

Detección de la adulteración de la leche mediante sensor óptico

Milk adulteration detection by optical sensor

Yaneris Velásquez¹, Rubén Ventura¹, Mitzela Villarreal¹, Alfredo Campos^{2*}

¹Licenciatura en Ingeniería en Alimentos, Facultad de Ciencias y Tecnología, Universidad Tecnológica de Panamá, ²Facultad de Ciencias y Tecnología, Universidad Tecnológica de Panamá

Resumen La adulteración de la leche mediante la adición de agua es una práctica utilizada actualmente para aumentar su volumen y así reducir los costos de producción, lo cual deriva en una problemática que afecta mayormente a países en vías de desarrollo y es importante mitigar. A raíz de esta situación se realizan investigaciones con el fin de crear una herramienta que permita detectar estas anomalías de manera sencilla y rápida. En este trabajo de investigación se modeló un sensor óptico basado en una película delgada nanométrica de oro utilizando el software Matlab 2020, con el cual se simuló la reflectancia de un haz de luz en función del ángulo incidente en presencia de leche pura y en presencia de leche con distintos porcentajes de dilución en agua. Conjuntamente se realizó un estudio de la determinación del espesor óptico del sensor para obtener la máxima sensibilidad. Se puede afirmar que, según la data simulada, el sensor muestra alta sensibilidad al detectar pequeñas diluciones de agua, además se obtuvo que el espesor óptico de la película delgada para aumentar la sensibilidad es de 90 nm. Este trabajo brinda información importante para tener en cuenta a la hora de la construcción de un sensor óptico de este tipo. Además, este sensor es una herramienta muy prometedora, ya que su ejecución tiene como objetivo dar resultados precisos y de calidad.

Palabras clave Índice de refracción, leche, sensor óptico, simulación.

Abstract Milk adulteration by adding water is a practice used currently to increase its volume, meaning a reduction in the production costs, which results in a problem that mainly affects countries in development, and it is important to mitigate. As a result, from this situation, investigations are carried out with the purpose of creating a tool that allows to detect these anomalies in a fast and simple way, directly manipulating the milk sample in this case. In this research work, an optical sensor based on a golden nanometric thin film was modelled using as software Matlab 2020, with which the reflectance of light was simulated in function of the incident angle in presence of pure milk and milk with different percentages of water dilution. Jointly, a study of the determination of the optimal thickness of the sensor was carried out to obtain the maximum sensibility. It can be affirmed that, according to the simulated data, the sensor shows high sensibility by detecting small water dilutions. In addition, it was obtained that the thin film's optimal thickness to increase the sensibility is 90 nm. This work provides important information to consider when building an optical sensor of this type. Besides this, this sensor is a very promising tool since its execution has giving precise and quality results as objective.

Keywords Refractive index, milk, optical sensor, simulation.

* Corresponding author: alfredo.campos@utp.ac.pa

1. Introducción

La FAO (Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura) establece que un vaso diario de 200 ml de leche entera de vaca, en promedio, proporciona a un niño, un 21% de las necesidades de proteínas y un 8% de las calorías y micronutrientes claves [1]. Según el Reglamento Técnico de Leche y Productos Lácteos, la leche cruda se define como el producto de la secreción láctea de las glándulas mamarias de animales sanos, obtenida por uno o varios ordeños íntegros e higiénicos, sin adición ni sustracción alguna [2].

La adulteración más común en la comercialización de leche cruda es la adición de agua para aumentar su volumen [3]. La

creciente comercialidad de un producto es directamente proporcional a las posibilidades de que el producto se utilice indebidamente para obtener ganancias monetarias. Especialmente cuando el consumidor carece de conciencia, los fabricantes tienden a entrometerse en esto y explotar al consumidor. India, por ejemplo, es una sociedad mayoritariamente vegetariana que depende de la leche en lugar de la carne para sus necesidades nutricionales. Por lo tanto, los productos lácteos son una industria importante y la adulteración de la leche es un negocio muy común en el que participan los proveedores y/o fabricantes [4]. La demanda de leche ha provocado el grave problema de adulteración de la leche, también en los países en desarrollo, que requieren el uso

de técnicas sofisticadas para la detección específica de adulterantes en la leche [5]. Los métodos aplicados para esta detección están basados en la medición de una propiedad física que varía proporcionalmente a la cantidad de agua adicionada, entre ellos los métodos crioscópicos, refractométrico, lactométrico y conductimétrico [6].

Una de las metodologías para evaluar la leche adulterada se basa en la medición del índice de refracción, el cual se define como el cociente entre la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en el medio. Si se ha añadido agua, la proporción de sales solubles de la leche disminuirá en el suero, por lo que el índice de refracción disminuirá también [7]. Paralelamente al aguado, es frecuente la adición de cloruros y/o sacarosa para enmascarar esa adulteración, y evitar ser detectada por las técnicas comunes de análisis, por lo que es necesario disponer de métodos apropiados [6].

El interés de nuestra investigación corresponde a la simulación y futura fabricación de un sensor óptico, el cual nos permitirá identificar anomalías presentes en la leche al detectar cambios en el índice de refracción por adición de agua, siendo este un indicativo que muestra la presencia de adulteración en la leche como objeto de estudio.

2. Materiales y métodos

Mediante el sensor óptico que propone este trabajo, se busca obtener corrimientos en los espectros de reflectancia cuando la leche cambia su índice de refracción por adición de agua. Dependiendo del corrimiento podemos determinar el porcentaje de agua añadida. En esta investigación el sensor se modela a través de simulaciones utilizando el software Matlab 2020.

El sensor consiste en una película delgada de espesor nanométrico depositada sobre un prisma de vidrio (configuración kretschmann). Sobre una de las caras del prisma se deposita una película delgada metálica cuyo metal a utilizar es el oro, con un espesor que puede variar de 10 a 100 nanómetros (nm). Del otro lado de la película estaría el

material a sensor, en nuestro caso es el fluido, es decir, la leche que es nuestro objeto de estudio.

Funcionamiento del sensor

A la película delgada se le hará incidir un haz de luz mediante un láser con polarización lineal. La luz que el láser emite tiene una longitud de onda de 633 nm que corresponde al color rojo. El láser primero pasa a través del prisma, luego incide sobre la película delgada y esta película va a funcionar como un espejo reflejando la luz del láser incidente (ver figura 1a). En nuestro sistema el ángulo de incidencia del láser se puede variar, permitiendo así el estudio de la reflectancia (intensidad reflejada/intensidad incidente) de la luz en función del ángulo de incidencia.

En un gráfico de reflectancia versus el ángulo de incidencia, se puede notar que el rayo reflejado tiene una intensidad que va de cero a uno, donde uno significa que la reflectancia es muy alta y cero significa que la reflectancia es nula. En nuestro caso, para la mayoría de los ángulos de incidencia, esta reflectancia es alta porque la película metálica funciona como un espejo, lo que permite que casi toda la luz se refleje quedando nuestra reflectancia muy cercana a 1, pero cuando se tiene un ángulo incidente específico, la reflectancia es mínima, quiere decir que no hay luz reflejada (ver figura 1b), lo que nos indica que esa luz la está tomando la película delgada para excitar una onda conocida como plasmón de superficie. Esta onda corresponde a la oscilación de los electrones libres y se crea en la interfaz entre la película delgada y el fluido que se está detectando.

Al cambiar las propiedades del fluido (índice de refracción), el ángulo de incidencia para el cual se excita el plasmón de superficie cambia. En este artículo aprovechamos este efecto para detectar la adulteración de la leche por adición de agua.

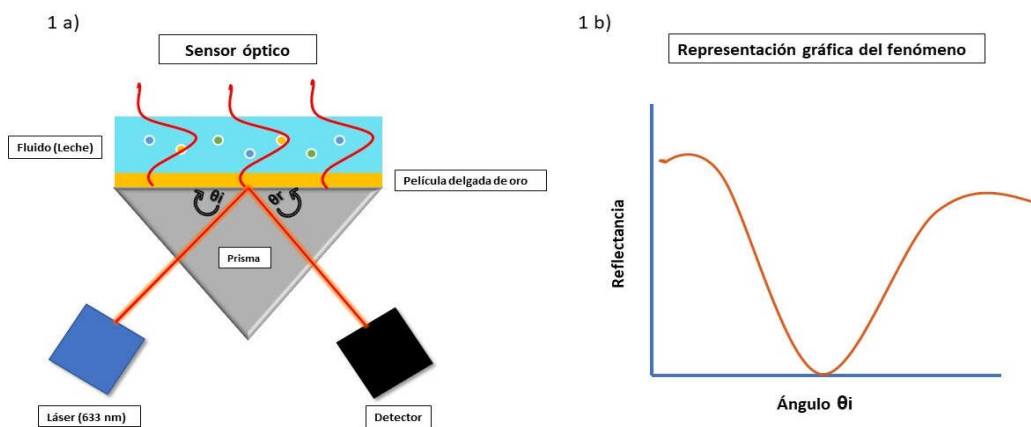


Figura 1: a) Sensor óptico basado en una película delgada depositada sobre un prisma de vidrio en la cual incide luz láser y se detecta cuánta luz se refleja. b) Gráfico representativo de la reflectancia respecto al ángulo incidente.

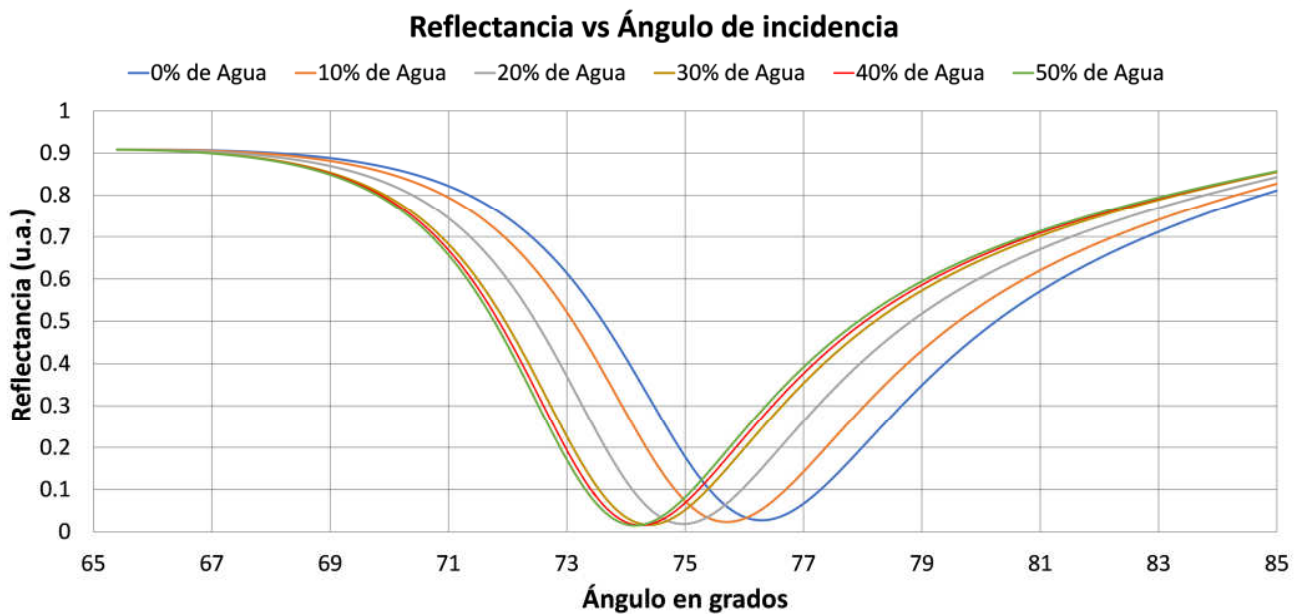


Figura 2. Reflectancia en función del ángulo de incidencia para leche a diferentes porcentajes de dilución en agua.

Para realizar las simulaciones se utilizó Matlab 2020. Los códigos para realizar la simulación se obtuvieron del sitio web Physlab: Resonancia de plasmón superficial [8]. A los códigos se le introdujo los datos de entrada de nuestro estudio para observar el comportamiento de la curva de reflectancia al variar el índice de refracción del medio a estudiar con los valores del índice de refracción de la leche pura y leche con diferentes porcentajes de dilución con agua. Los valores del índice de refracción de la leche pura y diluida a diferentes porcentajes se obtuvieron de [5] (ver tabla 1). Es posible observar que el índice de refracción disminuye a medida que se aumenta el porcentaje de agua en la leche. También se realizó un estudio del funcionamiento del sensor variando el espesor de la película delgada de oro desde 10 a 110 nm, con el fin de encontrar el espesor óptimo que brinda mayor sensibilidad (mayor corrimiento de los espectros).

Tabla 1. Valores de índice de refracción con sus respectivos % de dilución en agua extraídos de [5]

Índice de refracción	Dilución en agua (%)
1.357	0
1.353	10
1.348	20
1.345	30
1.343	40
1.342	50

3. Resultados

En la figura 2 se presentan gráficos simulados de reflectancia vs el ángulo de incidencia para una película de oro de 50 nm expuesta a leche pura y leche adulterada a diferentes porcentajes de agua. Se puede observar cómo cambian los gráficos moviéndose el mínimo de reflectancia hacia ángulos de incidencia más pequeños.

Para los porcentajes de 10, 20 y 30, la disminución en el ángulo donde se da el mínimo de reflectancia es claramente apreciable. Para 40 y 50 por ciento de dilución, la disminución se aprecia levemente, por este motivo se presenta la figura 3, correspondiente a la representación gráfica en la cual es posible observar la disminución en el ángulo de incidencia más claramente, dicha gráfica presenta un ajuste cuadrático con un coeficiente de determinación R2 de 0.9892.

Considerando que la variación del ángulo de incidencia entre la leche pura y la leche diluida a 10% de agua es significativamente alta y fácilmente apreciable, se puede afirmar que el sensor posee una alta sensibilidad para detectar adulteraciones por adición de agua a bajas diluciones de agua, dicha característica lo hace altamente factible y eficaz. La referencia [9] muestra un estudio de adulteración de leche con agua utilizando la conocida técnica de espectroscopia infrarroja, donde se detalla que los espectros obtenidos para leche pura y leche adultera con agua son muy similares, aun utilizando porcentajes de agua que van hasta 97%.

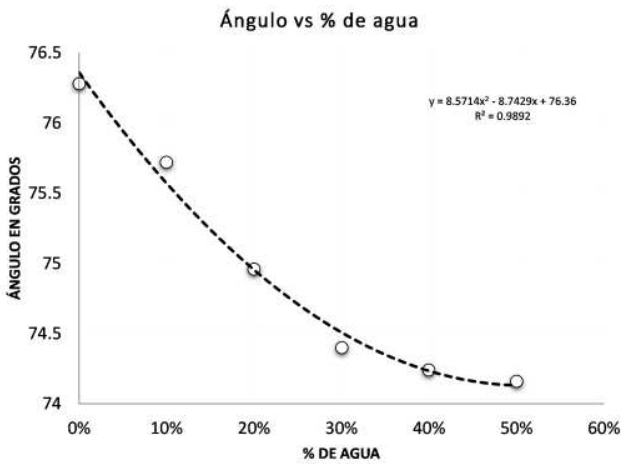


Figura 3. Ángulo de incidencia donde se presenta el mínimo de reflectancia en función del porcentaje de dilución.

Cabe resaltar que las técnicas ópticas donde la luz debe atravesar la leche no son muy convenientes ya que la leche es un líquido no transparente. En esos casos la muestra debe diluirse para poder obtener señal, sin embargo, esto altera las propiedades de la muestra. El sensor propuesto en este trabajo de investigación puede ser utilizado con muestras opacas, ya que la luz no atraviesa la muestra, como se observa en la Figura 1a. Esto nos brinda una ventaja sobre técnicas ópticas convencionales.

Con el fin de estudiar la sensibilidad de nuestro sensor, a continuación, se presenta la figura 4 donde se realizó un estudio de la variación del ángulo de incidencia (delta theta) obtenido de la diferencia del ángulo de incidencia donde se da el mínimo de reflectancia para la leche pura y la leche adulterada con agua al 10%, para una película delgada de oro con distintos espesores que van desde 10 hasta 110 nm.

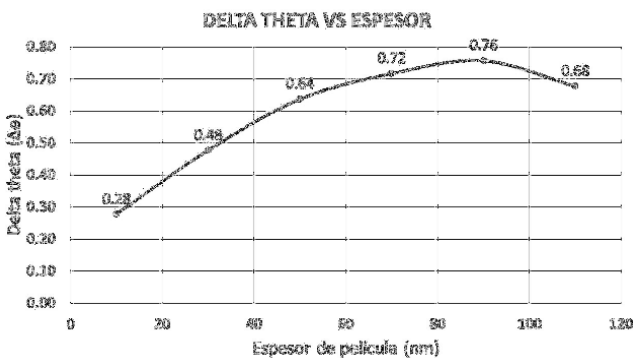


Figura 4. Variación del ángulo de incidencia (Delta theta) vs el Espesor de película delgada de oro.

Una vez obtenida la gráfica de delta theta versus el espesor de la película, se pudo observar que se tiene un máximo de

0.76° a un espesor de 90 nm, el cual consideramos el espesor óptimo con mayor sensibilidad para detectar la leche adulterada con agua a bajos porcentajes de dilución en agua.

También se realizó un estudio de la variación del ángulo de incidencia (delta theta) obtenido de la diferencia del ángulo de incidencia donde se da el mínimo de reflectancia para la leche pura y con leche adulterada al 50%, para una película delgada de oro con distintos espesores que van desde 10 hasta 110 nm, como se observa en la figura 5.

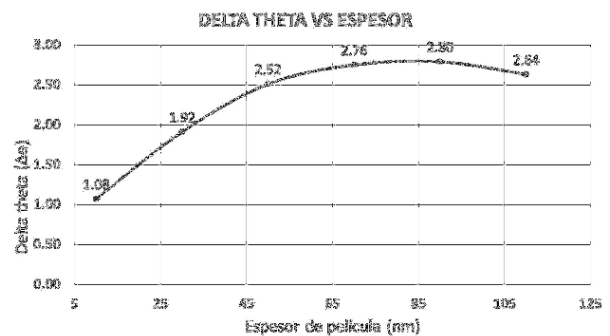


Figura 5. Variación del ángulo de incidencia (Delta theta) vs el Espesor de película delgada de oro.

Para la gráfica 5 del delta theta versus el espesor de la película, se pudo observar que el máximo obtenido es de 2.80° para un espesor de 90 nm. Esto indica que un espesor de 90 nm es el óptimo para la detección de la adulteración a altos porcentajes de agua.

De las figuras 4 y 5 podemos decir que un espesor de 90 nm es el óptimo para la detección de la leche a bajos y altos porcentajes de dilución en agua.

Si definimos la sensibilidad como $\Delta\theta/\Delta n$, donde $\Delta\theta$ es el cambio ángulo y Δn es el cambio de índice de refracción, nuestros resultados arrojan una sensibilidad de $\sim 190^\circ$ por unidad de índice de refracción, cuando el espesor de la película de oro es de 90 nm. El tipo de sensor propuesto en este trabajo se ha utilizado en otros trabajos para el estudio de contenido de grasas en la leche [10], mostrando una sensibilidad de $\sim 75^\circ$ por unidad de índice de refracción. Cabe resaltar que en [10] no hacen ninguna optimización al espesor, por lo que nuestros resultados muestran mayor sensibilidad.

Una vez se lleve este sensor a la práctica utilizaremos un sistema de rotación angular basado en servomotores (de la compañía Thorlabs) para variar el ángulo de incidencia con una precisión de 0.04° . Al saber que podemos lograr variaciones de ángulo de 0.04° y que nuestra sensibilidad es de 190° por unidad de índice de refracción, entonces podemos medir cambios en índice de refracción de 0.00021, lo cual equivaldría a un porcentaje de agua de $\sim 0.5\%$, interpolando los datos de la tabla 1. De este análisis podemos decir que nuestro límite de detección es de $\sim 0.5\%$ de agua en la leche.

Para el caso de la adulteración por agua no conocemos estudios utilizando el sensor propuesto en este trabajo. Sin embargo, en [9] se estudia la adulteración de leche con agua mediante espectroscopia infrarroja mostrando que los espectros no son tan fáciles de distinguir y se debe recurrir a técnicas avanzadas de tratamiento de data.

4. Conclusiones

Finalmente, se puede concluir que la utilización de un sensor óptico para la detección de la adulteración en la leche con agua es un método eficaz y muy certero sobre todo cuando los porcentajes de dilución en agua son pequeños, posicionándolo como un buen candidato para su aplicación en este rubro. Esto se reafirma si comparamos con [10], donde se utilizan este tipo de sensor para el estudio de la grasa en la leche, mostrando una sensibilidad de 75° por unidad de índice de refracción, mientras que en nuestro caso obtuvimos 190° por unidad de índice de refracción al optimizar el espesor de la película de oro a 90 nm.

El realizar simulaciones nos ayuda a entender de mejor manera el principio de funcionamiento del sensor y al optimizar los parámetros podemos reducir tiempo y recursos a la hora de llevar a cabo la experiencia en la vida real.

Hasta el momento desconocemos la existencia de un sensor de este tipo en nuestro país, por lo cual, consideramos que sería una herramienta muy relevante e innovadora en el mercado. Existen artículos de otros países donde utilizan un sensor de este tipo, utilizándolo en la detección de diferentes sustancias líquidas y gaseosas y en el caso específico de la leche, se ha utilizado para el estudio del contenido de grasas, según se detalla en [10]. Sin embargo, no tenemos conocimiento del uso de este sensor para el estudio de adulteración de leche con agua.

Por motivo de la pandemia no logramos llevar a cabo la experiencia como tal, teniendo casi todos los equipos que se requieren para su implementación. Esto fue una limitación en nuestra investigación, sin embargo, queda abierta la oportunidad de construir este sistema en temas de tesis. La realización de esta investigación a nivel teórico nos ha preparado para ser más creativos y ahondar más en artículos científicos muy interesantes, los cuales pueden ser una guía útil para futuras investigaciones.

De igual manera esta investigación nos permitió aplicar conceptos de ondas del curso de Física III en el campo de la ingeniería en Alimentos.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos al proyecto FID18-066 de la SENACYT, con el cual se compraron los equipos para hacer posible la construcción de este sensor en un futuro. Esta investigación fue posible gracias al apoyo del Sistema Nacional de Investigación (SNI) de la SENACYT, Panamá.

REFERENCIAS

- [1] Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO). La leche y los productos lácteos pueden mejorar la nutrición de los pobres del mundo. [En línea], Disponible: <http://www.fao.org/news/story/es/item/207819/icode/> [Accedido: 29-Septiembre-2020].
- [2] Reglamento técnico. Leche y productos lácteos: leche cruda, DGNTI-COPANIT 20-387-00, 2020.
- [3] Rodríguez, W., Guanga, W., García, P. A. (2011). Variación de parámetros fisicoquímicos en leche cruda adulterada. *Revista Momentos de Ciencia* 8:(1), Universidad de la Amazonia, Colombia.
- [4] Aditya Dave, Dishant Banwari, Satyam Srivastava, Shashikant Sadistap. (2016). Optical Sensing System for Detecting Water Adulteration in Milk.
- [5] Gowri Annasamy, Allwyn S. Rajamani, Ramakrishna Bandaru & Sai V.V.R. (2018). U-bent plastic optical fiber probes as refractive index-based fat sensor for milk quality monitoring. *Elsevier*,47(2019),15-20.
- [6] Guía práctica: Determinación de adulteración de la leche con agua, cloruros y sacarosa. (2002). Universidad del Zulia, Facultad de Ciencias Veterinarias, Cátedra de Ciencia y Tecnología de la Leche. Maracaibo, Venezuela.
- [7] *Norma Oficial Mexicana NOM-F-148-S- 1982, alimentos para humanos determinación del índice de refracción en leche fluida así como el aviso de la Declaratoria de Vigencia.*, NMX-F-148-S-1982, 1982.
- [8] Lahore University of Management Sciences. Resonancia de plasmón superficial. (2021). [En línea], Disponible: <https://physlab.org/experiment/surface-plasmon-resonance/> [Accedido: 29-septiembre-2020].
- [9] S. Kasemsumran, W. Thanapase y A. Kiatsoonthon. "Feasibility of Near-Infrared Spectroscopy to Detect and to Quantify Adulterants in Cow Milk" *Anal. Sci.*, vol. 23, no. 7, pp. 907-910, Jul. 2007.
- [10] A. Jääskeläinen, K. E. Peiponen y A. Rätty. "On Reflectometric Measurement of a Refractive Index of Milk" *J. Dairy Sci.*, vol. 84, no. 1, pp. 38-43, Jan. 2001.