with touchscreen (DIYmore, 5inch HDMI LCD) used as input and display device and a custom distribution of Linux will be made.

As a preliminary test, the ADC card was connected to the control unit and the sensors to acquire and store the signal of the sensor array, store it in a .txt file and finally display the results on the screen. Fig. 5 shows the data from the sensor array being recorded by the system.

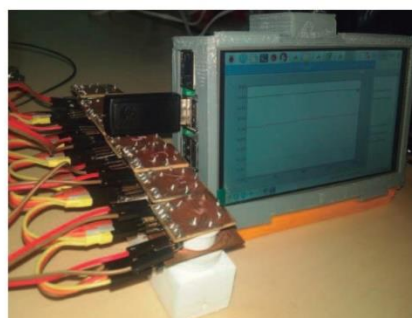


Fig. 5 Control unit and data acquisition card recording the signal from the 7 MOGS and humidity and temperature sensor.

The feeding unit is still in design process and the power source will be designed at last when the total system power demand is calculated.

#### IV. DISCUSSION

Some modifications to the temperature control design must be made to improve its performance, an integrator will be added to smooth its outputs and reduce its error. Also an additional calibration of the temperature sensors and the control algorithm will be conducted when the final design is finished.

The selected devices will allow the easy replacement of parts and the growth of the system to fit the particular demands of the application. If the application needs to include more sensors a new headspace can be printed and their additional temperature controllers can be added; to capture the information of the added sensors other capture cards can be plugged to the I<sup>2</sup>C bus (up to 3 additional cards).

The use of a Raspberry Pi device as the control unit will make possible to replace it for future models to increase the processing power if needed.

The approximated materials budget for the currently designed modules (Table I shows the budget breakdown) is 204 USD to this we have to add the sample feeding unit, power source unit and the case of the device. We hope to obtain a device with a materials budget under the 250 USD.

TABLE I  
DESIGNED MODULES BUDGET BREAKDOWN

Unit or module	Part	# of units	Price (USD)	Ext. (USD)
Gas sensor unit	MQ series sensors	7	6	42
	Switching module	7	2	14
	IR temperature sensor	7	6	42
	Generic arduino uno board	1	4	4
Auxiliary sensors	Temperature and humidity sensor	1	5	5
	Pressure sensor	1	16	16
Control, signal capture and processing unit	16 channel acquisition card	1	13	13
	Raspberry Pi 2	1	30	30
	5 inch touchscreen display	1	26	26
PCB boards Printed parts	Copper boards and solder	-	7	7
	ABS material 250g	1	5	5
			Total	204

Based on the dimensions of the designed modules we can make an estimation of the final dimensions of the device, they will be around the 20x15x8 cm and its weight will be less than 1.5 kg making the device a handheld device.

By running the system on a Linux platform we will enable an easy development and application of new processing techniques. The addition of a wireless data transfer technology like Wi-Fi or Bluetooth is in evaluation.

*Medical applications-* The system can be applied to a great variety of medical applications as mentioned at the start of this work, but our goal would be to collect sufficient data to make this device a reliable tool for: the detection of cancer in all of its stages and some potentially dangerous infections and use it as a follow up tool to evaluate the effectiveness of the treatment of those diseases. An additional application we were thinking is to use the device to eliminate the subjectivity on the evaluation and follow up of diabetic foot injuries preventing a bad diagnosis and the potential risk of a mistreated infection.

## V. CONCLUSIONS

The modular system design will help the easy modification of the system and an easy update of the platform and its software.

We can say the designed e-nose units are affordable because the final system design will manages to be under the 250 USD budget; making it a good alternative even for developing countries and its portability will enable its use in some hard to reach communities.

## REFERENCES

- [1] R. Coronel Teixeira, M. Rodríguez, N. Jiménez de Romero, M. Bruins, R. Gómez, J. B. Yntema, G. Chaparro Abente, J. W. Gemisen, W. Wiegierinck, D. Pérez Bejerano, and C. Magis-Escurrea, "The potential of a portable, point-of-care electronic nose to diagnose tuberculosis," *J. Infect.*, vol. 75, no. 5, pp. 441–447, 2017.
- [2] M. Bruins, Z. Rahim, A. Bos, W. W. J. Van De Sande, H. P. Endtz, and A. Van Belkum, "Diagnosis of active tuberculosis by e-nose analysis of exhaled air," *Tuberculosis*, vol. 93, no. 2, pp. 232–238, 2013.
- [3] H.-Y. Yang, H.-Y. Peng, C.-J. Chang, and P.-C. Chen, "Diagnostic accuracy of breath tests for pneumoconiosis using an electronic nose," *J. Breath Res.*, vol. 12, no. 1, 2018.
- [4] J. M. Lewis, R. S. Savage, N. J. Beeching, M. B. J. Beadsworth, N. Feasey, and J. A. Covington, "Identifying volatile metabolite signatures for the diagnosis of bacterial respiratory tract infection using electronic nose technology: A pilot study," *PLoS One*, vol. 12, no. 12, pp. 1–10, 2017.
- [5] W. H. van Geffen, M. Bruins, and H. A. M. Kerstjens, "Diagnosing viral and bacterial respiratory infections in acute COPD exacerbations by an electronic nose: a pilot study," *J. Breath Res.*, vol. 10, no. 3, p. 36001, 2016.
- [6] S. A. Zulkifli, C. Wan, S. Robiah, and H. Abdullah, "Classification of Human Pathogen Bacteria for Early Screening Using Electronic Nose," vol. 20153, 2017.
- [7] E. I. Mohamed, M. A. Mohamed, M. H. Moustafa, and A. M. Moro, "Qualitative analysis of biological tuberculosis samples by an electronic nose-based artificial neural network," *Int J Tuberc Lung Dis*, vol. 21, no. March, pp. 810–817, 2017.
- [8] A. De Vincentis, G. Pennazza, M. Santonico, U. Vespasiani-Gentilucci, G. Galati, P. Gallo, A. Zompanti, C. Pedone, R. Antonelli Incalzi, and A. Picardi, "Breath-print analysis by e-nose may refine risk stratification for adverse outcomes in cirrhotic patients," *Liver Int.*, vol. 37, no. 2, pp. 242–250, 2017.
- [9] M. Tirzite, M. Bukovskis, G. Strazda, N. Jurka, and I. Taivans, "Detection of lung cancer in exhaled breath with electronic nose using support vector machine analysis," *J. Breath Res.*, 2017.
- [10] R. M. G. E. van de Goor, N. Leunis, M. R. A. van Hooren, E. Francisca, A. Masclee, B. Kremer, and K. W. Kross, "Feasibility of electronic nose technology for discriminating between head and neck, bladder, and colon carcinomas," *Eur. Arch. Oto-Rhino-Laryngology*, vol. 274, no. 2, pp. 1053–1060, 2017.
- [11] T. Eamsa-Ard, T. Seesard, T. Kitiyakara, and T. Kercharoen, "Screening and discrimination of Hepatocellular carcinoma patients by testing exhaled breath with smart devices using composite polymer/carbon nanotube gas sensors," *BMEiCON 2016 - 9th Biomed. Eng. Int. Conf.*, 2017.
- [12] A. Fort, M. Gregorkiewitz, N. Machetti, S. Rocchi, B. Serrano, L. Tondi, and N. Olivieri, "Selectivity enhancement of SnO<sub>2</sub> sensors by means of operating temperature modulation," vol. 418, pp. 2–8, 2002.



- [13] A. Burrelli and A. Fort, "33 . 2 : SnO<sub>2</sub> , Sensors with Variable Operating Temperature for CO Detection: Selectivity Enhancement," pp. 0–4.
- [14] R. Gutierrez-Osuna, A. Gutierrez-Galvez, and N. Powar, "Transient response analysis for temperature-modulated chemoresistors," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 93, no. 1–3, pp. 57–66, 2003.
- [15] N. M. Contento and S. Semancik, "Thermal characteristics of temperature-controlled electrochemical microdevices," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 225, pp. 279–287, 2016.
- [16] L. F. Valdez and J.M.Gutiérrez, "Portable olfactometric platform," *2016 Glob. Med. Eng. Phys. Exch. Am. Heal. Care Exch. (Gmepe / Pahce)*, pp. 1–6, 2016.
- [17] L. F. Valdez and J. M. Gutiérrez, "Chocolate classification by an electronic nose with pressure controlled generated stimulation," *Sensors (Switzerland)*, vol. 16, no. 10, 2016.