UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA ELÉTRICA
PROJETO DE GRADUAÇÃO

LORENA SILVA VIEIRA

MEDIÇÃO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DE ALTERAÇÕES EM AMOSTRAS DE LEITE DEVIDO À DILUIÇÃO EM ÁGUA POR MEIO DE UM SENSOR DE FIBRA ÓPTICA.

VITÓRIA

2020

LORENA SILVA VIEIRA

MEDIÇÃO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DE ALTERAÇÕES EM AMOSTRAS DE LEITE DEVIDO À DILUIÇÃO EM ÁGUA POR MEIO DE UM SENSOR DE FIBRA ÓPTICA.

Parte manuscrita do Projeto de Graduação da aluna **Lorena Silva Vieira**, apresentado ao Departamento de Engenharia Elétrica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Engenheira Eletricista.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo S. Castellani.

VITÓRIA
2020

LORENA SILVA VIEIRA

MEDIÇÃO DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DE ALTERAÇÕES EM AMOSTRAS DE LEITE DEVIDO À DILUIÇÃO EM ÁGUA POR MEIO DE UM SENSOR DE FIBRA ÓPTICA.

Parte manuscrita do Projeto de Graduação da aluna **Lorena Silva Vieira**, apresentado ao Departamento de Engenharia Elétrica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Engenheira Eletricista.

Aprovada em 14 de dezembro de 2020.

COMISSÃO EXAMINADORA:

_____

Prof. Dr. Carlos Eduardo S. Castellani
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

_____

Profa. Dra. Maria José Pontes
Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador

_____

Prof. MSc. Luís Cícero Bezerra da Silva
Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador

RESUMO

Este trabalho apresenta um sensor de fibra óptica baseado no interferômetro de Michelson para medir o índice de refração do leite UHT e identificar suas alterações por diluição em água. O dispositivo construído em fibra óptica foi usado para medir de forma indireta o índice de refração do leite e aferir variações neste índice à medida que o leite é diluído com água. O leite da marca Selita foi avaliado partindo-se da premissa que seu índice de refração estava de acordo com os critérios estabelecidos pelo Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA). Amostras desta marca foram diluídas para que apresentem quantidades de 5%, 10%, 20%, 25% e 50% de água a mais em relação à concentração da solução original. A curva característica Alteração x Comprimento de onda do sensor foi levantada para compreender melhor seu comportamento. Além disso, para identificar o bom funcionamento do sensor, uma caracterização com água e glicerina foi feita antes de se iniciar as medições nas amostras de leite. Através do experimento, foi possível detectar que o índice de refração do leite diminui com o acréscimo de água na solução com sensibilidade de 0,048 nm/% água. Além disso, a caracterização do sensor com água e glicerina possibilitou verificar que o sensor funcionava corretamente e com alta sensibilidade de 27,1 nm/RIU.

Palavras-chave: Índice de refração. Sensor. Interferômetro de Michelson. Fibra óptica. Óptica. Leite.

ABSTRACT

This work presents a fiber optic sensor based on Michelson interferometer to measure the refractive index of UHT milk and identify its changes by dilution in water. The fiber optic device was used to indirectly measure the milk refractive index and measure variations in this index as milk is diluted with water. Selita milk was evaluated on the premise that its refractive index was in accordance with the criteria established by the Regulation of Industrial and Sanitary Inspection of Products of Animal Origin (RIISPOA). Samples of this brand were diluted so that they present quantities of 5%, 10%, 20%, 25% and 50% more water than the concentration of the original solution. The Alteration x Sensor Wavelength characteristic curve was lifted to better understand its behavior. In addition, to identify the proper functioning of the sensor, a characterization with water and glycerin was done before starting the measurements on the milk samples. Through the experiment, it was possible to detect that the milk refractive index decreases with the addition of water in the solution with a sensitivity of 0.048 nm/% water. Furthermore, the characterization of the sensor with water and glycerin made it possible to verify that the sensor worked correctly and with high sensitivity of 27.1 nm/RIU.

Keywords: Refractive Index. Sensor. Michelson interferometer. Optical fiber. Opticas. Milk.

LISTA DE FIGURAS

Figura 01 – Componentes de uma fibra óptica.....15
Figura 02 – Configuração do sensor 17
Figura 03 – Esquemático do sensor 18
Figura 04 – Comprimento de onda x Potência, para as soluções de glicerina e água em % 25
Figura 05 – Picos analisados para caraterização do sensor com água e glicerina ...27
Figura 06 – Equações características para cada um dos picos analisados.....29
Figura 07 – Gráfico da equação característica do sensor com água e glicerina em função do índice de refração 30
Figura 08 – Gráfico da equação característica do sensor com água e glicerina em função da quantidade de água na solução em %.....31
Figura 09 – Comprimento de onda x potência para as soluções de leite e água, em % 32
Figura 10 – Envelope superior da curva de concentração leite/água em %.....34
Figura 11 – Curvas de concentrações leite/água em % com a função envelope 35
Figura 12 – Pico acompanhado para elaboração da curva característica água/leite.36
Figura 13 – Equação característica do sensor com água e leite 37

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Índice de refração de soluções glicerina/água à 20°C.....28
Tabela 02 – Coeficientes de determinação 28
Tabela 03 – Índice de refração pelo comprimento de onda.....29
Tabela 04 – Índice de refração pelo comprimento de onda.....36

LISTA DE ABREVIAÇÕES

EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IEEE	*Institute of Electrical and Electronics Engineers*
IR	Índice de Refração
LABTEL	Laboratório de Telecomunicações
MAPA	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
MATLAB	*Matrix Laboratory*
OMS	Organização Mundial da Saúde
OSA	Optical Spectral Analyzer
RIISPOA	Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal
SBQ	Sociedade Brasileira de Química
SMF	*Single-Mode Fiber*
RCF	*Reduced Core Fiber*
RIU	*Refractive Index Unit*
UHT	*Ultra High Temperature*
UFES	Universidade Federal do Espírito Santo

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcentagem
km	Quilômetro
nm	Nanômetros
n	Índice de refração
λ	Comprimento de onda
θ_i	Ângulo de incidência
θ_c	Ângulo crítico
θ_a	Ângulo de aceitação
µm	Micrômetro
°	Graus
°C	Graus Celsius
N°	Número
ml	Mililitros
C	Carbono
H	Hidrogênio
O	Oxigênio
dB	Decibel
dBm	Decibel miliwatt
R^2	Coeficiente de determinação
k	Número de observações
y_i	Valor observado
$\bar{y}$	Média das observações
SQ_{tot}	Soma total dos quadrados
$\hat{y}_i$	Valor estimado
SQ_{res}	Soma dos quadrados dos resíduos
np	Número de amostras

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 11
2 JUSTIFICATIVA 13
3 OBJETIVOS 14
3.1 Objetivo Geral **14**
3.2 Objetivos Específicos **14**
4 EMBASAMENTO TEÓRICO 15
4.1 Fibras Ópticas **15**
4.2 O Sensor e o Interferômetro de Michelson **16**
4.3 Índices de Refração da Água e do Leite **18**
4.4 O Leite e Suas Particularidades **19**
4.5 Pasteurização **20**
5 METODOLOGIA 21
5.1 Método Utilizado **21**
5.2 Desenvolvimento do Experimento **22**
6 RESULTADOS 24
6.1 Caracterização do Sensor com Água e Glicerina **24**
6.1.1 Coeficiente de Determinação 25
6.1.2 Curva Característica do Sensor com Água/Glicerina 27
6.2 Medidas com Amostras de Leite **31**
6.2.1 Função Envelope 33
7 CONCLUSÃO **39**
REFERÊNCIAS **41**
APÊNCIDE A – CÓDIGO PARA ANÁLISE DA SOLUÇÃO DE ÁGUA E GLICERINA **44**
APÊNDICE B – CÓDIGO PARA ANÁLISE DA SOLUÇÃO DE LEITE E ÁGUA **48**
APÊNDICE C – CÓDIGO PARA ANÁLISE DO PICO ANALISADO NA SOLUÇÃO DE LEITE E ÁGUA **50**

1 INTRODUÇÃO

A fibra óptica foi inventada pelo físico Narinder Singh Kapany e tem seu funcionamento baseado no princípio da reflexão interna total da luz. Este fenômeno ocorre quando a luz incide na interface entre dois meios, indo do meio mais denso para o menos denso, com um ângulo de incidência maior ou igual ao ângulo crítico. O ângulo crítico é o ângulo a partir do qual qualquer raio incidente deixa de ser refratado e passa a ser totalmente refletido (TRONCO; AVILA, 2007). Após sua invenção, o grande desafio para os cientistas da época era desenvolver um vidro puro o suficiente para compor a fibra, de modo que, somente 1% da potência da luz fosse perdida em uma transmissão de 1 km, distância que separava os repetidores dos sistemas de transmissão telefônicos instalados por volta de 1958. Em meados dos anos 90, surgiu uma nova classe de fibra óptica microestruturada, denominada de fibra cristalina fotónica. Experimentos realizados com esta fibra demonstraram um grande potencial de uso para aplicações que vão desde da transmissão de luz à distância a implementações de dispositivos ópticos, como por exemplo, conversores de comprimento de onda e amplificadores. Esses avanços tecnológicos e o maior entendimento do funcionamento da fibra óptica permitiram sua aplicação na fabricação de sensores (SENIOR; JAMRO, 2019).

Como este trabalho apresenta um sensor de fibra óptica, é importante diferenciar os sensores dos transdutores. Transdutores são sistemas de medição que associam uma forma de energia a outra através de uma relação conhecida. Os sensores, por outro lado são apenas a parte sensitiva dos transdutores (WERNECK, 1996). Um sensor de fibra óptica pode ser definido como um dispositivo através do qual um mensurando físico, químico ou biológico, interage com a luz guiada pela fibra óptica (sensor intrínseco) ou com a luz guiada até a região de interação pela fibra óptica (sensor extrínseco), para produzir um sinal óptico que será análogo ao parâmetro que se pretende medir. Estes sensores são projetados de modo que o mensurando interaja com um ou mais parâmetros ópticos da luz, sejam eles intensidade, fase, polarização ou comprimento de onda (GOUVEIA, 2008).

Os sensores feitos com fibra óptica estão sendo cada vez mais utilizados nas indústrias devido às suas vantagens em relação aos demais tipos disponíveis no mercado. Além de serem mais seguros do que circuitos eletrônicos, por terem imunidade a interferência de campos eletromagnéticos externos, eles possuem alta sensibilidade e são simples de construir. Essas características permitem que eles operem em ambientes considerados difíceis e com características rigorosas, como por exemplo, no monitoramento e proteção de acidentes em ferrovias (FARIA; BERALDO; CELASCHI, 2016). Parâmetros como temperatura, nível, deslocamento angular, tensão e índice de refração (IR) são comumente aferidos por sensores de fibra óptica (XIMENES et al., 2018).

Este trabalho é uma pesquisa aplicada e visa, por meio de um sensor construído baseado no interferômetro de Michelson, medir de maneira quantitativa o índice de refração do leite UHT (do inglês *Ultra High Temperature*) e como este IR se altera à medida que o leite é diluído em água.

Segundo a Companhia Nacional de Abastecimento (2018), o Brasil é o quinto maior produtor de leite do mundo, responsável por cerca que 7% da produção mundial. A busca pelo monitoramento da qualidade do leite é algo crescente e de grande importância, pois realizar os procedimentos de análise laboratorial trazem credibilidade e confiança para o setor de laticínios. (SANTOS, 2013).

Tendo em vista a importância da qualidade do leite e a necessidade de monitoramento de suas propriedades físico-químicas, propõe-se identificar, por meio de um sensor de fibra óptica, adulterações devido ao acréscimo de água.

2 JUSTIFICATIVA

Segundo a unidade da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) denominada Embrapa Gado de Leite, o consumo de leite de vaca pelos brasileiros é de 60 litros por habitante ao ano, de acordo com dados levantados em 2015 (BALDE BRANCO, 2016). O Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) estima que a população brasileira seja de 219 milhões de pessoas em 2026 (BALDE BRANCO, 2016). Para acompanhar o crescimento populacional, a produção de leite deverá ser de 37 bilhões de litros ao ano para abastecer o mercado interno, mantendo-se a média de consumo levantada em 2015 (ZOCCAL, 2016).

Uma preocupação com a necessidade do aumento de produção vem ao encontro de episódios ocorridos em 2013, quando o Ministério Público Federal apurou fraudes por parte de empresas produtoras de leite. A reportagem feita pela revista Veja, em 2014, mostrou que, na operação chamada de “Leite compensado”, empresas envolvidas compraram toneladas de ureia, pois esta mascarava o acréscimo de água ao leite. Além da utilização da ureia, outras práticas comuns foram identificadas pelas investigações. Dentre elas estão a adição de soda cáustica, peróxido de hidrogênio (água oxigenada) e cal virgem ao leite (VEJA, 2014).

Inspirado nesses eventos fraudulentos, na necessidade de encontrar métodos de fiscalização que não sejam burlados quimicamente e também por curiosidade, este trabalho busca utilizar um sensor de fibra óptica com base no princípio de funcionamento do interferômetro de Michelson. Este sensor será usado para identificar como o índice de refração de amostras de uma marca de leite analisada se alteram com o acréscimo de água, permitindo assim a identificação futura de marcas de leite que não respeitam o padrão estabelecido pelo Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA).

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é construir um sensor em fibra óptica, baseado no padrão de interferência criado pelo interferômetro de Michelson, para medir o índice de refração e identificar como ele se altera à medida que o leite é diluído com água. O sensor em questão é de baixo custo, fácil de construir, tem alta sensibilidade e é capaz de medir índices de refração que variam entre 1,33 a 1,40.

3.2 Objetivos Específicos

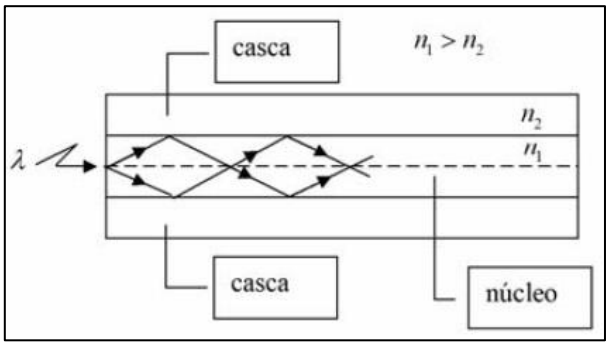
a) Construir um sensor em fibra óptica com características específicas para atender o objetivo geral;
b) Verificar o bom funcionamento do sensor por meio de uma caracterização com água e glicerina;
c) Determinar o grau de sensibilidade do sensor.

4 EMBASAMENTO TEÓRICO

4.1 Fibras Ópticas

As fibras ópticas são longas estruturas cilíndricas, transparentes e flexíveis, com dimensões comparadas a de um fio de cabelo humano, tendo como diâmetro externo valores em torno de 125 µm para as fibras monomodo. Elas são constituídas basicamente de materiais dielétricos e possuem um núcleo transparente por onde a luz se propaga e uma casca que envolve o núcleo. O índice de refração da parte central que compõe o núcleo é ligeiramente maior que o da parte externa referente à casca (SENIOR; JAMRO, 2009). A Figura 1 mostra as partes componentes de uma fibra óptica.

Figura 1 – Componentes de uma fibra óptica



Fonte: Tronco e Avila (2007).

O núcleo é um fino filamento de vidro ou plástico, cuja medida é feita geralmente em micrômetros. É a região por onde a luz passa e, quanto maior for o seu diâmetro, mais luz pode ser conduzida. Neste trabalho, foram utilizadas fibras monomodo com núcleo de vidro. A casca por sua vez, é a camada que reveste o núcleo e possui um índice de refração menor do que o núcleo, o que permite que a luz chegue ao receptor, pois impede que ela sofra refrações ao longo do caminho.

A transmissão da luz ao longo da fibra óptica ocorre devido a um processo de reflexão total que acontece no núcleo quando um feixe de luz emerge de um meio mais denso para um meio menos denso. Para que seja transmitida, a luz deve atingir, com um ângulo θ_i, a interface entre o núcleo e casca, e este ângulo deve ser maior do que o ângulo crítico θ_c. Para que isto ocorra, a luz precisa ser lançada dentro da fibra com

um ângulo θ, que é menor do que o ângulo crítico. Isto resulta no chamado cone de aceitação, que caracteriza a região dentro da qual a luz deve ser lançada.

A partir de um enfoque que considera a óptica geométrica, o ângulo de aceitação (θ_a) da fibra pode ser deduzido aplicando-se as leis de Snell nas condições de reflexão interna total (TRONCO; AVILA, 2007), conforme a equação (1).

$$\theta_a = \text{sen}^{-1}\left[\frac{\sqrt{n_1^2 - n_2^2}}{n_0}\right] \tag{1}$$

Onde n_0 é o índice de refração do meio onde a fibra óptica está imersa, n_1 o índice de refração do núcleo e n_2, o índice de refração da casca.

Existem duas categorias de fibras que definem como a luz se propaga no núcleo: multimodo e monomodo. As fibras multimodo possuem um diâmetro maior que as fibras monomodo e, por isso, a luz tem vários modos de propagação, ou seja, pode percorrer diversos caminhos no interior da fibra óptica. O diâmetro externo para este tipo de fibra varia entre 140 a 400 µm e estas fibras são as mais adequadas para situações onde a largura de banda é limitada, o transporte de dados é feito para distâncias curtas e aplicações de custo relativamente baixo. Nas fibras monomodo, por sua vez, a luz possui apenas um modo de propagação, percorrendo apenas um único caminho no interior do núcleo. Este tipo de fibra é ideal para aplicações com largura de banda elevada e média (SENIOR; JAMRO, 2009).

4.2 O Sensor e o Interferômetro de Michelson

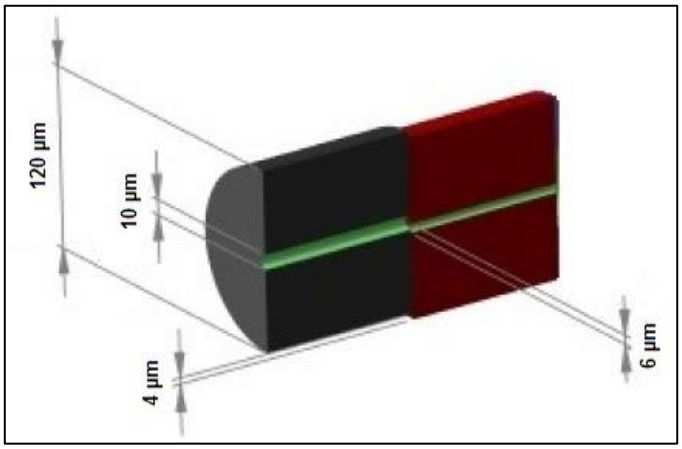
Diversos artigos sobre sensores de índice de refração utilizando configurações de fibras ópticas baseados nos interferômetros de Michelson (MENG et al., 2011), Mach-zehnder (RAO et al., 2003) e Fabry Perot (VIPHAVAKI et al., 2017) já foram publicados. Esses dispositivos são usados para fazer medições em uma escala de índices de refração que varia entre 1,33 e 1,44 com sensibilidades que variam de 8,5 nm/RIU à 8,8 nm/RIU, dependendo do tamanho do sensor. Configurações mais

complexas podem aumentar a sensitividade até 573 nm/RIU, porém geram um aumento de custo devido a alta complexidade de fabricação (XIMENES et al., 2018).

Na construção do sensor usado neste trabalho, empregou-se a técnica de emenda com *offset* que consiste na utilização de duas fibras com diâmetros diferentes. Uma fibra monomodo (SMF, do inglês *single-mode fiber*) com núcleo de 10 µm foi emendada com um desalinhamento axial de 4 µm a uma de núcleo reduzido (RCF, do inglês *reduced core fiber)* de dois centímetros de comprimento. A fibra de núcleo reduzido é do tipo monomodo (*Raman OFS fiber*) e possui um núcleo com diâmetro de 6 µm. O desalinhamento proposital foi feito usando uma máquina de fusão de fibra óptica modelo Fujikura 70 S (XIMENES et al., 2018).

O princípio de funcionamento do sensor consiste em separar o feixe óptico em dois caminhos distintos que possuem velocidades de fase diferentes e, em seguida, recombiná-los, formando o padrão de interferência que configura o interferômetro de Michelson. Por meio desta configuração, uma parte da luz que passa pelo núcleo da fibra monomodo é espalhada no revestimento (casca) da fibra de núcleo reduzido e outra parte é acoplada ao seu núcleo. A parte da luz que se acopla ao revestimento experimenta uma velocidade de fase diferente da do núcleo quando se propaga. Esta velocidade de fase pode ser influenciada por parâmetros externos, como o índice de refração do meio em que se encontra.

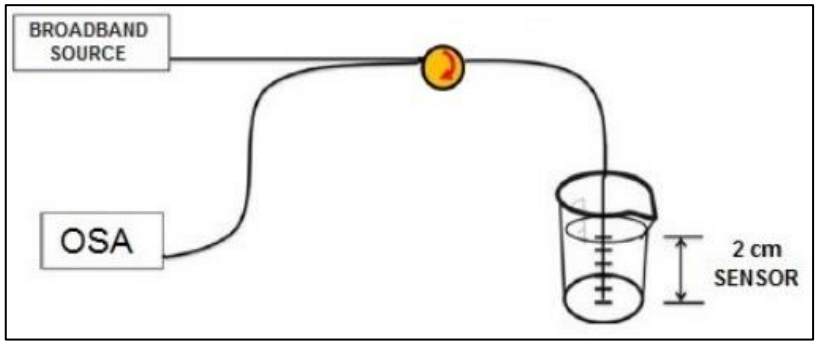
Figura 2 – Configuração do sensor



Fonte: Ximenes e outros (2018).

O elemento que é efetivamente o sensor desta configuração é a extremidade da fibra de núcleo reduzido. Quando a luz chega ao final dela, uma parte é refletida e volta tanto pelo núcleo quanto pelo revestimento da fibra, experimentando novamente velocidades diferentes de fase. Continuando o percurso, a luz refletida passa a se propagar pela fibra monomodo e se acopla ao seu núcleo, gerando um padrão de interferência que pode ser usado para detectar a diferença acumulada nas velocidades obtidas de ambos os caminhos. Um circulador é usado para separar os sinais de entrada da entrada e um analisador de espectro óptico (OSA, do inglês *optical spectrum analyzer*) lê o espectro de saída. Com esse espectro, o índice de refração do meio externo é analisado. A Figura 3 mostra o esquemático do sensor que será usado na parte experimental.

Figura 3 – Esquemático do sensor



Fonte: Ximenes e outros (2018).

4.3 Índices de Refração da Água e do Leite

O índice de refração da água é 14,5°Zeiss a 20°C e o do leite pode variar entre 38° e 41°Zeiss a 20°C. Segundo o RIISPOA, Decreto 30691/1952, um valor de índice de refração para o leite inferior a 37°Zeiss indica que o mesmo sofreu alterações (REZENDE; CARMO; ESTEVES, 2014).

A escala de Zeiss de refratibilidade foi originalmente usada em refratômetros de imersão Zeiss antigos e ainda hoje é utilizada em alguns refratômetros portáteis. Sua escala varia de -5° a 105°, e corresponde aos valores do índice de refratividade de 1,32539 a 1,36640, respectivamente. Esses valores foram identificados por Thurston (1922), antigo químico pesquisador da comissão de alimentos puros e drogas do

Estado de Ohio, nos Estados Unidos. A expressão de conversão da unidade Zeiss para índice de refração (ri) é a adotada pela *Association of Analytical Communities International* (AOAC) (WILLIAMS, 1984) e está descrita na equação (2).

$$ri = 1{,}327338 + 3{,}9347 \times 10^{-4}\ Zeiss - 2{,}0446 \times 10^{-7}\ Zeiss^2 \qquad (2)$$

4.4 O Leite e Suas Particularidades

O leite é um líquido branco produzido pelas glândulas mamárias das fêmeas dos mamíferos. Esse alimento difere de um mamífero para outro, principalmente em sua composição. O leite produzido por uma mulher, por exemplo, é mais ralo e tem mais vitaminas comparadas ao da vaca, que contém mais proteína e excesso de minerais.

O Quadro 1 mostra as principais diferenças entre os leites materno, animal e o artificial.

Quadro 1 – Diferenças entre os leites materno, animal e artificial

	Leite materno	Leite Animal	Leite Artificial
Proteínas	Quantidade adequada e fácil de digerir	Excesso, difícil de digerir	Parcialmente modificado
Lipídios	Suficiente em ácidos graxos essenciais, lipase para digestão	Deficiente em ácidos graxos essenciais, não apresenta lipase	Deficiente em ácidos graxos essenciais, não apresenta lipase
Vitaminas	Suficiente	Deficiente de A e C	Vitaminas adicionadas
Minerais	Quantidade adequada	Excesso	Parcialmente correto
Ferro	Pouca quantidade, boa absorção	Pouca quantidade, má absorção	Adicionado, má absorção
Água	Suficiente	Precisa de mais	Pode precisar de mais
Propriedades anti-infecciosas	Presente	Ausente	Ausente
Fatos de Crescimento	Presente	Ausente	Ausente

Fonte: Organização Mundial da Saúde (1993).
Nota: Adaptado pelo autor.

4.5 Pasteurização

O processo de pasteurização, assim chamado em homenagem ao químico microbiológico francês Louis Pasteur, que, por volta de 1864, desenvolveu este método, consiste em um tratamento térmico controlado no qual o alimento é submetido a determinadas temperaturas por um período específico para que todos os organismos patogênicos presentes sejam destruídos. Após o aquecimento na temperatura adequada pelo tempo estipulado, o alimento é imediatamente resfriado. O processo de pasteurização busca garantir a segurança microbiológica, aumentar a vida de prateleira e, ao mesmo tempo, preservar a qualidade dos alimentos (LEWIS; HEPPELL, 2000).

Este processo é obrigatório para todo o leite produzido no Brasil. Na Instrução Normativa N° 51, de 18 de setembro de 2002, Anexo V, é possível encontrar as informações definidas pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) para a pasteurização do leite (COORDENADORIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2002).

Os valores nutritivos do leite, assim como suas propriedades físico-químicas, não podem ser alterados por este processo. Existem três tipos de pasteurização:

- Pasteurização lenta (LTLT, do inglês *low temperature long time*): o leite é submetido a uma temperatura baixa (63°C) por um longo período (30 minutos);
- Pasteurização rápida (HTST, do inglês *high temperature and short time*): o leite é submetido a uma temperatura alta (75-120°C) por um curto período de tempo (15 segundos);
- Pasteurização muito rápida (UHT, do inglês *ultra high temperature*): o leite é submetido a uma temperatura superior às anteriores (135°C) por um período curto (4 segundos).

5 METODOLOGIA

Este trabalho é uma pesquisa aplicada, pois usa conhecimentos teóricos, métodos e técnicas acumuladas pela comunidade científica com o intuito de propor uma solução para medir e identificar alterações no leite. Em relação aos objetivos e procedimentos técnicos, trata-se de uma pesquisa experimental com objeto de estudo e variáveis de influência determinados para verificar a viabilidade funcional da solução aqui proposta. O problema foi abordado de forma quantitativa através da análise de equações e de curvas obtidas para determinar quantitativamente como o IR do leite se altera à medida que ele é diluído em água.

5.1 Método Utilizado

Diversos métodos podem ser utilizados para avaliar qualitativamente o leite e verificar sua possível diluição em água. A crioscopia é um deles e trata-se de uma técnica que permite medir o abaixamento do ponto de congelamento de líquidos devido à presença de substâncias dissolvidas. Dessa forma, o ponto crioscópico do leite refere-se à temperatura na qual ele passa do estado líquido para o sólido, e pode ser usado como prova de alteração caso ultrapasse os valores usuais de temperatura que estão na faixa de -0,55°C e -0,53°C, que garantem a integridade do leite. Outra forma de avaliar a qualidade do leite é por meio do seu índice de refração. Esta foi a maneira aplicada neste trabalho para verificar se o leite foi diluído em água. O índice de refração mede a mudança de um raio de luz ao passar de um meio para o outro. Em uma solução, esse índice depende das substâncias moleculares que a compõe, assim como de suas concentrações, de forma que a soma das refrações individuais produzidas pelos seus constituintes fornecem o índice de refração total. Deste modo, o índice de refração do leite adulterado será a soma dos índices de seus solutos com o índice de refração do solvente (água). Quanto mais água for adicionada, mais próximo do índice de refração total se aproximará do índice do solvente.

Para realização dos experimentos, utilizou-se o leite integral UHT. Segundo o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), a Portaria N° 370, de 4 de setembro de 1997, define o leite UHT da seguinte forma:

> Entende-se por leite UHT (*Ultra-Alta Temperature*, UAT) o leite homogeneizado que foi submetido, durante 2 a 4 segundos, a uma temperatura entre 130°C e 150°C, mediante um processo térmico de fluxo contínuo, imediatamente resfriado a uma temperatura inferior a 32°C e envasado sob condições assépticas em embalagens estéreis e hermeticamente fechadas (BRASIL, 1997).

5.2 Desenvolvimento do Experimento

As seguintes etapas foram realizadas no desenvolvimento do projeto:

a) Construção do sensor utilizado para as medições. O dispositivo construído é capaz de medir índices de refração de 1,33 até 1,40, com uma sensibilidade que pode chegar a 43,48 nm/RIU;
b) Caracterização do sensor com água e glicerina. Diluiu-se glicerina em água de forma a obter soluções com concentrações de 5%, 10%, 20%, e 50% de glicerina. Esta caracterização serviu para verificar o bom funcionamento do sensor;
c) Diluição das amostras de leite da marca analisada para que apresentassem quantidades de 5%, 10%, 20%, 25% e 50% de água a mais em relação à concentração da solução original. Nesta etapa foi feita a caracterização do sensor com água e leite;
d) Execução de análises e comparações dos índices de refração das amostras diluídas em água.

O experimento foi dividido em duas etapas após a construção do sensor. Na primeira parte foi feita a análise do bom funcionamento do sensor por meio de uma caracterização com glicerina e água. Nesta etapa, 40 ml de água foram colocados em um béquer e, com a ajuda de uma pipeta plástica. O composto orgânico glicerina foi dissolvido neste béquer para que o índice de refração da solução resultante com 2 ml, 4 ml, 8 ml e 40 ml de glicerina fosse medido. Avaliando-se os gráficos obtidos em medição através do analisador de espectro óptico e o comportamento das curvas, foi possível inferir se o sensor construído funcionava corretamente ou não. Também nesta etapa, a curva característica do sensor com água e glicerina foi levantada.

Na segunda parte, após validar o bom funcionamento do sensor, a marca comercial Selita teve amostras de leite alteradas por diluição em água. As variações nos índices de refração das amostras contendo 3 ml, 6 ml, 12 ml, 15 ml e 30 ml de água adicionados a 60 ml de leite foram medidas. Além disso, a curva característica do sensor foi levantada.

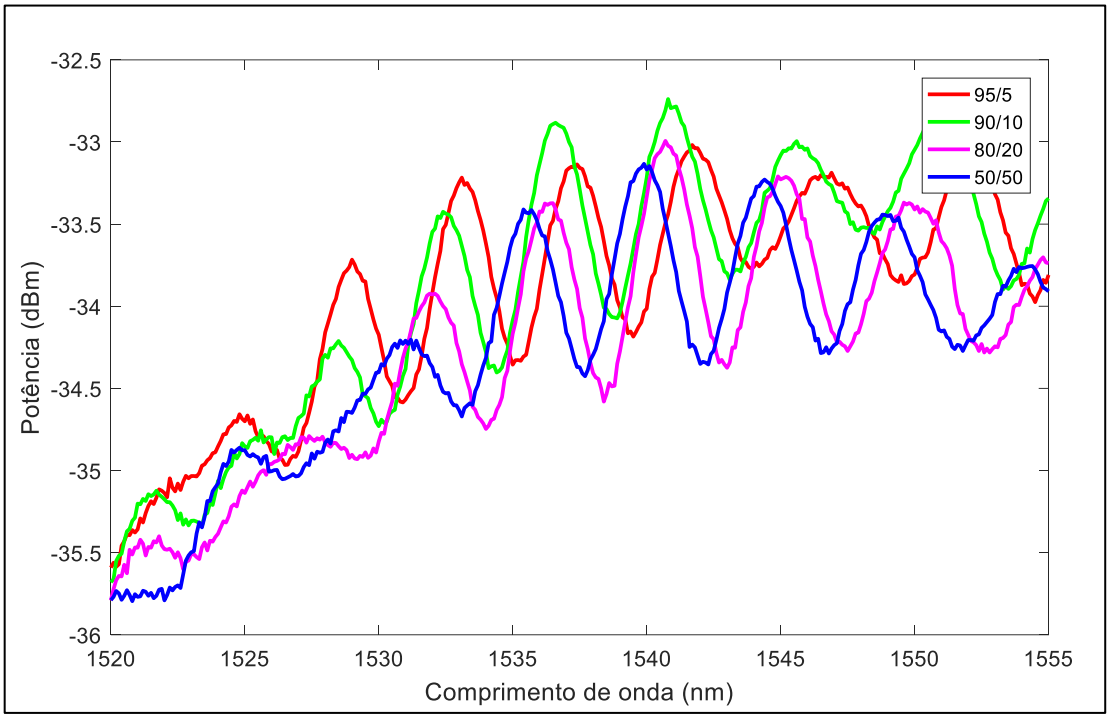
6 RESULTADOS

6.1 Caracterização do Sensor com Água e Glicerina

Visando-se gerar o padrão de interferência e verificar o bom funcionamento do sensor, foi feita sua caracterização com glicerina ($C_3H_8O_3$). Para isso, usou-se uma fonte de luz centrada em 1530 nm com uma banda de 3 dB de 100 nm e potência óptica de -5.5 dBm. Para realizar a caracterização, o sensor foi totalmente imerso em um béquer de 100 ml a princípio preenchido com 20 ml de água, IR de 1,333 à 20°C (MINER; DALTON, 1953). Com a ajuda de uma pipeta plástica, adicionou-se glicerina neste béquer de forma a obter soluções com concentrações de proporção água/glicerina de: 95%/5%, 90%/10%, 80%/20% e 50%/50%. A cada adição de glicerina, a solução foi misturada para obtenção de uma mistura homogênea. O sensor foi limpo com álcool isopropílico após cada medição. Esta operação é necessária para eliminar resquícios da solução medida anteriormente que podem causar perda de potência do sensor. A região escolhida para análise apresenta um alto grau de linearidade com índices de refração que variam de 1,334 à 1,398 (XIMENES et al., 2018).

Utilizou-se o *software* MATLAB para fazer a análise dos sinais obtidos com o analisador de espectro óptico. Um mesmo sinal teve sua evolução salva em uma janela (SPAM) de 100, 50, 30 e 10 nm a partir do comprimento de onda central para que fosse possível verificar as regiões com os melhores picos para serem acompanhados. Observou-se que o SPAM 50 era ideal, pois mostrava claramente a evolução dos picos. Para analisar ainda melhor os picos, o intervalo de análise foi reduzido para a região onde eles ocorrem de maneira mais frequente e com uma melhor resolução. Dessa forma, a janela efetiva escolhida foi de 1520 a 1555 nm. A Figura 4 mostra o sinal obtido para as concentrações estudadas. Pode-se perceber que ao aumentar a quantidade de glicerina na solução, o sinal se desloca para a esquerda. Este comportamento ocorre devido à mudança do índice de refração efetivo da casca à medida que se altera o índice de refração do líquido (XIMENES et al., 2018). Este resultado confirmou o bom funcionamento do sensor.

Figura 4 – Comprimento de onda x potência, para as soluções de glicerina e água, em %



Fonte: Produção do próprio autor.

Na Figura 4, é possível identificar diversos picos que podem ser acompanhados para caracterizar a curva do sensor. Por meio do código agua_glice50.m (APÊNDICE A) do MATLAB, os três picos centrais, que estão bem definidos, foram analisados de forma que fosse possível identificar qual dos picos evoluía de maneira mais linear, o que implicaria em uma curva característica mais linear. Para avaliar este parâmetro, usou-se o coeficiente de determinação.

6.1.1 Coeficiente de Determinação

O coeficiente de determinação, também conhecido como R^2, é, dentro de um modelo estatístico linear, uma medida de ajuste. No caso do trabalho apresentado, trata-se de uma medida em um modelo de regressão linear para estimar a relação linear entre o índice de refração e o comprimento de onda. O R^2 varia entre 0 e 1. Quanto mais próximo este coeficiente está de 1, melhor é o modelo linear, ou seja, o modelo se ajusta melhor a amostra e, portanto, explica melhor o fenômeno estudado (QUININO; REIS; BESSEGATO, 2011).

A equação (3) fornece a soma total dos quadrados com k sendo o número de observações, y_i o valor observado e $\bar{y}$ a média das observações.

$$SQ_{tot} = \sum_{i=1}^{k} (y_i - \bar{y}_i)^2 \quad (3)$$

A equação (4) é a soma dos quadrados dos resíduos e calcula a parte que não é explicada pelo modelo. Nesta equação, $\hat{y}_i$ o valor estimado (modelado ou previsto) para y_i.

$$SQ_{res} = \sum_{i=1}^{k} (y_i - \hat{y}_i)^2 \quad (4)$$

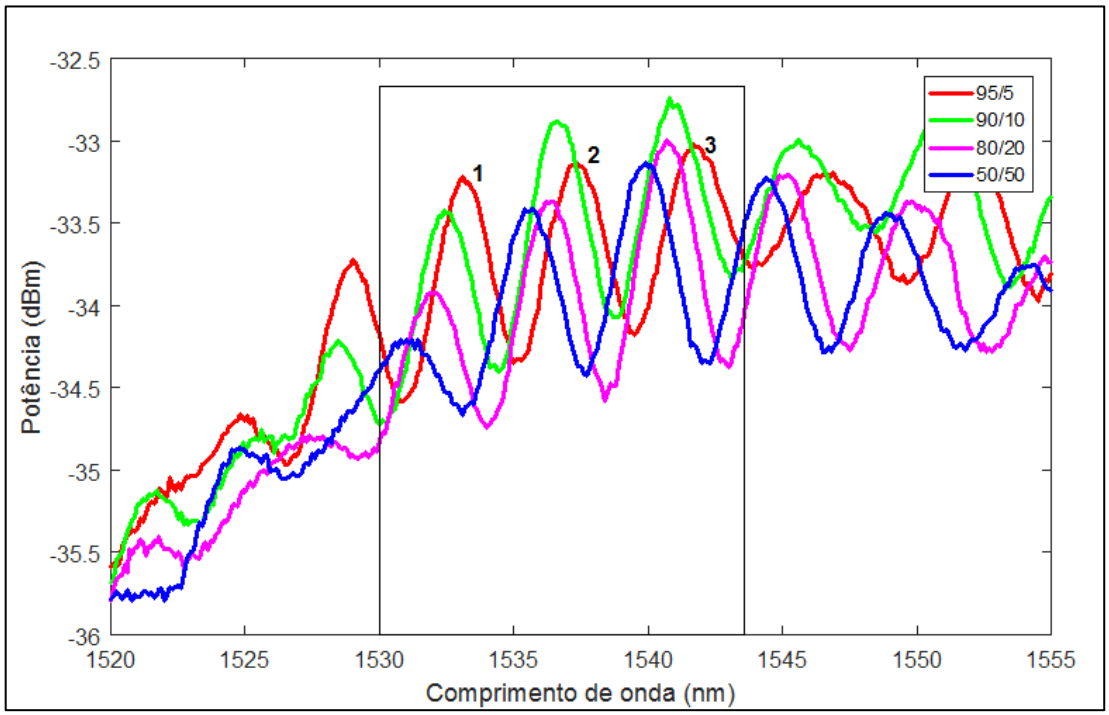
A equação (5) fornece o valor de R^2. Pode-se perceber que quando a soma dos resíduos se aproxima de 0, R^2 aproxima-se de 1. Desta forma, quanto menor é a diferença entre o valor observado e o estimado, maior poder explicativo detém o modelo.

$$R^2 = 1 - \frac{SQ_{res}}{SQ_{tot}} \quad (5)$$

A função fitlm (do inglês *filter linear regression model*) do MATLAB fornece os mesmos resultados que as equações (3), (4) e (5). Para passar os parâmetros necessários para fitlm, usa-se a seguinte sintaxe fitlm (X,y). Na sintaxe apresentada, X é a matriz que contém as variáveis de entrada e y é o vetor de respostas. Desta forma, a função retorna um modelo de regressão linear de respostas y, adequado aos dados da matriz X (MATHWORKS, 2020). Esta função foi utilizada para calcular o coeficiente de determinação de cada pico acompanhado e, assim, foi possível selecionar o modelo mais explicativo para dar a curva de caracterização água/glicerina do sensor.

A Figura 5 mostra os três picos que foram acompanhados. Eles tiveram suas variações de comprimento de onda analisados com o coeficiente de determinação para que fosse possível escolher o melhor pico.

Figura 5 – Picos analisados para caracterização do sensor com água e glicerina



Fonte: Produção do próprio autor.

6.1.2 Curva Característica do Sensor com Água/Glicerina

A temperatura ambiente no interior do LABTEL varia em torno de 23°C para garantir o bom funcionamento dos equipamentos. Os valores apresentados na Tabela 1 correspondem à temperatura de 20°C e foram utilizados como aproximações para estabelecer a relação do índice de refração com a mudança do comprimento de onda à medida que as alterações eram feitas.

Tabela 1 – Índice de refração de soluções glicerina/água à 20°C

Glicerina em %	Índice de refração	Diferença para 1%
50	1,39809	0,00149
45	1,39089	0,00136
40	1,38413	0,00135
35	1,37740	0,00134
30	1,37070	0,00134
25	1,36404	0,00132
20	1,35749	0,00130
15	1,35106	0,00126
10	1,34481	0,00122
5	1,33880	0,00118
0	1,33303	-

Fonte: Miner e Dalton (1953).
Nota: Adaptado pelo autor.

Utilizando a Tabela 1, foi possível estabelecer a relação entre a concentração água/glicerina da solução e seu índice de refração tabelado com os comprimentos de onda medidos experimentalmente. Determinadas essas relações para os três picos, o coeficiente de determinação de cada relação foi avaliado como mostra a Tabela 2.

Tabela 2 – Coeficientes de determinação

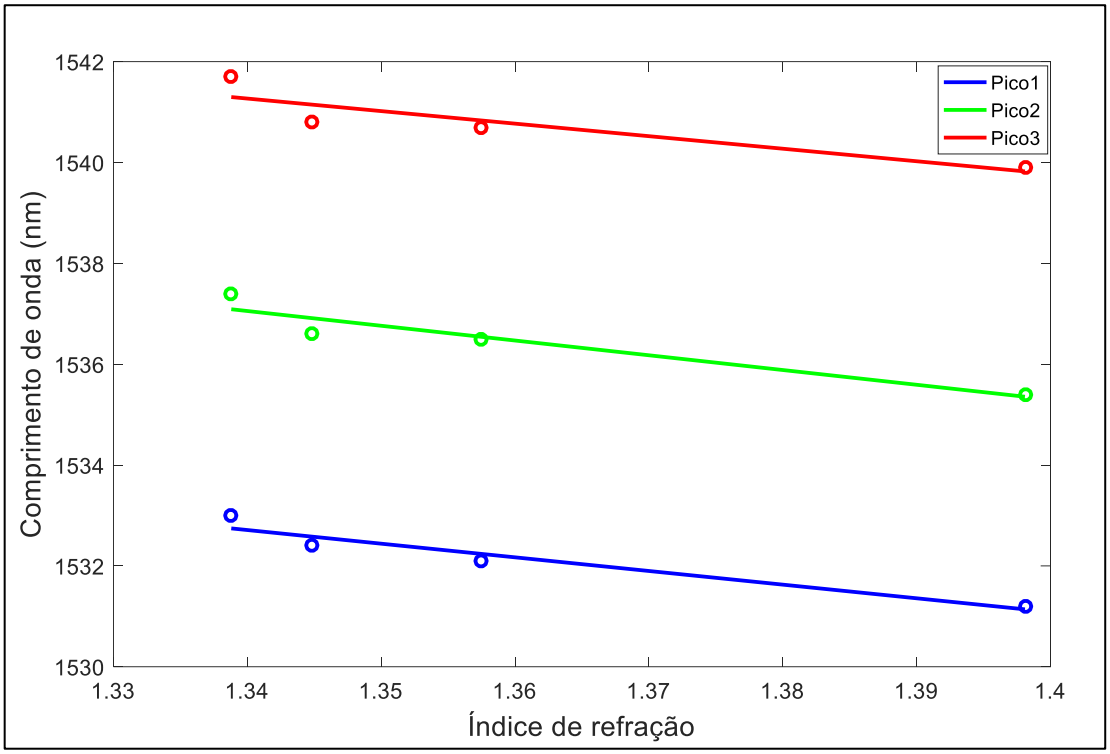
Pico	Intervalo de variação de λ (nm)	Intervalo de variação do IR	R^2
1	1533 – 1531,2		0,928
2	1537,4 – 1535,4	1,33880 – 1,39809	0,902
3	1541 – 1539,9		0,814

Fonte: Produção do próprio autor.

Para levantar as retas que caracterizam o sensor, utilizou-se a função polyfit (do inglês *polynomial curve fitting*). Esta função retorna os coeficientes de um polinômio p(x) de grau n para os dados que são fornecidos. A função polyfit possui a seguinte sintaxe: p = polyfit (x, y, n), onde x indica os índices de refração e y os comprimentos de onda representados na Tabela 2, respectivamente. Como a aproximação foi uma reta, o grau n do polinômio é igual a 1. Após esta operação, utilizou-se a função polyval (do inglês polynomial evaluation) para avaliar o polinômio p(x) em cada de ponto de x. Com o auxílio das funções polyfit e polyval, aproximou-se as variações dos picos à um modelo linear de forma que fosse possível traçar retas IR x comprimento de onda.

A Figura 6 mostra graficamente as retas que foram obtidas para cada um dos três picos analisados.

Figura 6 – Equações características para cada um dos picos analisados



Fonte: Produção do próprio autor.

Como o coeficiente R^2 do pico 1 é o maior, a curva que caracteriza o sensor foi levantada a partir das variações deste pico. A Tabela 3 mostra os valores das variações de comprimento de onda do pico 1 à medida que se acrescentou glicerina na amostra. Cada pico forma um par com seu IR correspondente identificado na Tabela 1.

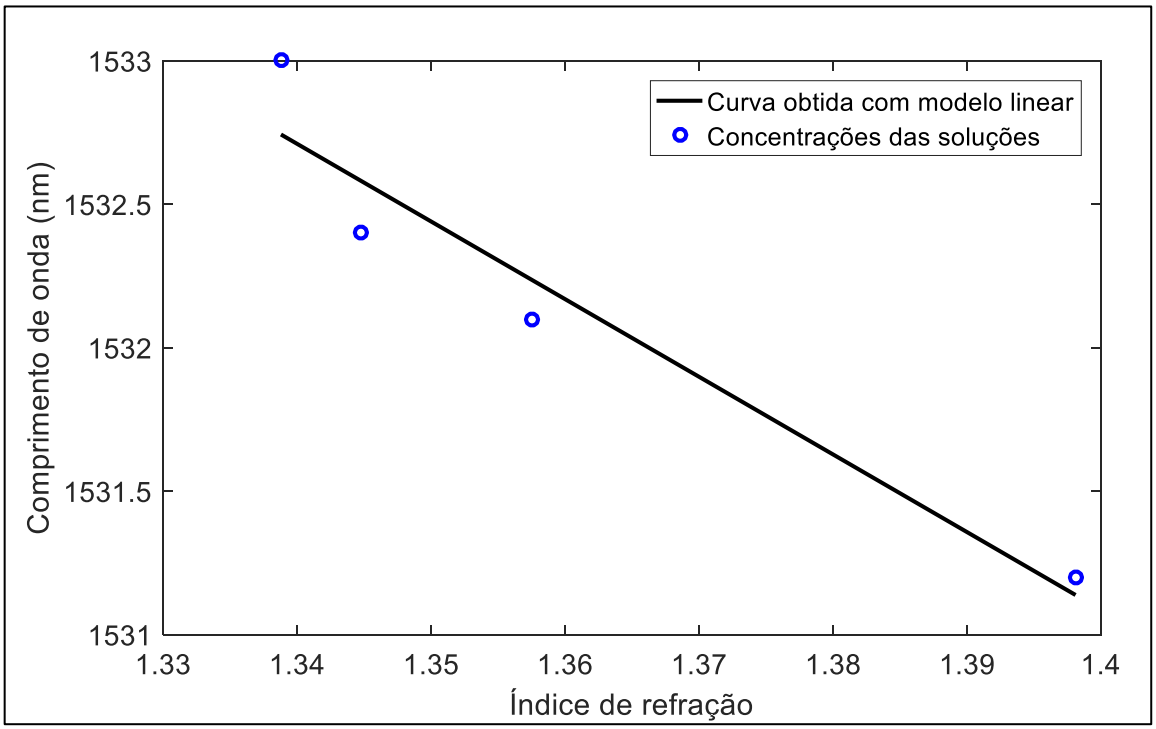
Tabela 3 – Índice de refração pelo comprimento de onda

Concentração água/glicerina (%)	Comprimento de onda λ (nm)	Índice de refração
95/5	1533,0	1,33880
90/10	1532,4	1,34481
80/20	1532,1	1,35749
50/50	1531,2	1,39809

Fonte: Produção do próprio autor.

Usando as funções polyfit e polyval, aproximou-se os pontos apresentados na Tabela 3 à reta que representa a equação característica do sensor. A Figura 7 mostra o resultado obtido graficamente.

Figura 7 – Gráfico da equação característica do sensor com água e glicerina em função do índice de refração



Fonte: Produção do próprio autor.

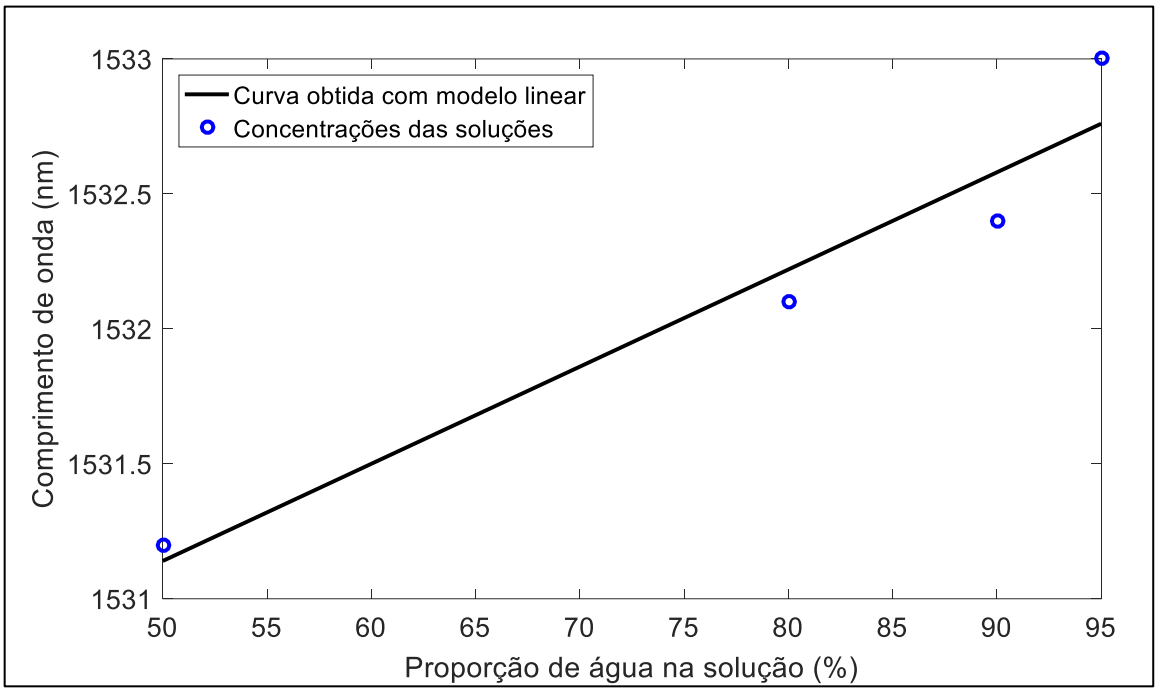
A equação (6) representa a equação característica do sensor.

$$p(x) = -27{,}1x + 1569{,}0 \tag{6}$$

A partir da Figura 7, pode-se notar que o comprimento de onda diminui enquanto o índice de refração aumenta com uma sensibilidade de 27,1 nm/RIU, que é cerca de 3 vezes maior do que sensores similares que foram construídos com uso de técnicas similares (CASTELLANI et al., 2017). Apesar da equação característica ter uma linearidade razoável (R^2 = 0,928), o ideal seria ter mais pontos para que o modelo linear fosse mais realista com um coeficiente de determinação mais elevado.

A Figura 8 mostra a curva característica em função da quantidade de glicerina na solução. Pode-se perceber que ela apresenta o mesmo formato da curva com os pontos apresentados na Figura 7.

Figura 8 – Gráfico da equação característica do sensor com água e glicerina em função da quantidade de água na solução, em %.



Fonte: Produção do próprio autor.

A equação (7) representa o gráfico mostrado na Figura 8.

$$p_2(x) = 0{,}036x + 1532{,}94 \tag{7}$$

A sensibilidade do sensor em termos da concentração de água na solução é de 0,036 nm/% de água.

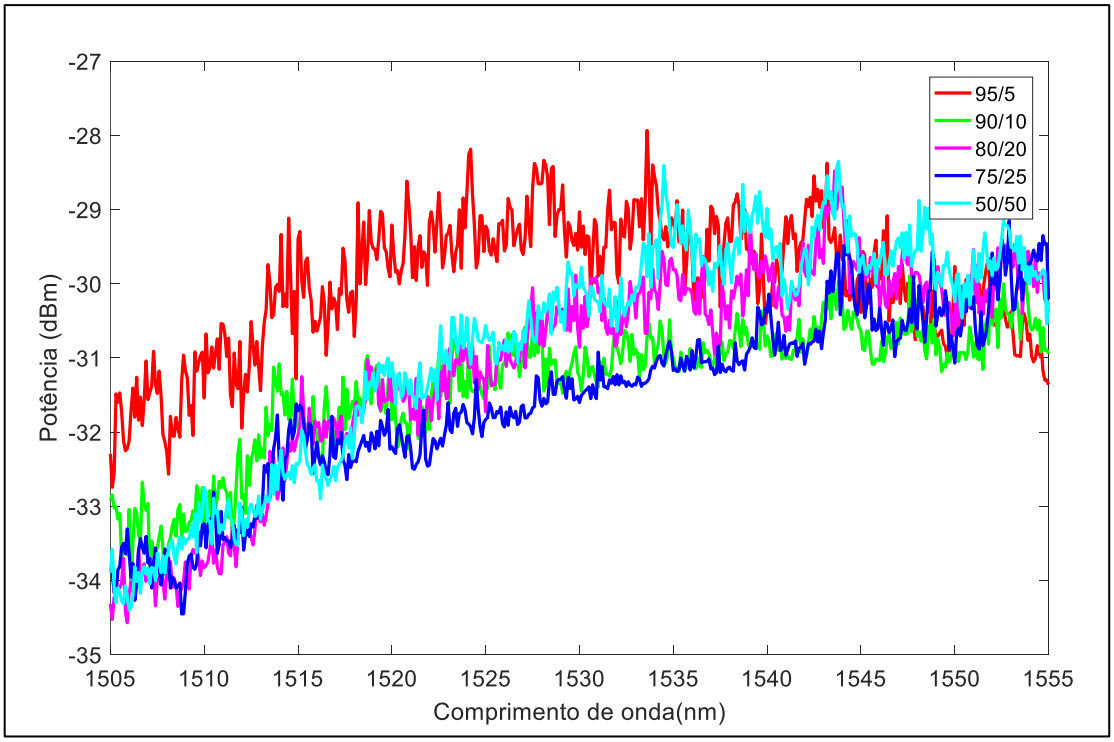
6.2 Medidas com Amostras de Leite

Nesta parte do experimento foi feita a caracterização do sensor com água e leite. As características da fonte de luz foram as mesmas da caracterização com glicerina: luz centrada em 1530 nm com uma banda de 3 dB de 100 nm e potência óptica de -5.5 dBm. O sensor foi totalmente imerso em um béquer de 100 ml a princípio preenchido com 20 ml de leite. Utilizando uma pipeta plástica, adicionou-se água

progressivamente neste béquer de forma a obter soluções com concentrações de leite/água de: 95%/5%, 90%/10%, 80%/20%, 75%/25% e 50%/50%. Para cada uma das configurações descritas, após a adição de água, misturou-se a solução a fim de obter uma mistura homogênea. O sensor foi limpo com álcool isopropílico a cada medição. Esta operação é necessária porque vestígios da solução ficam no sensor, interferindo negativamente em sua potência e consequentemente no resultado da próxima medição. O interesse principal no uso do álcool isopropílico é que ele pode ser removido completamente do conector ou do adaptador (CISCO, 2016). No caso do leite, a instabilidade na potência de saída do sensor ficou mais visível porque diversas substâncias fazem parte da composição química do leite. Por causa disso, o processo de limpeza após cada medição para esta caracterização precisa ser mais rigoroso.

A Figura 9 ilustra as curvas das configurações descritas com água e leite. Os dados mostrados foram obtidos via analisador de espectro óptico (OSA) e reproduzidos com o MATLAB.

Figura 9 – Comprimento de onda x potência para as soluções de leite e água, em %



Fonte: Produção do próprio autor.

Ao se comparar as curvas das soluções de água e leite com as de água e glicerina, pode-se perceber que as primeiras possuem variações de potência muito acentuadas e inconstantes, tornando difícil a identificação dos picos para análise. Isto se deve ao fato do leite ser composto por várias substâncias químicas diferentes, o que diversifica sua gama de moléculas. Como cada uma delas interage de maneira diferente com a luz, existe uma maior variação do comprimento de onda e consequentemente dos valores da potência óptica. (ÓPTICA, 2013).

Para proceder com a análise de forma similar à da caracterização com água e glicerina, usou-se a função envelope.

6.2.1 Função Envelope

A função envelope devolve os envelopes superior e inferior de uma dada sequência de entrada, aqui denominada x, em função da magnitude do seu sinal analítico. O sinal analítico de x é encontrado usando-se a transformada discreta de Fourier. Esta função remove inicialmente a média de x e após o cálculo dos envelopes, adiciona a média novamente (MATHWORKS, 2020).

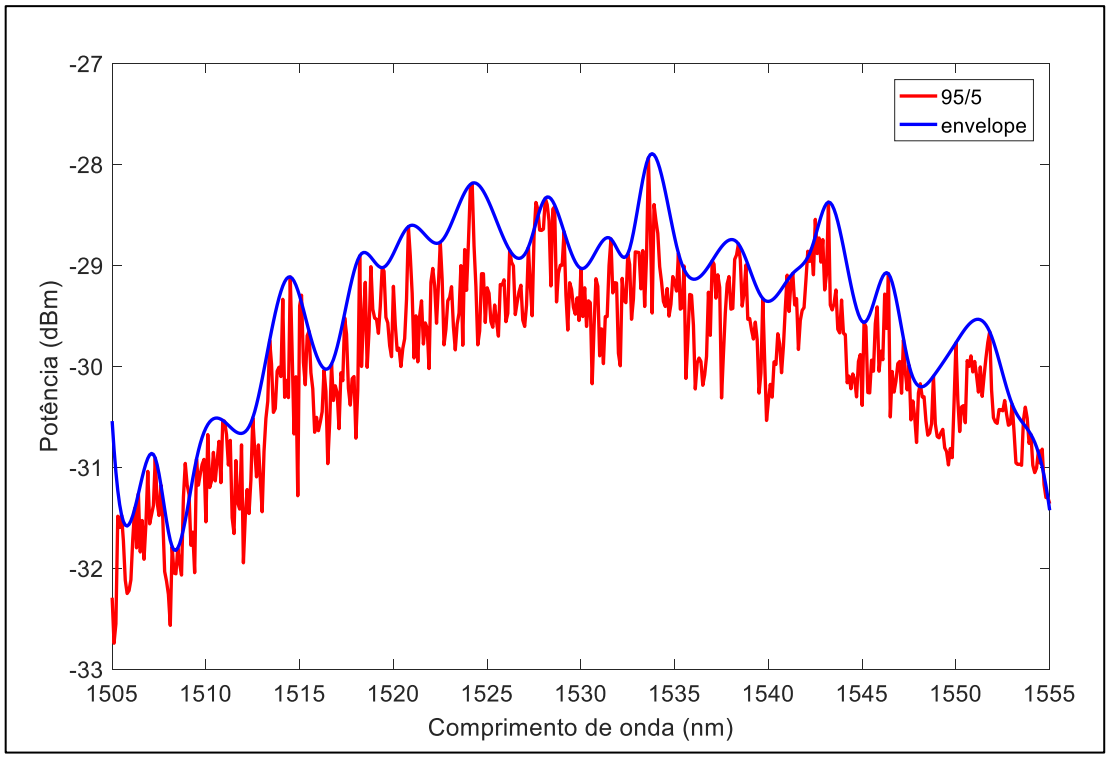
Para tratar os sinais da caracterização com leite e água, utilizou-se a função envelope com a seguinte sintaxe: [up,lo] = envelope(x, np, 'peak'). Na sintaxe apresentada, up é o envelope superior, lo o envelope inferior, x é a sequência de entrada, np é o número de amostras e *peak* retorna o envelope superior e inferior dos picos (MATHWORKS, 2020). Neste trabalho, como foi preciso acompanhar os picos para visualizar as variações de comprimento de onda, apenas o envelope superior foi utilizado.

Os envelopes são determinados usando interpolação estriada (do inglês *interpolation spline*) sobre os picos separados por pelo número de amostras (np) escolhido. O nome *spline* tem como origem uma régua elástica chamada *spline*, usada em desenhos de engenharia, que pode ser curvada de forma a passar por um dado conjunto de pontos (x_i, y_i). A interpolação *spline* é uma forma de interpolação em que o interpolante é um tipo especial de polinômio por partes chamado *spline*. A abordagem matemática para modelar um dado número de pontos m com interpolação *spline*, consiste em interpolar

a função em cada subintervalo de pontos $\{(x_i,x_{i+1}) : i = 1,...,m-1\}$, por um polinômio de determinado grau p (FUNÇÕES, 2008). Como a interpolação *spline* usada neste trabalho é cúbica, o grau do polinômio interpolante é igual a 3.

A Figura 10 mostra a curva da solução com 95% de leite e 5% de água com seu envelope superior para um número de amostras np = 8. Pode-se perceber que, após o tratamento com a função envelope, é possível identificar melhor os picos.

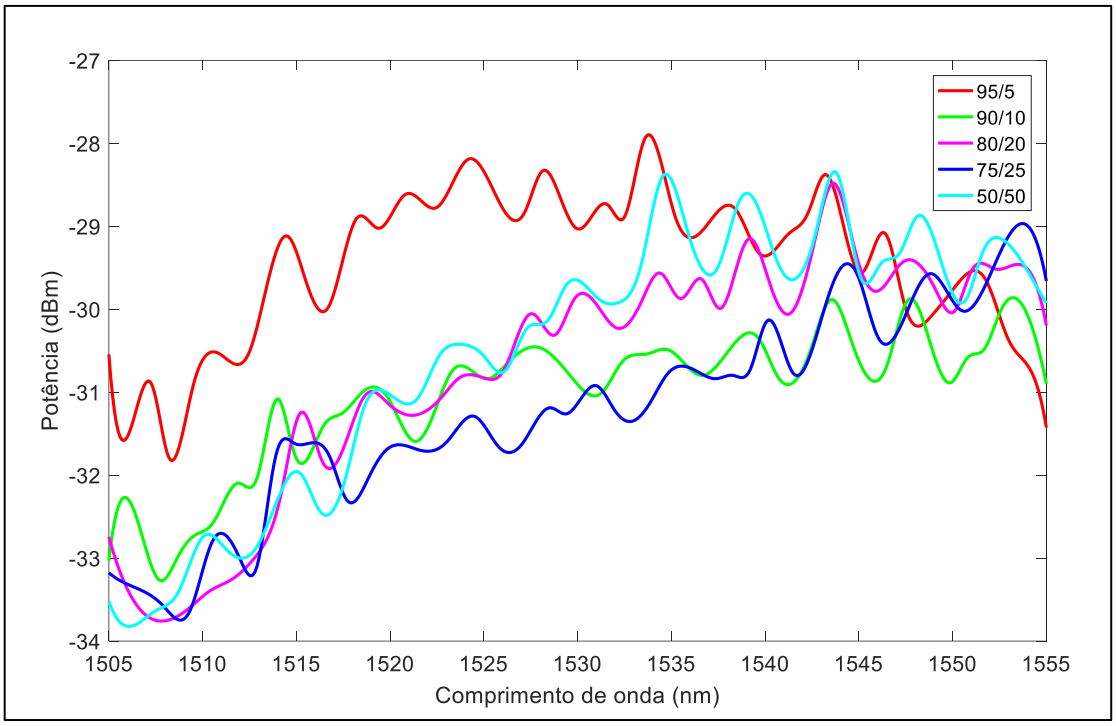
Figura 10 – Envelope superior da curva de concentração leite/água, em %



Fonte: Produção do próprio autor.

A Figura 11 mostra a operação com a função envelope para todas as curvas de concentrações água e leite medidas neste trabalho. Pode-se perceber que os picos mais bem definidos encontram-se entre os comprimentos de onda de 1535 nm e 1545 nm. Por esta razão, as variações observadas nos picos destas regiões foram utilizadas para o cálculo da função característica do sensor com água e leite.

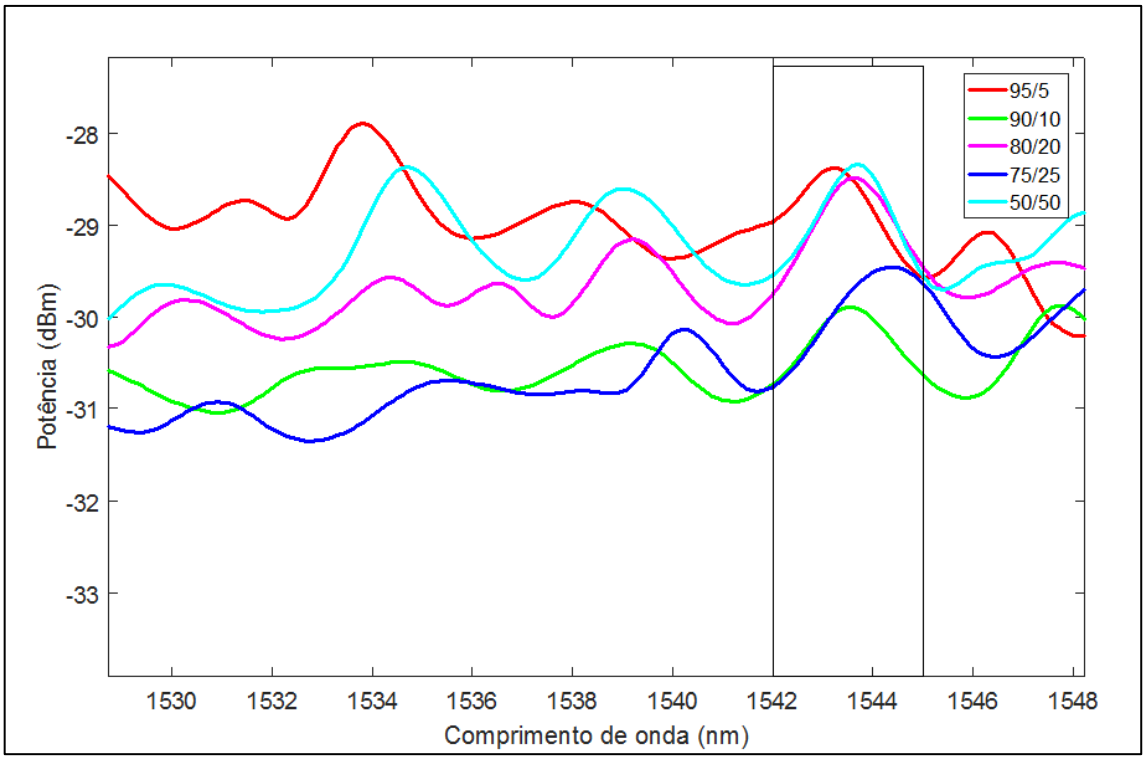
Figura 11 – Curvas de concentrações leite/água, em %, com a função envelope



Fonte: Produção do próprio autor.

O pico que foi escolhido para ser acompanhado está evidenciado na Figura 12. O intervalo empregado nesta análise foi de 1542 nm a 1545 nm. A evolução deste pico, ou seja, a variação do comprimento de onda da solução à medida que se adicionou água na mesma, está representada numericamente na Tabela 4.

Figura 12 – Pico acompanhado para elaboração da curva característica água/leite



Fonte: Produção do próprio autor.

Tabela 4 – Índice de refração pelo comprimento de onda

Concentração leite/água (%)	Comprimento de onda λ (nm)
95/5	1543,2
90/10	1543,6
80/20	1543,6
75/25	1544,4
50/50	1543,7

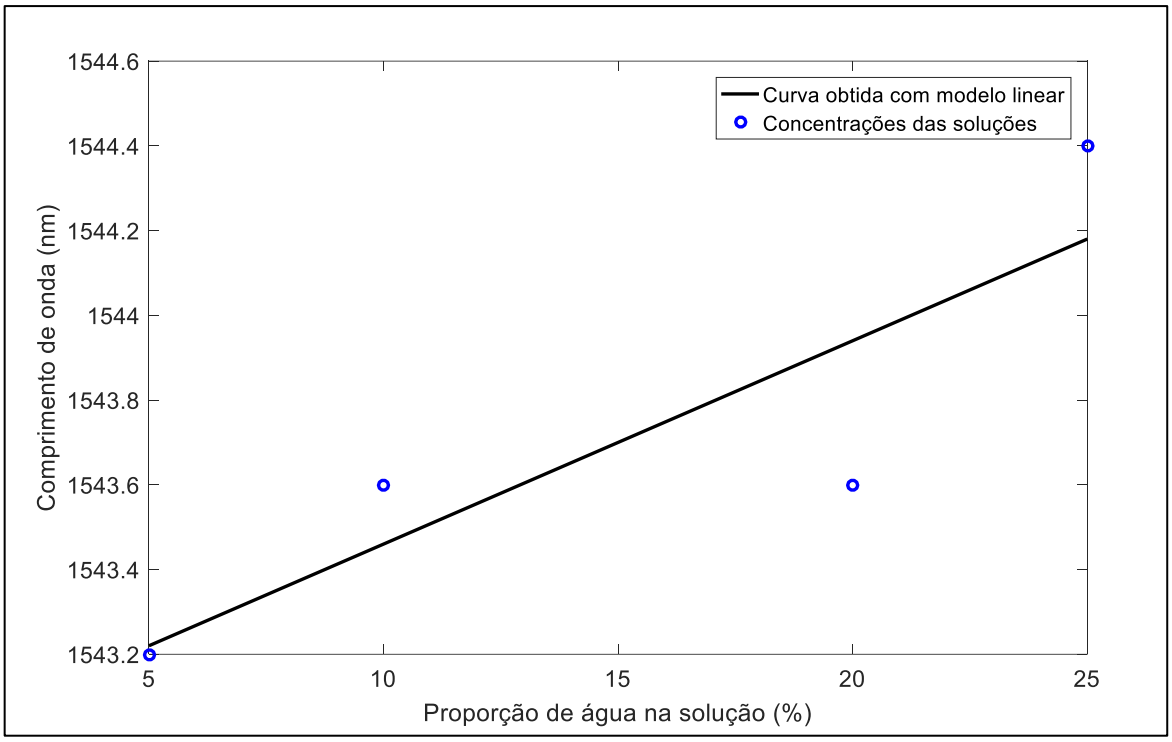
Fonte: Produção do próprio autor.

A partir dos valores da Tabela 4, pôde-se levantar a curva de caracterização com leite e água de forma que a mesma tenha no eixo das abscissas as proporções de água na solução e, no eixo das ordenadas, os comprimentos de onda para cada concentração leite/água em porcentagem. Nesta etapa, não foi utilizado o valor de concentração água e leite 50%/50% pois esta alteração é visível e deforma a reta característica de maneira a comprometer sua linearidade. Como esta adulteração é perceptível e grosseira, ela não foi considerada na elaboração da curva característica. A Figura 13 mostra o resultado da curva obtida para a configuração com água e leite. O mesmo modelo matemático que utiliza as funções fitlm (do inglês *fit linear regression*

model), polyfit (do inglês *polynomial curve fitting*) e polyval (do inglês *polynomial evaluation*) explicadas nas seções 6.1.1 e 6.1.2, foi utilizado para levantar esta curva.

Pode-se perceber, a partir da Figura 13, que o comprimento de onda aumenta, devido ao deslocamento do pico, à medida que se acrescenta água na solução. Esta variação no comprimento de onda indica uma mudança na relação entre as velocidades de fase da onda no núcleo e na casca, sendo a velocidade de fase na casca influenciada pelo líquido e, consequentemente, pela mudança do IR do meio (SCANDIAN; CASTELANNI; SEGATTO, 2018).

Figura 13 – Equação característica do sensor com água e leite



Fonte: Produção do próprio autor.

O valor de R^2 para a curva característica de leite e água foi de 0,758, que é considerado baixo e indica que a diferença entre o valor estimado e observado é grande. Certamente, o uso da função envelope para fazer a identificação dos picos inseriu ainda mais diferenças na abordagem matemática escolhida, implicando uma maior disparidade entre o valor modelado e o real. A escolha do número de amostras usadas para construir o envelope superior, por exemplo, interfere diretamente no

formato da curva e consequentemente na formação dos picos que fazem parte da mesma.

Claramente a linearidade do sensor não é muito boa, mas o resultado obtido indica que ele funcionou. O uso deste sensor para uma região de adulteração entre 0-10%, por exemplo, teria uma linearidade maior. De fato, esta região tem mais interesse prático, pois em casos de adulteração, as alterações tendem a ser pequenas. Como prova de princípio, utilizou-se neste trabalho uma faixa de variação extensa (5-25%) para levantar a curva de caracterização, o que culminou em perda de linearidade. Casos práticos com faixas mais estreitas de variação seriam possíveis de serem avaliados com este sensor.

Pela equação (8), nota-se que a sensibilidade do sensor é de 0,048 nm/% de água, coeficiente angular da reta $p_3(x)$. Este valor mostra que a sensibilidade do sensor para a solução de leite e água é 0,33 vezes maior do que para a solução água e glicerina (0,036 nm/% de água).

$$p_3(x) = 0{,}048x + 1542{,}98 \tag{8}$$

Considerando o gráfico da Figura 13 como referência, é possível identificar uma amostra alterada com os seguintes passos:

a) Utiliza-se o sensor construído para fazer medições na amostra de leite que se deseja investigar;
b) Identifica-se um pico contido na janela de 1542-1545 nm;
c) Substitui-se este valor na equação $p_3(x)$ para encontrar a proporção de água na solução.

O leite de vaca é, de maneira geral, composto de cerca de 87,5% de água, 3,8% de gordura, 3,3% de proteína, 4,6% de lactose e 0,8% de sais minerais e vitaminas (BLOWEY, 1992). É importante ressaltar que as análises feitas nesta seção consideram apenas as quantidades de água que sobrepassam a medida de cerca de 87,5% que já compõe o leite.

7 CONCLUSÃO

Sensores de fibra óptica tem ampla utilização e diversas pesquisas buscam aportar e dar usos práticos a estes sensores. Neste trabalho, um sensor de fibra óptica baseado no interferômetro de Michelson permitiu medir de maneira indireta como o índice de refração do leite varia à medida que o mesmo foi diluído em água. Por meio da curva característica levantada, pôde-se inferir que o IR do leite diminui com acréscimo de água na solução com sensibilidade de 0,048 nm/ % de água. Além disso, a caracterização do sensor com água e glicerina possibilitou verificar que o sensor funcionava corretamente e com uma alta sensibilidade de 27,1 nm/RIU. Este valor é cerca de 3 vezes superior a sensibilidade de sensores similares construídos com técnicas parecidas.

Para obter um resultado mais realístico, seria ideal verificar, por meio de uma análise físico-química, se o leite está de acordo com o padrão do RIISPOA e, a partir desta confirmação, efetuar uma análise. Além disso, apesar do modelo matemático empregado para a caracterização com água e glicerina ter um bom coeficiente de determinação, o coeficiente para leite e água precisa ser melhorado. Uma maneira de aperfeiçoá-lo seria por meio de um algoritmo que varie o número de amostras (np) de forma a descobrir o número de amostras ideal.

É importante ressaltar que a linearidade do sensor é muito difícil de controlar e é afetada por diversos fatores. Impurezas provenientes do processo de fabricação presentes na fibra utilizada para construir o sensor e variações locais no índice de refração (Difusão de Rayleigh) da mesma influenciam o comportamento do sensor. Além disso, variações micrométricas nas emendas por fusão durante a fabricação do sensor podem induzir incoerências no seu funcionamento, provocando erros nas medidas realizadas. Uma possível investigação futura seria a construção de outros sensores com pequenas variações de tamanho para testar suas sensibilidades e linearidades nas configurações estudadas neste trabalho.

Sensores de baixo custo, simples de construir e com uma alta sensibilidade, como o apresentado neste trabalho, podem ser usados na identificação de fraudes de outros tipos de líquidos, por exemplo, em alterações feitas na gasolina comercializada em postos de distribuição.

A realização de novos testes para medir mais pontos nas faixas analisadas neste trabalho e a construção de outros sensores com tamanhos variados, assim como a medição de pontos em outras faixas de adulteração, são sugestões possibilitaria a obtenção de resultados melhores, ou seja, coeficientes de determinação mais próximos de um e consequentemente curvas características mais lineares. Contudo, devido à pandemia causada pelo novo corona vírus (SARS-CoV-2), o LABTEL foi fechado por determinação da UFES, por medida de biossegurança dos usuários, impossibilitando a execução de novos experimentos. Essas propostas ficam como sugestões para trabalhos futuros.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BALDE BRANCO. **Alguns números do leite**. 2016. Disponível em: https://www.baldebranco.com.br/alguns-numeros-do-leite/ . Acesso em: 28 abr. 2019.

BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento. **Portaria nº 370, de 4 de setembro de 1997**. 1997. Diário oficial da união. Disponível em: http://www.lex.com.br/doc_11361_PORTARIA_N_370_DE_4_DE_SETEMBRO_DE_1997. Acesso em: 23 maio 2020.

BLOWEY, R. W. Factors affecting milk quality. *In:* AGRICULTURAL SCIENCE AND TECHNOLOGY INFORMATION, 8., 1992, Oxford. **Proceedings** [...]. Oxford: Blackwell Scientific Publications Ltd, 1992. v. 8, p. 329-334.

CASTELANNI, C. E. S.; XIMENES, H. C. B.; FRIZERA NETO, A.; RIBEIRO, M. R. N.; PONTES, M. J. Multi-Parameter Interferometric Sensor Based on a Reduced Diameter Core Axial Offseted Fiber. **IEEE Photonics Technology Letters**, v. 29, n. 2, p. 239–242, jan. 2017.

CISCO. **Inspeção e procedimentos de limpeza para conexões da fibra ótica**. 2016. Disponível em: https://www.cisco.com/c/pt_br/support/docs/optical/synchronous-digital-hierarchy-sdh/51834-cleanfiber2.html. Acesso em: 15 out. 2020.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Brasil é responsável por cerca de 7% do leite produzido no mundo**. 2018. Disponível em: https://www.conab.gov.br/ultimas-noticias/2634-brasil-e-responsavel-por-cerca-de-7do-leite-produzido-no-mundo#::text=A%20posi%C3%A7%C3%A3o%20do%20Brasi%20no,o%20quinto%20maior%20produtor%20mundial. Acesso em: 10 out. 2020.

COORDENADORIA DE DEFESA AGROPECUÁRIA DO ESTADO DE SÃO PAULO. **Instrução Normativa - 51**. 2002. Disponível em: https://www.defesa.agricultura.sp.gov.br/l egislacoes/instrucao-normativa-51-de-18-09-2002,654.html. Acesso em: 28 nov. 2020.

FARIA, I. F.; BERALDO, G.; CELASCHI, S. Monitoramento de Deslizamento de Terra Usando Sensor Simples de Fibra Óptica. *In:* SIMPÓSIO BRASILEIRO DE TELECOMUNICAÇÕES, 34., 2016, Santarém. **Anais** [...]. Campinas: UNICAMP, 2016. p. 274-278.

FERMCALC.**Unit Conversion Calculator**. 2007. Disponível em: http://www.fermcalc.com/fermcalc_conversions.html#zu. Acesso em: 15 maio 2019.

FUNÇÕES (São Paulo). Unesp. **Funções Spline em Interpolação**. 2008. p. 88-95. Disponível em: http://wwwp.fc.unesp.br/~arbalbo/Iniciacao_Cientifica/interpolacao/teoria/3_Splines.pdf. Acesso em: 28 nov. 2020.

GOUVEIA, C. A. J. **Sensores em fibra óptica para monitorização ambiental**. 2008. 123 f. Dissertação (Mestrado) – Curso de Engenharia de Telecomunicações e Redes, Departamento de Matemática e Engenharias, Universidade da Madeira, Porto, 2008.

LEWIS, M.J.; HEPPELL, N. J. **Continuous Thermal Processing of Foods:** Pasteurization and UHT Sterilization. 1. ed. Maryland: Springer, 2020.

MATHWORKS. **Envelope**. 2020. Disponível em: https://fr.mathworks.com/help/signal/ref/envelope.html. Acesso em: 5 out. 2020.

MATHWORKS. **Fit linear regression model**. 2020. Disponível em: https://fr.mathworks.com/help/stats/fitlm.html. Acesso em: 5 out. 2020.

MENG, H.; SHEN, W.; ZHANG, G.; WU, Xi.; WANG, W.; TAN, C. Michelson interferometer-based fiber-optic sensing of liquid refractive index. **Sensors and Actuators B: Chemical**, Amsterdã, v. 160, n. 1, p. 720-723, dez. 2011.

MINER, C. S.; DALTON, N. Glycerin. *In*: AMERICAN CHEMICAL SOCIETY, 117., 1953, California. **Proceedings** [...]. California: Reinhold Publishing Corporation, 1953. v. 117, p. 312.

ÓPTICA Física – Índice de Refração. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2013. 27 slides, color. Disponível em: http://www.usp.br/massa/2013/qfl2453/pdf/coloquiorefratometria-2013.pdf. Acesso em: 07 out. 2020.

ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE. **Breastfeeding counselling**: a training course. 1953. Disponível em: https://www.who.int/maternal_child_adolescent/documents/who_cdr_93_3/en/ . Acesso em: 30 abr. 2019.

QUININO, R. C.; REIS, E. A.; BESSEGATO, L. F. **O Coeficiente de Determinação R^2 como Instrumento Didático para Avaliar a Utilidade de um Modelo de Regressão Linear Múltipla**. 2011. 14 f – Curso de Estatística, Departamento de Estatística – Icex, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011. Disponível em: http://www.est.ufmg.br/portal/arquivos/rts/PD_28102011_Final.pdf. Acesso em: 28 nov. 2020.

RAO, Y.; WANG, Y.; RAN, Z.; ZHU, T. Novel Fiber-Optic Sensors Based on Long-Period Fiber Gratings Written by High-Frequency CO_2 Laser Pulses. Journal of Lightwave Technology, Nova Jersey, v. 21, n. 78, p. 1320-1327, 2003.

REZENDE, P. S.; CARMO, G. P.; ESTEVES, E. G. Otimização e validação de método para determinação de índice de refração do soro cúprico para identificação de adulteração em leite fluido por adição de água. *In*: REUNIÃO ANUAL DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE QUÍMICA, 37., 2014, Natal. **Anais** [...]. Natal: UFRN, 2014. p. 861.

SANTOS, M. V. **Coleta de amostra de leite**: passo fundamental para monitoramento da qualidade do leite. 2013. Disponível em: https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/coleta-de-amostra-de-leite-passo-fundamental-para-monitoramento-da-qualidade-do-leite-205160n.aspx . Acesso em: 6 nov. 2020.

SENIOR, J. M.; JAMRO, Y. M. **Optical Fiber Communications**: principles and practice. 3. ed. Harlow: Prentice Hall, 2009.

SCANDIAN, L. B.; SEGATTO, M. V.; CASTELANNI, C. E. S. Analytical Analysis and Experimental Validation of a Multi-parameter MachZehnder Fiber Optic Interferometric Sensor. **Journal of Microwaves, Optoelectronics and Electromagnetic Applications**, v. 17, n. 4, p. 528-538, dez. 2018.

THURSTON, A. **Pharmaceutical and Food Analysis**: A Manual Of Standard Methods For The Analysis Of Oils, Fats And Waxes, And Substances In Which They Exist. 1. ed. Nova Iorque: D. Van Nostrand Company, 1922.

TRONCO, T. R.; AVILA, L. F. **Fundamentos de Comunicações Ópticas**, 1. ed. Campinas: Unicamp, abr. 2007.

VEJA. **Adulteração do leite é comum e está espalhada pelo Brasil**. São Paulo, 2014. Disponível em: https://veja.abril.com.br/economia/adulteracao-do-leite-e-comum-e-esta-espalhada-pelo-brasil/. Acesso em: 28 abr. 2019.

VIPHAVAKIT, C.; O'KEEFFE, S.; DURAIBABU, D.; LEWIS, E. Fabry-Perot based refractive index optical fiber sensor for measurement of oxygen concentration levels in hypoxic tumors during radiotherapy treatment. *In*: OPTICAL FIBER SENSORS CONFERENCE, 25., 2017, Jeju. **Proceedings** [...]. Jeju: IEEE, 2017, p. 1-4.

XIMENES, H. C. B.; SILVA, R. L.; PONTES, M. J.; CASTELANNI, C. E. S. High-sensitive Refractive Index Sensor in an All-fiber Michelson-Interferometer Configuration. *In*: SIMPÓSIO BRASILEIRO DE MICROONDAS E OPTOELETRÔNICA, 18., 2018, Santa Rita do Sapucaí. **Anais** [...]. Vitória: UFES, 2018, p. 1-6.

ZOCCAL, R. Alguns números do leite. **Balde Branco**, São Paulo, v. 51, n. 623, p. 8, 2016.

WERNECK, M. M. **Transdutores e Interfaces**. 1. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.

WILLIAMS, S. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. **Association of Analytical Communities International**, Arlington, 1984, n. 14, p. 477, 1984.

APÊNDICE A – CÓDIGO PARA ANÁLISE DA SOLUÇÃO DE ÁGUA E GLICERINA

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%% CÓDIGO PARA ANÁLISE DA SOLUÇÃO ÁGUA/GLICERINA %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

clear all;close all;

%% CARREGA OS RESULTADOS MEDIDOS

%% 95/5
data1 = load('data_028_50.csv'); %
wavelength1 = data1(151:501,1); % Intervalo de análise
power1 = data1(151:501,2);
power1_db = 10*log10(power1)+30;

%% 90/10
data2 = load('data_036_50.csv'); %
wavelength2 = data2(151:501,1); %
power2 = data2(151:501,2);
power2_db = 10*log10(power2)+30;

%% 80/20
data3 = load('data_032_50.csv'); % 20% glicerina 209 1540.8 pour 50 / 1551
    pour 100
wavelength3 = data3(151:501,1); %
power3 = data3(151:501,2);
power3_db = 10*log10(power3)+30;

%% 50/50
data4 = load('data_044_50.csv'); %
wavelength4 = data4(151:501,1); %
power4 = data4(151:501,2);
power4_db = 10*log10(power4)+30;

n = input('Escolha o pico 1,2 ou 3 para ser analisado: ');

switch n
    case 1
```

```
        k = 101:131;
        a = 1533;
        b = 1532.4;
        c = 1532.1;
        d = 1531.2;

    case 2
        k = 161:181;
        a = 1537.4;
        b = 1536.6;
        c = 1536.5;
        d = 1535.4;

    case 3
        k = 191:221;
        a = 1541.7;
        b = 1540.8;
        c = 1540.7;
        d = 1539.9;

    otherwise
        disp('Valor escolhido inválido!');
end

%%% Encontra o maior valor no intervalo de do pico escolhido

%% 95/5
wavelength1_mod = wavelength1(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power1_mod= power1_db(k);  %%% pico 1 101:131 pico 2 161:181 p3 191:221
p1_max = max(power1_mod);
pos_1 = find(power1_mod == p1_max);
w1 = wavelength1_mod(pos_1);

%% 90/10
wavelength2_mod = wavelength2(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power2_mod= power2_db(k);  %%% pico 1 101:131 pico 2 161:181 p3 191:221
p2_max = max(power2_mod);
pos_2 = find(power2_mod == p2_max);
w2 = wavelength2_mod(pos_2);
```

```
%% 80/20
wavelength3_mod = wavelength3(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power3_mod= power3_db(k);  %%% pico 1 101:131 pico 2 161:181 p3 191:221
p3_max = max(power3_mod);
pos_3 = find(power3_mod == p3_max);
w3 = wavelength3_mod(pos_3);

%% 50/50
wavelength4_mod = wavelength4(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power4_mod= power4_db(k);  %% 151:181    101:131
p4_max = max(power4_mod);
pos_4 = find(power4_mod == p4_max);
w4 = wavelength4_mod(pos_4);

%%%%% PLOTS %%%%%%%%%%%
ax=gca;
ax.FontSize=12;

%%%% gráfico das medidas efetuadas na solução
figure(1)
plot(wavelength1,power1_db, 'r','LineWidth',2 ); % 95/5
hold on
plot(wavelength2,power2_db, 'g','LineWidth',2 ); % 90/10
plot(wavelength3,power3_db, 'm','LineWidth',2 ); % 80/20
plot(wavelength4,power4_db, 'b','LineWidth',2 ); % 50/50
%title('SPAM 50 - GRÁFICO lambda x potência da CONCENTRAÇÃO ÁGUA/GLICERINA em % ');
xlabel('Comprimento de onda em nm', 'FontSize',15);
ylabel('Potência em dBm','FontSize',15);
legend('95/5', '90/10','80/20','50/50')
set(gcf,'Color', 'white');
ax=gca;
ax.FontSize=12;

figure (2)

X =  [1.33880 1.34481 1.35749 1.39809]; % Vetor de IR's associados as concentraçoes analisadas
```

```
%X =[5 10 20 50]; % Vetor de concentrações de glicerina na solução em %
y = [a b c d];  % Lambdas medidos experimentalmente
mdl = fitlm(X,y);  % Modelo linear / calculo de R2
p = polyfit(X,y,1); % Aproximação por um polinomio
f = polyval(p,X);   % Avaliação de cada valor no polinomio aproximado

%% Plot da reta caracteristica aproximada
plot(X,f, 'k', 'LineWidth',2)
hold on
%% plot dos pares (X,y) com IR's
plot(1.33880,a,'ob','LineWidth',2); % 95/5%
plot(1.34481,b,'ob','LineWidth',2); % 90/5%
plot(1.35749,c,'ob','LineWidth',2); % 80/20%
plot(1.39809,d,'ob','LineWidth',2); % 50/50%
xlim([1.33 1.4]);

%%%%  plot dos pares (X,y) em função da quantidade de glicerina
% plot(5,a,'ob','LineWidth',2); % 95/5%
% plot(10,b,'ob','LineWidth',2); % 90/5%
% plot(20,c,'ob','LineWidth',2); % 80/20%
% plot(50,d,'ob','LineWidth',2); % 50/50%

legend('Curva obtida com modelo linear')
%title('Reta característica do sensor')
set(gcf,'Color', 'white');
ax=gca;
ax.FontSize=14;
ylabel('Comprimento de onda em nm', 'FontSize',15);
xlabel('Índice de refração','FontSize',15);
%xlabel('Proporção de glicerina na solução em %','FontSize',15);
```

agua_glice50.m

APÊNDICE B – CÓDIGO PARA ANÁLISE DA SOLUÇÃO DE LEITE E ÁGUA

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%%% CÓDIGO PARA ANÁLISE DA SOLUÇÃO DE LEITE E ÁGUA %%%%%%%%%%

clear all;close all;

%% CARREGA OS RESULTADOS MEDIDOS

%% 95/5
data1 = load('datal_082_50.csv'); % 5% d'eau
wavelength1 = data1(:,1); %
power1 = data1(:,2);
power1_db = 10*log10(power1)+30;
[up1,lo1] = envelope(power1_db,8,'peak');

%% 90/10
data2 = load('datal_086_50.csv');%
wavelength2 = data2(:,1); %
power2 = data2(:,2);
power2_db = 10*log10(power2)+30;
[up2,lo2] = envelope(power2_db,8,'peak');

%% 80/20
data3 = load('datal_090_50.csv'); %
wavelength3 = data3(:,1); %
power3 = data3(:,2);
power3_db = 10*log10(power3)+30;
[up3,lo3] = envelope(power3_db,8,'peak');

%% 75/25
data4 = load('datal_094_50.csv'); %
wavelength4 = data4(:,1); %
power4 = data4(:,2);
power4_db = 10*log10(power4)+30;
[up4,lo4] = envelope(power4_db,8,'peak');

%% 50/50
```

```
data5 = load('datal_069_50.csv'); %
wavelength5= data5(:,1); %
power5 = data5(:,2);
power5_db = 10*log10(power5)+30;
[up5,lo5] = envelope(power5_db,8,'peak');

%%%% PLOT NORMAL %%%%
% plot(wavelength1,power1_db, 'r', 'LineWidth',2 ); % 5%
% hold on
% plot(wavelength2,power2_db, 'g', 'LineWidth',2 ); % 10%
% plot(wavelength3,power3_db, 'm', 'LineWidth',2 ); % 20%
% plot(wavelength4,power4_db, 'b', 'LineWidth',2 ); % 25%
% plot(wavelength5,power5_db, 'c', 'LineWidth',2 ); % 50%
% legend('95/5','90/10','80/20','75/25','50/50' )
% set(gcf,'Color', 'white');
% ax=gca;
% ax.FontSize=14;
% xlabel('Comprimento de onda em nm', 'FontSize',15);
% ylabel('Potência em dBm','FontSize',15);

%% PLOT COM ENVELOPE %%%%

plot(wavelength1,up1, 'r', 'LineWidth',2 ); % 5%
hold on
plot(wavelength2,up2, 'g', 'LineWidth',2 ); % 10%
plot(wavelength3,up3, 'm', 'LineWidth',2 ); % 20%
plot(wavelength4,up4, 'b', 'LineWidth',2 ); % 25%
plot(wavelength5,up5, 'c', 'LineWidth',2 ); % 50%
legend('95/5','90/10','80/20','75/25','50/50' )
set(gcf,'Color', 'white');
ax=gca;
ax.FontSize=14;
xlabel('Comprimento de onda em nm', 'FontSize',15);
ylabel('Potência em dBm','FontSize',15);
```

leite_agua.m

APÊNDICE C – CÓDIGO PARA ANÁLISE DO PICO ANALISADO NA SOLUÇÃO DE LEITE E ÁGUA

```
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%%%%% Caracterização água e leite – Pico analisado
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
clear all; close all;

%% CARREGA OS RESULTADOS MEDIDOS

%% 95/5
data1 = load('datal_082_50.csv'); % 5% d'eau
wavelength1 = data1(:,1); %% Intervalo 1542 (371)/1545(401)
power1 = data1(:,2);
power1_db = 10*log10(power1)+30;
[up1,lo1] = envelope(power1_db,8,'peak');

%% 90/10
data2 = load('datal_086_50.csv');%
wavelength2 = data2(:,1); %
power2 = data2(:,2);
power2_db = 10*log10(power2)+30;
[up2,lo2] = envelope(power2_db,8,'peak');

%% 80/20
data3 = load('datal_090_50.csv'); %
wavelength3 = data3(:,1); %
power3 = data3(:,2);
power3_db = 10*log10(power3)+30;
[up3,lo3] = envelope(power3_db,8,'peak');

%% 75/25
data4 = load('datal_094_50.csv'); %
wavelength4 = data4(:,1); %
power4 = data4(:,2);
power4_db = 10*log10(power4)+30;
[up4,lo4] = envelope(power4_db,8,'peak');

%% 50/50
```

```
data5 = load('datal_069_50.csv'); %
wavelength5= data5(:,1); %
power5 = data5(:,2);
power5_db = 10*log10(power5)+30;
[up5,lo5] = envelope(power5_db,8,'peak');

%%% Encontra o maior valor no intervalo de do pico escolhido

k= 371:401;
%% 95/5
wavelength1_mod = wavelength1(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power1_mod= up1(k);  %%% pico 1 101:131 pico 2 161:181 p3 191:221
p1_max = max(power1_mod);
pos_1 = find(power1_mod == p1_max);
w1 = wavelength1_mod(pos_1);

%% 90/10
wavelength2_mod = wavelength2(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power2_mod= up2(k);  %%% pico 1 101:131 pico 2 161:181 p3 191:221
p2_max = max(power2_mod);
pos_2 = find(power2_mod == p2_max);
w2 = wavelength2_mod(pos_2);

%%% 80/20
wavelength3_mod = wavelength3(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power3_mod= up3(k);  %%% pico 1 101:131 pico 2 161:181 p3 191:221
p3_max = max(power3_mod);
pos_3 = find(power3_mod == p3_max);
w3 = wavelength3_mod(pos_3);
%
%% 75/25
wavelength4_mod = wavelength4(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
power4_mod= up4(k);  %% 151:181    101:131
p4_max = max(power4_mod);
pos_4 = find(power4_mod == p4_max);
w4 = wavelength4_mod(pos_4);
%
%% 50/50
wavelength5_mod = wavelength5(k);   %% (valor - 1480)*5 + 1
```

```
power5_mod= up5(k);  %% 151:181    101:131
p5_max = max(power5_mod);
pos_5 = find(power5_mod == p5_max);
w5 = wavelength5_mod(pos_5);


X = [ 5 10 20 25]; %  Vetor das concentrações de água em porcentagem
y = [1543.2 1543.6 1543.6 1544.4 ];  % Lambdas medidos experimentalmente
mdl = fitlm(X,y);  % Modelo linear / calculo de R2
p = polyfit(X,y,1); % Aproximação por um polinomio
f = polyval(p,X);   % Avaliação de cada valor no polinomio aproximado

%% Plot da reta caracteristica aproximada
plot(X,f, 'k', 'LineWidth',2)
hold on
%% plot dos pares (X,y)
% plot(95,1543.2,'ob','LineWidth',2); % 95/5%
% plot(90,1543.6,'ob','LineWidth',2); % 90/5%
% plot(80,1543.6,'ob','LineWidth',2); % 80/20%
% plot(75,1544.4,'ob','LineWidth',2); % 75/75%
% %plot(50,1543.7,'ob','LineWidth',2); % 50/50%

plot(5,1543.2,'ob','LineWidth',2); % 95/5%
plot(10,1543.6,'ob','LineWidth',2); % 90/5%
plot(20,1543.6,'ob','LineWidth',2); % 80/20%
plot(25,1544.4,'ob','LineWidth',2); % 75/75%
%plot(50,1543.7,'ob','LineWidth',2); % 50/50%

legend('Curva obtida com modelo linear', '5% de água','10% de água ','20%
    de água','25% de água')
set(gcf,'Color', 'white');
ax=gca;
ax.FontSize=14;
ylabel('Comprimento de onda em nm', 'FontSize',15);
xlabel('Proporção de água na solução em %','FontSize',15);
```

leite_pico.m