

074

A

**ZESPÓŁ AUTOMATYKI ELEKTRONICZNEJ**

Nazwa ONB/ZNB

Główny wykonawca ..... **dr inż. Andrzej Kobosko** .....  
Kierownik Projektu Badawczego

Wykonawcy: .....

**Metody oceny intensywności procesów metabolicznych  
w przechowywaniu zbożowym.****Projekt badawczy nr 400/PO6/96/11****Etap 1. Opracowanie i wykonanie stanowiska do badań światłowodowych  
temperatury. Umowa o dzieło nr 36/97****Etap 1. Badanie jakości technologicznej w komorze doświadczalnej -  
badania warstwowe. Umowa o dzieło nr 34/97****Etap 1. Badania chromofotograficzne próbek ziarna - badania próbek.  
Umowa o dzieło nr 35/97**

(Tytuł pracy, numer i tytuł etapu)

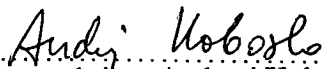
**KBN**

Zleceniodawca .....

Kierownik Pracowni

Z-ca Dyrektora  
d/s Bad.-Rozwojowych

Kierownik Zespołu

  
dr inż. Andrzej Kobosko  
dr inż. Jan Jabłkowski  
doc. dr inż. J. KorytkowskiPracę rozpoczęto dnia **2.02.1997r.**  
Pracę zakończono dnia **23.07.1997r.**Nr arch. **7447**Nr zlecenia **1709G**

## Analiza deskryptorowa

- Pomiar temperatury z wykorzystaniem światłowodów.
- Badania procesów metabolicznych

## Abstrakt

- Podano zasadę pomiaru temperatury na zasadzie pomiaru położenia pasma absorpcyjnego półprzewodnika oraz metodą fluorescencyjną, opisano układ pomiarowy metodą położenia pasma absorpcyjnego półprzewodnika oraz pierwsze wyniki pomiaru temperatury przy użyciu spektrometru.
- Badanie próbek ziarna prowadzono metodą chromofotograficzną.

## Tytuły poprzednich sprawozdań

W ramach projektu badawczego i umowy z dnia 07.08.96r.  
praca pt.: "Metody oceny intensywności procesów metabolicznych  
w przechowywaniu zbożowym.

## Rozdzielnik

Egz. 1. .... OIN

Egz. 2. .... ZAE-1

Egz. 3. .... ZAE-4

## SPIS TREŚCI

1. Wstęp
2. Opis metody prognozy absorpcyjnej - dr Andrzej Kudelski
3. Sprawozdanie z testu układu do badań czujników temperatury - mgr Stańisław Chudzyński
4. Rozważanie możliwości wykonania światłowodowego pomiaru temperatury opartego na fluoroscencyjnych sensorach na podstawie referatu na XIV Kongres IMEKO - City University of London - dr Andrzej Kudelski, dr Andrzej Kobosko
5. Materiały firmy NORTECH dot. światłowodowego pomiaru temperatury
6. Pomiar ciśnienia z wykorzystaniem światłowodów - artykuł pod redakcją W. Bock, W. Urbańczyk, Uniwersytet Quebec, Kanada
7. Sprawozdanie z badań geometrycznych i jakości technologicznej pszenicy kanadyjskiej przechowywanej w komorze z ciągłym monitoringiem temperatury ziarna, badania prowadzone pod kierownictwem prof. Ł. Fornal - ART Olsztyn
8. Analiza próbek ziarna z elewatora „Szymanów”, badania prowadzone pod kierownictwem prof. E. Kamińskiego - AR Poznań

# 1. Wstep

## WSTĘP

Pomiar temperatury w wielu przypadkach, jak np. w urządzeniach wysokiego napięcia, w trakcjach elektrycznych, czy w medycynie napotyka szereg problemów. Rozwiązaniem trudności w takich przypadkach jest pomiar temperatury za pomocą światłowodów, który zapewnia dobrą izolację galwaniczną, jak również brak oddziaływania na pomiar pola elektromagnetycznego. Ponadto, że jest to pomiar iskrobezpieczny od strony czujnika, może być stosowany w środowiskach o dużej wybuchowości, a więc w silosach, elewatorach zbożowych itp. Z tych względów w roku 1996 podjęto w PIAP pracę statutową pt.: „Badania eksperymentalne możliwości zdalnego pomiaru temperatury za pomocą światłowodów” (zlec. S1662).

W oparciu o literaturę techniczną, zwłaszcza materiały ostatnich kongresów IMEKO na wstępie przeanalizowano t.zw. „spektroskopię ramanowską”, która polega na badaniu rozproszenia światła, połączonego ze zmianą jego częstotliwości w paśmie podczerwieni i w funkcji temperatury. W widmie światła rozproszonego o określonej częstotliwości, padającego np. na płytkę krzemu występują linie widma ramanowskiego o innej częstotliwości, zależnej od temperatury płytki. W wyniku interferencji światła padającego na płytkę i światła odbitego występuje efekt Dopplera, którego obróbka wymaga drogiego spektrometru lub złożonego układu pomiarowego. Po głębszej analizie powyższa metoda pomiaru temperatury okazuje się bardzo kosztowna w praktycznej realizacji.

W międzyczasie nawiązaliśmy kontakt z Uniwersytetem Quebec w Kanadzie, gdzie zajmują się pomiarami różnych parametrów nieelektrycznych z wykorzystaniem światłowodów. W przypadku pomiaru temperatury skierowano nas do firmy „Nortech Fibronic Inc.”, która produkuje taką aparaturę. Przesłane materiały wskazują, że firma ta pomiar temperatury za pomocą światłowodów oparła na zależności położenia pasma absorpcyjnego półprzewodnika od temperatury. Metoda ta rzeczywiście jest prosta i tańsza w realizacji, wymaga jednak stabilizacji źródła światła. Wykorzystując aparaturę spektroskopową Wydziału Chemii Uniwersytetu Warszawskiego stwierdziliśmy, że transmitancja płytki półprzewodnika dla pewnych częstotliwości zmienia się od wartości bliskiej 100% do wartości bliskiej 0%. Położenie tego skoku transmitancji jest liniowo zależne od temperatury. Pomiar temperatury płytki półprzewodnika polega więc na określeniu progu absorpcyjnego, dla którego występuje gwałtowna zmiana transmitancji optycznej płytki.

Z analizy zdobytych materiałów o światłowodowym pomiarze temperatury wynika, że istnieje jeszcze metoda fluorescencyjna oparta na emitowaniu przez niektóre substancje własnego promieniowania, którego intensywność jest funkcją temperatury. Intensywność promieniowania fluorescencyjnego jednak maleje szybko w funkcji czasu i pomiar należy prowadzić tylko w określonym przedziale czasu. Metoda ta wymaga złożonej aparatury pomiarowej.

Porównując obróbkę matematyczną oraz stopień złożoności układów pomiaru temperatury trzech wyżej przedstawionych metod światłowodowych należy stwierdzić, że najlepszą będzie metoda druga, t.j. oparta na zależności od temperatury położenia pasma absorpcyjnego półprzewodnika. Z analizy porównawczej wynika, że metoda ta wymaga względnie prostej aparatury, a jednocześnie zapewnia najlepszą dokładność pomiaru. Tę metodę wybrano więc do realizacji stanowiska do badań światłowodowych temperatury.

Niniejsze sprawozdanie zawiera raport półroczny 02 ÷ 07/1997 z realizacji projektu badawczego. W raporcie przedstawiono wyniki prac badawczych wykonane przez 3 Zespoły.

W Zespole I - opracowano i wykonano stanowisko do badań światłowodowych temperatury oraz dokonano przeglądu literatury światowej na powyższy temat. Prace wykonane przez ten Zespół zostały przedstawione w punktach: 2, 3, 4, 5 i 6 niniejszego sprawozdania. Prace zostały opisane przez: dr chemii A. Kudelskiego, mgr fizyki St. Chudzyńskiego oraz prowadzących tę tematykę dr inż. H. Leśkiewicza i dr inż. A. Kobosko - kierownika niniejszego projektu.

W punkcie 2 podano opis teoretyczny wybranej metody pomiaru temperatury z wykorzystaniem światłowodów. Natomiast w p. 3 na str. 2 pokazano w przekroju rysunek stanowiska z próbką arsenku galu, umieszczoną w cylindrze aluminiowym o regulowanej temperaturze, sterowanej przez element Peltier. Zdjęcia stanowiska pokazano na stronach: 8, 9 i 10. Przy wykorzystaniu spektrofotometru na Wydziale Chemii U.W. przeprowadzono pierwsze próby pomiaru zależności absorpcji promieniowania podczerwonego przez płytkę GaAs w funkcji temperatury. Wyniki tych badań przedstawiono na stronach: 4, 5, 6 i 7 punktu 3. Punkt 4 sprawozdania zawiera opis pomiaru światłowodowej temperatury na zasadzie fluorescencji pewnych substancji. W punkcie tym wykorzystano materiały XIV Kongresu IMEKO. Punkty 5 i 6 zawierają materiały o pomiarach światłowodowych prowadzonych na Uniwersytecie Quebec oraz o aparaturze światłowodowej, wykonywanej przez firmę kanadyjską Nortech Fibronic Inc..

Zespół II w punkcie 7 sprawozdania przedstawia wyniki badań pod kierunkiem prof. Ł. Fornal, wykonane w Akademii Techniczno-Rolniczej w Olsztynie.

Zespół III w punkcie 8 przedstawia wyniki badań, wykonane w Akademii Rolniczej w Poznaniu pod kierunkiem prof. E. Kamińskiego.

2. Opis metody progu absorpcyjnego -  
dr A. Kudelski

Andrzej Kudelski

Pierwszym eksperymentem który został wykonany było zarejestrowanie własnego widma Ramana odcinka szklanego światłowodu (używany do pomiarów światłowód miał pięć metrów długości). Rejestracja widma została wykonana przy użyciu spektrometru Cary 82 zaopatrzonego w jonowy laser kryptonowy ( $\lambda_{exc}=647.1$  nm). Zarejestrowane widmo w zakresie częstości  $75 \div 630$   $\text{cm}^{-1}$  przedstawione jest na rysunku 1. Jak widać z tego rysunku nieelastyczne rozpraszanie promieniowania przez szkło jest źródłem znaczącej liczby fotonów o zmienionej energii w stosunku do energii fotonów wzbudzających. W przypadku doprowadzania promieniowania wzbudzającego do badanej próbki (w naszym przypadku czujnika temperatury) za pomocą światłowodu, a następnie dalszym przesyłaniu za pomocą światłowodu promieniowania rozproszonego do detektora, rejestrowane widmo składać się będzie z widma próbki która byłaby czujnikiem temperatury oraz z widma szkła. Ponieważ promieniowanie laserowe przebywa nieporównywalnie większy odcinek swojej drogi w szkłe niż w próbce, rejestrowane przez detektor widmo będzie znacznie zakłócone przez widmo szkła, nawet gdy dobierze się substancję próbki w ten sposób aby jej przekrój czynny w procesie nieelastycznego rozpraszania fotonów miał maksymalną osiągalną wielkość. Przy wykorzystaniu metody ramanowskiej temperatura czujnika jest wyznaczana ze wzoru:

$$T = \frac{-A}{B + \ln \frac{I_{ast}}{I_{st}}} \quad (1)$$

gdzie:

$I_{st}$  – intensywność pasma stokesowskiego

$I_{ast}$  – intensywność pasma antystokesowskiego

$$A = h \cdot \nu \cdot k^{-1} \quad (2)$$



$$B = \ln \frac{(\nu_o - \nu)^4}{x_p \cdot (\nu_o + \nu)^4} \quad (3)$$

przy czym: T – temperatura ciała w skali Kelvina

h – stała Plancka

k – stała Boltzmanna

$\nu_o$  – częstość promieniowania wzbudzającego

$\nu$  – częstość drgania normalnego odpowiadającego mierzonej parze pasm ramanowskich

$x_p$  – stosunek czułości aparatury pomiarowej na promieniowanie pasma antystokesowskiego i stokesowskiego.

Ponieważ promieniowanie stokesowskie i antystokesowskie mierzone przez detektor składać się będzie z fotonów rozproszonych przez próbkę będącą czujnikiem temperatury, jak również z fotonów rozproszonych przez szkło, należy liczyć się z tym, że wyliczona ze wzoru 1 temperatura będzie uśrednioną temperaturą czujnika i doprowadzającej do niego promieniowanie wiązki światłowodowej. Problem ten można rozwiązać przez numeryczne odjęcie wcześniej zmierzonego widma światłowodu od eksperymentalnie uzyskanego widma które jest sumą widma próbki i przesyłającego promieniowanie światłowodu (ilustruje to rysunek 2). Przeprowadzenie takiej operacji spowoduje jednakże dodatkową komplikację konstruowanego urządzenia.

Następnie przeszliśmy do zbudowania układu do rejestracji widm Ramana, w którym doprowadzenie promieniowania wzbudzającego do próbki oraz przesłanie promieniowania rozproszonego do detektora odbywałoby się przy użyciu światłowodu.

Schemat testowanego przez nas układu przedstawiony jest na rysunku 3. Jako próbka nieelastycznie rozpraszająca promieniowanie używany był trójchlorooctan sodu ( $\text{CCl}_3\text{COONa}$ ).

Niestety wielokrotnie powtarzane próby uzyskania widma ramanowskiego w takim układzie nie zostały uwieńczone sukcesem. Najprawdopodobniej było to spowodowane tym, że wykorzystywany światłowód nie był wyposażony na końcach w soczewki, co powodowało, że tylko niewielka część z promieniowania kierowanego na światłowód

była następnie przez niego przesyłana.

Z powodu braku możliwości wykonania pomiarów na zbudowanym przez nas układzie prześledziliśmy najnowsze (z 1996 roku) doniesienia o możliwościach światłowodowych spektrometrów ramanowskich (S.M. Angel, T.F. Cooney, H.T. Skinner, *Modern Techniques in Raman Spectroscopy*, Edited by J.J. Laserna, Published 1996 by John Wiley & Sons Ltd, 387-419). Analiza wspomnianego materiału wykazała, że wymagana precyzja pomiarów osiągana jest tylko przez najlepsze obecnie budowane spektrometry o cenie jednostkowej powyżej 300000 PLN. Prawdopodobnie, nie będzie więc możliwe zbudowanie układu do pomiaru temperatury o cenie poniżej 10% wymienionej kwoty, tzn. 30000 PLN.

Uważamy, że o wiele lepszą i tańszą metodą pomiaru temperatury przy wykorzystaniu techniki światłowodowej może okazać się pomiar temperatury oparty na wykorzystaniu zależności od temperatury położenia pasma absorpcyjnego półprzewodnika.

Transmitancja cienkiej płytki kryształu półprzewodnika w pewnym obszarze częstości zmienia się od wartości równej niemal 100% do wartości bliskiej 0%. Liczba falowa promieniowania dla którego obserwowany jest taki gwałtowny skok transmitancji jest liniowo zależna od temperatury (wzrost temperatury kryształu pociąga za sobą przesunięcie progu absorpcyjnego w stronę promieniowania o mniejszej energii fotonów). Pomiar temperatury kryształu półprzewodnika odbywałby więc się przez dokładne określenie liczby falowej promieniowania dla którego następuje gwałtowna zmiana transmitancji płytki półprzewodnikowej (schemat proponowanych czujników temperatury przedstawiony jest na rysunku 4).

Proponowana metoda pomiaru temperatury wyeliminuje konieczność:

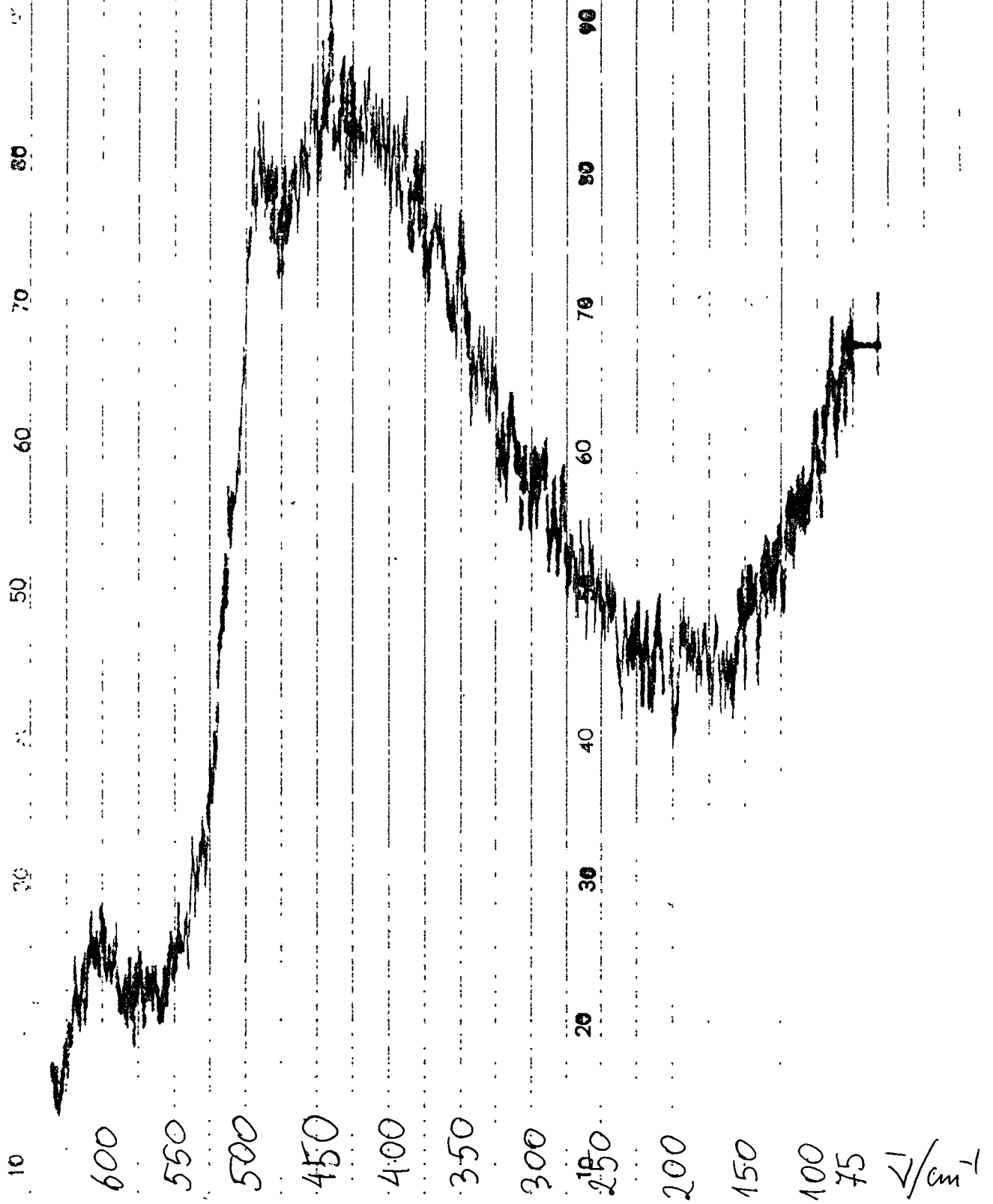
- a) bardzo dokładnego (dopuszczalny błąd poniżej 1%) pomiaru intensywności promieniowania rozproszonego w sposób nieelastyczny (intensywność takiego promieniowania była w naszych pomiarach znacznie poniżej jednej milionowej intensywności wiązki wzbudzającej)
- b) stosowania jako źródła światła wzbudzającego kosztownego lasera (półprzewodnikowy laser wykorzystywany do pomiarów ramanowskich musi być

wyposażony w układ zabezpieczający przed zmianą założonej energii fotonów, co wielokrotnie podnosi jego cenę).

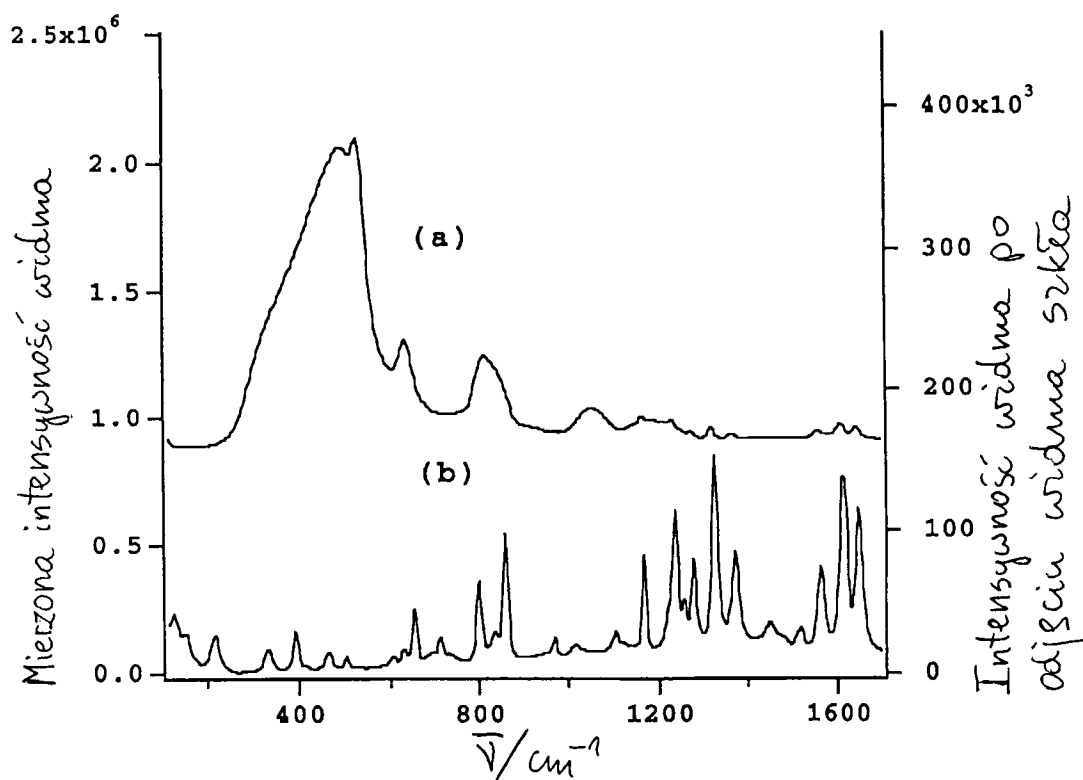
Rysunki 5 i 6 przedstawiają znalezione w literaturze (T.S. Moss, *Optical properties of semi-conductors*, London, Butterworths Scientific Publications, 1959) zależności absorpcji półprzewodnika od energii fotonów dla Si, InSb, InAs, GaSb, InP, GaAs, AlSb i GaP. Znalezione wartości przesunięć "skoku absorpcyjnego" pod wpływem zmiany temperatury ( $d(h\nu)/dT$ ) przedstawione są w Tabeli 1.

**Tabela 1** – wartości przesunięć "skoku absorpcyjnego" pod wpływem zmiany temperatury ( $d(h\nu)/dT$ ). /wg. T.S. Moss, *Optical properties of semi-conductors*, London, Butterworths Scientific Publications, 1959/

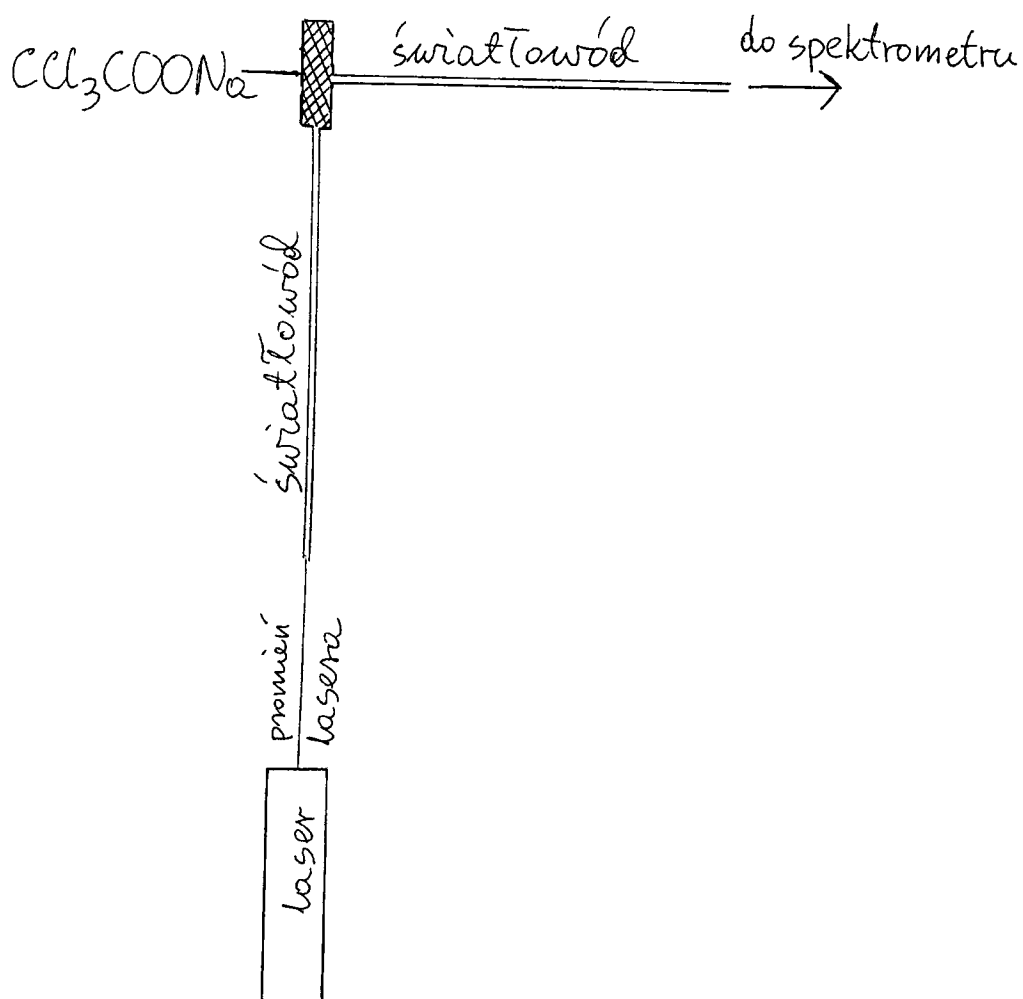
półprzewodnik	$d(h\nu)/dT$ [eV/K]
Si	$-4.0 \cdot 10^{-4}$
InSb	$-2.9 \cdot 10^{-4}$
InAs	$-3.5 \cdot 10^{-4}$
GaSb	$-4.1 \cdot 10^{-4}$
InP	$-4.6 \cdot 10^{-4}$
GaAs	$-4.9 \cdot 10^{-4}$
AlSb	$-3.5 \cdot 10^{-4}$
GaP	$-5.4 \cdot 10^{-4}$



Rys. 1. Ramanowskie widmo szkła w zakresie  
 częstotści  $75\text{--}630\text{ cm}^{-1}$  ( $\lambda_{\text{exc}} = 647.1\text{ nm}$ )

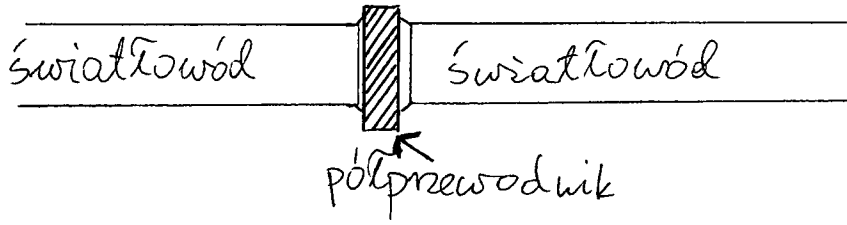


Rys. 2. Ilustracja zaburzenia mierzonego widma przez widmo własne światłowodu (wg. S.M. Angel, T.F. Cooney, H.T. Skinner, Modern Techniques in Raman Spectroscopy, (1996) John Wiley and Sons Ltd, strona 393).

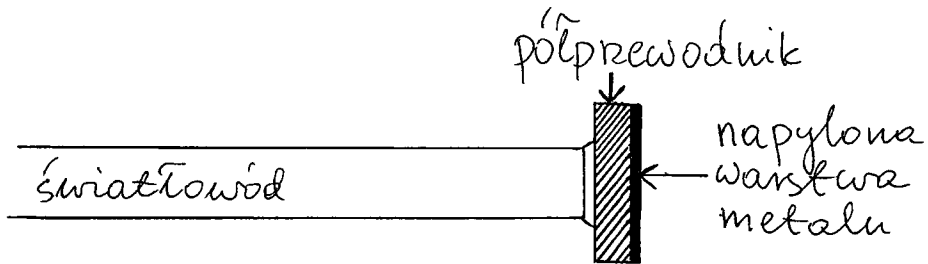


Rys. 3. Schemat testowanego przez nas układu do pomiarów ramanowskich przeprowadzanych przy wykorzystaniu światłowodów.

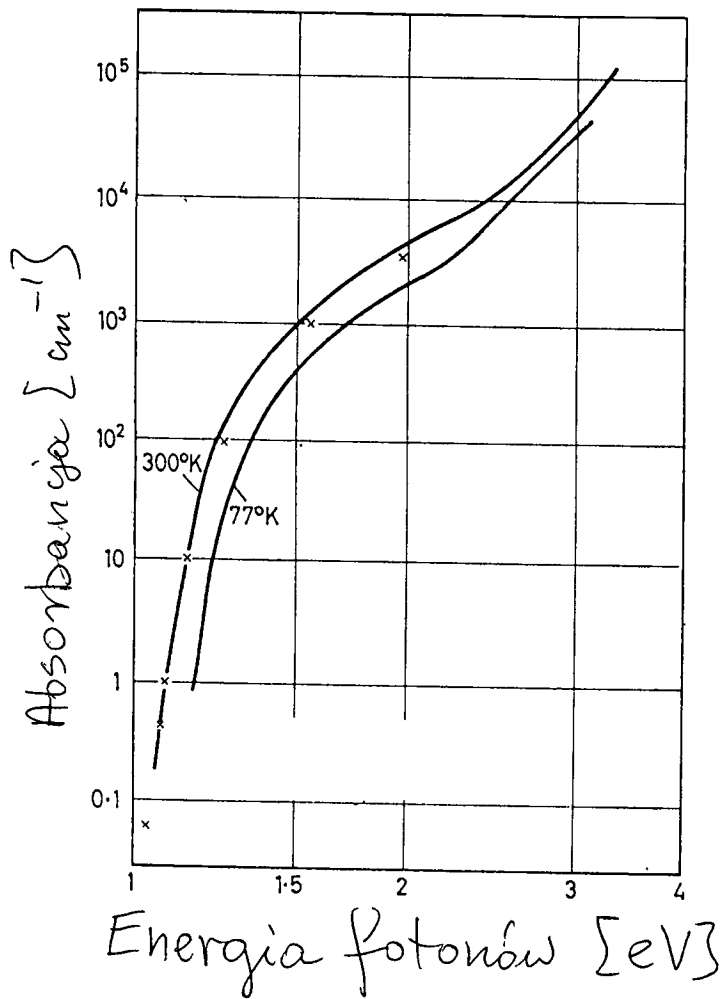
a)



b)

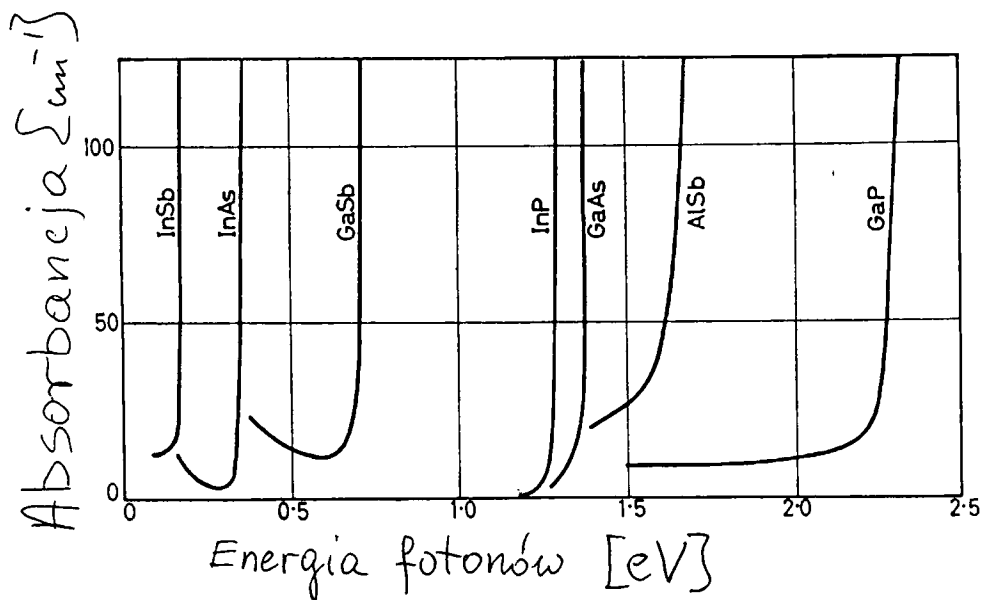


Rys. 4. Schemat proponowanych czujników temperatury.



Rys. 5. Zależność absorpcyjności promieni od energii fotonów w temperaturach 300K i 77K. (wg T.S. Moss, Optical properties of semi-conductors, London, Butterworths Scientific Publications, 1959).





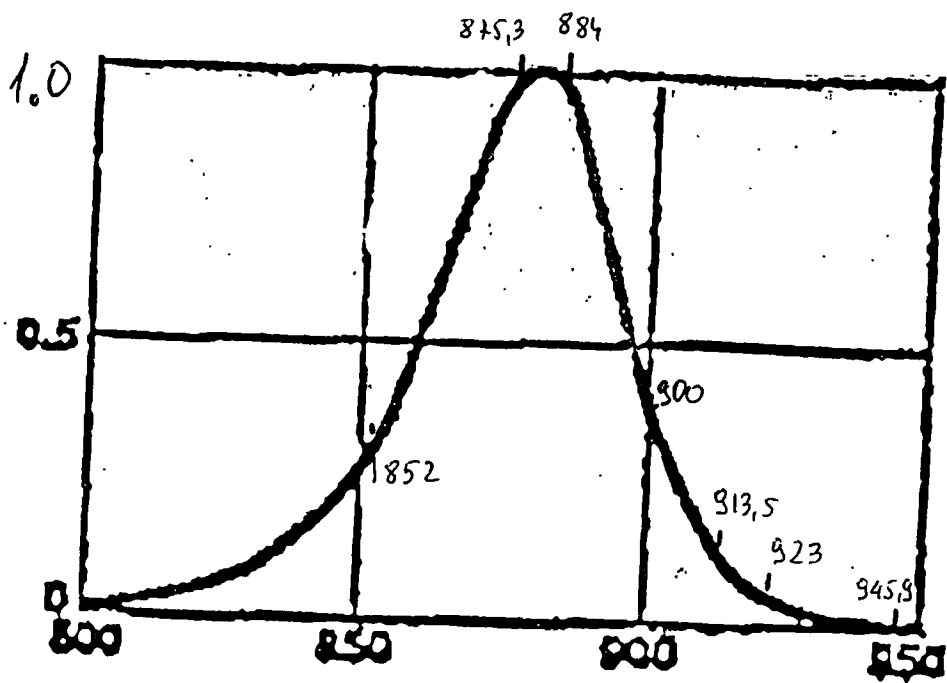
Rys. 6. Zależność absorpcyjności półprzewodnika od energii fotonów (wg. T.S. Moss, Optical properties of semi-conductors, London, Butterworths Scientific Publications, 1959).

T [°C]

0 1.1813056447E+01  
1 1.1629348760E+01  
2 1.1447912436E+01  
3 1.1268792443E+01  
4 1.1092030232E+01  
5 1.0917663975E+01  
6 1.0745728801E+01  
7 1.0576256998E+01  
8 1.0409278218E+01  
9 1.0244819655E+01  
10 1.0082906220E+01  
11 9.9235606945E+00  
12 9.7668036373E+00  
13 9.6126427501E+00  
14 9.4610842129E+00  
15 9.3121329244E+00  
16 9.1657702018E+00  
17 9.0219777242E+00  
18 8.8807373761E+00  
19 8.7420312455E+00  
20 8.6058416210E+00  
21 8.4721509894E+00  
22 8.3409420333E+00  
23 8.2121976282E+00  
24 8.0859008406E+00  
25 7.9620349254E+00  
26 7.8405831325E+00  
27 7.7215203721E+00  
28 7.6048220333E+00  
29 7.4904639740E+00  
30 7.3784225108E+00  
31 7.2686744094E+00  
32 7.1611968755E+00  
33 7.0559674074E+00  
34 6.9529577704E+00  
35 6.8521404448E+00  
36 6.7534885743E+00  
37 6.6569744877E+00  
38 6.5625712066E+00  
39 6.4702524087E+00  
40 6.3799922299E+00  
41 6.2917574196E+00  
42 6.2055158891E+00  
43 6.1212366591E+00  
44 6.0388898253E+00  
45 5.9584453814E+00  
46 5.8798567236E+00  
47 5.8030801471E+00  
48 5.7280746465E+00  
49 5.6548017314E+00  
50 5.5832252538E+00  
51 5.5133112478E+00  
52 5.4450277805E+00  
53 5.3783446070E+00  
54 5.3132256021E+00  
55 5.2496364171E+00  
56 5.1875443658E+00  
57 5.1269183180E+00

58 5.0677286005E+00  
59 5.0099469049E+00  
60 4.9535462012E+00  
61 4.8985006575E+00  
62 4.8447855658E+00  
63 4.7923772713E+00  
64 4.7412531080E+00  
65 4.6913913461E+00  
66 4.6427706136E+00  
67 4.5953793286E+00  
68 4.5492001257E+00  
69 4.5042159761E+00  
70 4.4604101805E+00  
71 4.4177663621E+00  
72 4.3762684602E+00  
73 4.3359007234E+00  
74 4.2966475884E+00  
75 4.2584895177E+00  
76 4.2214074751E+00  
77 4.1853829177E+00  
78 4.1503977819E+00  
79 4.1164344702E+00  
80 4.0834758383E+00  
81 4.0515050328E+00  
82 4.0204999713E+00  
83 3.9904357403E+00  
84 3.9612882577E+00  
85 3.9330342412E+00  
86 3.9056508504E+00  
87 3.8791037686E+00  
88 3.8533607524E+00  
89 3.8283914915E+00  
90 3.8041674793E+00  
91 3.7806618924E+00  
92 3.7578494777E+00  
93 3.7357064475E+00  
94 3.7142103823E+00  
95 3.6933401396E+00  
96 3.6730758008E+00  
97 3.6533957113E+00  
98 3.6342793524E+00  
99 3.6157072702E+00  
100 3.5976610097E+00

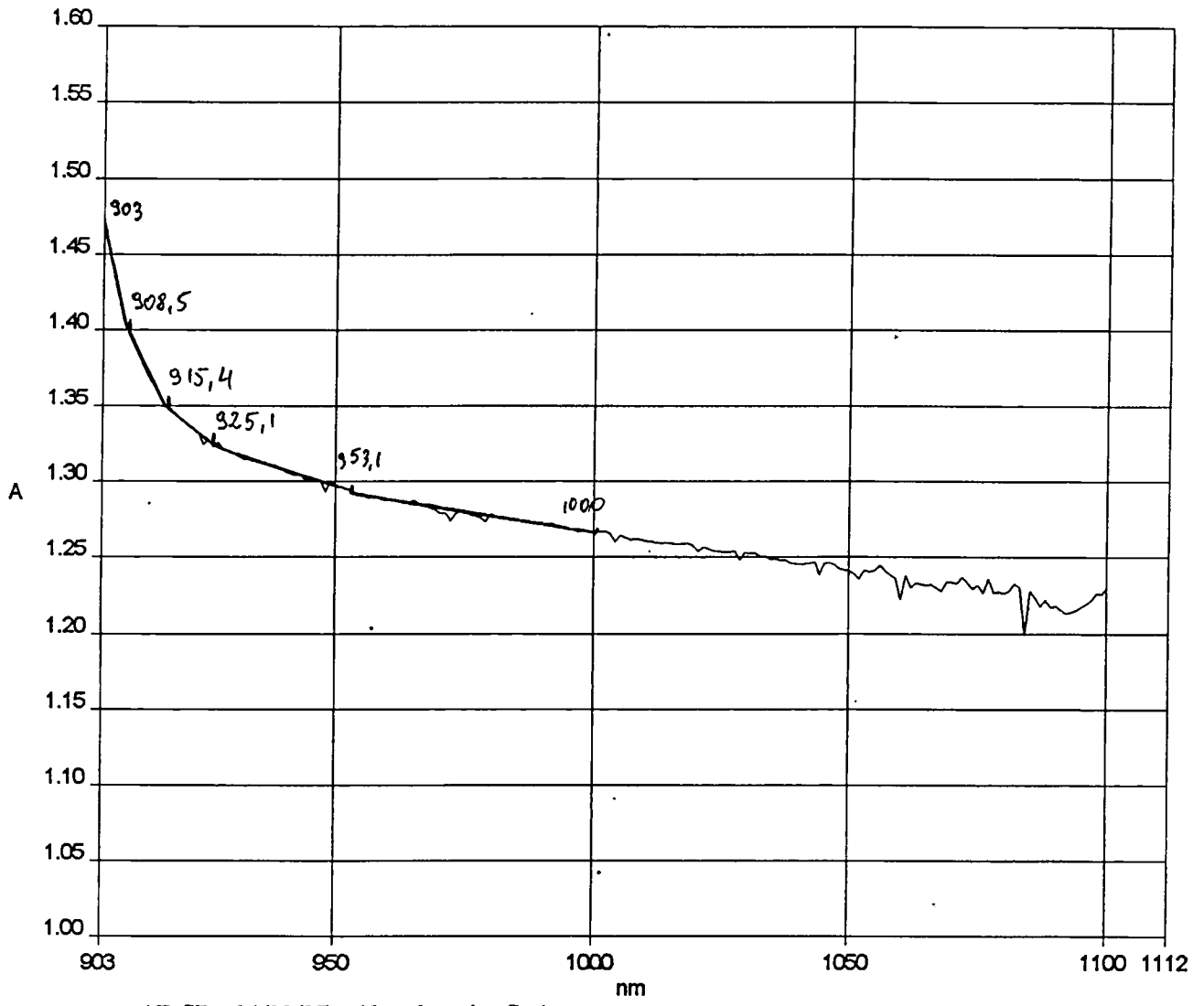
współna intensywność



$\lambda$  [nm]

Date: 14/03/97

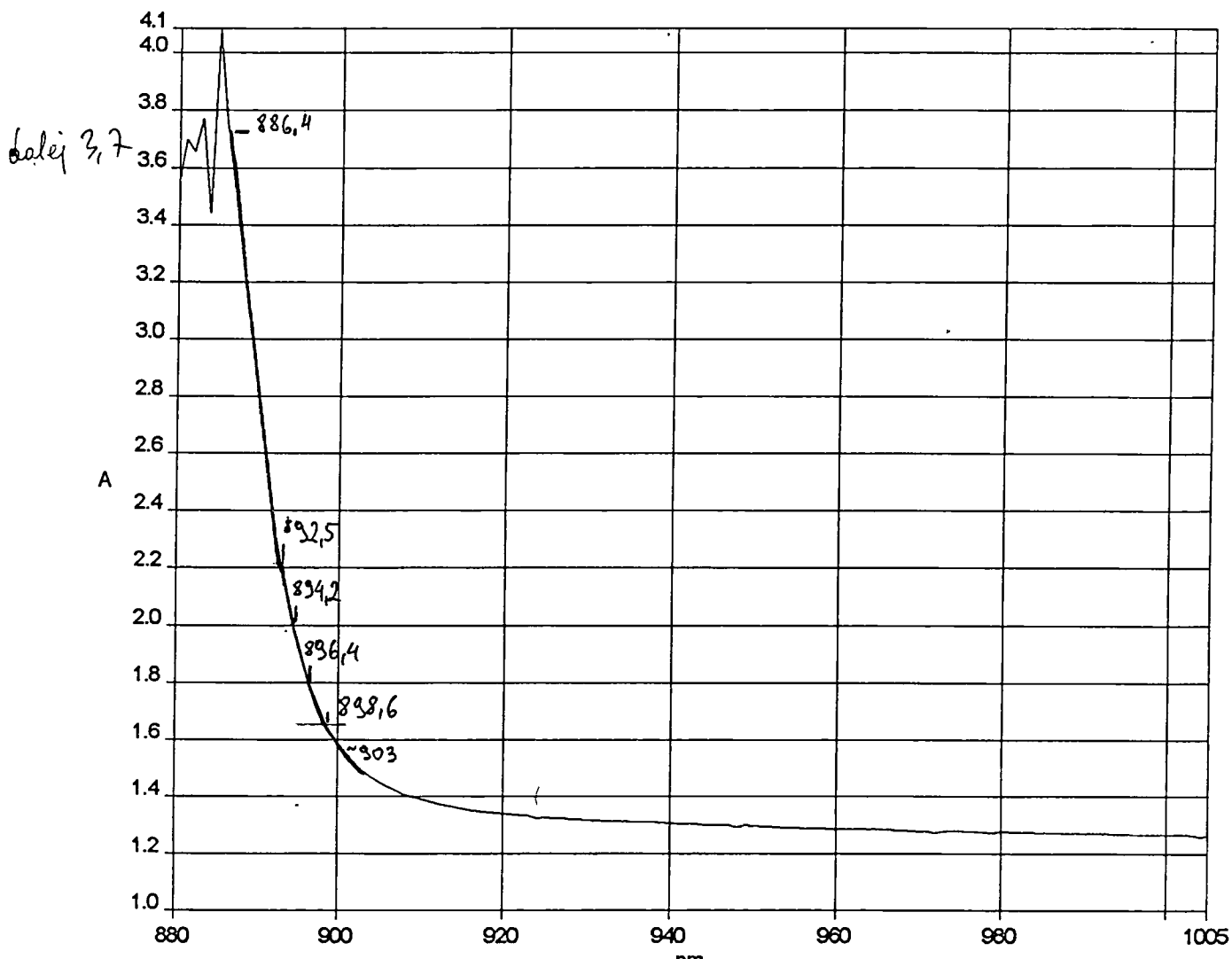
Time: 11:21:17



— AB.SP - 14/03/97 - Absorbancja GaAs

(4)

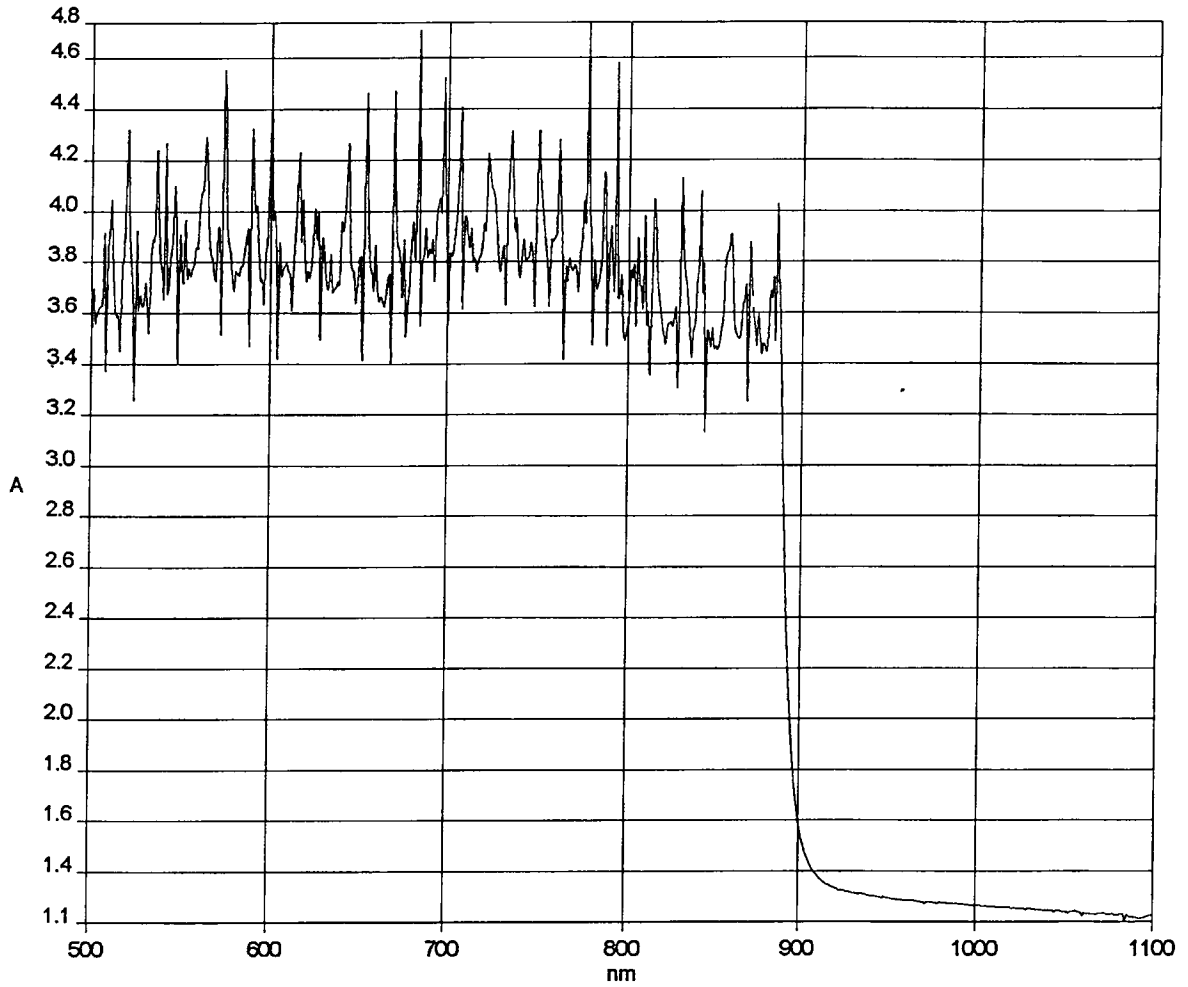
24



— AB.SP - 14/03/97 - Absorbancja GaAs

Date: 14/03/97

Time: 11:15:10



— AB.SP - 14/03/97 - Absorbancja GaAs

6

23

3. Sprawozdanie z testu układu do badań  
czujników temperatury -  
mgr St. Chudzyński



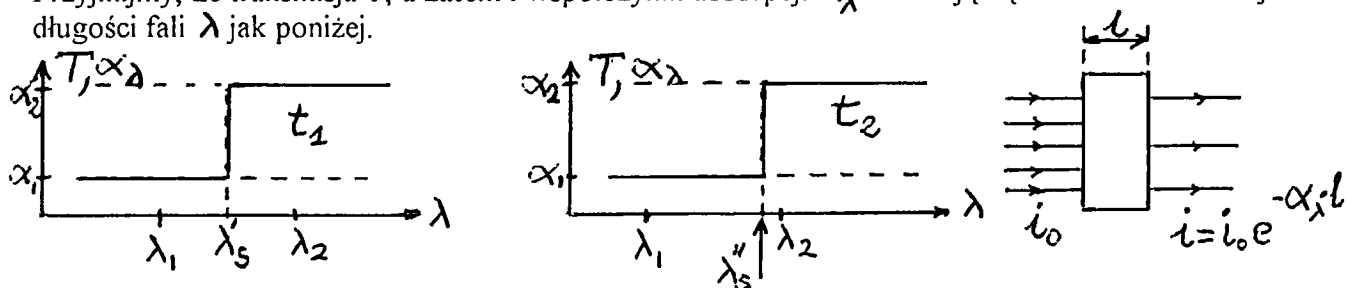
## Sprawozdanie z testu układu do badań czujników temperatury.

### 1. Wstęp

Jest wiadome, że transmisja wielu materiałów w zakresie widzialnym oraz bliskiej podczerwieni jest funkcją temperatury. Szczególnie położenie krawędzi absorpcji materiałów półprzewodnikowych dosyć silnie zależy od temperatury co można wykorzystać do konstrukcji czujników temperatury.

### 2. Prosta teoria

Przyjmijmy, że transmisja  $T$ , a zatem i współczynnik absorpcji  $\alpha_\lambda$  zmieniają się skokowo w funkcji długości fali  $\lambda$  jak poniżej.



Obszar widma zawarty między  $\lambda_1$  i  $\lambda_2$  nazywamy spektralnym oknem pomiarowym i w tym obszarze mierzymy natężenie światła przechodzącego przez próbkę. Jest on na tyle szeroki aby objąć interesujący nas obszar zmian położenia krawędzi absorpcji. Zmiana położenia samej krawędzi niech będzie opisana funkcją  $\lambda_s = \lambda_0 + k(t - t_0)$ . Jeśli przyjąć, że natężenie światła padającego nie zależy od długości fali to całkowite natężenie za próbką wyrazi się wzorem:

$$\begin{aligned} \underline{I} &= \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} i(\lambda) d\lambda = \int_{\lambda_1}^{\lambda_s} i_0 e^{-\alpha_1 \cdot l} d\lambda + \int_{\lambda_s}^{\lambda_2} i_0 e^{-\alpha_2 \cdot l} d\lambda = i_0 [e^{-\alpha_2 l} (\lambda_s - \lambda_1) + e^{-\alpha_1 l} (\lambda_2 - \lambda_s)] = \\ &= i_0 [(e^{-\alpha_2 l} - e^{-\alpha_1 l}) \cdot \lambda_s - e^{-\alpha_2 l} \cdot \lambda_1 + e^{-\alpha_1 l} \cdot \lambda_2] = \\ &= i_0 [(e^{-\alpha_2 l} - e^{-\alpha_1 l}) \cdot (\lambda_0 + k(t - t_0)) - e^{-\alpha_2 l} \cdot \lambda_1 + e^{-\alpha_1 l} \cdot \lambda_2] \end{aligned}$$

Widać, że  $I$  jest funkcją temperatury  $t$ .

Nzgodna czułość (temperaturowa) czujnika wykonanego z takiego materiału wynosi:

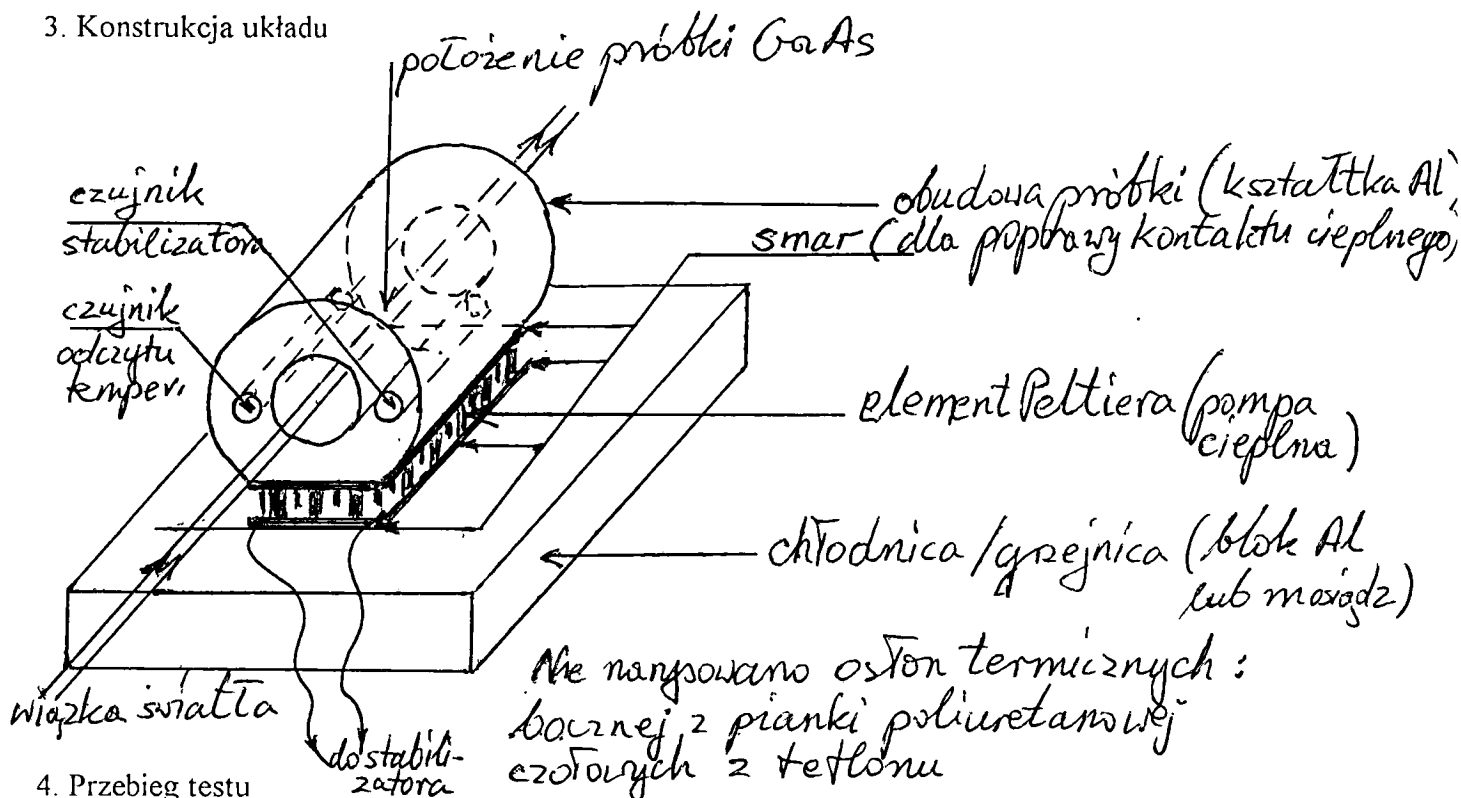
$$\underline{C_t} = \frac{dI}{dt} / I_0 = \frac{i_0 (e^{-\alpha_2 l} - e^{-\alpha_1 l}) \cdot k}{i_0 (\lambda_2 - \lambda_1)} = \frac{k}{\lambda_2 - \lambda_1} \cdot (e^{-\alpha_2 l} - e^{-\alpha_1 l})$$

Ten współczynnik jest funkcją własności materiałowych:  $\alpha_1$ ;  $\alpha_2$ ;  $k$  oraz grubości próbki  $l$ . Dla  $l_{opt}$  osiąga on wartość maksymalną, (co do wartości bezwzględnej).

Przyrównując pochodną  $C_t$  po  $l$  do zera otrzymujemy bez trudu:

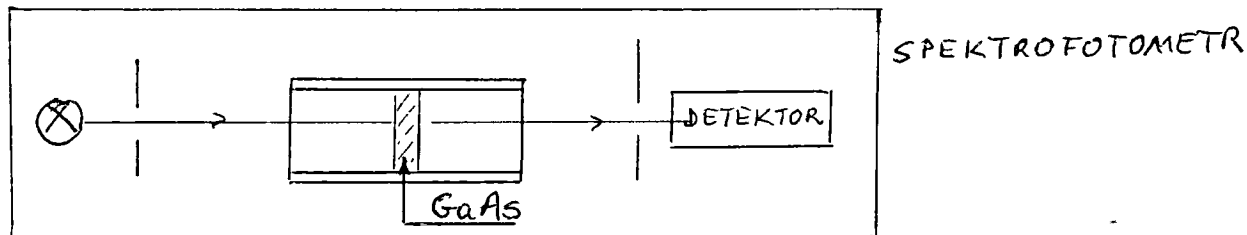
$$\underline{l_{opt}} = \frac{\ln \alpha_2 - \ln \alpha_1}{\alpha_2 - \alpha_1}$$

### 3. Konstrukcja układu

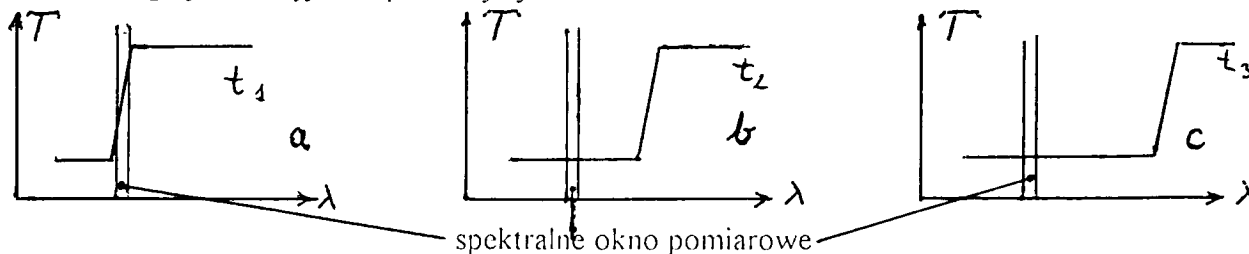


### 4. Przebieg testu

Test wykonano w ten sposób, że układ umieszczono w spektrofotometrze jak poniżej i mierzono absorbcją próbki GaAs w funkcji temperatury na stałej długości fali = 895 nm z spektralnym oknem pomiarowym = 2 nm.



Na rysunku widoczna jest zależność absorbcji  $A$  ( $A = -\ln T = -\ln I/I_0$ ) od temperatury  $t$ . Przesunięcie krzywych różnych serii pomiarowych w osi pionowej jest rezultatem swobody wyboru skali i zera aparaturowego. Zmiany absorbcji na  $1^\circ\text{C}$  są dla wszystkich krzywych zbliżone. Oryginalne wydruki pokazują możliwość pomiaru absorbcji z dokładnością do 0,01 gdy zmianie temperatury o  $1^\circ\text{C}$  odpowiadają zmiany o 0,07. Błędy są wynikiem niemożliwości sztywnego zamocowania urządzenia w spektrofotometrze i niedoskonałości stabilizatora temperatury. "Nasycenie" charakterystyk wynika ze zbyt wąskiego spektralnego okna pomiarowego jak to wyjaśnia poniższy rysunek.



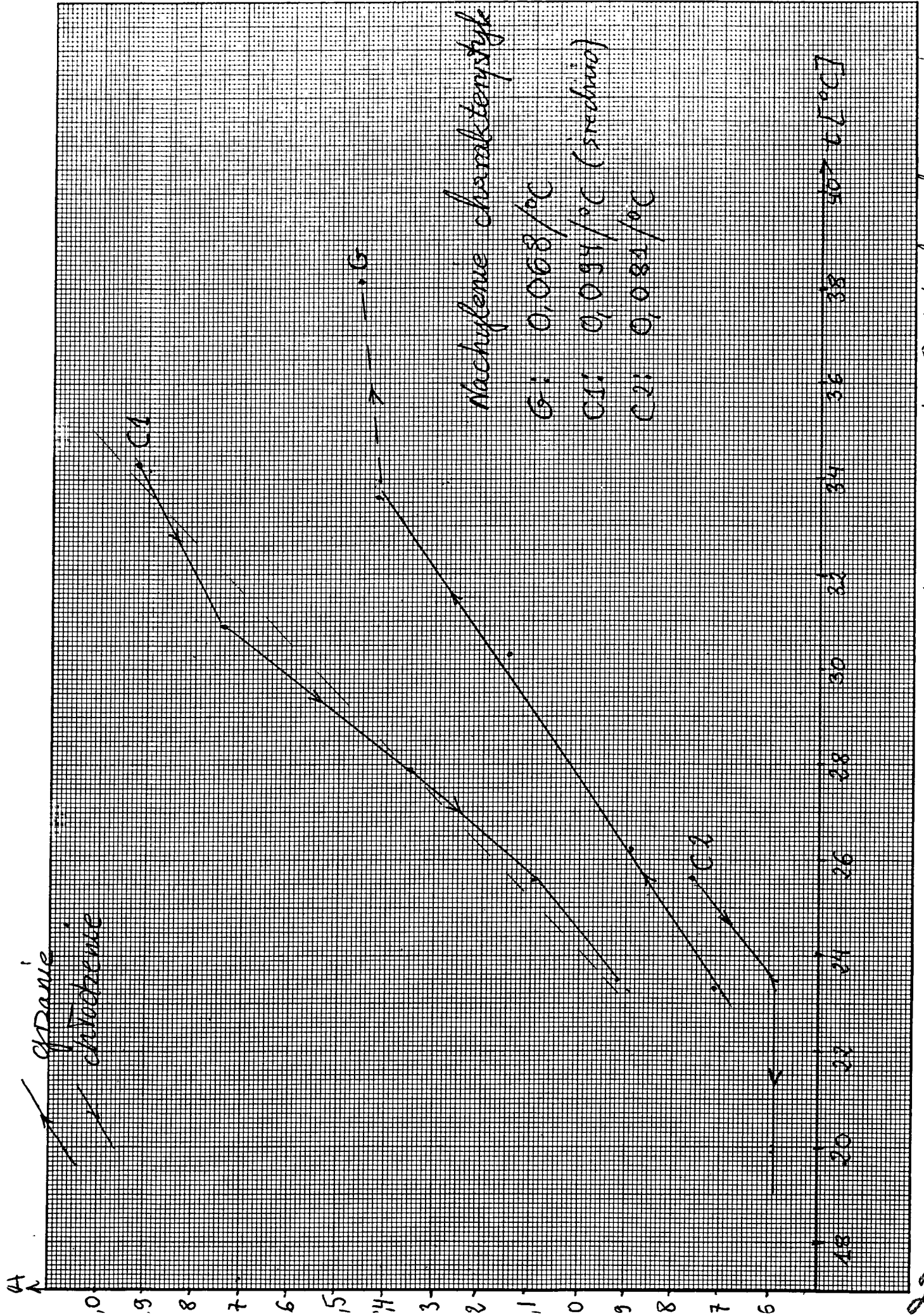
W przypadku "c" nie obserwujemy zmian w absorbcji choć krawędź absorpcji uległa przesunięciu. Jednak była to maksymalna nastawa dla tego aparatu

## 5. Wnioski

Praktyka pokazała, że jest możliwy pomiar temperatury przez obserwacje absorpcji/transmisji próbki z szerokim spektralnym oknem pomiarowym. Wydaje się celowe wprowadzenie następujących zmian:

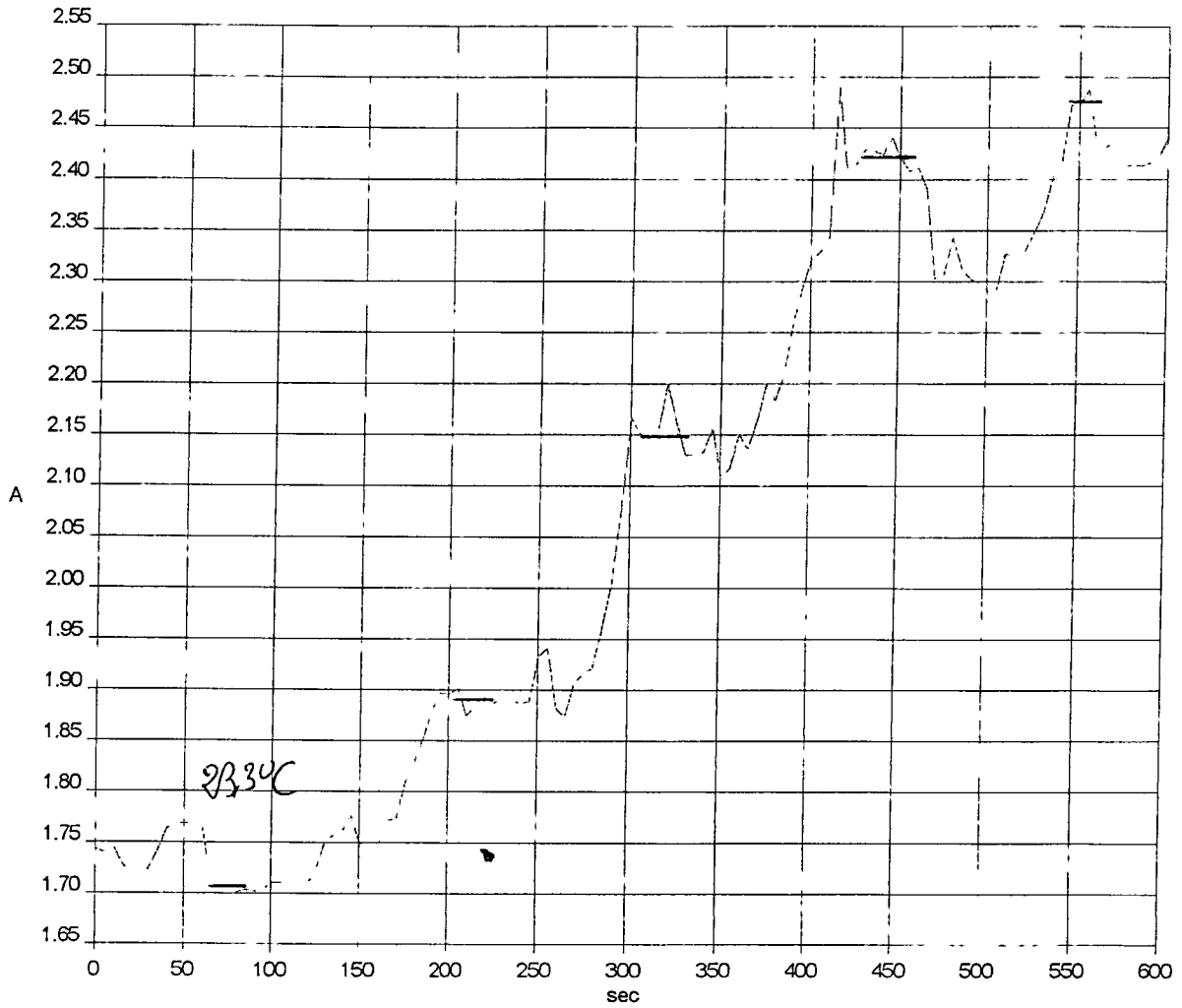
- użycie jako źródła światła diod świecących lub lamp halogenowych - są one niewspółmiernie tańsze od monochromatorów lub spektrofotometrów.
- poprawienie mechanicznej sztywności konstrukcji układu
- zastosowanie stabilizatora temperatury o lepszych parametrach.

*J. Chudyński*  
26. V / 97



Rys 1. Absorbancja (A) w funkcji temperatury t. Spektralne obno pomiarowe  
 przy  $\lambda = 920 \text{ nm}$   $\text{cm}^{-1} = 1095 \text{ m}^{-1}$

GaAs ;  $\lambda = 895 \text{ nm}$  ;  $\Delta\lambda = 2 \text{ nm}$



-- POLPTEMP.TD - 22/05/97

G.

" I " - grzanie

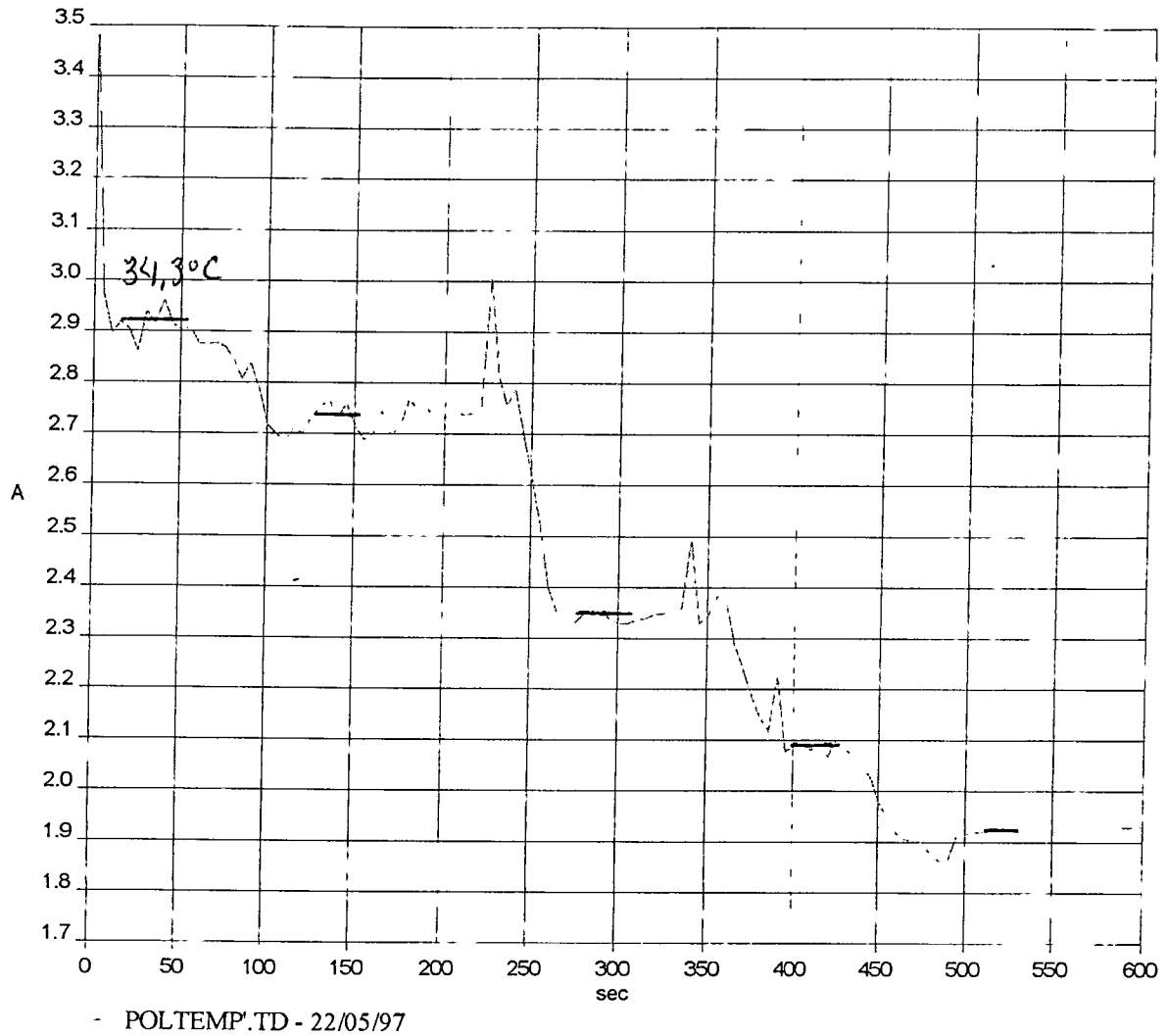
temp.: 23,3°C

26,2°C

30,3°C

33,6°C

38,1°C



C1:

" "

II - chłodzenie

$$t = 34,3^{\circ}\text{C}$$

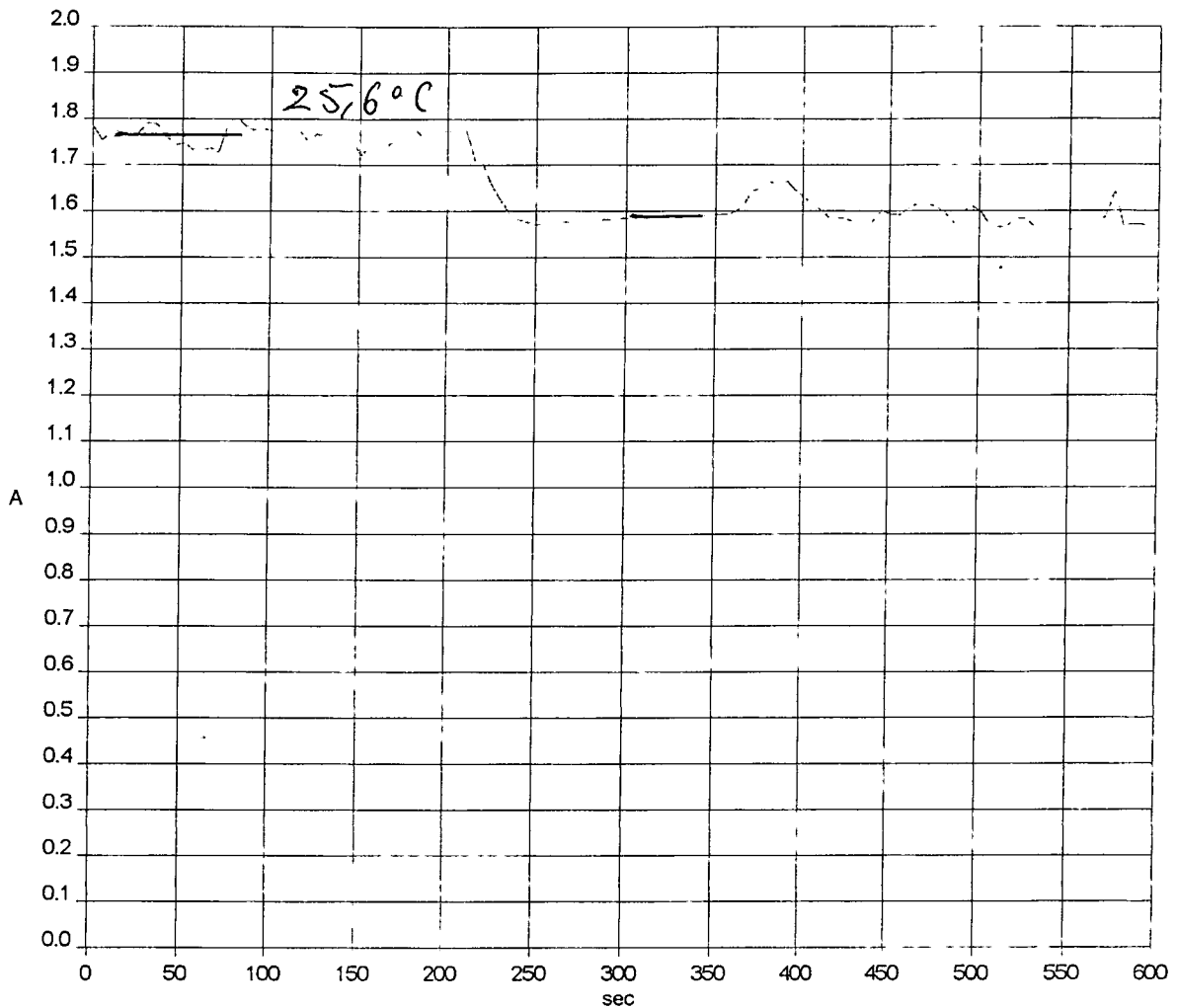
$$30,9^{\circ}\text{C}$$

$$27,9^{\circ}\text{C}$$

$$25,6^{\circ}\text{C}$$

$$23,5^{\circ}\text{C}$$

GaAs  $\lambda = 895 \text{ nm}$   $\Delta\lambda = 2 \text{ nm}$



— PVC15C18.TD - 22/05/97

C2

III - chytobzenie

$t = 25,6^\circ\text{C}$

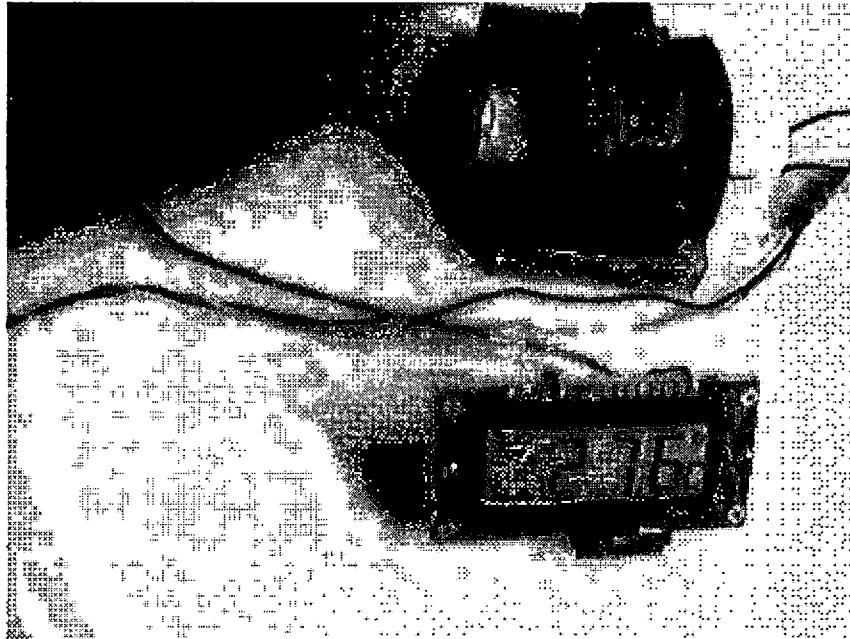
$23,5^\circ\text{C}$

$21,6^\circ\text{C}$

$21,4^\circ\text{C}$

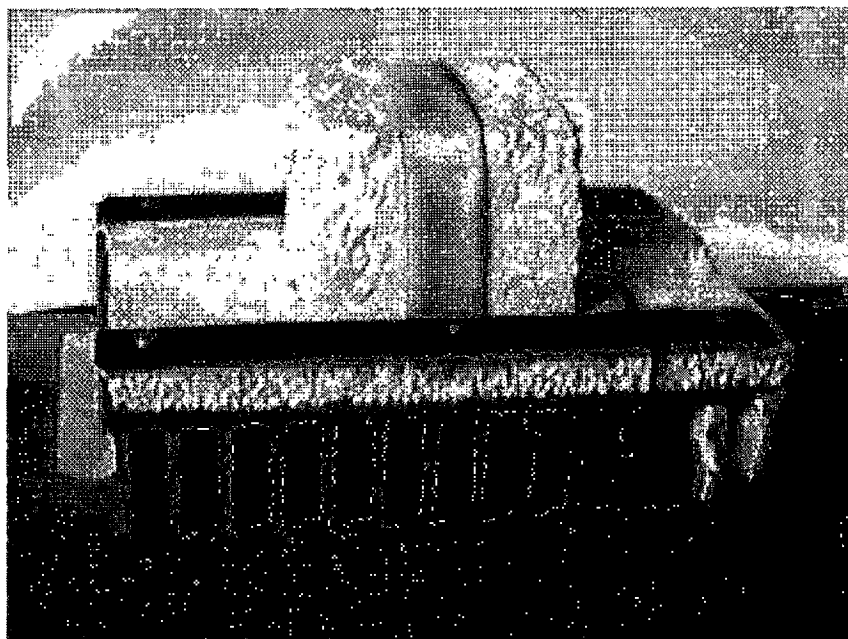
$19,9^\circ\text{C}$

$18,5^\circ\text{C}$

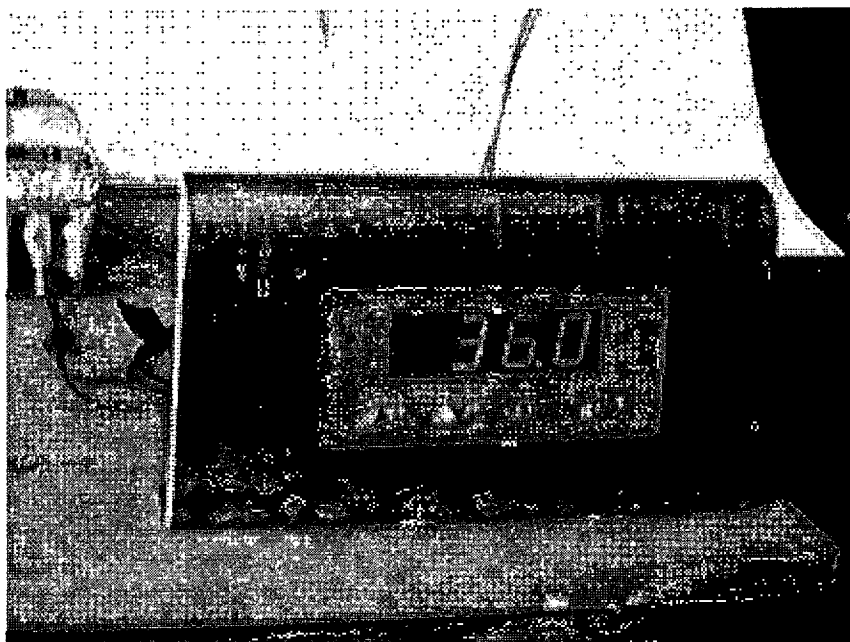


Fot. 1. Widok stanowiska do pomiaru światłowodowego temperatury.





Fot. 2. Zdjęcie chłodnicy z obudową arsenku galu oraz elementu Peltier.



Fot. 3. Zdjęcie regulatora temperatury sterującego temperaturą próbki arsenku galu.

4. Rozeznanie możliwości wykonania  
światłowodowego pomiaru temperatury  
opartego na fluoroscencyjnych sensorach

na podstawie referatu  
na XIV Kongres IMEKO -  
City University of London -  
dr Andrzej Kudelski, dr Andrzej Kobosko

## **Rozeznanie możliwości wykonania światłowodowego pomiaru temperatury opartego na fluorescencyjnych (luminescencyjnych) sensorach.**

Zjawisko fluorescencji czyli emitowanie przez niektóre substancje własnego promieniowania po ich ówczesnym naświetleniu może być wykorzystywane do pomiaru temperatury. Intensywność promieniowania fluorescencyjnego zmniejsza się zazwyczaj eksponencjalnie w funkcji czasu. Zanik w danym przedziale czasu promieniowania fluorescencyjnego jest wtedy opisany równaniem:

$$I(t) = A \cdot e^{-t/\tau} + \varepsilon(t) + B \quad (0 \leq t \leq w)$$

gdzie: I - intensywność promieniowania fluorescencyjnego

t - zmienna oznaczająca czas

w - długość przedziału czasu w którym dokonujemy pomiarów

$\varepsilon(t)$  - komponent opisujący różne szумы w układzie

B - poziom linii bazowej za występowanie której jest odpowiedzialny na przykład prąd ciemny detektora

A - początkowe natężenie promieniowania fluorescencyjnego

$\tau$  - średni czas życia "stanów wzbudzonych" odpowiedzialnych za zjawisko fluorescencji.

Dla przykładu rysunki 1 i 2 prezentują zaniki promieniowania fluorescencyjnego w funkcji czasu.

Na podstawie numerycznej analizy otrzymanych zależności I(t) można wyznaczyć średni czas życia "stanów wzbudzonych" odpowiedzialnych za zjawisko fluorescencji ( $\tau$ ). Ponieważ wspomniany czas życia jest skorelowany z prawdopodobieństwem emisji fotonu (p) dla której zależność od temperatury (T) może być wyrażona wzorem:

$$p \sim \frac{1}{\exp\left(\frac{a}{T}\right) - 1}$$

gdzie:  $a$  jest pewną stałą [wzór na podstawie: G. Monod-Herzen, L. Langouet, Proceedings of the International Conference on Luminescence 1966, Budapeszt, strona 339] można w przybliżeniu założyć, że logarytm z czasu życia ( $\log\tau$ ) jest odwrotnie proporcjonalny do temperatury.

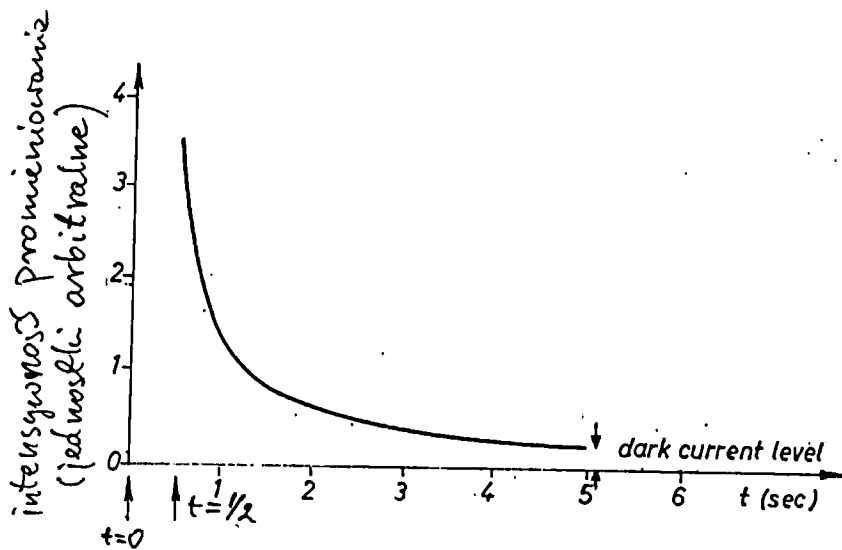
Przykładowe zależności  $\log\tau$  w funkcji  $T$  są prezentowane na rysunkach 3 i 4.

Zestaw eksperymentalny niezbędny do wykonania pomiarów temperatury przy wykorzystaniu czujników fluorescencyjnych przedstawia rysunek 5.

Zanik promieniowania fluorescencyjnego w funkcji czasu nie jest dla wszystkich substancji opisywany przy pomocy prostej krzywej eksponencjalnej. Na przykład dla wysoko domieszkowanego jonami  $\text{Cr}^{+3}$  chryzoberylu (zawartość jonów chromu powyżej 0.4%) zanik promieniowania fluorescencyjnego w czasie jest opisywany jako suma dwóch krzywych eksponencjalnych z dwoma różnymi "czasami życia". Fakt ten musi być wzięty pod uwagę przy wyborze substancji dla której czasowa zależność promieniowania fluorescencyjnego będzie analizowana.

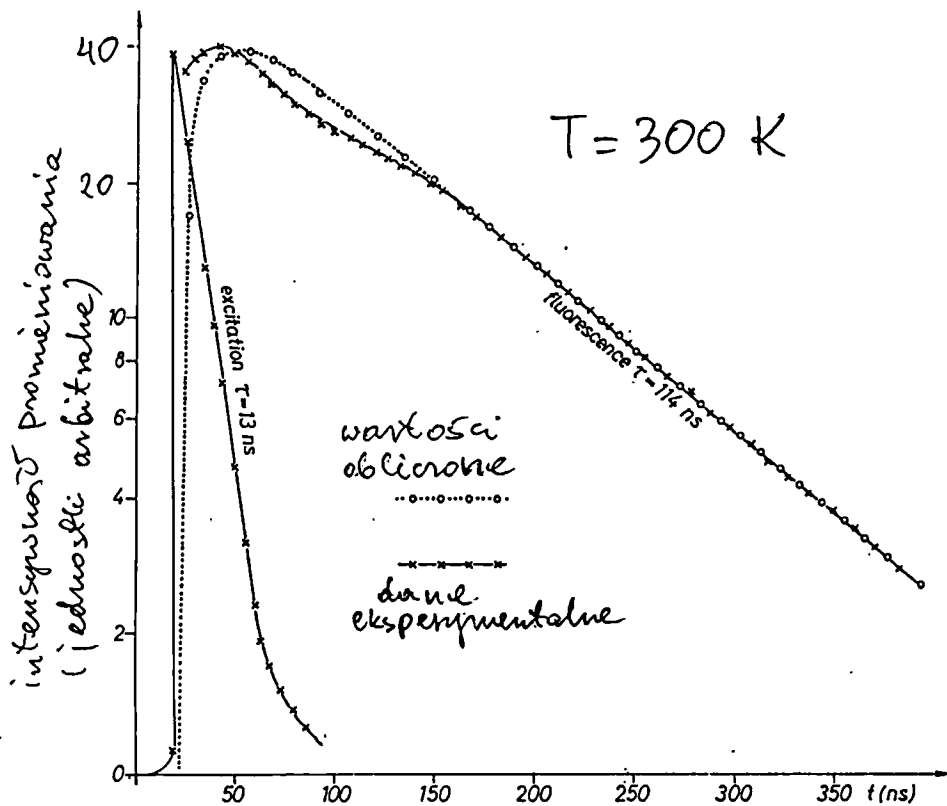
Warto również wspomnieć o tym, że komputerowa analiza sumy promieniowania fluorescencyjnego z kilku źródeł umożliwia odseparowanie poszczególnych krzywych eksponencjalnych, a przez to niezależne oznaczenie temperatury dla każdego źródła promieniowania fluorescencyjnego. Zostało to wykazane przez Sun i współpracowników którzy wyznaczali temperaturę niezależnie dla YAG domieszkowanego chromem i aleksandrytu stosując czujnik zbudowany z dwóch złączonych kryształów (patrz rysunek 6). Możliwość przeprowadzenia takiej analizy stwarza szanse szeregowego umieszczenia kilku czujników na jednym światłowodzie.

Porównując stopień złożoności układów niezbędnych do wyznaczenia temperatury na podstawie pomiarów fluorescencyjnych z układami opartymi na wykorzystaniu efektu ramanowskiego i zależności od temperatury położenia pasma absorpcyjnego półprzewodnika możemy z całą pewnością stwierdzić, że metoda fluorescencyjna jest o wiele lepsza i zdecydowanie tańsza od metody ramanowskiej; natomiast porównanie metody fluorescencyjnej z metodą opartą na przesuwaniu się pasma absorpcyjnego półprzewodnika jest o wiele trudniejsze. Przy założeniu, że do pomiarów opartych na przesuwaniu się pasma absorpcyjnego wystarczy najprostszy zestaw prezentowany na rysunku 7 metoda ta powinna okazać się zdecydowanie tańszą od metody fluorescencyjnej. W przypadku braku możliwości osiągnięcia wymaganej dokładności w wyznaczeniu temperatury na podstawie przesuwania się pasma absorpcyjnego półprzewodnika, wydaje się, że warto będzie podjąć próby przetestowania metody fluorescencyjnej.



Rys. 1. Zanik promieniowania luminescencyjnego emitowanego przez kryształ antymonu w funkcji czasu. (pomiar wykonano w  $T=4,2\text{K}$ ).  $t=0$  oznacza punkt końcowy naswietlania;  $t=1/2$  s oznacza punkt w którym otworono przestron i zaczęło mierzyc emitowane promieniowanie.

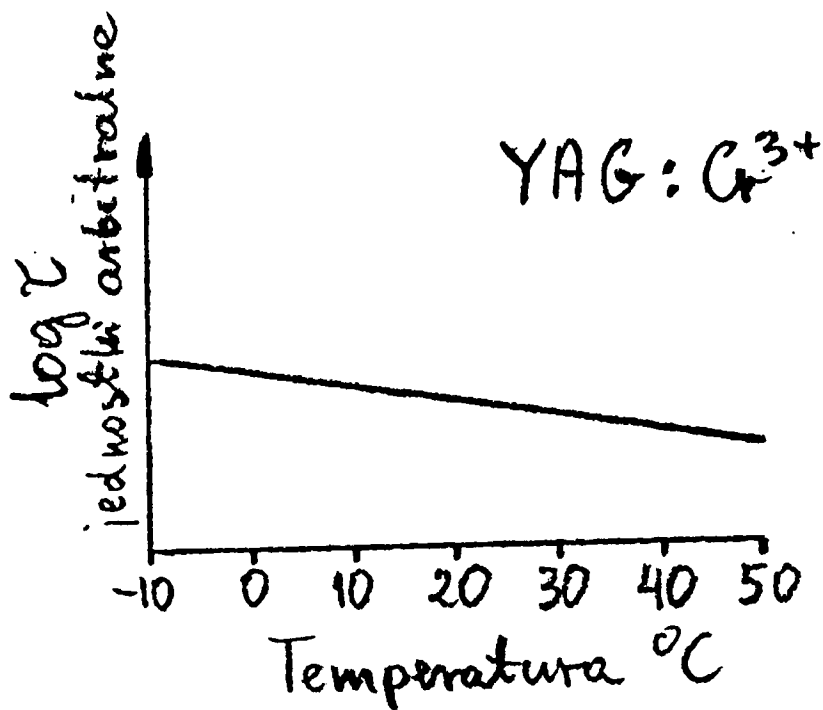
wt. G. Vaubel, P. Thoma, N. Rienhl, P. Lenz, Proceedings of the International Conference on Luminescence '66, Budapest, strona 389.



Rys. 2. Zmiany promieniowania luminescencyjnego zimitowanego przez kryształ naphthalenu i funkcji czasu.

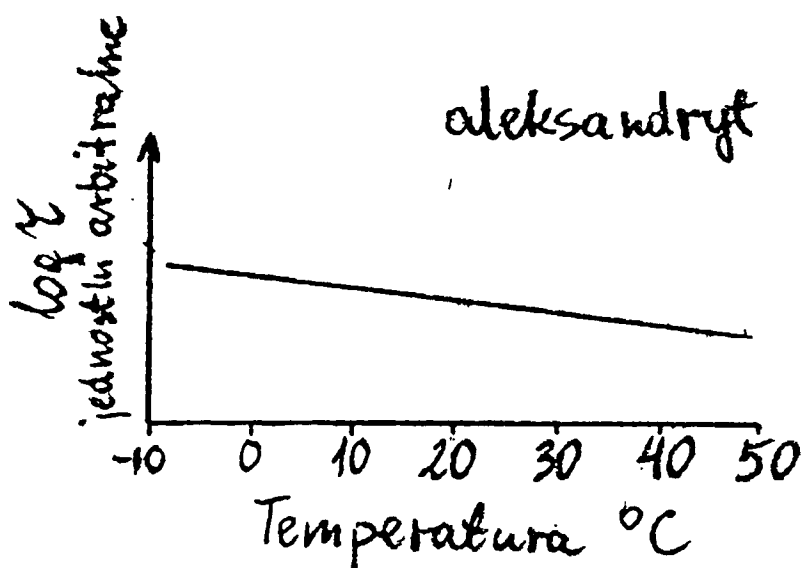
autor: T. B. El-Kareh, Proceedings of the International Conference on Luminescence 1966, Budapest, strona 382.





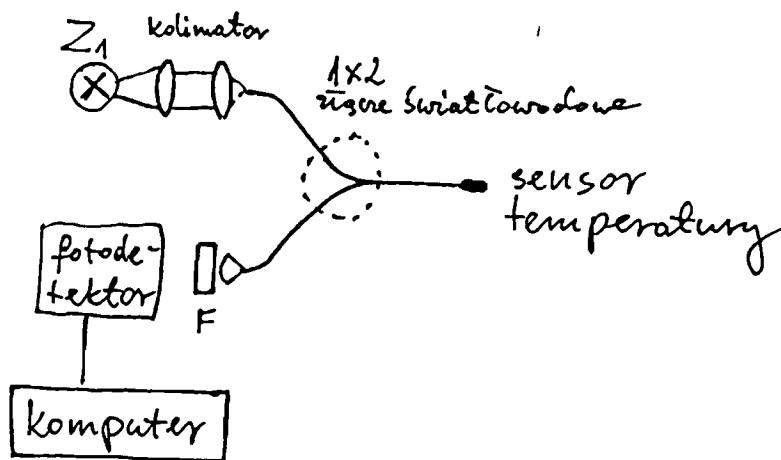
Rys. 3. Zależność  $\log \tau$  od temperatury dla YAG domieszkowanego Cr<sup>3+</sup>.

wg. T. Sun, Z.Y. Zhang, K.T.V. Grattan, A.W. Palmer



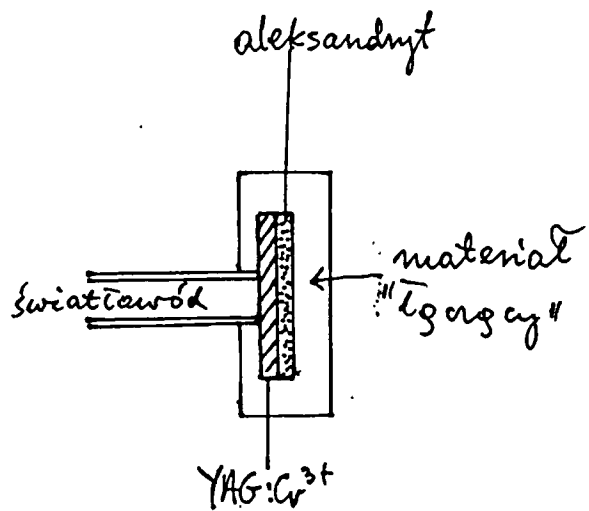
Rys. 4. Zależność  $\log T$  od temperatury dla aleksandrytu

op. T. Sun, Z. Y. Zhang, K. T. V. Brattan, A. W. Palmer

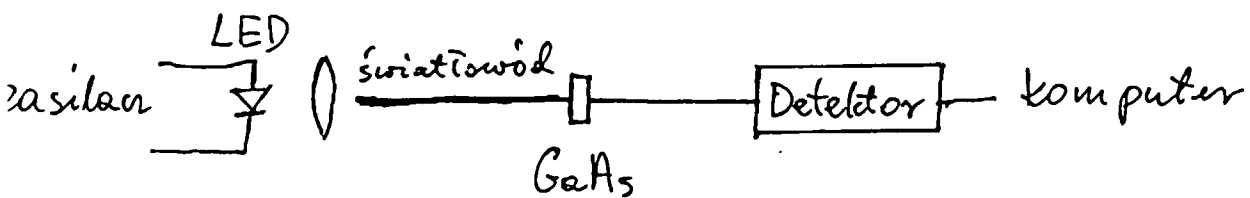


$Z_1$  - pulsowe źródło światła  
 F - filtr fluorescencyjny

Rys. 5. Schemat zestawu eksperymentalnego niezbędnego do wykonania pomiarów temperatury przy wykorzystaniu czujnika fluorescencyjnego.



Rys. 6. Schemat czujnika stosowanego przez Sun i współpracowników.



Rys. 7. Najprostszy zestaw do pomiarów temperatury oparty na przesuwaniu się pasma absorpcyjnego półprzewodnika

# INTERPRETATION OF MULTI-EXPONENTIAL DECAY ANALYSIS FOR FLUORESCENCE-BASED OPTICAL TEMPERATURE SENSORS

*T. Sun, Z. Y. Zhang, K. T. V. Grattan and A. W. Palmer*

Department of Electrical, Electronic & Information Engineering, City University, Northampton Square, London EC1V 0HB

*Abstract:* The estimation of lifetime constants of multi-exponential-fluorescence decay processes is very important in practical sensor systems and algorithms based on Prony's method are proposed for use in such schemes. They are evaluated, using a Monte-Carlo simulation, the results of which show that the performance of Prony's method can be greatly improved with the selection of an optimized observation time and a few algorithm-related parameters. They are applied in real-time, quasi-distributed temperature sensor systems and the experimental results obtained are presented to justify their use in Prony's method in practical multi-exponential fluorescence decay analysis.

*Keywords:* Prony's method, multi-exponential decay, temperature sensor

## 1. INTRODUCTION

Fluorescence-based techniques have been widely used for the monitoring of temperatures using optical sensors over a wide range, employing a variety of analysis techniques and sensor materials[1]. A single exponential decay is either seen, or more often assumed, in most cases to obtain the exponential measurement, which is the essential strength of the method itself, as it is non-intensity based. Where the doping level of the fluorescent active system is low, for example in Cr<sup>3+</sup>-doped chrysoberyl, the method offers examples with a single exponential at low doping levels (<0.1 wt%). However, with extremely high dopant levels (e.g. >0.4 wt%), a double exponential decay is observed in the same host crystal. A significant number of systems do show a double exponential behaviour and it is important that they are properly analyzed in terms of extracting the two separate decay time constants, otherwise considerable error can occur in the estimation of an associated single exponential as a best fit to the data points. The ability to extract two different exponential decay times from a single optical signal opens up the possibility of using this method in the multiplexing of several sensors, each having its own distinctive decay time behaviour. Several sensors of red Schott glass, which were independently temperature sensitive, were used in a quasi-distributed sensing demonstrated previously by Theocharous[2]. The problem that results from such an absorption-based system is that the signal-to-noise ratio diminishes with each sensor "down-line" from the source, as does the accuracy obtainable, with the possibility of the effective use of more remote sensor elements being reduced.

An analysis scheme using Prony's method is reported which enables exponential decays from either single material, multi-material (with two or three separate decays overlapping) or quasi-distributed sensors to be deconvolved and thus data and measured information encoded in each individual signal to be recovered. The prime application is seen in the use of a single optical signal recovered from several fluorescent sensors for temperature measurement, for example from such sensors in quasi-distributed form separated along an optical fibre or from a single or pair of sensors, one yielding, for example, a double exponential decay, where more accurate measurand encoded information is extracted from the variation of one or more of the essential decays present.

## 2. PRONY'S METHOD

The use of Prony's method for fluorescence lifetime estimation has been proposed in the previous work of some of authors [3] in which only the analysis of single exponential process is discussed. However, the principle of the method used stays the same as is described in the literature [4], where the approximation of exponential processes is expressed in the following generalized form [4]:

$$f(x) = A_1 u_1^x + A_2 u_2^x + \dots + A_n u_n^x, \quad (1)$$

and to solve this kind of approximation, the values of  $f(x)$  are specified as a set of  $N$  equally spaced points,  $f_j$ , where a linear change of variables has been introduced in advance in such a way that the data points are  $x=0, 1, 2, \dots, (N-1)$ . These points may be seen to specify a set of linear equations:

$$f_{j+n\Delta N} + f_{j+(n-1)\Delta N}\alpha_1 + f_{j+(n-2)\Delta N}\alpha_2 + \dots + f_j\alpha_n = 0$$

$$j = 0, 1, 2, \dots, (N - n\Delta N - 1) \quad (2)$$

where  $\Delta N$ , the sample spacing index in each equation is an integer which satisfies  $(N - n\Delta N) \geq n$ ,  $\alpha_i$  ( $i=1, 2, \dots, n$ ) are unknown coefficients. After the values of  $\alpha_i$  ( $i=1, 2, \dots, n$ ) are determined, the  $(\Delta N)$ th powers of  $u_i$  in Eq.(1),  $u_i^{\Delta N}$  ( $i=1, 2, \dots, n$ ) are found as the roots of the following algebraic equation:

$$y^n + \alpha_1 y^{n-1} + \alpha_2 y^{n-2} + \dots + \alpha_{n-1} y + \alpha_n = 0 \quad (3)$$

### 2.1 Single Prony's Method

The work has been developed by some of the authors [3] using Prony's method for single-exponential estimation. In an optical sensor system using the decay time approach, following the termination of excitation light pulse, the fluorescence will decay exponentially with time and the observed decay signal,  $f(t)$ , may be given as a function of time,  $t$ , by:

$$f(t) = A \exp(-t/\tau) + \varepsilon(t) + B \quad (0 \leq t \leq w) \quad (4)$$

where  $w$  is the observation window width;  $\varepsilon(t)$  the noise component attributed to various noise sources;  $A$  and  $\tau$  are the initial fluorescence amplitude and the fluorescence lifetime respectively; and  $B$  is the baseline offset. A number of numerical algorithms have been used for the estimation of single exponential fluorescence lifetime, such as the log-fit algorithm, and the Marquardt non-linear least squares approximation algorithm [5]. The single Prony's method, which is non-iterative and simple, is a better alternative to its counterparts, for use for a solution of this problem.

According to eq.(2),  $(N - \Delta N)$  linear equations can be directly formed from the  $N$  samples, given as

$$f_{j+\Delta N} + f_j \alpha = 0, \quad j = 0, 1, 2, \dots, (N - \Delta N - 1) \quad (5)$$

The estimation of the lifetime will be given by

$$\tau = \Delta N \cdot \Delta t / \ln(-1/\alpha) \quad (6)$$

Basically, there are two ways to approximate  $\alpha$  from eq.(5). One is simply to superpose all the linear equations in eq.(5) together, then giving  $\alpha$  as

$$\alpha_{\text{sup}} = - \frac{\sum_{j=0}^{N-\Delta N-1} f_{j+\Delta N}}{\sum_{j=0}^{N-\Delta N-1} f_j} \quad (7)$$

The other relies on the correlation of eq.(5) with  $(N - \Delta N)$  samples,  $f_{j+k}$ ,  $j=0, 1, 2, \dots, (N - \Delta N - 1)$ , giving  $\alpha$  as  $\alpha_{\text{cor}}$  by

$$\alpha_{\text{cor}} = - \frac{\sum_{j=0}^{N-\Delta N-1} f_{j+\Delta N} \cdot f_{j+k}}{\sum_{j=0}^{N-\Delta N-1} f_j \cdot f_{j+k}} \quad (8)$$

where  $k$ , the correlation distance index is defined by within the region of  $\Delta N \geq k \geq 0$ . If  $k$  is chosen to be 0, eq.(8) gives the least squares solution to eq.(5).

Monte-Carlo simulations are applied to select the optimum observation window width and a few algorithm-related parameters. In the simulations, the noise component  $\varepsilon(t)$ , is added under the assumption that it is independent of the fluorescence decay process and identically distributed with a Gaussian probability density having a standard deviation,  $\sigma_\varepsilon$ . The noise-to-error transfer factor,  $m_\varepsilon$ , is introduced as a measure of the impact of the noise on the lifetime estimation and it is given by

$$\sigma_\tau / \tau = m_\varepsilon (\sigma_\varepsilon / A) \quad (9)$$

where  $\sigma_\tau/\tau$  is the normalized error in estimating the lifetime; and  $\sigma_\epsilon/A$  the normalized noise deviation which is set to be 0.1% during simulations. Both algorithms give their optimum performances in the vicinity of  $\beta = 2 \sim 2.25$ ,  $\Delta N = N/4$  and  $k = \Delta N/2$ , where the error transferring factor,  $m_\epsilon < 0.31$ .

## 2.2 Double Prony's Method [6]

The double exponential decay signal,  $f(t)$ , can be given as a function of time,  $t$ , by:

$$f(t) = A_1 \exp(-t/\tau_1) + A_2 \exp(-t/\tau_2) + \epsilon(t) + B \quad (0 \leq t \leq w) \quad (10)$$

where  $A_1$  and  $A_2$  are the initial separate fluorescence amplitudes;  $\tau_1$  and  $\tau_2$  the corresponding fluorescence lifetimes;  $\epsilon(t)$ ,  $B$  and  $w$  are as defined in eq.(4). According to eq.(2),  $(N-2\Delta N)$  linear equations can be directly formed from the  $N$  samples,  $f_j$  ( $j=0, 1, \dots, N-1$ ), given as

$$f_{j+2\Delta N} + f_{j+\Delta N}\alpha_1 + f_j\alpha_2 = 0, \quad j = 0, 1, 2, \dots, (N-2\Delta N-1) \quad (11)$$

or by the following matrix form:

$$Y = XA \quad (12)$$

where

$$Y = \begin{bmatrix} f_{2\Delta N} \\ f_{2\Delta N+1} \\ \vdots \\ f_{N+1} \end{bmatrix}, \quad X = \begin{bmatrix} f_{\Delta N} & f_0 \\ f_{\Delta N+1} & f_1 \\ \vdots & \vdots \\ f_{N-\Delta-1} & f_{N-2\Delta N-1} \end{bmatrix}, \quad \text{and } A = \begin{bmatrix} -\alpha_1 \\ -\alpha_2 \end{bmatrix}$$

It is found in simulation experiments discussed later, that the least square method does not offer the optimum solutions for matrix  $A$ . Thus, an auxiliary matrix  $Z$  is introduced to solve the problem by correlation method. Multiplied by  $Z^T$ , the transposed matrix formed from  $Z$ , eq.(12) becomes

$$Z^T Y = Z^T X A, \quad A = [Z^T X]^{-1} [Z^T Y]. \quad \text{Then the two estimations of the lifetime will be given by}$$

$$\tau_1 = -\Delta / \ln(u_1), \quad \tau_2 = -\Delta / \ln(u_2) \quad (13)$$

where  $u_1^{\Delta N} = \frac{-\alpha_1 + \sqrt{\alpha_1^2 - 4\alpha_2}}{2}$ ,  $u_2^{\Delta N} = \frac{-\alpha_1 - \sqrt{\alpha_1^2 - 4\alpha_2}}{2}$  and  $\Delta$  is the sampling time interval.

Monte-Carlo simulations reveal that the observation and numerical calculation conditions,  $\beta$ ,  $\Delta N$  and  $k$  should be optimized in favour of the estimation of shorter time-constant and an acceptable region for the difference between the two time-constants should be  $\tau_1/\tau_2 \approx 0.02 \sim 0.5$ . The optimized observation window width,  $\beta_{opt}$ , is closely related to the time-constant ratio  $r_{12}$  ( $= \tau_1/\tau_2$ ). When  $r_{12} < 1$ , it can be approximated by the following expression:

$$\beta_{opt} \approx 8.8 - 4.5r_{12} \quad (14)$$

The optimized numerical sample spacing index,  $\Delta N$ , is 36/256 for  $r_{12} < 0.6$  and the optimum value for  $k$  is  $\Delta N/2$ .

## 3. APPLICATION TO SENSOR SYSTEMS OF THESE METHODS

In this work, Prony's algorithms discussed above is demonstrated for application in a quasi-distributed or multi-material sensor system. The schematic of such a system is shown in Fig.1, where the sensing head of the probe comprises a combination of alexandrite and YAG:  $\text{Cr}^{3+}$ . A blue LED operating at a center wavelength of 442nm is used as the excitation light source and is modulated by a pulse signal,  $v_m$ , generated by the digital output port of a desktop computer. The response signal, which contains fluorescence from both sensors, is conveyed to the photodetecting stage by a 300 $\mu\text{m}$  core diameter, 1x2 fiber coupler. A fluorescence filter, F1, is used to prevent the reflected excitation light from saturating the photodetector, showing the simplicity of the practical optical arrangement. The detected response signal is digitized by an analog-to-digital converter inside the computer and processed



using Prony's algorithm. The experimental results from the sandwich of YAG: Cr<sup>3+</sup> and alexandrite with the thickness of each being ~0.5mm, processed by the double Prony's method, are shown in Fig.2, in which the results with single Prony's method for separate YAG: Cr<sup>3+</sup> and alexandrite are also shown to enable a cross-comparison to be made. The lifetimes of alexandrite and YAG: Cr<sup>3+</sup> as a function of temperature obtained by the use of the double Prony's method are similar to those obtained using the single Prony's method from the separate corresponding sensors. The results clearly show that extracting two separate decay time constants with the use of the double Prony's method is not only efficient but also accurate enough to make it possible to multiplex these two sensors effectively. This is a major step forward, and opens up the possibilities for several more sensors multiplexed on a single fiber optic cable, as discussed below.

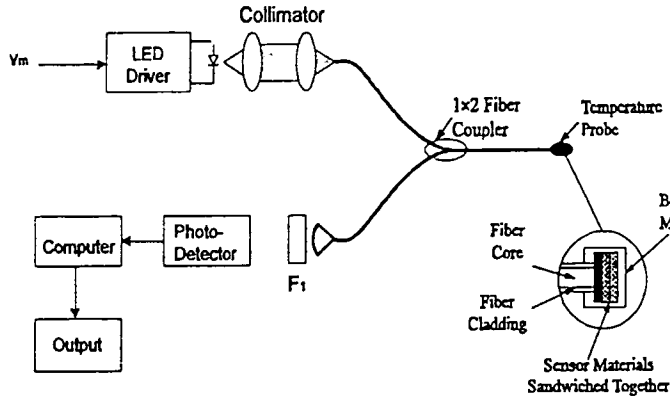


Fig.1 Schematic of multi-material sensor system

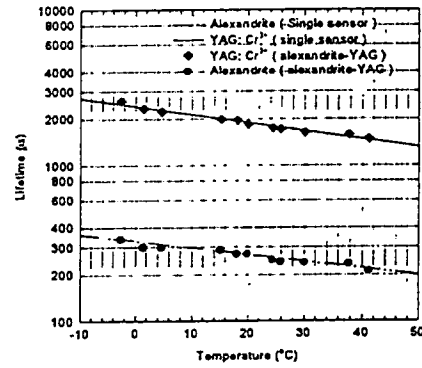


Fig.2 Experimental results from the sandwich of YAG: Cr<sup>3+</sup> and alexandrite.

#### 4. TRIPLE PRONY'S METHOD

##### 4.1 Theory

The above theory and experimental results reveal that Prony's method is a promising alternative way to deconvolve each signal contained in multi-exponential decay. The triple Prony's method analyzed in this paper is a further extension and exploration of the possibility of deconvolving three exponential decays from a single signal.

The triple exponential decay signal,  $f(t)$ , representing the summation of the three exponential decays, can be given as a function of time,  $t$ , by:

$$f(t) = A_1 \exp(-t/\tau_1) + A_2 \exp(-t/\tau_2) + A_3 \exp(-t/\tau_3) + \varepsilon(t) + B \cdot (0 \leq t \leq w) \quad (15)$$

where  $A_1$ ,  $A_2$  and  $A_3$  are the initial separate fluorescence amplitudes;  $\tau_1$ ,  $\tau_2$  and  $\tau_3$  are the corresponding fluorescence lifetimes; and  $\varepsilon(t)$ ,  $B$  and  $w$  are as defined in eq.(4). According to eq.(2),  $(N-3\Delta N)$  linear equations can be directly formed from the  $N$  samples,  $f_j$  ( $j=0, 1, \dots, N-1$ ), given as

$$f_{j+3\Delta N} + f_{j+2\Delta N}\alpha_1 + f_{j+\Delta N}\alpha_2 + f_j\alpha_3 = 0, \quad j = 0, 1, 2, \dots, (N-3\Delta N-1) \quad (16)$$

and  $\exp(-\Delta N \cdot \Delta / \tau_i)$  ( $i=1, 2, 3$ ) are the roots of the following algebraic equation:

$$y^3 + \alpha_1 y^2 + \alpha_2 y + \alpha_3 = 0 \quad (17)$$

A similar form to that shown in eq.(12) can be adopted to calculate the matrix  $A$ , but an auxiliary matrix  $Z$  is also required, to offer the optimum solution, it being given by

$$Z = \begin{bmatrix} f_{2\Delta N+k} & f_{\Delta N+k} & f_k \\ f_{2\Delta N+k+1} & f_{\Delta N+k+1} & f_{k+1} \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ f_{N-\Delta N-1+k} & f_{N-2\Delta N-1+k} & f_{N-3\Delta N-1+k} \end{bmatrix} \quad (18)$$

#### 4.2 Simulation Results

Three noise-to-error transfer factors,  $m_1$ ,  $m_2$  and  $m_3$ , defined to be the measures of the noise effect on the lifetime estimation, are given by

$$\sigma_{\tau_1} / \tau_1 = m_1(\sigma_\epsilon / A_1), \quad \sigma_{\tau_2} / \tau_2 = m_2(\sigma_\epsilon / A_2), \quad \sigma_{\tau_3} / \tau_3 = m_3(\sigma_\epsilon / A_3) \quad (19)$$

where  $\sigma_{\tau_1} / \tau_1$ ,  $\sigma_{\tau_2} / \tau_2$  and  $\sigma_{\tau_3} / \tau_3$  are the normalized errors in estimating the lifetimes;  $\sigma_\epsilon / A_1$ ,  $\sigma_\epsilon / A_2$  and  $\sigma_\epsilon / A_3$  are the normalized noise deviations which are set to reasonable levels of 0.1% during the simulations. The performance of the Prony's algorithm can be greatly optimized by the careful selection of the observation window width,  $w$ , and the numerical sample space index,  $\Delta N$ , as well as the correlation space,  $k$ , as is shown in Fig.3 as an example, with simulation results obtained when  $r_{12} (= \tau_1 / \tau_2) = 1/5$ ,  $r_{13} (= \tau_1 / \tau_3) = 1/10$ , where  $\beta = w / \tau_1$  is the normalized observation window width. These represent typical cases with commercial  $\text{Cr}^{3+}$  doped materials, for example[1].

An acceptable region for the difference between the three time-constants is shown in Fig.4, taking

$\tau_1 / \tau_2 \approx 0.2 \sim 0.3$ ;  $\tau_1 / \tau_3 \approx 0 \sim 0.1$ . The optimized observation window width,  $\beta_{\text{opt}}$  is closely related to the time-constant ratio  $r_{12}$  and  $r_{13}$ , as is shown in Fig.5. by the simulation results reported. However, the optimized numerical sample spacing index,  $\Delta N$ , defined in the algorithm, is more or less constant over a wide range of the time constant ratio as shown in Fig.6, e.g. the optimized  $\Delta N$  is 30/256. It is also found that the optimum value for  $k$  is  $\Delta N/2$ .

The above optimum selection of algorithm-related parameters can enable the effect caused by the noise sources to be reduced to minimum. With  $k=0$ , the triple exponential solution is of the least squares, but the above simulation reveals the fact that it is not the optimum solution.

#### 5. SUMMARY

The results presented have shown that Prony's method offers an effective and accurate way to deconvolve individual exponential behaviour characteristics from a multi-exponential system, when excited by the same optical source, modulated in the same way, along a single fiber optic cable. The extracted decay time constants using Prony's method show a close comparison with those seen for the materials individually (demonstrated experimentally for two convolved decay signals), and the signal processing to achieve this is simple and easy to perform with a PC. Results obtained over a series of

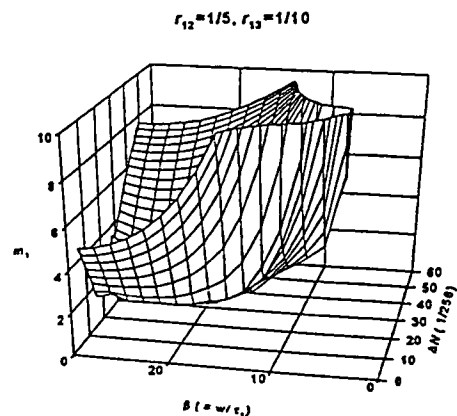


Fig.3 Noise-to-error transfer factor  $m_1$ , as a function of  $\Delta N$  and  $\beta$ .

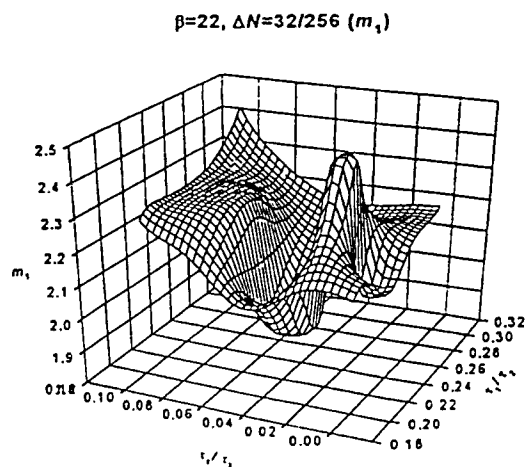


Fig.4 Noise-to-error transfer factor,  $m_1$ , as a function of the ratios of time-constants.

experiments also show the veracity of the mathematical approach, revealing the real possibilities of a single source, detector and fiber, simple modulation, decay-time based quasi-distributed sensor using several such elements formed together, on which multiple-Prony's method is based.

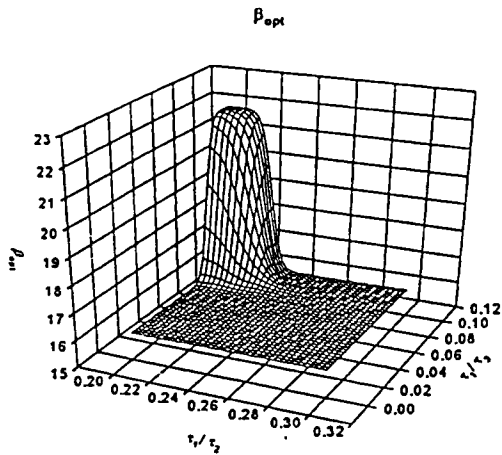


Fig.5 The optimized observation window,  $\beta_{opt}$ , and the time-constant ratios

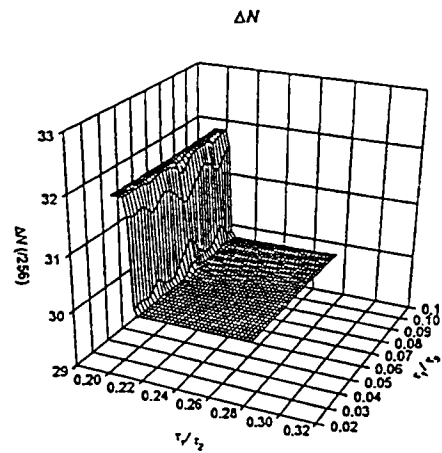


Fig. 6 The optimum values of  $\Delta N$  as a function of time-constant ratios

#### References

1. K T V Grattan, Z Y Zhang, *Fibre Optic Fluorescent Thermometry*, Chapman & Hall, London, 1995
2. E Theocharous, Proceedings of the conf. on Opt. Fibre Sensors Proc. 1st Int.(OFS 83), Pub.IEE, London 1983
3. Z Y Zhang, K T V Grattan, *Rev. Sci. Instrum.* 67(7), 2590 (1996)
4. F B Hildebrand, *Introduction to Numerical Analysis*, Second Edition, McGraw-Hill Inc. New York, 1974
5. L J Dowell, G T Gillies, *Rev. Sci. Instrum.* 62(1): 242-243, 1990
6. T Sun, Z Y Zhang, K T V Grattan & A W Palmer, *Rev. Sci. Instrum.* 68(1), 1997

5. Materiały firmy NORTECH  
dot. światłowodowego pomiaru temperatury



SOLUTIONS SIMPLES À DES PROBLÈMES COMPLEXES

500, ST-JEAN-BAPTISTE, SUITE 240  
QUÉBEC  
PQ CANADA G2E 5R9  
FAX: (418) 872-2894

## FAX COVER SHEET

Co. : WARSZAWA

FROM : MICHEL PLOURDE

ATTN : HUBERT LESKIEWICZ

DATE : DECEMBER 19<sup>TH</sup>, 1996

FAX : 48 22 863 88 64

PAGE(S) 5

---

Message :

Dear Dr. Park,

Thank you for your inquiry about our NoEMI product line. Enclosed, I am faxing you some information about the entire NoEMI family.

Our compact version, Hand Held model, gives you the autonomy to move freely in order to spot-check temperature. Furthermore, data can be stored, and afterwards downloaded to a PC or printed, both via an RS-232 interface. The transducer and Quattro (4 channels) models are compatible with your control system since many output types are available : 4-20mA, 2-10 V, 1-5 V, etc.

The price of a Transducer unit is \$3150 US, FOB Canada.

I hope that the information provided will give you a better appreciation of our company. Feel free to contact me should you require any information.

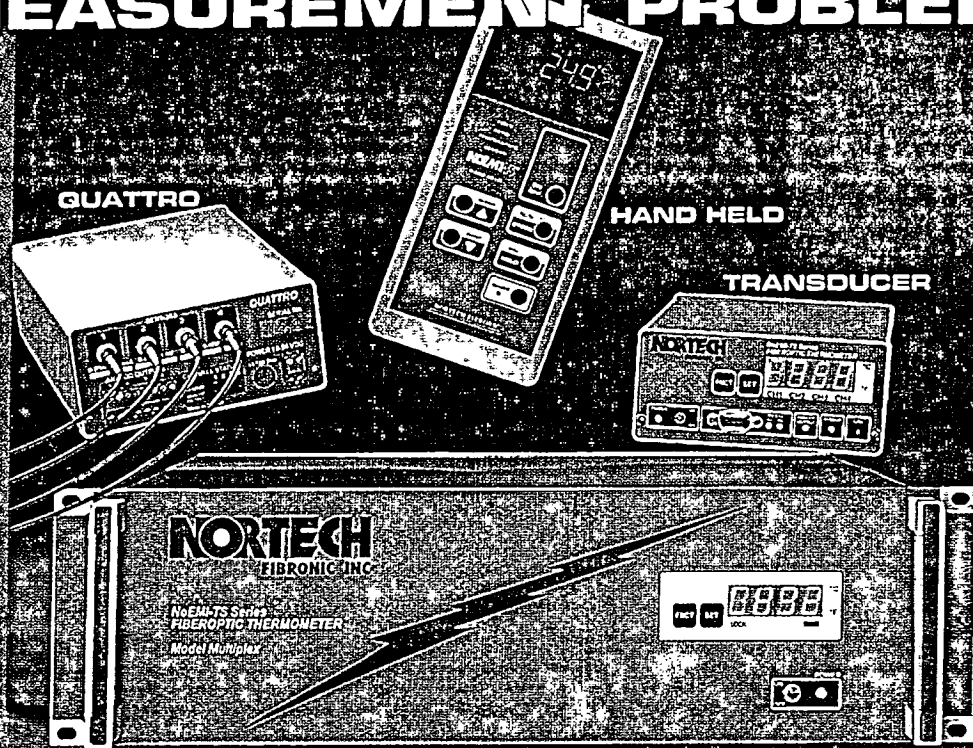
Yours truly,

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Michel Plourde".

Michel Plourde  
Product Manager  
Nortech Fibronic Inc.

OPTICAL EQUIPMENTS & SYSTEMS

# TOUGH TEMPERATURE MEASUREMENT PROBLEMS?



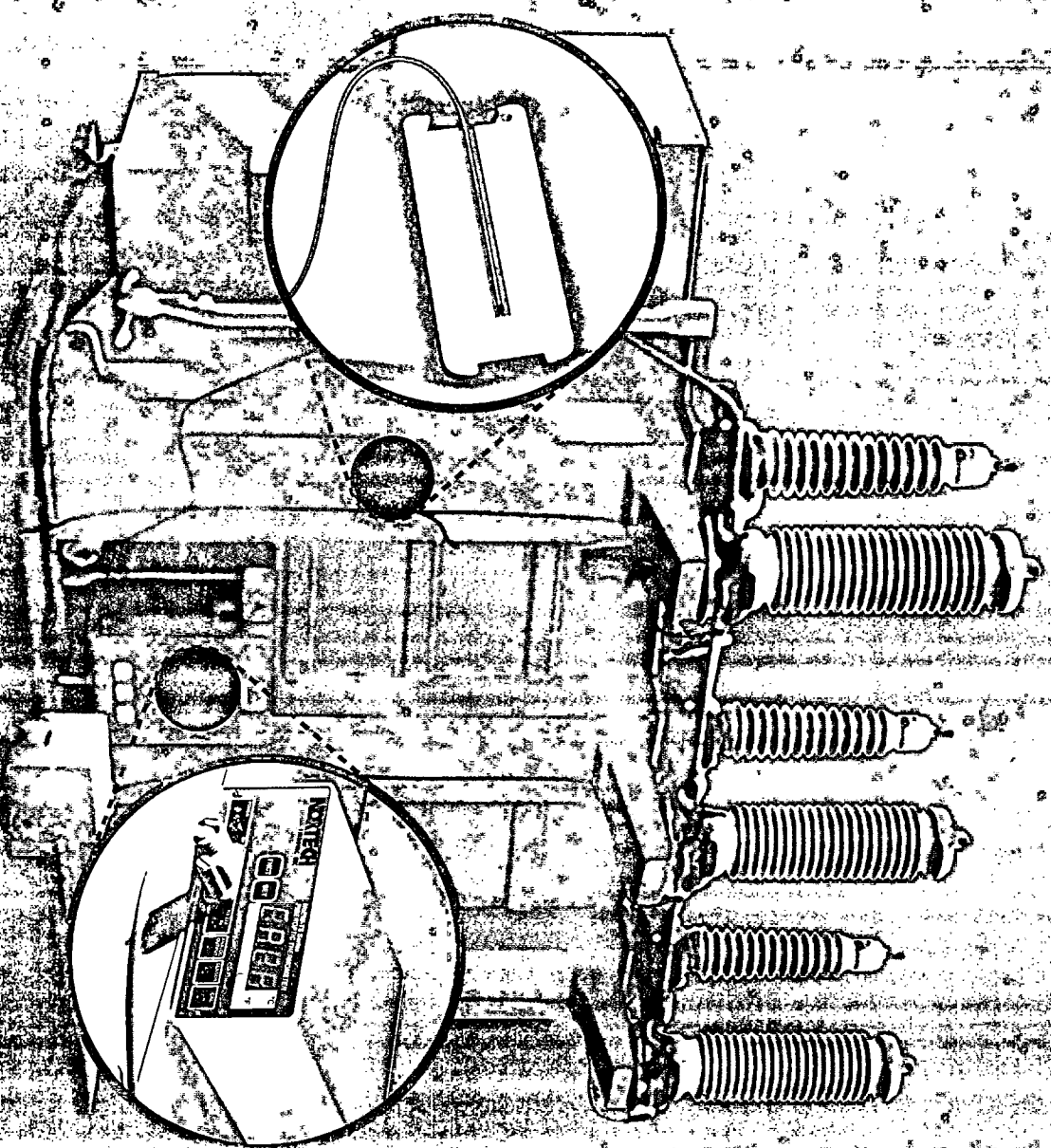
## FIBER OPTIC THERMOMETERS...

- Distances up to 1000 meters
- Range from -200°C to +250°C
- Up to 32 channels
- Ideal for Microwave, RF and High-Voltage Applications

**NORTECH**  
FIBRONIC INC

# NEW THERE IS A BETTER WAY TO MONITOR TEMPERATURE IN LARGE POWER TRANSFORMERS

## Fiber-Optic Temperature Sensors



### HIGH VOLTAGE APPLICATIONS:

- Hot spot temperature measurements
- Extend the life of your transformer
- Prevent premature failures
- Predict or adjust dynamic loading

Bus Bar temperature monitoring  
Bus Bar disconnecting switch

### COMPETITIVE ADVANTAGES:

- One initial factory calibration suits all future probes
- 1, 2, 4, 16 or 32 channels
- No radiation source maintenance
- Installing in windings
- Installation flexibility (less fiber breakage)
- Fiber-Optic probes 1 - 1000 meters
- Simple but complete user interface

# NORTECH

FIBRONIC, INC.

800 E. Campbell Road, Suite 199  
Richardson, Texas 75081 USA  
Tel.: 972.680.5215 or 1.888.507.5215  
Fax.: 972.699.7893 or 1.888.874.4994

500 St-Jean-Baptiste, #240  
Quebec (Quebec) Canada G2E 5R9  
Tel.: 418.872.4686 or 1.800.290.7244  
Fax.: 418.872.2894 or 1.888.874.4994

Internet: sales@nortech.qc.ca

**Detailed System Specifications**

Parameter	Model	Hand-Held	Transducer	Quatro	Multiple
Number of channels	1	1 or 2	4	16 or 32	
Resolution	±1 °C plus 0.003 °C per meter of fiber				
Accuracy	±1 °C plus 0.003 °C per meter of fiber				
Temperature range	-40 (option: -200) to +300 °C (probe dependent)				
Probe length	1 to 1000 meters				
Response time	0.7 sec / channel (probe dependent)				
Unit	°C or °F				
Data logging function	Built-in	Requires the Assistant software			
Computer interface	RS-232-C (standard)				
analog output*	Option	Standard	Standard	Not available	
Operating temperature	0 to 45 °C, non condensing				
Storage temperature	-30 to +60 °C				
Overall dimension	250L x 120W x 40D mm	230L x 140W x 65D mm	230L x 140W x 65D mm	135H x 485W x 490D mm	
Weight	1.0 kg	1.2 kg	1.3 kg	8 kg	
Power	Internal Ni-Cad batteries, with charger (115 or 230 VAC)	Wall-mount module, 115 or 230 VAC		115 or 230 VAC	

Inputs: 4-20 mA, 0-20 mA, 2-10V, 0-10V, 0-5V or 1-5V.

ortech Fibronic is proud to offer a complete line of fiber-optic thermometers for a wide range of industrial and research applications. These sturdy instruments have been used in a variety of fields during the past 2 years. Some of their unique features include:

- Insensitivity to variable loss in fiber-optic cable, so that the length of the probe can be changed without requiring special recalibration.
- One single calibration suffices - whatever the probe used. This allows probes to be interchanged without necessitating further calibration.
- Completely insensitive to EMI/RFI interference and ground loop problems.
- RS232 and analog output interfaces.
- Lowest prices in the industry.

**Probes\*\***

Description	Illustration	Construction	Length	Range
PT-01: Oil-immersed transformer probe		Teflon coated fiber Diameter: 0.9 mm	1 to 50 meters	-40 to +250 °C
C-ST: With cord, setting sleeve		Cable: PVC Sleeve: Polymer	1 to 1000 meters	-40 to +85 °C

Other configurations available; consult factory for more details.

**The Company Behind the Products**

Since its founding in 1991, Nortech Fibronic has been active in the design, manufacture, and application of high-performance fiber-optic instruments. To date, Nortech Fibronic's main activities have been in physical parameter (e.g. temperature) sensing, as well as in other fiber-optics applications, such as communications test equipment. Nortech Fibronic's goal is to offer to industry simple and reliable solutions to measurement problems by designing, manufacturing, and marketing - on a worldwide basis - innovative instrumentation that uses advantages of fiber-optics technologies.

**Your Representative**

SENSONET ENGINEERING Inc.  
6102 Bernice Court  
Gloversville Ont.  
M7C 2E5 Canada  
Tel. (613) 824-8809  
Fax (613) 824-0689  
E-mail: 60c501@omniimage.ca

Minimal temperature: -40°C  
Maximal temperature: 250°C  
Precision: ±1°C + 0.003°C/m of fiber (with instrument)  
Response time: 0.7 second  
Maximum pressure (vacuum): >80 psi (<100 µTorr)  
Chemical resistance: Transformer oil, Kerosene...  
Dielectric resistance: Tests ASTM D-3426 and ASTM D-149  
Mechanical resistance: Very flexible (loop radius >1 cm)  
Maximum diameter: Cable = 0.9 mm; Tip = 1.5 mm  
Length: 1 to 15 meter  
Other: Life expectancy > 25 years

**Probes specifications**

PT-01



# NoEMI-TS FIBER OPTIC TEMPERATURE SENSORS

## General Information

The fiber optic sensor technology offers to the industry extremely reliable physical measurements. Due to its great insensitivity to electromagnetic interference, fiber optic sensors are the devices most recommended for applications where any of the following elements are present:

- EMI and RFI interferences
- Microwaves
- Ground loop problems
- Need for a non-conducting sensor
- Handling of dangerous matter
- Need for equipment that will not trigger an explosion
- High electrical fields
- High magnetic fields
- High tension
- Very small element
- Weight constraints
- Need for equipment that does not generate EMI
- Need for sensors that do not conduct heat

## Scientific Basis

The technology used by our fiber optic temperature measurement systems allows the user to obtain measurements that are reliable, recurrent and precise in aggressive environments where other technologies are unable to function, or can only do so if modified, meaning a great cost of time, labour and loss of production (due to an ineffective control of the manufacturing process).

The operating principle is based on light absorption by a semi-conductor crystal placed at the end of an optical fiber able to withstand high temperatures (max = 300° C). The effects of temperature variations on the semi-conductor are well known and its reaction is predictable (see figure # 1).

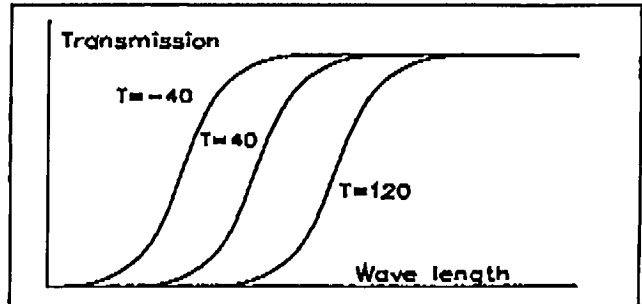


Figure #1

Figure #1 illustrates the change in light absorption. Absorption shifts from nearly 100% to about 0% at a given wavelength. The wavelength at which the jump occurs is a linear function of the crystal's temperature.

This physical phenomenon is the variation in the semi-conductor's energy band gap. As the crystal temperature increases, a greater number of low-energy photons are captured and absorbed by the band. The effect is to move the absorption shift to the longer wavelengths. Consequently, measuring the position of the absorption shift gives the measurement of the semi-conductor crystal's temperature.

## Manufacturing the Sensor

The mechanical assembly of the NoEMI sensor (fast mini-probe) is outlined in Figure #2. At the first operation, a dielectric mirror is deposited on a semi-conductor chip. Then, using a special tool, the chip is cut into squares of approximately 400 micro-meters.

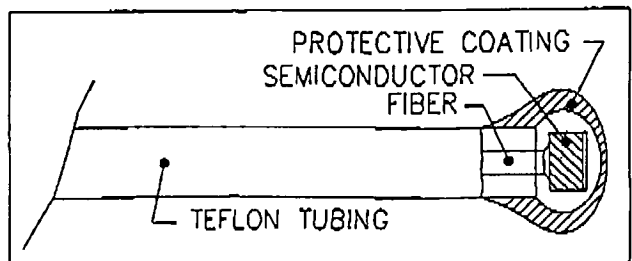


Figure #2

Afterward, the semi-conductor is placed on the end of an optical fiber that has been pre-polished. Finally, the entire assembly is dipped in a chemical coating that will protect the sensor from chemical and mechanical aggressions.

### Analysis System

A sketch of the analysis system of the NoEMI-TS is presented in Figure # 3.

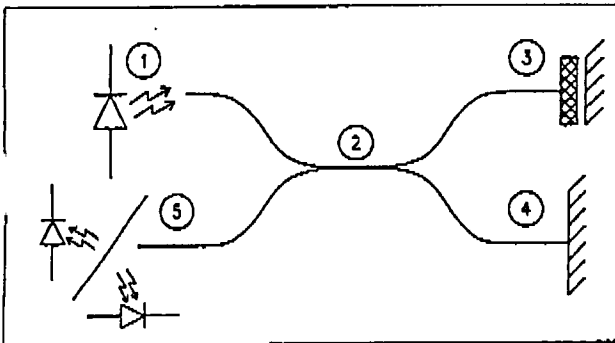


Figure #3

A light source (1) injects light into one of the branches of the fiber optic coupler 2x2 (2). The light is channeled to the sensor (3) (semi-conductor) by an optical fiber. This signal passes through the semi-conductor where a portion is absorbed. The other portion is retroreflected by the

dielectric mirror. The same signal passes through the optical coupler on the opposite direction and arrives at serial optical filters. The latter permits the instrument to determine the position of the absorption change by taking a number of power ratio measurements. This position is interpreted as the temperature at the end of the sensor.

Element # 4 is a reflector that measures the spectrum of the LED. To do so, a sensor must not be attached to the device.

This method of analysis enables the user to obtain reliable and recurrent temperature measurements without the errors that may result from a loss of power in the connectors or a curve of the optical fiber.

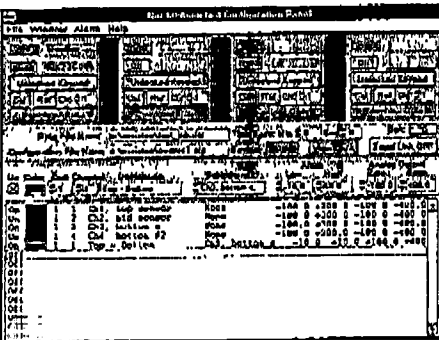
In short, the NoEMI-TS is a device that is the end result of a marriage between high performance and stunning simplicity.

# The NoEMI-TS™ Product Family — Fiber-Optics-Based Thermometers

## The NoEMI-Assistant Software

To enhance your NoEMI thermometer system, Nortech Fibronic is offering a versatile Windows™-compatible software package with the following features:

- Support for up to 4 thermometers, for a total of 32 channels (each thermometer requires a RS232 port)
- Each channel independently enabled or disabled
- Naming of channels for easier reference
- Full minimum and maximum alarm support, independently adjustable for each channel, with visual, audio, or PIO output
- Full data-logging software functions, with automatic logging to spreadsheet-compatible files (such as Microsoft™'s Excel or Lotus™'s 1-2-3)
- DDE direct link to Microsoft™'s Excel
- Display the differences between any 2 channels
- Display temperatures in bar-graph or strip-chart formats
- Compatible with Windows 3.1 or above (including Windows 95).



Nortech Fibronic is proud to offer a complete line of fiber-optic thermometers for a wide range of industrial and research applications. These sturdy instruments have been used in a variety of fields during the past 2 years. Some of their unique features include:

- Insensitivity to variable loss in fiber-optic cable, so that the length of the probe can be changed without requiring special recalibration.
- One single calibration suffices—whatever the probe used. This allows probes to be interchanged without necessitating further calibration.
- Completely insensitive to EMI/RFI interference and ground loop problems. Also, highly safe in explosive and chemically aggressive environments.
- RS232 and analog output interfaces.
- 1, 2, 4, 16 or 32 channels.
- Lowest prices in the industry.

## The Company Behind the Products

Since its founding in 1991, Nortech Fibronic has been active in the design, manufacture, and application of high-performance fiber-optic instruments. To date, Nortech Fibronic's main activities have been in physical parameter (e.g. temperature) sensing, as well as in other fiber-optics applications, such as communications test equipment.

## Applications

- Temperature monitoring in the presence of strong electric and/or magnetic fields
- Hot spot monitoring inside medium- to high-power transformers
- Microwave-oven food-packaging research
- Nuclear and high radiation applications (>10<sup>7</sup> rad)
- Microwave assisted chemistry
- High- and very-high-voltage applications
- RF heating
- Various applications in EMI- and RFI-polluted environments.

## Large Selection of Probes\*:

TP-01	Ultra-fast miniprobe, 1.5 mm diameter, ~ 0.25 s response time
TPP-01	Teflon coated miniprobe, 2.7 mm diameter
TP-02**	Utility handle probe, for general purpose applications
TP-04	Penetration probe
TP-05**	Dual-threaded probe
TP-06	Heavy-duty cable probe, for up to 150 °C (300 °F).

\* other configurations available; consult factory for more details  
 \*\* available in 316 stainless steel or alumina

## Some Important Specifications:

# of channels:	1, 2, 4, 16 or 32 see model description
Temperature range:	-200 ° to +300 °C (-325 ° to +575 °F)
Sampling rate:	0.7 sec / channel
Accuracy:	± 1 °C
Probe length:	2, 5 or 10 m standard up to 1000 m (3300 ft.)

## 4 Different Models are Available:

- Hand-Held:** A portable, battery-operated, single or dual channel unit. Display and keypad offer various functions, including a data-logging feature and an optional built-in analog output.
- Transducer:** Single channel, for laboratory and industrial applications. Analog output feature. Can be supplied without display and keypad.
- Quattro:** 4 channels, for more exacting laboratory and industrial applications. 4 independent channel analog outputs. Can be supplied without display and keypad.
- Multiplex:** 16 or 32 channels, designed for dedicated industrial applications. Display and keypad are standard.

## Your Representative



**Note:** Special systems and probes are available for large power transformers and other "OEM" applications; consult factory for more information.

Nortech Fibronic presents a totally new measurement concept: the NoEMI-TS™ Transducer. This is the first fiber optic temperature sensor for contact **MEASUREMENTS REALLY ADAPTED** to the industrial environment.

NoEMI-TS™ Transducer simulates a thermocouple by providing analog outputs. It is based on the sampling of a signal modulated by a semi-conductor. An original algorithm is used to analyze this signal.

NoEMI-TS™ Transducer is easy to interface to an existing system by the means of analog outputs and **RS-232 COMMUNICATION INTERFACE**.

**UNIQUE AND INNOVATIVE PRODUCT**

**ITS IMMUNITY TO ELECTROMAGNETIC INTERFERENCE** and harsh environments makes it very advantageous compared to traditional sensors. In fact, traditional sensors are very sensitive to EMI and/or RFI interferences, which often caused bad readings or voltage/current spikes that can damage the equipment to which the sensors are connected. However, fiber optics, being made of **NON-CONDUCTIVE MATERIAL**, are inherently immune to these problems.

NoEMI-TS™ Transducer is a new approach that allows greater flexibility, reliability and more powerful features which live up to the industrial environment requirements. For example, the fiber optic **SENSORS ARE INTERCHANGEABLE AND DO NOT REQUIRE ANY CALIBRATION** as each sensor is used.

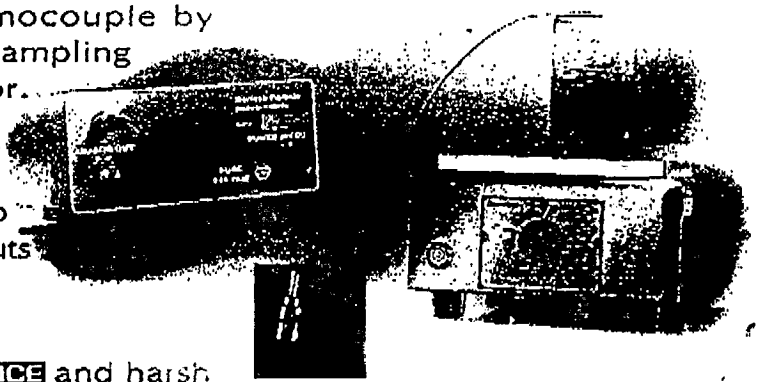
The NoEMI-TS™ Transducer is well adapted to the industrial environment by its ruggedness, accuracy and its high degree of sensitivity. This instrument is **TRULY BACKWARD COMPATIBLE** with existing industrial control systems. Available outputs are 4-20 mA, 0-20 mA, 2-10 volts, 0-10 volts, 0-5 volts and 1-5 volts so that Transducer can be easily installed and used. No special training is required.

**SPECIFICATIONS**

- Sensor: Dielectric tipped optical fiber
- Temperature range: -80°C to 250°C (-112°F to 482°F)
- Resolution: 0,1°C (0,2°F)
- Accuracy: ±1,0 °C (2,0°F)
- Response time: 0,25 sec. typical (see probe configurations)
- Sensor length: 2 m (6.5 ft)
- Operating temperature: 0°C to 50°C (32°F to 122°F)
- Storage temperature: -20°C to 60°C (-4°F to 140°F)
- Analog outputs: 4-20 mA 0-5 Volts  
0-20 mA 1-5 Volts  
2-10 Volts  
0-10 Volts
- Thermocouple outputs available upon request

**APPLICATIONS**

- INDUCTION FURNACES • MICROWAVE & RF APPLICATIONS
- HIGH VOLTAGE • TRANSFORMERS / GENERATORS
- ISOLATOR • TROLLEY WIRE • FEEDER • ELECTRIC MOTORS
- RUBBER • DRYING & HEATING OF FOOD • WOOD • TEXTILE
- CHEMICAL AND PETRO-CHEMICAL • ELECTRONIC CIRCUIT PARTS
- INDUSTRIAL PROCESS MONITORING AND CONTROL • ETC.



**FEATURES:**

- No recalibration required when changing the fiber optic temperature probes
- Sensor length extensible up to 1 km (0.62 mile) with a fiber optic patchcord
- LED indicators helps to quickly visualize proper operation of power sensor, analog output and RS-232
- Clips for mounting on DIN RAILS
- Optional 48 cm (19") Rack mount Bezel (supports 3 units)
- Terminal blocks for power and analog output
- Low cost



500 St-Jean-Baptiste #240  
 Québec (Qc) G2E 5R9 CANADA  
 Tél: (418) 872-4686 Fax: (418) 872-2894

Specifications to change

60

# The NoEMI-TS™ Product Family — Fiber-Optics-Based Thermometers

## Detailed System Specifications

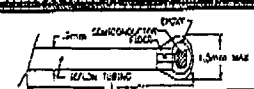
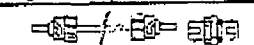
Parameter	Model	Hand-Held	Transducer	Quattro	Multiplex
Number of channels		1	1 or 2	4	16 or 32
Resolution		0.1 °C or 0.1 °F			
Accuracy		±1 °C plus 0.003 °C per meter of fiber			
Temperature range		-40 (option: -200) to +300 °C (probe dependent)			
Probe length		1 to 1000 meters			1 to 500 meters
Response time		0.7 sec / channel (probe dependent)			
Unit		°C or °F			
Data logging function		Built-in	Requires the Assistant software		
Computer interface		RS-232-C (standard)			
Analog output*		Option	Standard	Standard	Not available
Operating temperature		0 to 45 °C, non condensing			
Storage temperature		-30 to +60 °C			
Overall dimension		250L x 120W x 40D mm	230L x 140W x 65D mm	230L x 140W x 65D mm	135H x 485W x 490D mm
Weight		1.0 kg	1.2 kg	1.3 kg	8 kg
Power		Internal Ni: Cad batteries, with charger (115 or 230 VAC)	Wall-mount module, 115 or 230 VAC		115 or 230 VAC

\*Analog outputs: 4-20 mA, 0-20 mA, 2-10V, 0-10V, 0-5V or 1-5V.

Nortech Fibronic is proud to offer a complete line of fiber-optic thermometers for a wide range of industrial and research applications. These sturdy instruments have been used in a variety of fields during the past 2 years. Some of their unique features include :

- Insensitivity to variable loss in fiber-optic cable, so that the length of the probe can be changed without requiring special recalibration.
- One single calibration suffices - whatever the probe used. This allows probes to be interchanged without necessitating further calibration.
- Completely insensitive to EMI/RFI interference and ground loop problems.
- RS232 and analog output interfaces.
- Lowest prices in the industry.

### Probes\*\*

Description	Illustration	Construction	Length	Range
TPT™ Oil-immersed transformer probe		Teflon coated fiber Diameter: 0.9 mm	1 to 50 meters	-40 to +250 °C
PC-ST: Patch cord, with ST meeting sleeve		Cable: PVC Sleeve: Polymer	1 to 1000 meters	-40 to +85 °C

\*\* Other configurations available ; consult factory for more details.

### Probes specifications TPT-01

Minimal temperature : -40°C  
 Maximal temperature : 250°C  
 Precision : ±1°C + 0.003°C/m of fiber (with instrument)  
 Response time : 0,7 second  
 Maximum pressure (vacuum) : >80 psi (<100 µTorr)  
 Chemical resistance : Transformer oil, Kerosene...  
 Dielectric resistance : Tests ASTM D-3426 and ASTM D-149  
 Mechanical resistance : Very flexible (loop radius >1 cm)  
 Maximum diameter : Cable = 0,9 mm ; Tip = About 1,2 mm  
 Length : 1 to 15 meter  
 Other : Life expectancy > 25 years

### The Company Behind the Products

Since its founding in 1991, Nortech Fibronic has been active in the design, manufacture, and application of high-performance fiber-optic instruments. To date, Nortech Fibronic's main activities have been in physical parameter (e.g. temperature) sensing, as well as in other fiber-optics applications, such as communications test equipment. Nortech Fibronic's goal is to offer to industry simple and reliable solutions to measurement problems by designing, manufacturing, and marketing - on a worldwide basis - innovative instrumentation that uses the advantages of fiber-optics technologies.

### Your Representative

Sensonet Engineering Inc.  
 6402 Bernice Ct.  
 Gloucester, Ont. K1C 7E5  
 Ottawa  
 tel. (613) 82 9809  
 (613) 82 689

Detailed System Specifications

Parameter Model	Hand-Held	Transducer	Quattro	Multiplex
Number of channels	1	1	2 or 4	16 or 32
Resolution	0.1 °C or 0.1 °F			
Accuracy	±1 °C plus 0.003 °C per meter of fiber			
Temperature range	-40 (option: -200) to +300 °C (probe dependent)			
Probe length	1 to 1000 meters			1 to 500 meters
Response time	0.7 sec / channel (probe dependent)			
Unit	°C or °F			
Local display	Standard			
Data logging function	Built-in	Requires the Assistant software		
Computer interface	RS-232-C (standard)			
Analog output*	Option	Standard	Standard	Not available
Operating temperature	0 to 45 °C, non condensing			
Storage temperature	-30 to +60 °C			
Overall dimension	250L x 120W x 40D mm	230L x 140W x 65D mm	230L x 140W x 65D mm	135H x 485W x 490D mm
Weight	1.0 kg	1.2 kg	1.3 kg	8 kg
Power	Internal Ni: Cad batteries, with charger (115 or 230 VAC)	Wall-mount module, 115 or 230 VAC		115 or 230 VAC

Probes

Description	Illustration	Construction	Length	Range
TP-01: Ultra-fast mini-probe General purpose		Epoxy tip Teflon coated fiber	2, 5 or 10 meters	-80 to +250 °C
TPP-01: Chemically resistant miniprobe		Teflon coated miniprobe Teflon coating: 15 cm Diameter: 2.7 mm	2, 5 or 10 meters	-200 to +300 °C
TPT-01: Oil-Immersed transformer probe		Teflon coated fiber Diameter: 0.9 mm Tip : 1.3 mm	1 to 15 meters	-40 to +250 °C
TP-02: Utility handle probe		Stainless steel or Alumina	28, 43 or 58 cm	-40 to +250 °C
TP-04: Penetration probe		Stainless steel	28, 43 or 58 cm	-40 to +250 °C
TP-05: Through hole probe		Stainless steel or Alumina	28, 43 or 58 cm	-40 to +250 °C
TP-06: Heavy-Duty cable probe		Stainless steel tip Tefzel coated fiber	1 to 50 meters	-40 to +150 °C
PC-ST: Patch cord, with ST meeting sleeve		Cable: PVC Sleeve: Polymer	1 to 1000 meters	-40 to +85 °C

\* Analog outputs: 4-20 mA, 0-20 mA, 2-10V, 0-10V, 0-5V or 1-5V.

Probe uniformity : ±1°C

Note Special systems and probes are available for large power transformers and other "OEM" applications; consult factory for more information.



**Canadian Office:**  
500 St-Jean-Baptiste Ave., Suite 240  
Québec (Québec), G2E 5R9  
Tel: 418-872-4686  
or 1-800-290-7244  
Fax: 418-872-2894

**US Office:**  
800 E. Campbell, Suite 199  
Richardson, TX 75081  
Tel: 972-680-5215  
or 1-888-507-5215  
Fax: 972-699-7893

6. Pomiar ciśnienia z wykorzystaniem  
światłowodów -

artykuł pod redakcją W. Bock i  
W. Urbańczyk , Uniwersytet Quebec,  
Kanada

# PERFORMANCE AND APPLICATION OF FIBER-OPTIC PRESSURE CELL FOR DIRECT STRESS MEASUREMENTS

Wojtek J. Bock, Waclaw Urbanczyk,<sup>1</sup> Marc R.H. Voet<sup>2</sup>

Laboratoire d'optoélectronique, Département d'informatique, Université du Québec à Hull,  
P.O.Box 1250, St."B", Hull, Québec, J8X 3X7 Canada

<sup>1</sup>Institute of Physics, Technical University of Wrocław  
50-370 Wrocław, Poland

<sup>2</sup>Glötzl Gesellschaft für Baumesstechnik GmbH, D-7512 Rheinstetten 4-Fo, Germany

## Abstract

In this paper we propose and discuss a novel, safe and reliable fiber-optic method to measure stress and load in concrete, rock or soil materials under harsh environmental conditions. The method is based on the concept of a flat-jack pressure cell embedded in the stressed material, and equipped with a direct read-out of its internal pressure (depending on the stress in the surrounding material) using a polarimetric fiber-optic sensor. This fiber-optic pressure cell (FOPC) is then connected to the remote opto-electronic demodulation and measurement unit via long optical cables. The proposed device is highly accurate {1% of full scale (FS) at up to 30 MPa in a wide range of temperatures}, electrically passive, safe in explosive environments, immune to EMI and compatible with fiber-optic data transmission networks. The paper provides a detailed discussion of the technology, construction and instrumentation of the FOPC, together with several possible applications for load evaluation in large engineering structures. Performance of the device is carefully evaluated in comparison to other fiber-optic and conventional sensing techniques in terms of its metrological properties and reliability.

## I. Introduction

The need for fiber-optic sensor (FOS) technology in the broad area of civil engineering (CE) is now well documented and has been recently confirmed by the American Society of Civil Engineers by publication of the book "Applications of Fiber Optic Sensors in Engineering Mechanics" [we contributed an invited paper to this book (Bock *et al.* 1995)]. In Canada CE structures include thousands of highway and railway bridges, dams, tunnels, large buildings and underground mines. They must resist environmental and in-service loads due to winds, earthquakes, traffic, thermal effects, construction or environmental damage. For safety and maintenance purposes their response must be carefully monitored. This information is needed to assess their overall "health" and to increase engineering knowledge for future projects. Pressure and strain gauges, stress cells, extensometers, accelerometers and tiltmeters are among the variety of electrical and non-electrical transducers which can be directly embedded in concrete, earth, rock, borehole or tunnel lining to sense and monitor structural loads and responses. None are well suited to more demanding CE environments. Non-electrical hydraulic devices are costly in terms of labour-intensive inspection, maintenance and repairs; they are difficult to multiplex and impossible to use for dynamic measurements. Electrical measuring devices are out of the question in open-air structures (risk of lightning), and in mining environments (risk of explosion). For these applications FOS technology offers potential for significant metrological improvement: electrical passivity, high bandwidth, safety in corrosive or explosive environments, immunity to EMI, high sensitivity, miniature dimensions, possibility of remote operation and direct compatibility with increasingly present fiber-optic data transmission and communication networks.



## II. Overview of fiber-optic sensor technology

An optical fiber sensor may be considered as a device in which an optical signal is modulated in response to an external measurand field. The input light signal can be provided by a coherent or wide-band source and the modulated output will depend on the propagation matrix of the sensor. This matrix depends in turn on the spectral properties of the source and on the physical environment and includes terms representing temperature, strain, stress, pressure and electromagnetic field. Following the modulation principle employed, the configurations of FOS are intensity-based, polarimetric or interferometric (Udd 1991). Interferometry is the most sensitive of these techniques, but usually requires complex and expensive instrumentation. The fiber-optic sensors are configured most often in the form of intrinsic devices where an optical fiber acts as a sensing element and simultaneously as a guiding medium for input/output light signals. As the technology gradually matures, implementation issues such as the packaging, interconnecting, reliability, multiplexing and especially cost-effectiveness are becoming the primary focus of attention.

Hydrostatic pressure is one of the most important and informative parameters in engineering mechanics. Most of the early research on fiber-optic pressure sensors focused on dynamic applications, especially for the detection of underwater acoustic signals (Udd 1991); these devices were generally configured as interferometric sensors and required sophisticated and expensive instrumentation. To determine the real stress in structural components or to measure slow changes of pressure in typical process-control applications, the sensor has to measure static or slowly varying pressure. Most such sensors reported in the literature were designed for relatively low pressures and primarily as modifications of displacement and stress-intensity transducers using multimode technology (Udd 1991). These devices have relatively low sensitivity and use mechanically moving parts. Perhaps the most mature fiber-optic low pressure sensor of this kind was one recently developed and tested (Voet and Barel 1990), a modification of a microbending sensor. For higher pressures, however, the polarimetric fiber-optic sensor presented later in this paper appears without competition.

## III. Fundamentals

An isotropic cylindrical optical fiber made of silica consists of a core and a cladding with corresponding radii  $a$  and  $b$ , and refractive indices  $n_1$  and  $n_2$ . If light of wavelength  $\lambda$  is launched into the core it will be guided along the fiber due to the total internal reflection which takes place when  $n_1 > n_2$ . Depending on how the input light is introduced it can propagate following different paths. Since the core and the cladding form a dielectric waveguide, the electromagnetic wave will propagate in definite states known as modes. Each mode is characterized by its own propagation constant  $\beta$ , polarization X or Y, and intensity distribution (known as the mode pattern). An important dimensionless quantity characterizing the waveguide properties of the fiber is the V-parameter (or normalised frequency), defined as:

$$V = (2\pi/\lambda)a (n_1^2 - n_2^2)^{1/2} \quad (1)$$

Depending on the value of the V-parameter, one or more modes can be excited. For an isotropic cylindrical core/cladding fiber, the following mode propagation conditions hold. For  $V \leq V_c = 2.405$  only the fundamental  $LP_{01}$  mode propagates. The mode is twofold degenerate and can be X- or Y-polarized denoted respectively by  $LP_{01}^x$  and  $LP_{01}^y$ ; both modes have the same propagation constant  $\beta_{01}$ . For  $V_c = 2.405 < V < 4$ , a second spatial mode  $LP_{11}$  can propagate as well. The second mode is, however, fourfold degenerate and can exist in two spatial orientations, *even* and *odd*, each being X- or Y-polarized. We thus have  $LP_{11}^{e,x}$ ,  $LP_{11}^{e,y}$ ,  $LP_{11}^{o,x}$  and  $LP_{11}^{o,y}$  polarization modes with the same propagation constant  $\beta_{11}$ .

For a fiber with given core/cladding refractive indices and a given core radius, the V-parameter and thus the number of modes can be changed only by launching light of a different color, i.e. at a different wavelength  $\lambda$ . The smaller the wavelength, the greater the V-parameter, and the more modes can propagate. All three characteristics of a mode - its propagation constant  $\beta$ , polarization and mode distribution - depend on the V-parameter. Another parameter of an optical fiber  $\lambda_c$ , called the cut-off wavelength, determines the shortest wavelength at which the fiber will still operate in a single-mode regime. If anisotropy is introduced into the fiber during its manufacturing process, however, then the refractive indices along the X and Y axes become different, and hence the V-parameters along the X and Y-axes are also different which automatically leads to different propagation constants  $\beta_x$  and  $\beta_y$ . The fiber is then birefringent or highly birefringent (HB). Anisotropy can be achieved by making the core elliptical (e-core fiber), or by laterally compressing the core with the help of stress applying areas (bow-tie, panda-type fiber) or elliptical cladding (e-cladding fiber).

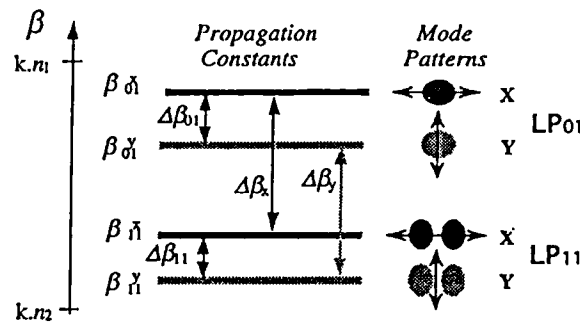


Fig. 1. Propagation constants and mode patterns in HB bimodal fibers.

When very high birefringence is introduced, the even and the odd  $LP_{11}$  modes will have different cut-off wavelengths. This means that over a specific wavelength region, only four polarization modes can propagate along the waveguide:  $LP_{01}^x$ ,  $LP_{01}^y$ , and the even  $LP_{11}^x$  and  $LP_{11}^y$  modes whose propagation constants we denote by  $\beta_{01}^x$ ,  $\beta_{01}^y$ ,  $\beta_{11}^x$  and  $\beta_{11}^y$ .

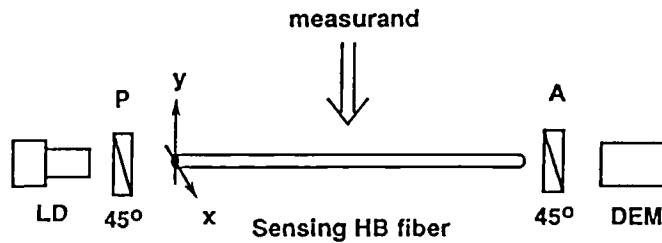
A schematic diagram of the propagation constants and the corresponding mode patterns is presented in Fig.1. For the sake of simplicity, we will limit this discussion to single-mode effects. Single-mode operation occurs when only one spatial mode  $LP_{01}$  or  $LP_{11}$  is excited at fiber's input. However, the most common solution is to use a single-mode optical fiber in which only the fundamental  $LP_{01}$  mode will propagate with no intermodal interference being observed.

#### IV. Polarimetric pressure sensor

A basic polarimetric sensor is shown in Fig.2. The optimal conditions involve launching from a laser diode LD into a HB fiber a linearly polarized light oriented at a  $45^\circ$  angle (using a polarizer P) with respect to the fiber's birefringence axes and placing a similarly oriented analyser A at the output. The detected optical intensity measured by a demodulation unit DEM will then be given, assuming that the light source is quasi-monochromatic, by the following equation:

$$I = I_0 [1 - |\gamma| \cos \Phi_0] \quad (2)$$

where  $\Phi_0 = \Delta\beta_{01}L$  is the phase and  $|y|$  is a correlation function between the polarization modes ( $|y|=1$  for a monochromatic source  $\delta\lambda=0$ ). When external perturbations are generated in the surrounding environment they cause changes in the phase  $\Phi_0 = \Delta\beta_{01}L$  of the fundamental  $LP_{01}$  mode (or correspondingly  $\Phi_1 = \Delta\beta_{11}L$  for the  $LP_{11}$ ). These will lead to a cosine variation of the observed intensity  $I$  measured after the analyzer, a variation that is in fact a polarization interference. The set-up is then a polarimetric sensor and the interfering waves in this case are the  $LP_{01}^x$  and the  $LP_{01}^y$  polarization modes.

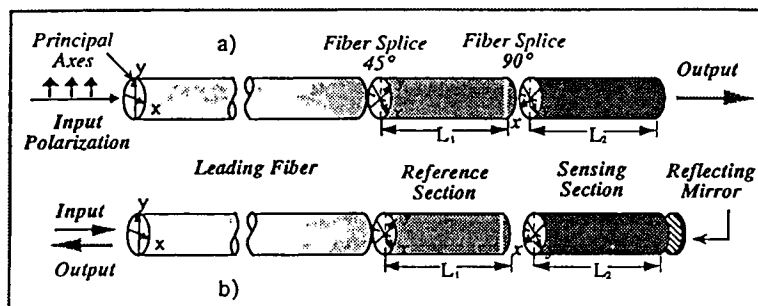


**Fig. 2.**  
Basic configuration of a polarimetric sensor

For pressure measurement and considering temperature to be a disturbing parameter, temperature- and pressure-induced phase shifts  $\Delta\phi_S(p,t)$  will then be transformed into intensity changes  $I_S(p,t) - I_0$  following the equation:

$$I_S(p,t) = I_0 \{ 1 - \cos[\Delta\phi_S(p,t)] \} \quad (3)$$

Fig.3 shows our topology of a polarimetric pressure sensor (PPS) in both reflection and transmission configurations, employing a principle of temperature self-compensation [6]. The sensing ( $L_2$ ) and compensating ( $L_1$ ) parts of the sensor are almost equal, with a practical difference between them of about 30-50  $\mu\text{m}$ . The advantage of the reflection configuration is that only one fiber leadthrough is required to connect the sensor to the laser source and to the detection electronics. The advantage of the transmission version lies in the much higher level of optical signal, allowing for longer transmission distances and/or multiplexing of several sensing devices.



**Fig. 3.**  
Temperature-compensated polarimetric pressure sensor in transmission (a) and reflection (b) configuration

67

rotated by 90°, while the input and output fibers are rotated at 45° relative to the sensing and compensating parts, respectively. Ideally, if equal sensing and compensating elements remain at the same temperature, their temperature-induced phase retardations will cancel out, and if they are placed under different pressures, the pressure-modulated output signal will be immune to temperature changes. In reality, however, if such an arrangement is to satisfy the requirements for an accurate pressure-measuring instrument, several important first- and second-order coefficients have to be considered to account for simultaneous pressure and temperature effects on fiber birefringence. In a polarimetric cross-spliced sensor, the resulting unwanted sensitivity to temperature will still be present and can be described by differentiation of the phase retardation with respect to temperature (Bock *et al.* 1994):

$$\rho_t = \frac{\partial \Delta \phi_s}{\partial t} = \Delta L K_t + L K_{tp} \Delta p \quad (4)$$

$$K_t = \frac{1}{L} \frac{\partial \phi}{\partial t}, \quad K_{tp} = \frac{1}{L} \frac{\partial^2 \phi}{\partial t \partial p}$$

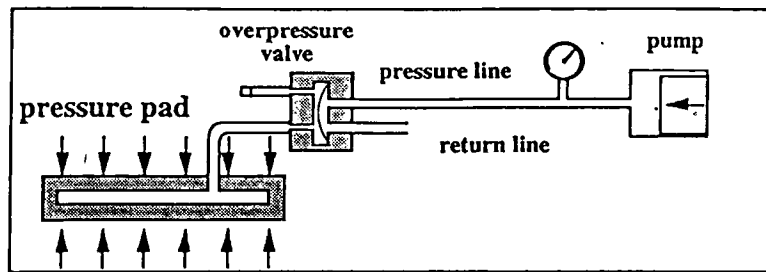
where  $\Delta L = L_1 - L_2$ ,  $K_t$  denotes first-order phase sensitivity to temperature and  $K_{tp}$  is temperature-pressure cross-sensitivity coefficient.

This simple but informative equation provides an important insight into designing the sensor with minimum temperature error. The first term in it can be minimized by choosing a small  $\Delta L$  (it is worth noting that  $\Delta L$  cannot be 0 to avoid very low sensitivity to pressure at the beginning of the sensor characteristic). The second term depends on fiber properties but will always be nonzero, and can only be minimized by carefully adjusting the fiber's technological and construction parameters.

## V. Fiber optic stress cell

Direct embedding of FOS in concrete using a variety of metallic, epoxy or plastic coatings has been heavily researched in the last 6-7 years. So far this approach has not been successful (Mendez *et al.* 1994). The concept of "smart" structures and skins with fiber-optic sensors embedded in composite structural materials was initially tempting in aircraft technology; despite immense effort, however, just one in-flight test has been reported (Fürstenau *et al.* 1993) and practical applications have never materialized. The extension of this concept to structural monitoring would be even more difficult: a) embedding fiber into composite material is still an unsolved issue: a 65% reduction of the composite compression strength due to the presence of embedded fibers have been reported; b) still unsolved are issues of distinguishing a desired measurand from others that equally influence the sensor output and interconnecting the embedded fibers with external networks; c) composite materials cost much more than concrete; d) several sensing systems proposed to date are unstable, costly and unlikely to be applicable.

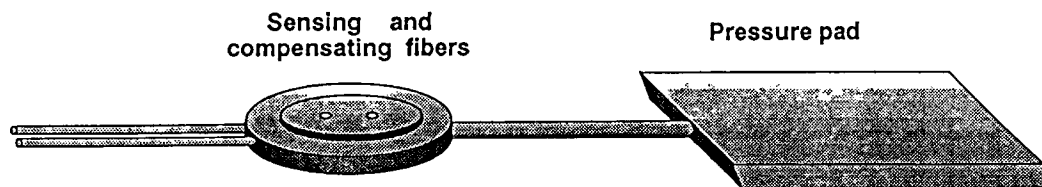
In this paper we propose a safe and reliable method for embedding and interfacing the FOS (of pressure, load or stress) in concrete, rock or soil materials under harsh environmental conditions. This simple and practical method does not impair the mechanical properties of evaluated structures and effectively combines modern fiber-optics with elements of traditional hydraulic measurement technology. The standard technique of stress analysis in large-scale structures with pressure cells involves various configurations of hydraulic measuring systems based on the compensation method, in which stress in the material surrounding the pressure cell is compensated by automatically adjusted pneumatic or hydraulic pressure within the device. This simple principle is illustrated in Fig.4 using the example of a Glötzl standard pressure cell.



**Fig. 4.**

Standard Glötzl hydraulic pressure cell for direct stress measurement up to 40 MPa

A thin flat cell filled with a hydrostatic pressure medium (oil or mercury) and equipped with a sensitive diaphragm valve is cast into the concrete or placed in some other solid medium depending on the particular application. If a stress is acting in the direction perpendicular to the plane of the cell, the pressure of the finite volume of hydraulic fluid enclosed inside the cell will increase. This pressure can be calibrated using an external pressure pump, also shown in Fig.4. When both pressures are equal, the diaphragm valve allows hydraulic fluid to flow into the return pipe; the rate of this flow can then be associated with the cell pressure and thus with the stress exerted on the cell. This type of system requires installation of great lengths of pressure tubing and creates serious maintenance problems when the number of sensors increases. To avoid such problems and to capitalize on the potential advantages of fiber-optic technology, we replaced the hydraulic measurement system by a direct read-out of the interior pressure in the cell using the polarimetric fiber-optic sensor described above.



**Fig. 5.**

Complete assembly of a fiber-optic pressure cell for direct stress measurement up to 25 MPa

The assembly of the fiber-optic pressure cell (FOPC) is composed of a pressure pad connected to a fiber optic pressure sensor, as shown in Fig.5. The pressure cell itself remains basically unchanged and is optimized for stress measurements. Such optimization involves adapting the plate surface/thickness factor to minimize both the measurement error and the influence of the different modulus of elasticity between the cell and the surrounding material. The dimensions of

the flat-jack cell are 70mm x 140mm x 6mm. The cell is then attached to a housing containing a polarimetric pressure sensor in a temperature-compensated configuration and equipped with two specially designed pressure leadthroughs to input and output the leading fibers. The optical leading cables are protected by resistant plastic tubes to withstand the effects of grouting process during bore hole installation.

## VI. Instrumentation system of the FOPC

Fig.6 shows the complete instrumentation system required for the FOPC designed to measure load or stress. The fiber-optic pressure sensor was designed to support a pressure range up to 25 MPa. The transducer was developed using Corning HB fiber with a cut-off wavelength of 700 nm. The device is based on the transmission configuration of the PPS shown in Fig.3 and uses the same Corning HB elliptical core fiber for connectorized input (IF) and output (OF) fibers. The transducer is designed so that only the sensing fiber undergoes pressure changes, while the compensating one is totally isolated from such effects. At the same time, both parts of the sensor are placed very close to each other to avoid any temperature gradients. In the tested prototypes, all leading fibers were 50 meters long and were attached to the connectorized (IC) pigtailed laser diode LD (Seastar model PT-560-830-HX) from one side and to the input connector (OC) of the optical detection module (ODM). As a result, the sensors are interchangeable with the universal panel containing driving and detection electronics. Power budget calculations show, in addition, that the system can support leading fibers as long as 1 km.

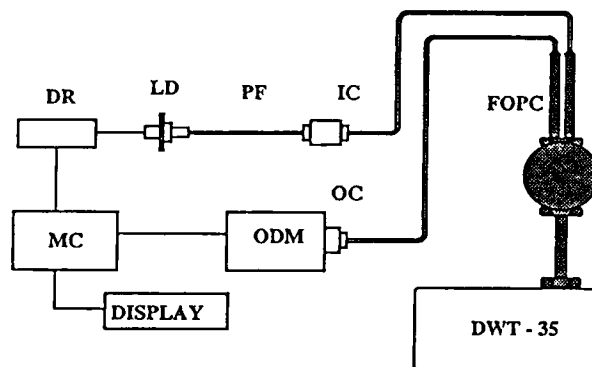


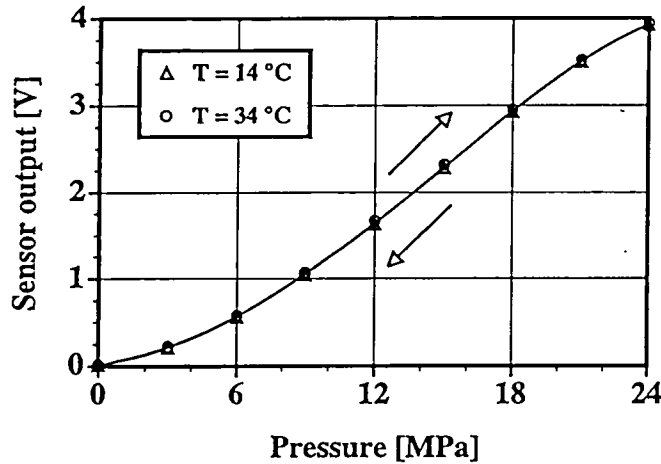
Fig. 6.

Instrumentation system for FOPC. For calibration purposes the pressure pad is disconnected and the device is attached to a Harwood DWT-35 pressure standard

The system shown in Fig.6 is all-fiber and employs a distributed fiber polarizer (PF) with no need at all for optical bulk components except for the output analyzer inside the ODM. Analog/digital conversion of the pressure-induced phase shift into voltage-pressure characteristics is accomplished using a microcontroller (MC) which also controls the laser driver (DR). Electronic signal processing for reconstruction of measured pressures using an optimized spline-based algorithm is implemented in the microcontroller, and these pressure values are displayed in MPa. During laboratory tests the FOPC was connected to the Harwood Primary Pressure Standard DWT-35, generating and calibrating pressure with an attainable accuracy of 0.01% traceable to NIST. The calibration table of the transducer is then saved in EPROM and used for pressure calculation during the actual measurement.

## VII. Sensor calibration data

Calibration of FOPC transducers was performed in the pressure range up to 24 MPa. Each transducer underwent metrological evaluation including at least 20 pressure cycles up to its maximum range, repeatability evaluation, stability tests at zero pressure, temperature error analysis, tests of the sensor response to a rapid change of temperature, and evaluation of the sensitivity of the leading fibers to environmental perturbations. Shown in Fig.7 are two calibration curves obtained for pressures up to 24 MPa and at two temperatures, 14°C and 34°C.

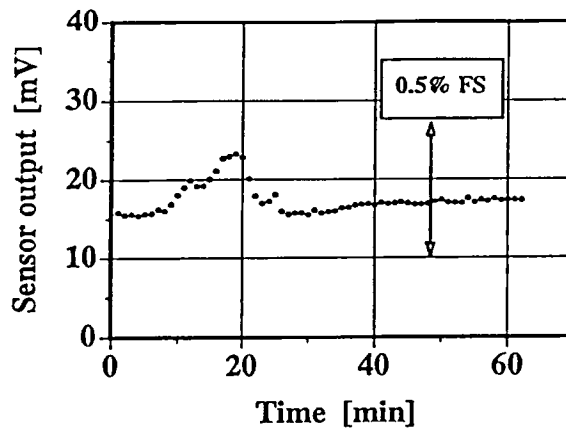


**Fig. 7.**  
Output signal of the FOPC as a function pressure up to 24 MPa

To evaluate the effect of pressure hysteresis, if any, these data were taken for both increasing and decreasing pressures. Numerous pressure cycles were also run at other temperatures, but the results are not shown in order to not obscure the figure. As the two curves in Fig.7 are practically indistinguishable, in Tab.1 we present numerical data which allow better evaluation of the performance of this sensor.

p[MPa]	0.00	3.00	6.00	9.00	12.00	15.00	18.00	21.00	24.00	
T = 14 C	↗	0.018	0.214	0.564	1.048	1.638	2.285	2.930	3.504	3.925
	↘	0.018	0.219	0.576	1.056	1.645	2.297	2.938	3.510	
p[MPa]	0.00	3.00	6.00	9.00	12.00	15.00	18.00	21.00	24.00	
T = 34 C	↗	0.015	0.219	0.575	1.065	1.667	2.320	2.954	3.520	3.943
	↘	0.017	0.222	0.580	1.071	1.672	2.322	2.957	3.521	

**Tab. 1.**  
Calibration data at two different temperatures, for increasing and decreasing pressures



**Fig. 8.**  
Dynamic response to a rapid change of temperature from 34°C to 14°C

Fig.8 illustrates the temperature properties of the investigated transducer and shows its dynamic response in time to the rapid change of ambient temperature from 34°C to 14°C, registered at atmospheric pressure. Additionally, Fig.8 provides results of a short-term stability test after attaining a temperature stabilization around the sensor after about 30 minutes, and illustrates the noise level that could generally be expected from a practical temperature-compensated polarimetric fiber-optic sensor.

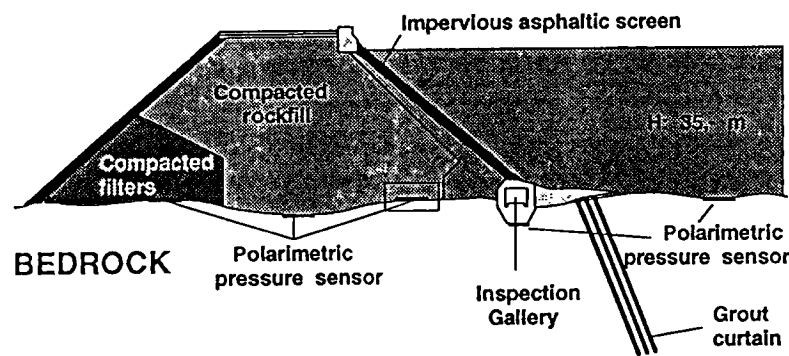
### VIII. Conclusions

The results presented here of metrological evaluations of the FOPC provide strong experimental evidence that this is a highly accurate and reliable device. As shown in Table 1, the full pressure range of 24 MPa corresponds to an increase in the measurement signal of about 3.9V, which means that in order for the sensor to meet the targeted accuracy of 1% of full scale (FS), the total error would have to be smaller than 39mV. It can be seen from the results in the table that this maximum difference is not exceeded in the range of temperatures 14-34°C. The maximum difference was lower for all cycles taken at other temperatures within this range. The differences of about 10mV observed at the same pressure and temperature values while increasing and decreasing the pressure are due to the local fluctuations of chamber temperature and disappear at the noise level after about 10-15 minutes. Neither hysteresis nor cumulative drift of the zero signal after multiple pressure cycles was observed.

It is clear from Fig.8 that the temperature effect of the sensor is compensated well within the maximum allowable error of 1%, providing the temperature varies slowly and no temperature gradient exists between the two parts of the sensor. If such a gradient arises, like the one intentionally generated in our experiment illustrated by Fig.8, one may expect to obtain a small false apparent pressure reading from the sensor. This effect, however, is unlikely to occur in planned applications and can be further minimized by improved design of the FOPC. To theoretically evaluate the maximum possible range of temperatures in which the temperature



error of the sensor will still be contained within the targeted accuracy of 1%, we have to first calculate the cross-sensitivity coefficient  $K_{tp}$  following equation (4). For the Corning 800 fiber we have estimated this coefficient as  $-9 \cdot 10^{-5}$  rad/m·K·MPa (Bock and Urbanczyk 1996). Consequently, the physically limited temperature range in which temperature error would be contained within 1% could be estimated, using the expression  $\Delta T_{\max} = 0.01 K_p / K_{tp}$  and knowing that  $K_p = 0.72$  rad/m·MPa, to be equal to about 80°C. Some improvement in this case is still possible through optimization of transducer design. The noise level expected from the FOPC can be also estimated using the results shown in Fig.8. It is worth noting that the stability test included repeatedly bending and squeezing the leading fibers and heating them to about 60°C. The resulting total noise can be estimated at 0.2% of FS, and consequently the accuracy of the system can be safely estimated as better than 1% in the range of temperatures from at least 14°C to 34°C, with a sensitivity better than 0.1% of FS.



**Fig. 9.**  
Planned installation of several FOPCs in a hydroelectric dam

Two prototype FOPC load monitoring systems are scheduled for fall installation in hydroelectric dam in Val de Monts (Qué.). Schematic view of this intended installation is shown in Fig.10. 9

### Acknowledgement

The authors gratefully acknowledge support for this work by the Natural Science and Engineering Research Council of Canada and by the FCAR of Québec.

### References

- BOCK, W.J., and URBANCZYK, W., Temperature-hydrostatic pressure cross-sensitivity effect in elliptical core highly birefringent fibers, *Applied Optics*, to appear in 1996.
- BOCK, W.J., URBANCZYK, W., and VOET, M.R.H., Selected applications of fiber-optic sensors based on highly birefringent fibers; *Applications of Photonics Technology*, G.A. Lampropoulos et al., Plenum Press, New York, pp. 311-316, 1995.
- BOCK, W.J., URBANCZYK, W., BUCZYNSKI, R., and DOMANSKI, A.W., Cross-sensitivity effect in temperature-compensated sensors based on highly birefringent fibers, *Applied Optics*, vol. 33, 25, 6078-83, 1994.
- BOCK, W.J. and WOLINSKI T.R., Temperature compensated fiber-optic strain sensor based on polarization-rotated reflection, *Proc. SPIE*, vol. 1370, 189-196, 1991.
- FÜRSTENAU, N., JANZEN, D.D., and SCHMIDT, W., In-flight strain measurements on structurally integrated composite plates using fiber-optic strain gauges, *Smart Materials and Structures*, vol. 2, pp. 147-156, 1993.
- MENDEZ, A., MORSE, T.F., and REINHART, L.J., Measurement of the internal strain in concrete elements using embedded fiber sensors, *Proc. SPIE*, vol. 2072, pp. 362-369, 1994.
- UDD, E., Editor, *Fiber Optic Sensors*, John Wiley & Sons, New York, 1991.
- VOET, M.R.H., and BAREL, A.R.F., Performance of the Glötzl fibre optic pore water pressure transducer in a line neutral sensing system, *Proc. 7th Optical Fiber Sensors Conference*, Sydney NSW, Australia, pp. 159-162, 1990.

73

7. Sprawozdanie z badań geometrycznych i jakości technologicznej pszenicy kanadyjskiej przechowywanej w komorze z ciągłym monitoringiem temperatury ziarna,

badania prowadzone pod kierownictwem prof. Ł. Fornal -  
ART Olsztyn

## Sprawozdanie

*z badań cech geometrycznych i jakości technologicznej pszenicy kanadyjskiej przechowywanej w komorze z ciągłym monitoringiem temperatury ziarna (komora 2)*

### 1. Materiał badań.

Materiałem badań było ziarno pszenicy kanadyjskiej - 5 prób, pobieranych co 50 ton w czasie opróżniania komory.

Próby umownie oznaczono następująco:

- |   |                  |
|---|------------------|
| 1 | warstwa dolna    |
| 2 |                  |
| 3 | warstwa środkowa |
| 4 |                  |
| 5 | warstwa górna    |

### 2. Metody analityczne jak w sprawozdaniu z I eksperymentu (komora 1).

### 3. Wyniki.

#### 3.1. Cechy geometryczne.

Ziarno pszenicy kanadyjskiej było bardzo wyrównane pod względem wielkości, a głównymi frakcjami były  $> 2,5 \times 25$  mm i  $< 2,5 \times 25$  mm.

Skład frakcyjny badanej pszenicy wynika z kanadyjskiej zasady kierowania na rynek zbożowy ziarna wyrównanego pod względem wielkości (klasy numeryczne) (tab.1.).

Wyznaczone rzeczywiste wymiary geometryczne ziarna 5 prób umownie odpowiadających warstwom komory są zróżnicowane w obrębie frakcji (rys.1,2,3.; zał.1,2,3,4,5.; tab.2.). Niezależnie od frakcji, ziarno dolnej i górnej warstwy charakteryzowało się mniejszą długością i szerokością w porównaniu z warstwami centralnymi. Różnice te miały jednak niewielki wpływ na obwód ziarniaków i pole powierzchni w obrębie frakcji wszystkich badanych warstw. Stwierdzono natomiast znaczące różnice pomiędzy frakcjami co miało wpływ na wielkości współczynników kształtu (tab.2.). Wyznaczone zależności pomiędzy współczynnikiem kształtu a długością ziarniaków badanych frakcji były zróżnicowane w największym stopniu między frakcją 1 i 3, w mniejszym stopniu pomiędzy frakcją 2 i 3 (rys.4,5,6.).

### 3.2. Jakość technologiczna.

Jakość technologiczna ziarna warstwy górnej i dolnej była zbliżona i bardziej różnicowały ją wielkości ziarniaków (tab.3.). Ziarno należy zaliczyć do klasy średnio twardej wg Williama, chociaż warstwa górna miała cechy raczej ziarna średnio miękkiego. Wyciąg mąki również bardziej zależał od frakcji. Charakterystyczna była również wysoka liczba opadania co jest cechą czerwonej pszenicy kanadyjskiej.

prof. dr hab. Łucja Fornal

dr inż. Katarzyna Majewska

mgr inż. Witold Gudaczewski

**Tabela 1. Procentowy udział badanych frakcji (pszenica kanadyjska).**

Frakcja	Warstwa górna	Warstwa dolna
> 3.2 x 25 mm	5.03 %	3.90 %
> 2.5 x 25 mm	33.85 %	31.50 %
< 2.5 x 25 mm	61.05 %	64.36 %

**Tabela 2. Cechy geometryczne ziarniaków pszenicy kanadyjskiej - komora 2 ( wielkości średnie ).**

	Warstwa	Długość [ mm ]	Szerokość [ mm ]	Obwód [ mm ]	Pole powierzchni [ mm <sup>2</sup> ]	W [ - ]
Fracja 1	1	6.62	4.15	25.22	18.17	0.028
	2	6.77	4.12	25.65	18.35	0.028
	3	7.06	4.23	26.77	12.99	0.028
	4	6.84	4.31	26.27	19.46	0.028
	5	6.62	4.21	25.13	18.05	0.028
	zakres	6.62-7.06	4.12-4.31	25.13-26.77	18.05-19.46	0.028
Fracja 2	1	6.22	3.97	23.62	15.89	0.028
	2	6.84	4.1	25.74	18.02	0.027
	3	6.72	4.15	25.39	17.63	0.027
	4	6.47	4.05	24.79	17.07	0.028
	5	6.32	3.93	23.89	16.07	0.028
	zakres	6.22-6.84	3.93-4.15	23.62-25.74	15.89-18.02	0.027-0.028
Fracja 3	1	5.96	3.71	22.56	13.57	0.026
	2	6.33	3.84	23.95	14.82	0.026
	3	6.17	3.73	23.52	13.88	0.025
	4	5.89	3.68	22.44	13.53	0.027
	5	5.8	3.62	21.98	13.01	0.027
	zakres	5.8-6.33	3.62-3.84	21.98-23.95	13.01-14.82	0.025-0.027

Tabela 3. Jakość technologiczna ziarna pszenicy kanadyjskiej (wyniki średnie).

Wyróżnik	Frakcja > 3.2 x 25 mm		Frakcja > 2.5 x 25 mm		Frakcja < 2.5 x 25 mm	
	I*	II*	I	II	I	II
wilgotność [%]	11.82	11.88	11.37	11.76	11.77	11.81
indeks granulacji PSI [%]	55.66	52.23	54.07	57.03	56.74	52.52
wyciąg mąki [%]	-	-	79.66	78.99	77.82	78.04
zawartość popiołu [% s.m.]	2.15	2.15	1.85	2.14	2.03	2.05
liczba opadania [s]	355	503	440	502	547	396
wskaznik sedymentacji [cm <sup>3</sup> ]	-	-	38	40	38	39

\* I - warstwa górna, II - warstwa dolna

Załącznik 1. Cechy geometryczne, komora 2 ( Warstwa dolna-w I ).

Wymiar geometryczny		FrakcjaNr.*		
		1	2	3
Długość [ mm ]	x śr.	6.62	6.22	5.96
	x max	7.61	7.25	7.09
	x min	5.31	5.35	4.61
	$\sigma$	0.418	0.378	0.476
	$\sigma^2$	0.175	0.143	0.227
Szerokość [ mm ]	x śr.	4.15	3.97	3.71
	x max	5.18	4.74	4.71
	x min	2.68	2.57	1.98
	$\sigma$	0.437	0.454	0.537
	$\sigma^2$	0.191	0.206	0.288
Obwód [ mm ]	x śr.	25.22	23.62	22.56
	x max	28.83	27.28	26.75
	x min	20.67	20.24	17.85
	$\sigma$	1.456	1.349	1.753
	$\sigma^2$	2.121	1.821	3.072
Pole powierzchni rzutu [ mm <sup>2</sup> ]	x śr.	18.17	15.89	13.57
	x max	22.33	20.7	18.52
	x min	13.69	12.42	8.68
	$\sigma$	1.708	1.642	2.014
	$\sigma^2$	2.918	2.698	4.057
Współczynnik konturu obwodu obiektu $W=P/O^2$ [ - ]	x śr.	0.028	0.028	0.026
	x max	0.033	0.035	0.032
	x min	0.024	0.024	0.021
	$\sigma$	0.0018	0.0019	0.0019E-06
	$\sigma^2$	3.24E-06	3.48E-06	3.56E-06

\*Frakcja: nr1-złot z sita 3,2 x 25 [mm], nr2-złot z sita 2,5 x 25 [mm],  
nr3-przesiew z sita 2,5 x 25 [mm].



Załącznik 2. Cechy geometryczne, komora 2 ( Warstwa II ).

Wymiar geometryczny		FrakcjaNr.*		
		1	2	3
Długość [ mm ]	x śr.	6.77	6.84	6.33
	x max	7.7	7.72	7.56
	x min	5.65	5.98	3.97
	$\sigma$	0.397	0.375	0.523
	$\sigma^2$	0.158	0.141	0.283
Szerokość [ mm ]	x śr.	4.12	4.1	3.84
	x max	5.09	5.29	5.01
	x min	2.92	2.8	2.1
	$\sigma$	0.423	0.43	0.577
	$\sigma^2$	0.178	0.185	0.333
Obwód [ mm ]	x śr.	25.65	25.74	23.95
	x max	29.26	28.97	27.88
	x min	21.37	22.22	15.21
	$\sigma$	1.459	1.389	1.995
	$\sigma^2$	3.131	1.931	3.982
Pole powierzchni rzutu [ mm <sup>2</sup> ]	x śr.	18.35	18.02	14.82
	x max	23.74	22.39	19.46
	x min	13.98	14.16	7.15
	$\sigma$	1.814	1.845	2.309
	$\sigma^2$	3.289	3.404	5.332
Współczynnik konturu obwodu obiektu $W=P/O^2$ [ - ]	x śr.	0.028	0.027	0.026
	x max	0.032	0.031	0.038
	x min	0.023	0.023	0.02
	$\sigma$	0.0016	0.0016	0.0023
	$\sigma^2$	2.52E-06	2.72E-06	5.12E-06

\*Frakcja: nr1-złot z sita 3,2 x 25 [mm], nr2-złot z sita 2,5 x 25 [mm], nr3-przesiew z sita 2,5 x 25 [mm].

Załącznik 3. Cechy geometryczne, komora 2 ( Warstwa III ).

Wymiar geometryczny		FrakcjaNr.*		
		1	2	3
Długość [ mm ]	x śr.	7.06	6.72	6.166
	x max	8	7.84	7.34
	x min	6.06	5.6	4.08
	$\sigma$	0.399	0.408	0.56
	$\sigma^2$	0.159	0.166	0.314
Szerokość [ mm ]	x śr.	4.23	4.15	3.73
	x max	5.32	5.44	4.93
	x min	3.27	2.92	1.22
	$\sigma$	0.424	0.453	0.687
	$\sigma^2$	0.18	0.205	0.473
Obwód [ mm ]	x śr.	26.77	25.39	23.52
	x max	29.96	29.4	38.16
	x min	22.5	20.53	15.63
	$\sigma$	1.38	1.519	2.329
	$\sigma^2$	1.905	2.307	5.426
Pole powierzchni rzutu [ mm <sup>2</sup> ]	x śr.	12.99	17.63	13.88
	x max	24.91	24.16	21.6
	x min	15.06	12.3	2.36
	$\sigma$	1.953	1.793	2.766
	$\sigma^2$	3.815	3.215	7.649
Współczynnik konturu obwodu obiektu $W=P/O^2$ [ - ]	x śr.	0.028	0.027	0.025
	x max	0.033	0.032	0.039
	x min	0.024	0.022	0.0016
	$\sigma$	0.0014	0.0018	0.003
	$\sigma^2$	1.99E-06	3.14E-06	1.1E-05

\*Frakcja: nr1-złot z sita 3,2 x 25 [mm], nr2-złot z sita 2,5 x 25 [mm], nr3-przesiew z sita 2,5 x 25 [mm].

Załącznik 4. Cechy geometryczne, komora 2 (Warstwa IV).

Wymiar geometryczny		FracjaNr.*		
		1	2	3
Długość [ mm ]	x śr.	6.84	6.47	5.89
	x max	8.04	7.51	7.49
	x min	5.64	5.37	4.35
	$\sigma$	0.49	0.481	0.622
	$\sigma^2$	0.24	0.231	0.386
Szerokość [ mm ]	x śr.	4.31	4.05	3.68
	x max	6.15	6.28	4.91
	x min	2.92	2.8	2.45
	$\sigma$	0.54	0.49	0.543
	$\sigma^2$	0.292	0.24	0.294
Obwód [ mm ]	x śr.	26.27	24.79	22.44
	x max	37.28	38.27	28.13
	x min	22.22	20.1	16.3
	$\sigma$	2.167	2.172	2.27
	$\sigma^2$	4.699	4.719	5.15
Pole powierzchni rzutu [ mm <sup>2</sup> ]	x śr.	19.46	17.07	13.53
	x max	26.66	22.13	20.58
	x min	14.6	12.44	7.9
	$\sigma$	2.093	1.766	2.428
	$\sigma^2$	4.381	3.12	5.897
Współczynnik konturu obwodu obiektu $W=P/O^2$ [ - ]	x śr.	0.028	0.028	0.027
	x max	0.033	0.033	0.032
	x min	0.014	0.013	0.02
	$\sigma$	0.0025	0.0024	0.0023
	$\sigma^2$	6.54E-06	5.91E-06	5.2E-06

\*Fracja: nr1-złot z sita 3,2 x 25 [mm], nr2-złot z sita 2,5 x 25 [mm], nr3-przesiew z sita 2,5 x 25 [mm].

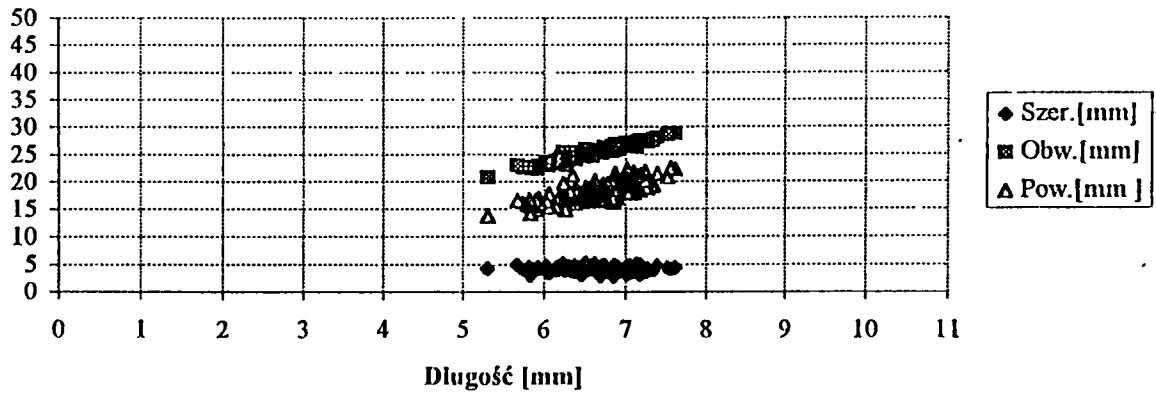
Załącznik 5. Cechy geometryczne, komora 2 ( Warstwa górna-w V ).

Wymiar geometryczny		FracjaNr.*		
		1	2	3
Długość [ mm ]	x śr.	6.62	6.32	5.8
	x max	7.95	7.34	6.88
	x min	5.62	5.22	4.52
	$\sigma$	0.446	0.395	0.509
	$\sigma^2$	0.199	0.156	0.26
Szerokość [ mm ]	x śr.	4.21	3.93	3.62
	x max	5.28	4.79	4.48
	x min	2.92	2.57	2.1
	$\sigma$	0.437	0.465	0.535
	$\sigma^2$	0.191	0.216	0.286
Obwód [ mm ]	x śr.	25.13	23.89	21.98
	x max	29.96	27.57	26.58
	x min	21.65	20.39	16.9
	$\sigma$	1.576	1.465	1.829
	$\sigma^2$	2.484	2.147	3.348
Pole powierzchni rzutu [ mm <sup>2</sup> ]	x śr.	18.05	16.07	13.01
	x max	25.98	21.95	20.03
	x min	13.47	11.94	7.69
	$\sigma$	1.849	1.755	2.135
	$\sigma^2$	3.42	3.081	4.56
Współczynnik konturu obwodu obiektu W=P/O <sup>2</sup> [ - ]	x śr.	0.028	0.028	0.027
	x max	0.033	0.033	0.033
	x min	0.024	0.024	0.021
	$\sigma$	0.0017	0.0017	0.002
	$\sigma^2$	2.85E-06	3.02E-06	4.11E-06

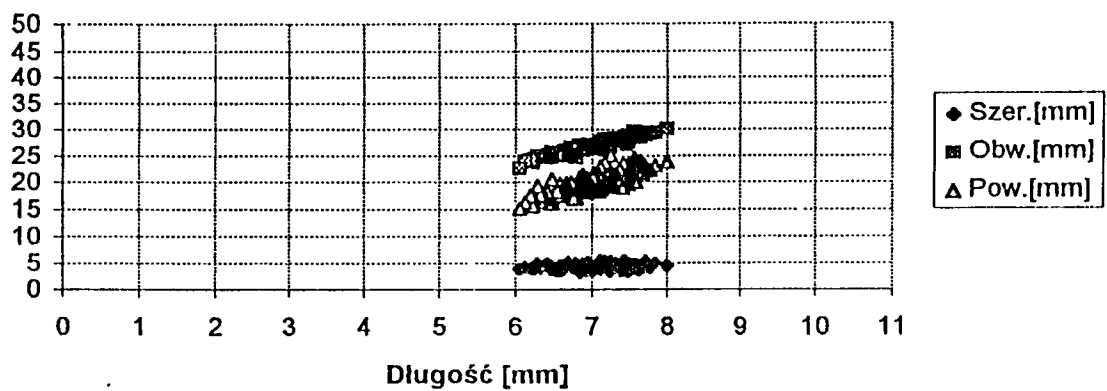
\*Fracja: nr1-złot z sita 3,2 x 25 [mm], nr2-złot z sita 2,5 x 25 [mm], nr3-przesiew z sita 2,5 x 25 [mm].

Rys. 1 . Podstawowe cechy geometryczne ziarna pszenicy kanadyjskiej  
 - komora 2 elewatora, frakcja nr 1 ( 3,2 x 25 mm - z )

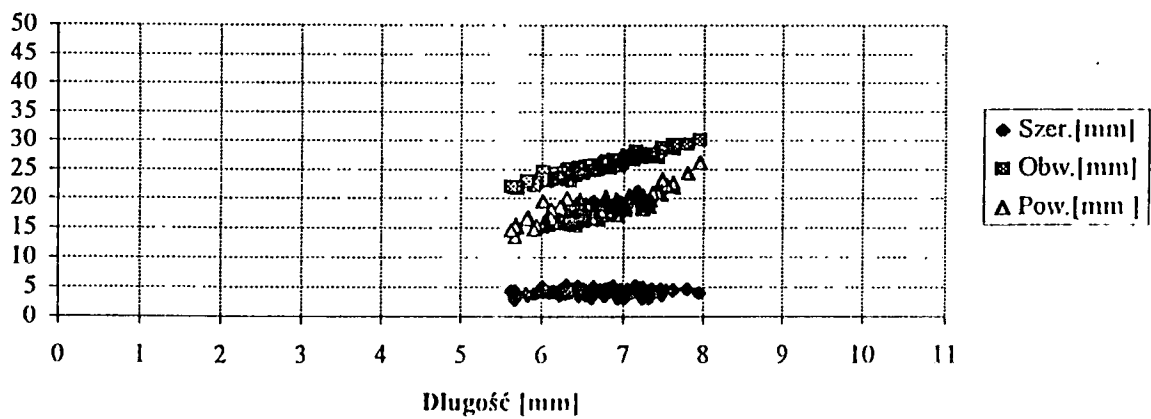
Kanadyjska dolna-w1-frakcja 1



Kanadyjska-w3-frakcja 1

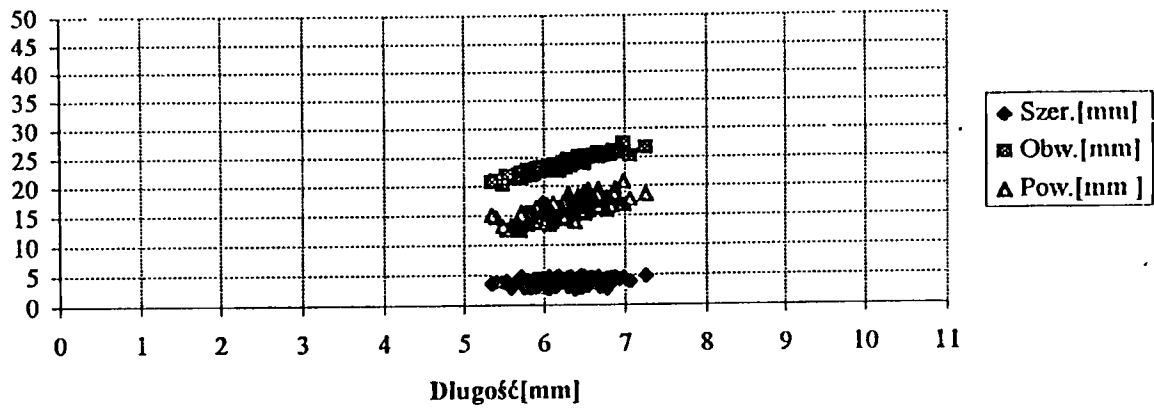


Kanadyjska górna-w5-frakcja 1

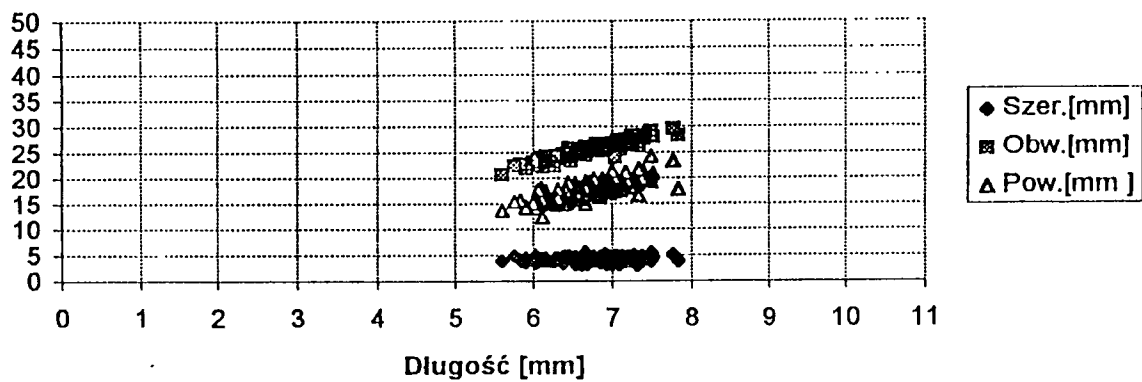


Rys. 2 . Podstawowe cechy geometryczne ziarna pszenicy kanadyjskiej  
 - komora 2 elewatora, frakcja nr 2 ( 2,5 x 25 mm - z )

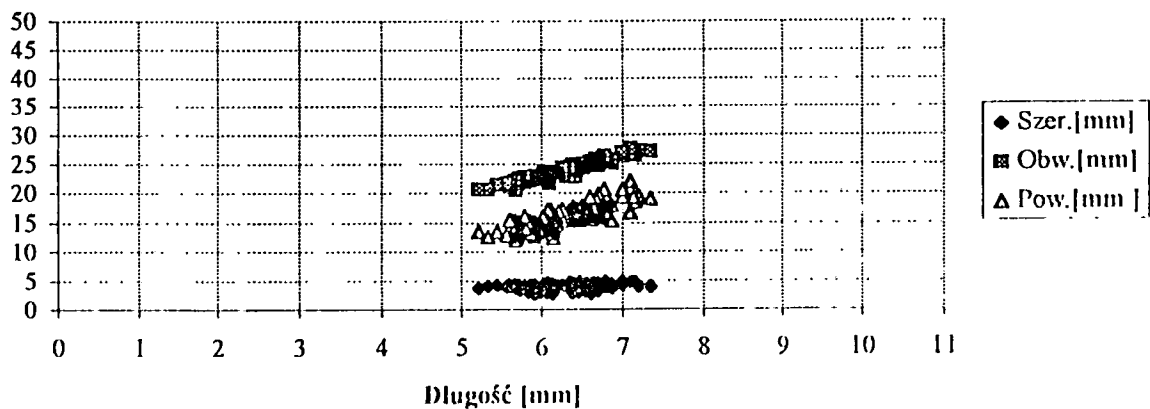
Kanadyjska dolna-w1-frakcja 2



Kanadyjska-w3-frakcja 2

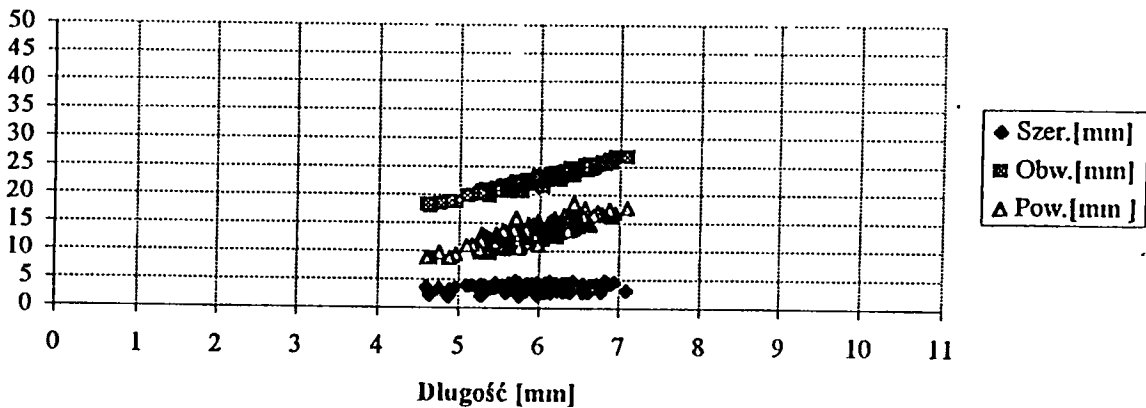


Kanadyjska górna-w5-frakcja 2

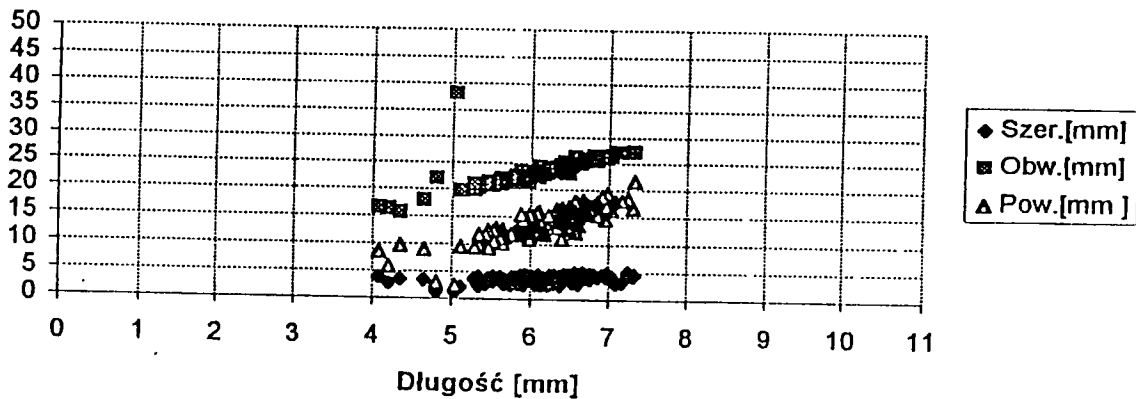


Rys. 3 : Podstawowe cechy geometryczne ziarna pszenicy kanadyjskiej  
 - komora 2 elewatora, frakcja nr 3 ( 2,5 x 25 mm - p )

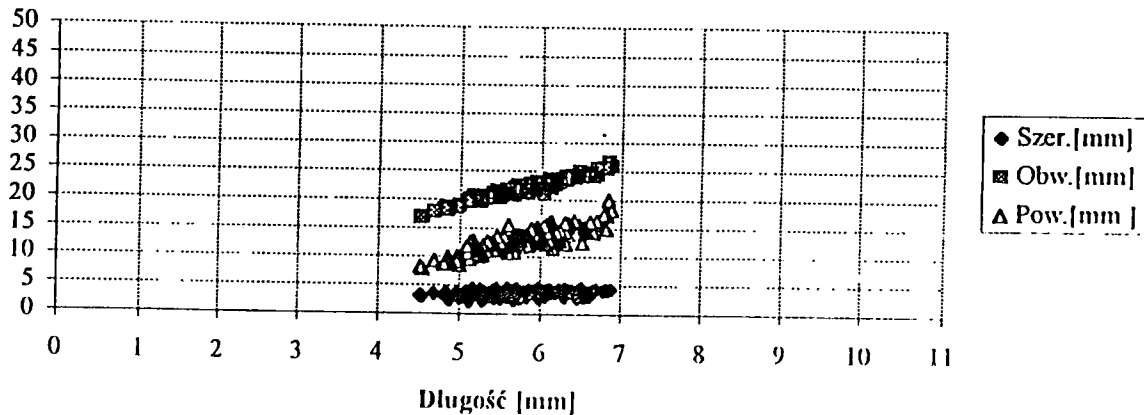
Kanadyjska dolna-w1-frakcja 3



Kanadyjska-w3-frakcja 3

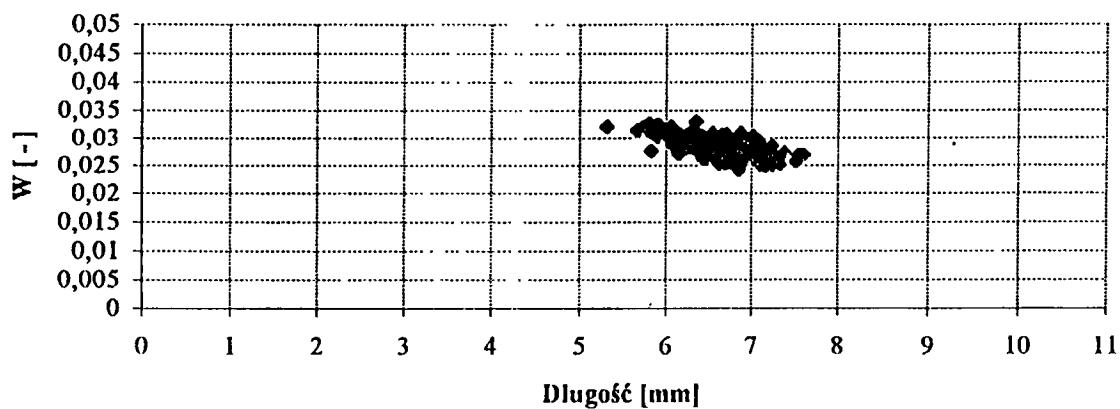


Kanadyjska górna-w5-frakcja 3

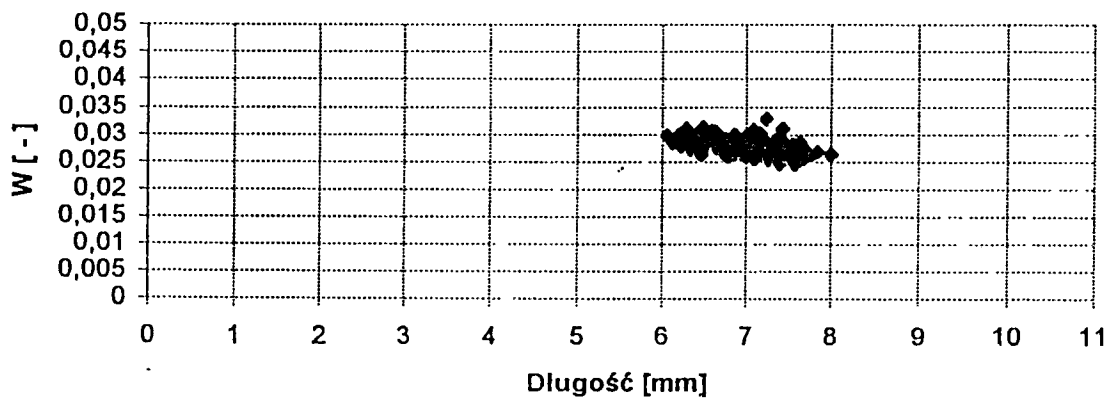


Rys. 4. Zależność pomiędzy długością, a współczynnikiem kształtu ( W ),  
pszenica kanadyjska - komora 2 elewatora - frakcja nr 1 ( 3,2 x 25 mm - z )

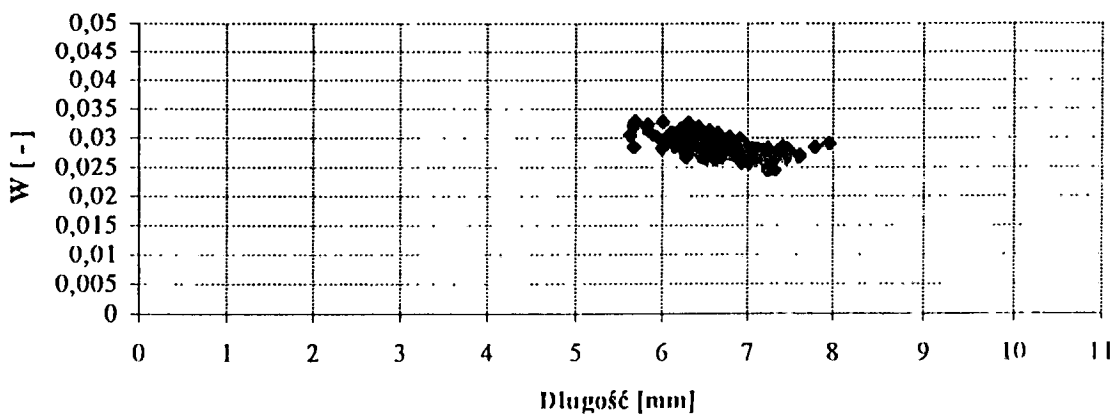
Kanadyjska dolna-w1-frakcja 1



Kanadyjska-w3-frakcja 1



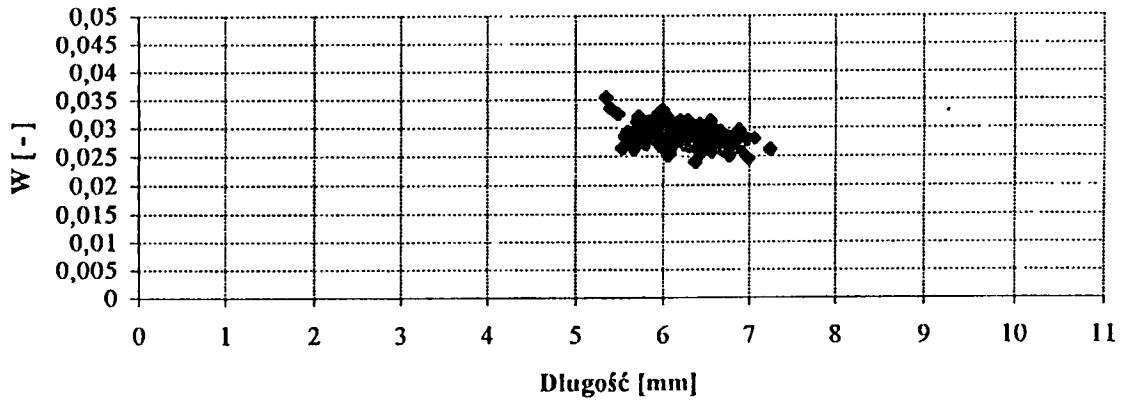
Kanadyjska górna-w5-frakcja 1



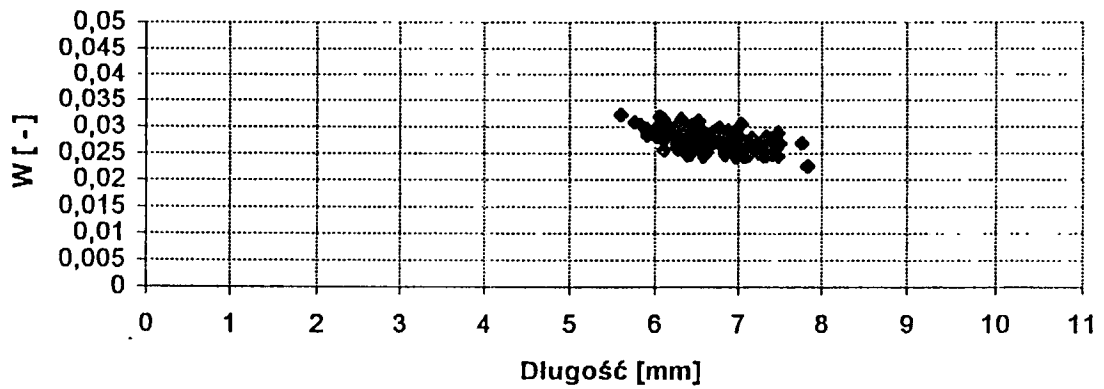


Rys. 5. Zależność pomiędzy długością, a współczynnikiem kształtu ( W ),  
pszenica kanadyjska - komora 2 elewatora - frakcja nr 2 ( 2,5 x 25 mm - z)

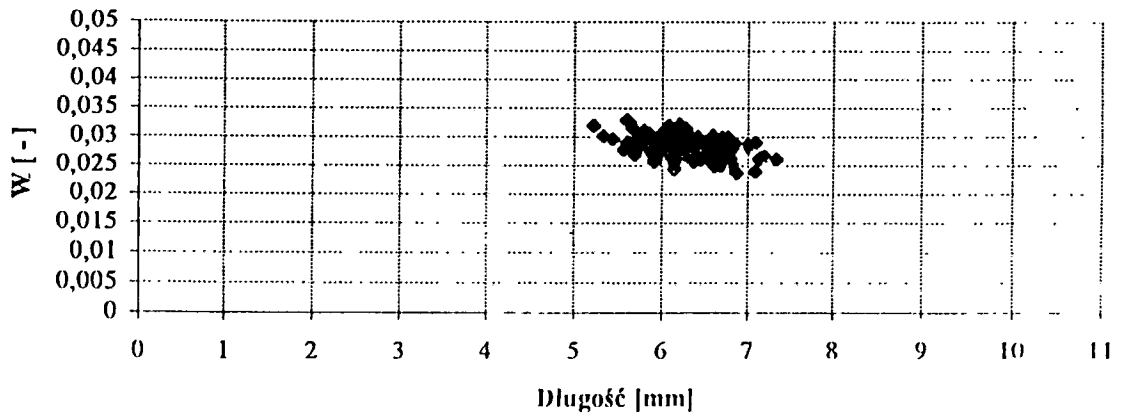
Kanadyjska dolna-w1-frakcja 2



Kanadyjska-w3-frakcja 2

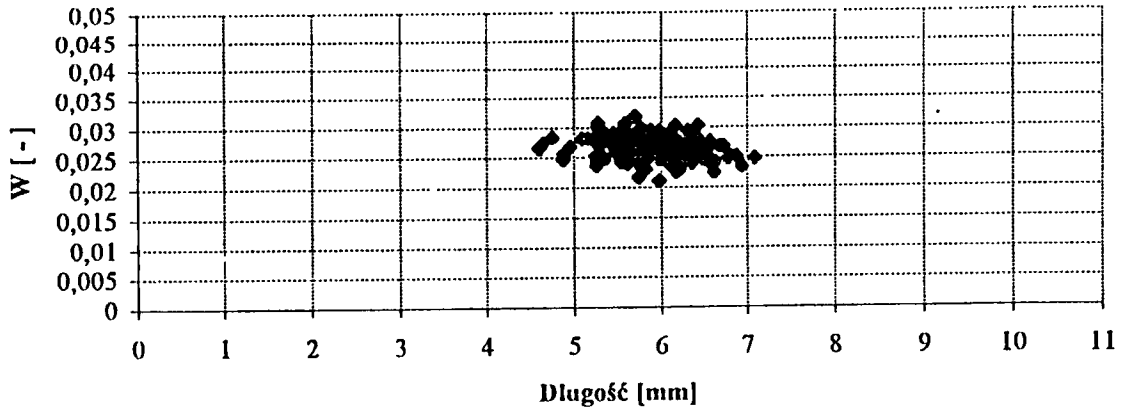


Kanadyjska górna-w5-frakcja 2

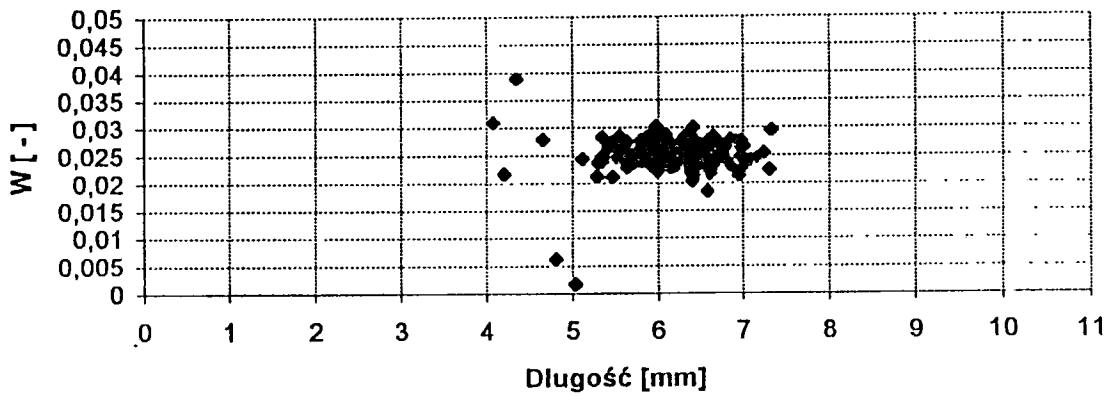


Rys. 6 . Zależność pomiędzy długością, a współczynnikiem kształtu ( W ),  
pszenica kanadyjska - komora 2 elewatora - frakcja nr 3 ( 2,5 x 25 mm - p)

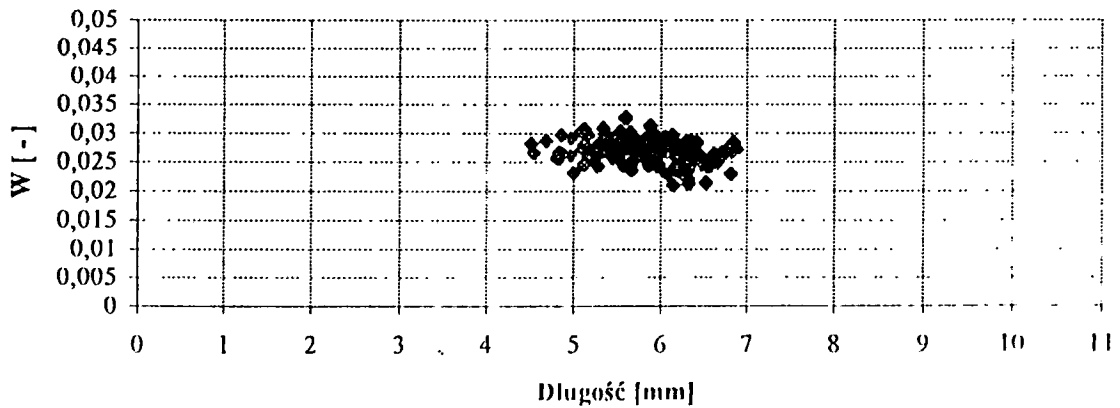
Kanadyjska dolna-w1-frakcja 3



Kanadyjska-w3-frakcja 3



Kanadyjska górna-w5-frakcja 3



8. Analiza próbek ziarna z elewatora  
„Szymanów”,

badania prowadzone pod kierownictwem  
prof. E. Kamińskiego - AR Poznań

# **ANALIZA PRÓBEK ZIARNA Z ELEWATORA SZYMANÓW**

Wykonano w  
Zakładzie Koncentratów Spożywczych  
Instytutu Technologii Żywności  
Pochodzenia Roślinnego  
AR w Poznaniu

Poznań, 15.07.97

## MATERIAŁ BADAWCZY

Do analizy otrzymano próbki ziarna w miesiącu styczniu i maju. Próby zostały pobrane z jednego silosa z warstwy górnej i dolnej. Po otrzymaniu prób przechowywano je do momentu przeprowadzenia analiz (ok. 1 tydzień) w temperaturze 4°C.

W próbkach oznaczono wilgotność, zawartość mikroflory grzybowej, i zawartość związków lotnych.

### Oznaczenie próbek:

- z100 - próba z miesiąca stycznia; góra silosa; wilg. 13.5%
- z101 - próba z miesiąca stycznia; dół silosa; wilg. 13.0%
- z126 - próba z miesiąca maja; góra silosa; wilg. 13.6%
- z127 - próba z miesiąca maja; dół silosa; wilg. 13.0%

## ANALIZA MIKROBIOLOGICZNA

### Metoda:

Z każdej próby ziarna wybrano losowo 100 ziarniaków, niejałowionych powierzchniowo i ułożono na płytkach Petriego z pożywką brzezkową 8<sup>o</sup>Blg z dodatkiem 7% NaCl i zestalonej 2% agarem (10płytek po 10 ziarniaków). Płytki inkubowano w ciepłarni w 26°C. Po 4-5 dniach liczono ziarniaki przy których wyrosły kolonie grzybów a po 7-14 dniach określono rodzaj grzybów wykonując preparaty mikroskopowe.

### Wyniki:

Wyniki analiz mikrobiologicznych przedstawiono w tabeli 1. Dominującymi grzybami we wszystkich próbach były grzyby rodzaju *Aspergillus* i *Penicillium*, będących reprezentantami mikroflory przechowalniczej. Nie odnotowano znacznych różnic w składzie mikroflory z warstwy dolnej i górnej silosa. W próbie z100 odnotowano znaczną w porównaniu z pozostałymi próbkami zawartość grzybów z rodzaju *Fusarium*. W próbie z121 wykryto znaczne ilości *A. Flavus* i *Mucor*.

## ANALIZA ZWIĄZKÓW LOTNYCH

### Metoda:

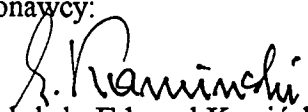
Związki lotne izolowano metodą barbotażu (stripping) adsorbując związki na powierzchni polimeru Tenax GR a następnie wmywano mieszaniną eteru i pentanu i nanoszono na chromatograf gazowy sprzężony ze spektrometrem masowym (HP 5890II + HP 5971B)

MSD). Rozdział związków przeprowadzono na kolumnie HP Ultra-2. Związki zostały zidentyfikowane w oparciu o bibliotekę widm masowych NIST, a ich zawartość została określona w oparciu o standard wewnętrzny (tetradekan).

#### Wyniki:

Wyizolowane z próbek zboża związki lotne przedstawiono w tabeli 2. Skład związków lotnych typowy jest dla przechowywanego, względnie suchego ziarna. Próby pochodzące ze stycznia różniły się od prób z maja zarówno pod względem liczby tworzonych metabolitów jak i ich zawartości. Na uwagę zasługuje wysoka zawartość dimetylobenzenu i limonenu w próbie z100 (o najwyższym stopniu porażenia grzybami potencjalnie toksynotwórczymi - Fusarium). Spośród innych związków lotnych, charakterystycznych dla mikroflory grzybowej wykryto w próbach z100 i z101 3-oktanon. W próbach zidentyfikowano także związki terpenowe takie jak alfa farnezen, fellandren, cytral i karwon.

Wykonawcy:

  
prof. dr hab. Edward Kamiński

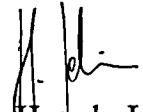
  
dr Henryk Jeleń

Tabela 1

Mikroflora prób ziarna pszenicy pochodzących z dużych elewatorów

grzyby	Procent porażonych ziarniaków grzybami			
	symbol próby			
	Z 100	Z 101	Z 126	Z 127
<i>Aspergillus</i>	100	100	100	100
w tym:				
<i>A. glaucus</i>	89	97	90	91
<i>A. candidus</i>	11	9	10	8
<i>A. ochraceus</i>	0	1	0	0
<i>A. flavus</i>	6	3	8	30
<i>A. niger</i>	0	1	0	0
<i>A. versicolor</i>	0	1	0	0
<i>Aspergillus sp.</i>	0	0	1	1
<i>Penicillium</i>	54	55	89	84
<i>Alternaria</i>	3	3	17	0
<i>Fusarium</i>	30	0	3	0
<i>Mucor</i>	1	0	1	42
<i>Epicoccum</i>	1	0	0	0
inne	0	0	0	0

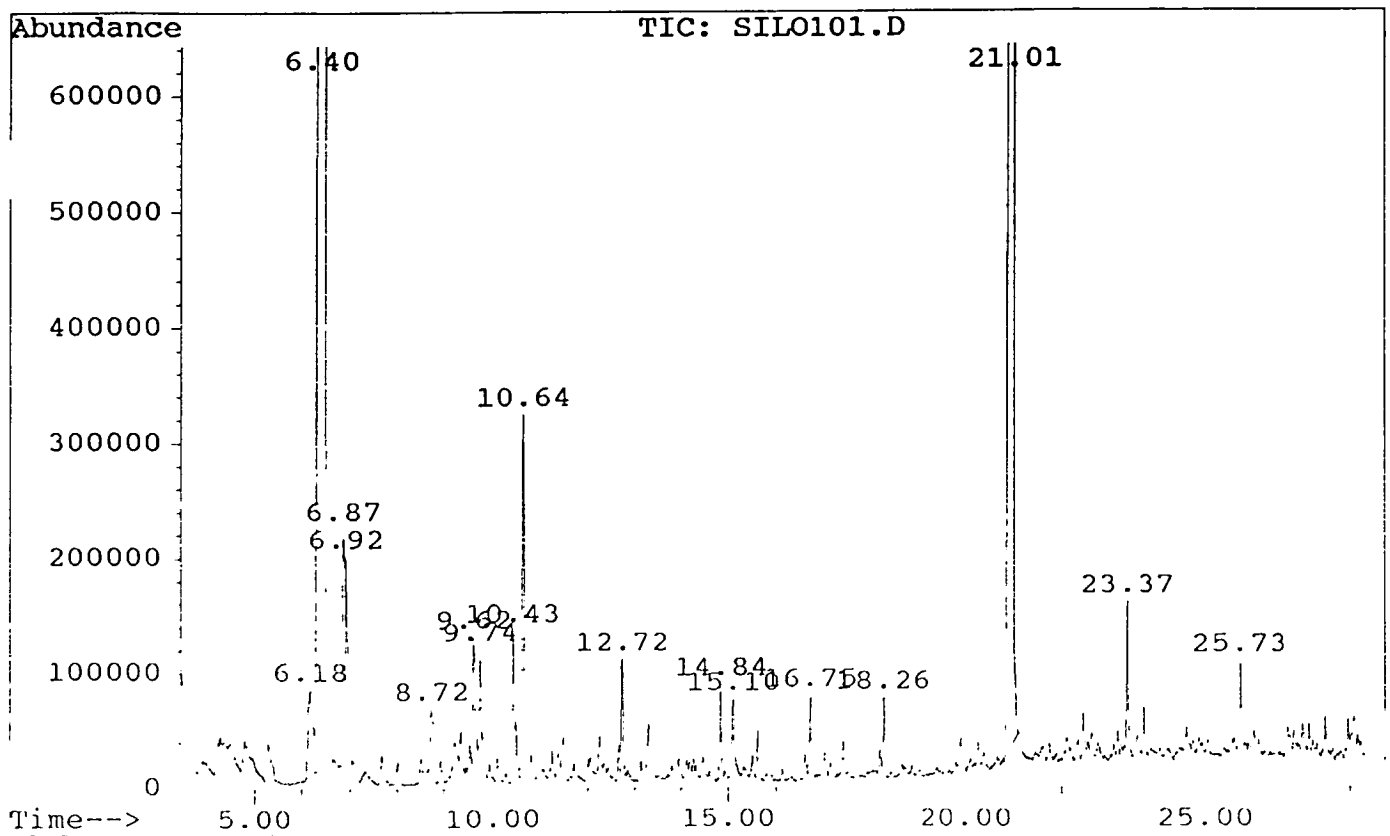
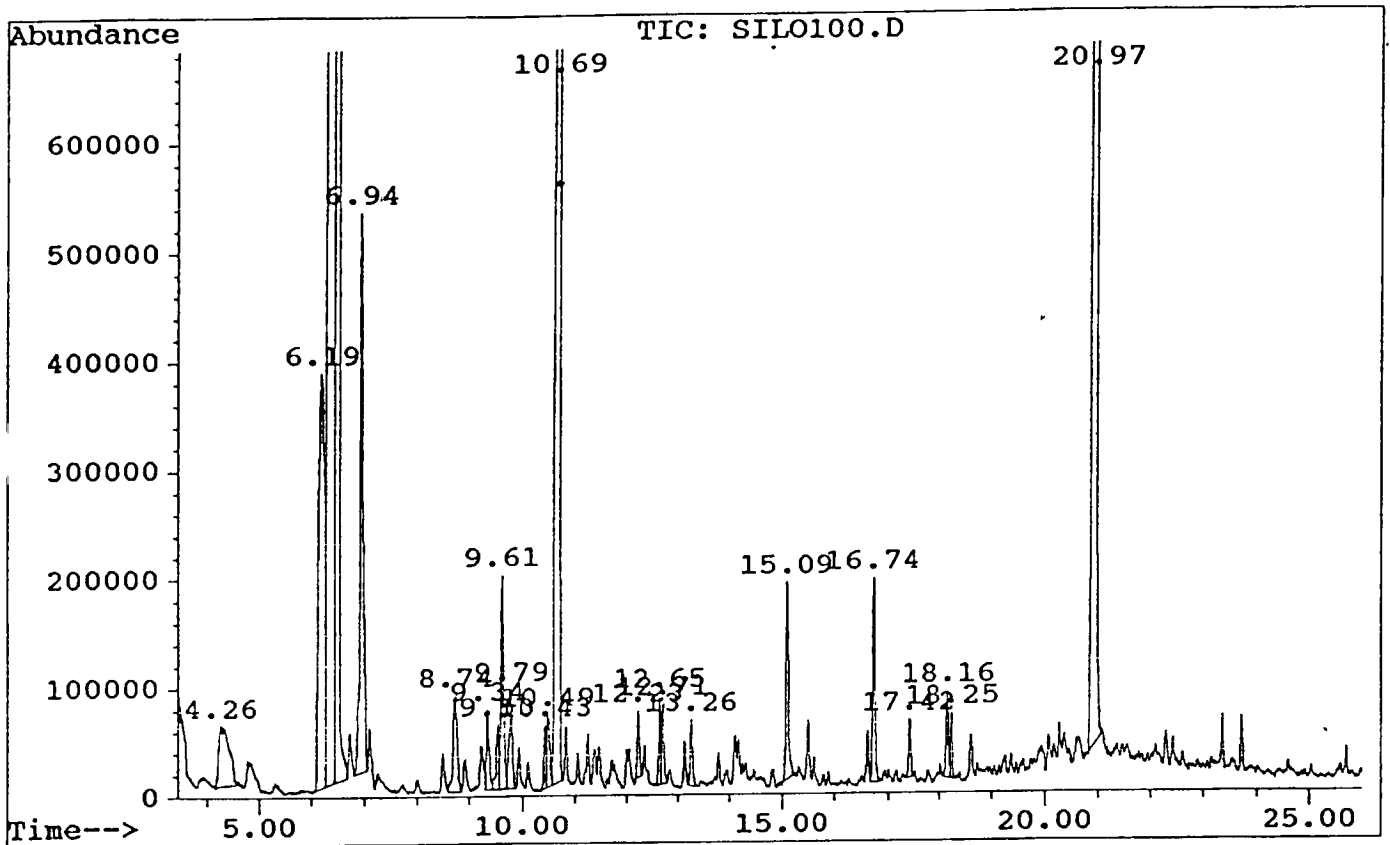
Tabela 2. Związki lotne wyizolowane z prób zboża z silosu Szymanów. Zawartość związków podano w ng/Lpowietrza/100g

Lp	związek	Rt	nr próby			
			z100	z101	z126	z127
1	3-metyl-1-butanol	3.68	-	-	-	192
2	pentanol	4.27	-	-	-	270
3	heksanal	4.74	-	-	-	7
4	oktan	4.80	-	-	13	-
5	heksanal	4.80	-	16	-	-
6	etylobenzen	6.19	588	62	-	-
7	heksanol	6.31	-	-	-	543
8	dimetylobenzen	6.40	29532	4808	69	-
9	styren	6.87	-	105	6	-
10	nonan	7.05	-	-	17	-
11	1-etyl-3-metylbenzen	8.74	29	47	-	-
12	1-etyl-2-metylbenzen	9.22	39	27	-	-
13	3-oktanon	9.35	54	19	-	-
14	1,2,3-trimetylobenzen	9.62	141	45	-	-
15	alfa fellandren	9.93	27	-	-	-
16	limonen	10.69	4215	121	-	33
17	1-metyl-3-propyl benzen	11.25	40	-	-	-
18	nonanal	12.72	45	39	-	57
19	1,2,3,5tetrametylobenzen	13.26	39	-	-	-
20	oktanolan metylu	13.30	-	25	-	-
21	naftalen	15.09	135	46	-	22
22	dekanal	15.59	-	-	-	25
23	karwon	16.74	114	31	-	-
24	cytral	17.42	38	13	-	-
25	alfa-farnezen	22.28	-	-	7	39

próba 100:  
 próba 101:  
 próba 126:  
 próba 127:



Ryc. 1. Chromatogram rozdziła związków lotnych ziarna z elewatora Szymanów. Próby z100 oraz z101.



Ryc. 2. Chromatogram rozdziału związków lotnych ziarna z elewatora Szymanów. Próby z126 oraz z127.

