

074

ZESPÓŁ AUTOMATYKI ELEKTRONICZNEJ

A

Nazwa ONB/ZNB

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

Metody oceny intensywności procesów metabolicznych w przechowywaniu zbożowym.
Projekt badawczy nr 400/PO6/96/11
Etap 2. Badanie światłowodowe temperatury.
(Umowa o dzieło nr 36/97)
Etap 2. Ocena jakości ziarna w funkcji temperatury.
(Umowa o dzieło nr 34/97)
Etap 2. Ocena intensywności procesów metabolicznych w funkcji temperatury składowania.
(Umowa o dzieło nr 35/97)

(Tytuł pracy, numer i tytuł etapu)

KBN

Zleceniodawca
.....

Kierownik Pracowni

Z-ca Dyrektora
d/s Bad. i Rozwojowych

Kierownik Zespołu

..... dr inż. Andrzej Kobosko.
dr inż. Jan Jabłkowski
..... doc. dr inż. J. KorytkowskiPracę rozpoczęto dnia **1.07.1997r.**
Pracę zakończono dnia **30.11.1997r**

7484

1709G

Nr arch.

Nr zlecenia

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 przedstawiono wyniki badań temperatury w układzie światłowodowym z arsenkiem gallu.
- Badanie próbek ziarna prowadzono metodą chromofotograficzną.

Tytuły poprzednich sprawozdań

W ramach projektu badawczego i umowy z dnia 07.08.1996r.
praca pt.: "Metody oceny intensywności procesów metabolicznych
w przechowalnictwie zbożowym."

Metody oceny intensywności procesów metabolicznych w przechowalnictwie
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)

Nr arch. 7447 (z dnia 23.07.1997r.)

Rozdzielnik

Egz. 1. OIN

Egz. 2. ZAE-1

Egz. 3. ZAE-4

Wstęp

Sprawozdanie dotyczy wykonanych prac w drugim półroczu 1997r. objętych ogólnym harmonogramem prac Projektu Badawczego nr 400/P06/96/11 oraz wynikającym z niego szczegółowymi harmonogramami trzech Umów.

Prace wykonane były przez trzy zespoły badawcze:

1. Zespół kierowany przez prof.dr hab. Ł. Fornal z Akademii Techniczno-Rolniczej w Olsztynie,
2. Zespół kierowany przez prof.dr.hab. E. Kamińskiego z Akademii Rolniczej w Poznaniu,
3. Zespół kierowany przez dr A.Kobosko, dr.H.Leśkiewicza z PIAP

Koordynatorem niniejszych prac, a zarazem Kierownikiem Projektu Badawczego jest dr.A.Kobosko.

Najważniejszym wynikiem prac wykonanych w 2-gim półroczu 1997r. są:

- opracowanie modelu światłowodowego pomiaru temperatury, dobór płytek półprzewodników, wykonanie stanowiska termostatycznego z płytką chłodząco-grzejącą Peltiera, wykonanie badań modelu na chromatografie Instytutu Chemii Uniwersytetu Warszawskiego oraz w PIAP.
- badania cech geometrycznych i jakości technologicznej pszenicy kanadyjskiej przechowywanej w komorze z ciągłym monitoringiem temperatury ziarna,
- ocena intensywności procesów metabolicznych w funkcji temperatury w punkcie przyjęcia ziarna do elewatora

W wyniku prac tegorocznych powstały trzy publikacje:

1. Jakość technologiczna ziarna z górnej i dolnej warstwy komory przechowalniczej.
autorzy: Ł.Fornal, K.Majewska, W.Gudaczewski, A.Kobosko,
artykuł przyjęty do druku w Przeglądzie Zbożowo-Młynarskim,
2. Computer system for thermal measurement with optoelectronic sensors in grain elevators.
XIV IMEKO World Congress, Tampere, Finlandia, czerwiec 1997r., autor: A. Kobosko,
3. Monitoring of thermal processes in grain storages, 6-th International Conference on Agrophysics, Lublin wrzesień 1997, PAN, str. 9, autor: A. Kobosko.

Artykuły znajdują się w niniejszym sprawozdaniu.

Ponadto do sprawozdania dołączono kserokopię bardzo ważnej publikację udostępnionej nam przez Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych pt:

High-precision determination of the temperature dependence of the fundamental energy gap in gallium arsenide, E.Grilli, M.Guzzi, R.Zamboni, I.Pavesi, Physical Review B, 15.01.1992

Wcześniejsze publikacje umieszczone są w sprawozdaniu z etapu 1.

BADANIA ŚWIATŁOWODOWE TEMPERATURY

1. Wstęp

W etapie pierwszym niniejszej pracy wykonanym w okresie od 2.02.97 do 23.07.97 opracowano i wykonano stanowisko do badań światłowodowych.

W etapie drugim stanowisko to uległo jeszcze modyfikacji w miarę otrzymywanych wyników badań. Modyfikacja dotyczyła kształtu i materiału zaproponowanej płytki półprzewodnika, oraz toru optycznego. Było to związane z koniecznością podwyższenia czułości układu pomiaru temperatury oraz uzyskania powtarzalności pomiarów dla różnych technologicznie płytek arsenku gallu.

W tym okresie współpracowano z Instytutem Chemii Uniwersytetu Warszawskiego wykonując na ich unikatowych stanowiskach część badań. Próbkę półprzewodnika udostępnił nam Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych - krajowy monopolista w zakresie wytwarzania i aplikacji arsenku gallu. W Zakładzie Technologii Związków Półprzewodnikowych, tego instytutu, kierowanym przez dr inż. A. Hrubana wykonano nam próbki z arsenku gallu o różnej grubości, szerokości, a także o polerowanej i matowej powierzchni. Pozwoliło to na obserwacje wpływu rozprzszania i odbicia strumienia świetlnego, w paśmie podczerwieni, na uzyskany sygnał użytkowy odwzorowujący badaną temperaturę.

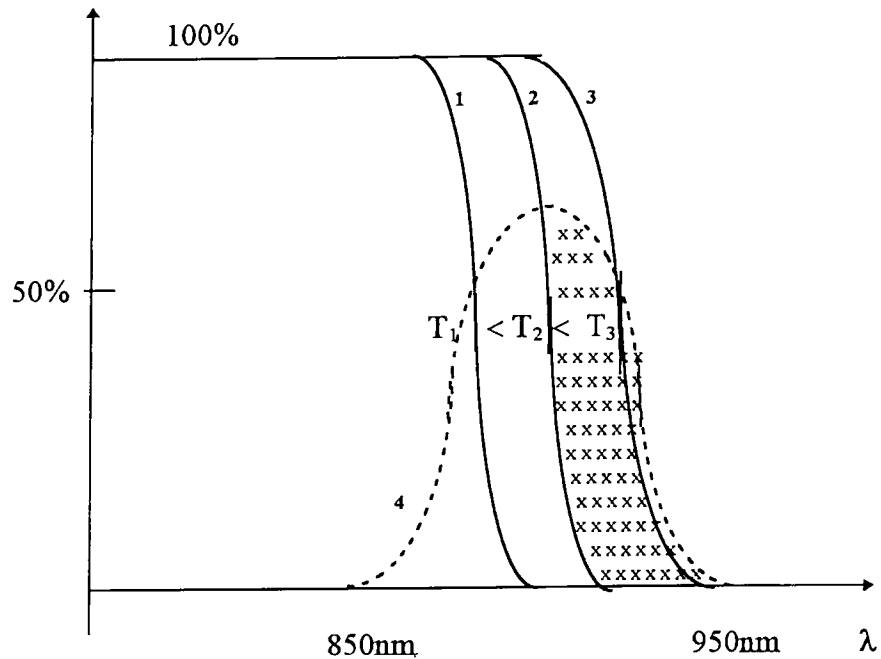
Dobór elementów elektronicznych przeprowadzono na podstawie katalogów firmowych japońskiej firmy Hamamatsu, z którą prowadziliśmy dyskusje przez Internet. Diody na podczerwień zostały dostarczone przez szwedzką firmę dystrybutorską ELFA, która ma już przedstawicielstwo w Warszawie.

Celem tegorocznych prac było potwierdzenie zjawiska wpływu temperatury na pasmo absorpcji płytki półprzewodnikowej. Na podstawie tego zjawiska zbudowano układ elektroniczny - analogowy, za pomocą którego można prowadzić badania temperaturowe. Następnie badano czułość temperaturową uzyskaną z układu elektronicznego podawaną w mV na 10^0C .

2. Zasada optoelektronicznych pomiarów temperatury

Zasada pomiarów temperatury z wykorzystaniem światłowodów jest przedstawiona na rys.1. Ze wzrostem temperatury przesuwa się krzywa absorpcji półprzewodników. Dla arsenku gallu, który został przez nas wytypowany do realizacji pomiarów temperatury w przedziale : $0 - 80^0\text{C}$, krzywa absorpcji zmienia się liniowo w funkcji temperatury w zakresie długości fali w przedziale 850-950nm. Przedział ten odpowiada bliskiej podczerwieni. Dokładne rozważania na temat wpływu temperatury na arsenek gallu znajdują się w załączonym do niniejszego sprawozdania artykule:

High-precision determination of the temperature dependence of the fundamental energy gap in gallium arsenide, E.Grilli, M.Guzzi, R.Zamboni, I.Pavesi, Physical Review B, 15.01.1992



Rys.1. Zasada optoelektronicznego pomiaru temperatury

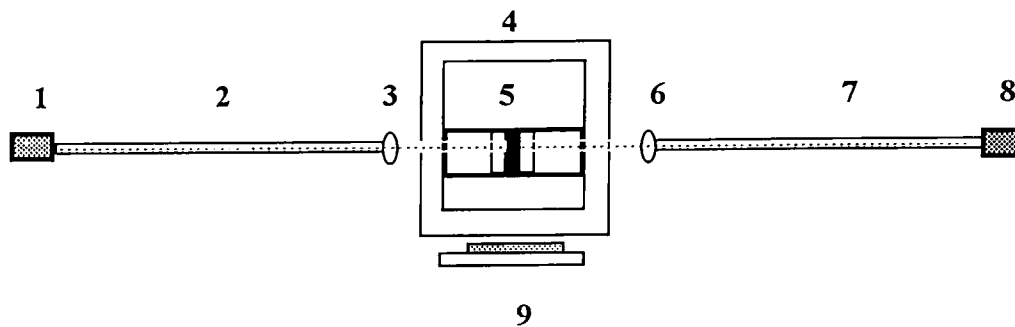
obszar: x x x- określa transmisję strumienia świetlnego dla temperatury T_2 (krzywa absorpcji - 2)

Oświetlając płytkę arsenku gallu światłem o długości fali bliskiej podczerwieni, z diody typu LED, jak to przedstawiono na rys.1 - krzywa emisji diody 4, otrzymujemy obszar „xx” - ograniczony krzywą absorpcji (T_2) i krzywą emisji 4. W obszarze tym występuje tylko transmisja strumienia świetlnego. Ze wzrostem temperatury obszar ten się zmniejsza bo krzywe absorpcji 1,2,3 zbliżają się do krzywej 4. Jeśli strumień przechodzący przez półprzewodnik doprowadzimy światłowodem do odbiornika np. fototranzystora to sygnał elektryczny z niego będzie odwzorowywał temperaturę w otoczeniu arsenku gallu. Zaproponowana metoda ma cechy metody analogowej. Jest ona realizowana w niniejszym etapie pracy.

Drugą metodą, którą chcemy zastosować nazwana przez nas cyfrową, polegać będzie na pomiarze długości fali progu absorpcji. Chcemy tu zastosować linijkę świetlną. Metoda powinna być znacznie dokładniejsza, ale będzie znacznie droższa ponieważ wymagać będzie zakupu odpowiednich bloków elektronicznych (z firm japońskich).

3. Metoda analogowa optoelektronicznego pomiaru temperatury

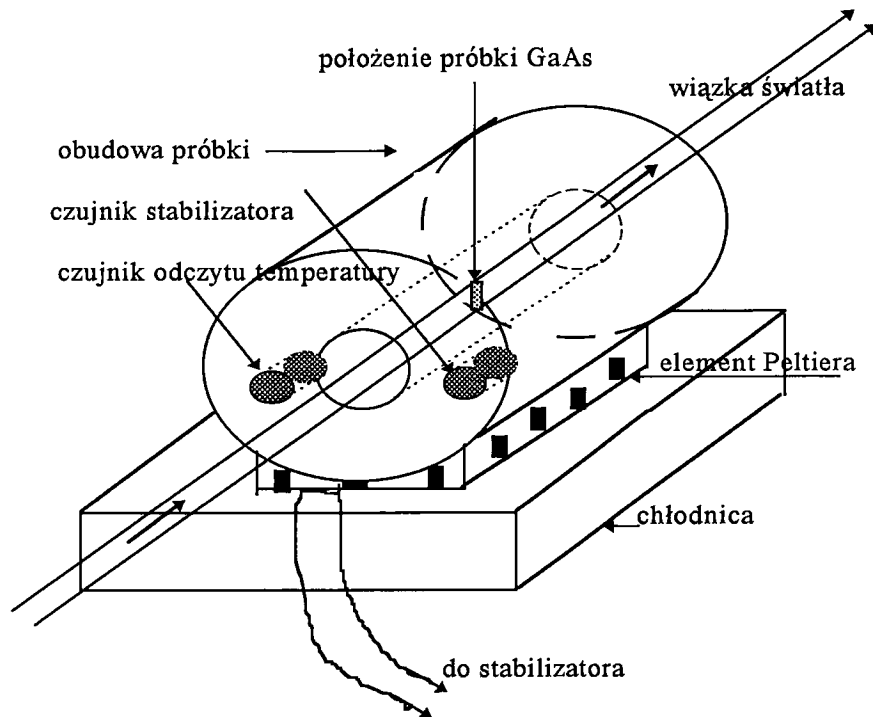
Metoda, która została zrealizowana w pierwszej kolejności, polega na wykonaniu układu pomiarowego przedstawionego na rys.2. Strumień świetlny wytworzony jest przez nadajnik promieniowania podczerwonego, którym jest dioda podczerwieni. Nazwa angielska tej diody jest następująca: High - Performance T - 1 3/4 (5mm) TS AlGaAs Infrared (880 nm) Lamp. Dioda w odpowiedniej podstawie przekazuje strumień świetlny bezpośrednio do światłowodu zakończonym soczewką skupiającą.



Rys.2. Optoelektroniczny doświadczalny układ pomiaru temperatury ze światłowodami

1. Nadajnik promieniowania podczerwonego
2. i 7. Odcinek światłowodowy
3. i 6. Zwierciadło skupiające
4. Stanowisko termostatyczne z płytką Peltiera
5. Płytką półprzewodnikowa z arsenku gallu
6. Detektor podczerwieni

Strumień świetlny skierowany jest przez układ optyczny, do płytki półprzewodnikowej z arsenku gallu. Po przejściu przez płytkę strumień jest ponownie skupiany przez soczewkę i transmitowany do światłowodu. Na końcu światłowodu jest umieszczona fotodiody (fototranzystor), którą mierzy się intensywność doprowadzonego strumienia świetlnego. Sygnał elektryczny z fotodiody odwzorowuje aktualnie mierzoną temperaturę. Tor świetlny jest tak ukształtowany i wykonany, aby odbicia i rozproszenie światła było minimalizowane. Zmianę temperatury płytki z arsenku gallu otrzymuje się za pomocą termostatu elektronicznego z płytką Peltiera przedstawionego na rys. 3. Płytkę grzejno-chłodzącą umieszczoną jest w podstawie wydrążonego walca aluminiowego. Zmiana kierunku przepływu prądu zasilającego (3-4 A,dc) wywołuje efekt grzania lub chłodzenia. Regulator elektroniczny z czujnikiem Pt 100 utrzymuje zadane wartości temperatury oddziałując trójpołożeniowo na prąd zasilający płytkę. Zmiana temperatury walca aluminiowego następuje w ciągu krótkiego okresu czasu. Przeniesienie tej temperatury na umieszczoną w środku walca płytkę półprzewodnikową, jest związane z długą inercją mimo specjalnych pierścieni aluminiowych w których płytkę jest zamontowana wewnątrz walca.

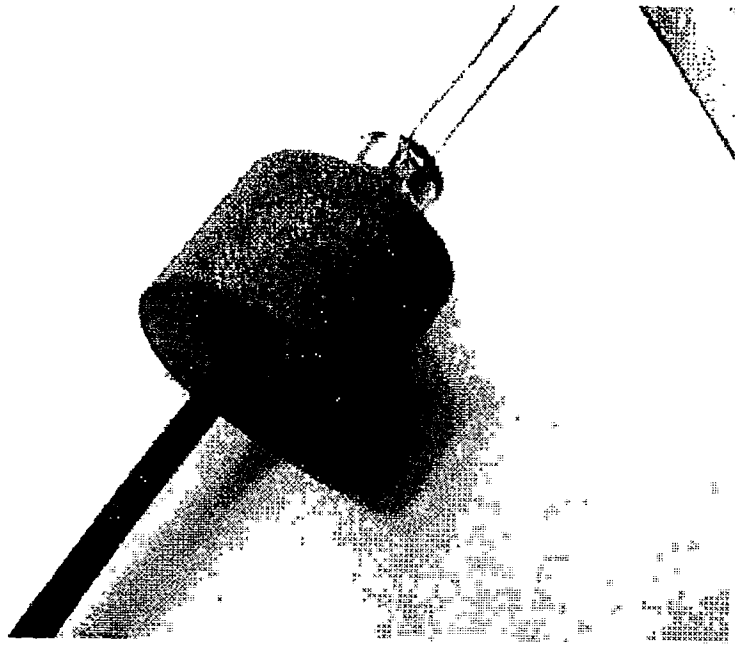


Rys.3. Stanowisko termostatyczne do badań temperaturowych

Na Fot.1, Fot.2 i Fot.3 przedstawiono rzeczywisty widok zrealizowanego stanowiska do badań temperaturowych ze światłowodami oraz nadajnik i odbiornik pracujący w paśmie podczerwieni.



Fot. 1. Widok stanowiska optoelektronicznego ze światłowodami



Fot.2. Nadajnik diodowy



Fot.3. Odbiornik fotodiodowy (fototranzystorowy)

4. Wyniki badań temperatury

W Instytucie Chemii Uniwersytetu Warszawskiego udostępniono nam fotospektrometr zakupiony z Fundacji Nauki Polskiej - program SUBIN 95, na którym dla kilku temperatur wyznaczyliśmy krzywe absorpcji naszej płytki pomiarowej z arsenku gallu. Niestety ze względów technicznych niemożliwe było dokładne określenie temperatury płytki umieszczonej w spektrometrze. Temperatura płytki była zmieniana ciepłym powietrzem z termowentylatora i mierzona bezdotykowym miernikiem pracującym w paśmie podczerwieni przed zamknięciem komory pomiarowej spektrometru, a więc przed wyznaczeniem krzywych absorpcji.

Podane 3 krzywe absorpcji na rys. 4 zostały wyznaczone dla temperatury pokojowej ok. 22°C (krzywa T1) oraz temperatur: $35 \pm 4^\circ\text{C}$ (krzywa T2) i $45 \pm 4^\circ\text{C}$ (krzywa T3).

Zbadana płytka zamocowana w układzie pomiarowym, przedstawionym na rys. 2 wymagała kłopotliwej selekcji źródła światła, gdyż ten sam typ diody SFH485-2 Siemens, emitującej promieniowanie podczerwone o długości fali 880 nm miał bardzo różne charakterystyki spektralne, znacznie różniące się od podanej w katalogu. W tej samej temperaturze absorpcja strumienia świetlnego różnych diod przez płytkę różniła się 10-cio krotnie. Poza tym stromość zbocza widma jest mała, co wpływa na małe zmiany transmisji strumienia w funkcji temperatury.

Problem ten rozwiązałby odpowiedni filtr, który jest jednak bardzo drogi i przekracza koszt całego stanowiska pomiarowego. W jakimś stopniu problem może być również rozwiązany metodą modulacji strumienia świetlnego i wzmocnienia sygnału pomiarowego z fotodetektora.

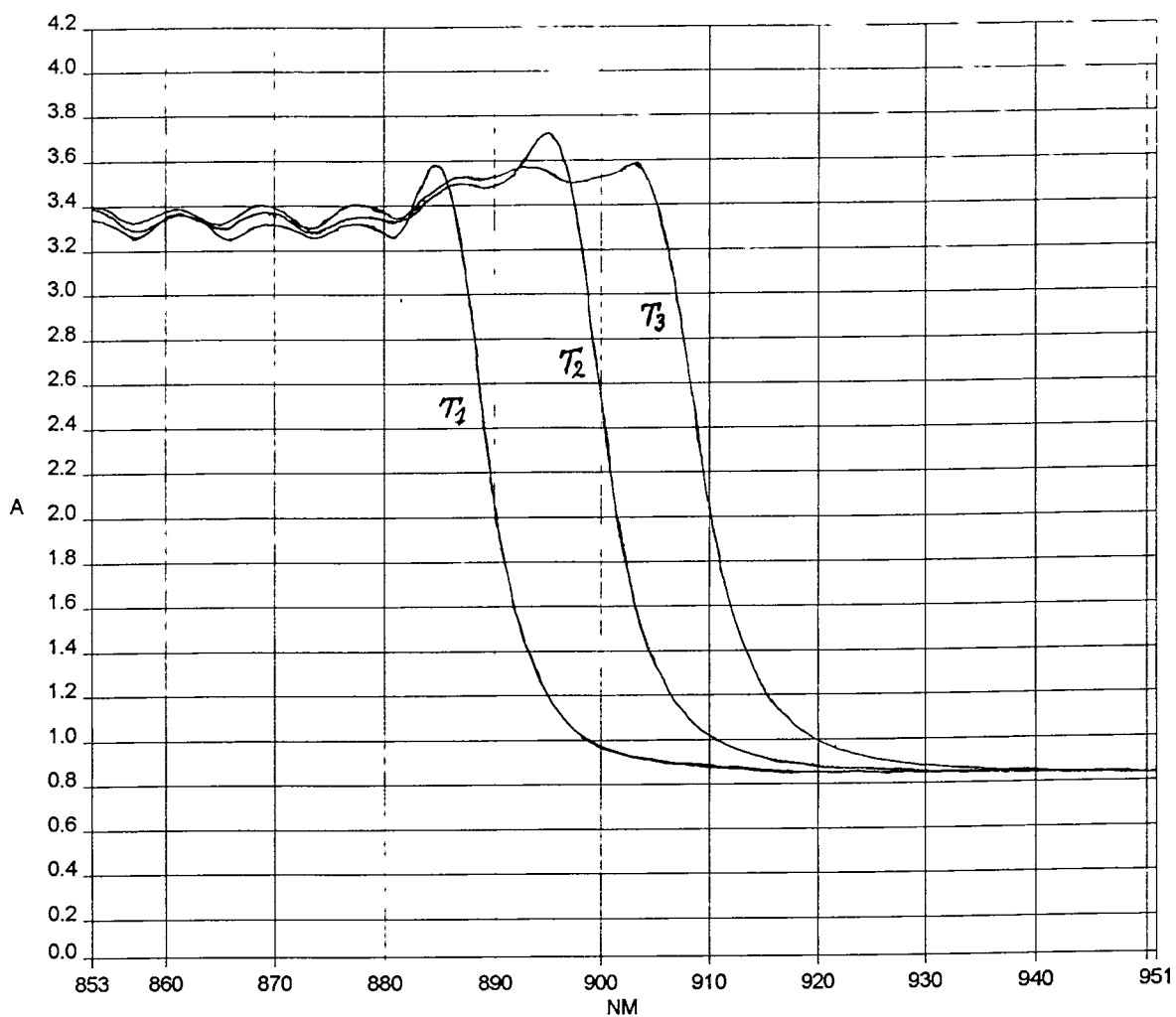
W zbudowanym stanowisku pomiarowym dioda podczerwieni (źródło badanego strumienia świetlnego) była zasilana prądem stałym 80 mA z laboratoryjnego stabilizatora napięcia. Sygnał z fotodetektora był mierzony za pomocą multimetru firmy Metex.

1. Wyniki pomiarów z użyciem diody podczerwieni o maksymalnej intensywności świecenia przy $\lambda = 899\text{nm}$:

t	°C	10	20	30	40	50	60
u_s	mV	21,4	21,0	20,8	20,5	20,2	20,0

2. Wyniki pomiarów z użyciem diody podczerwieni o maksymalnej intensywności świecenia przy $\lambda = 892\text{nm}$:

t	°C	10	20	30	40	50	60	70
u_s	mV	23,5	22,8	22,1	21,3	20,2	19,6	18,8

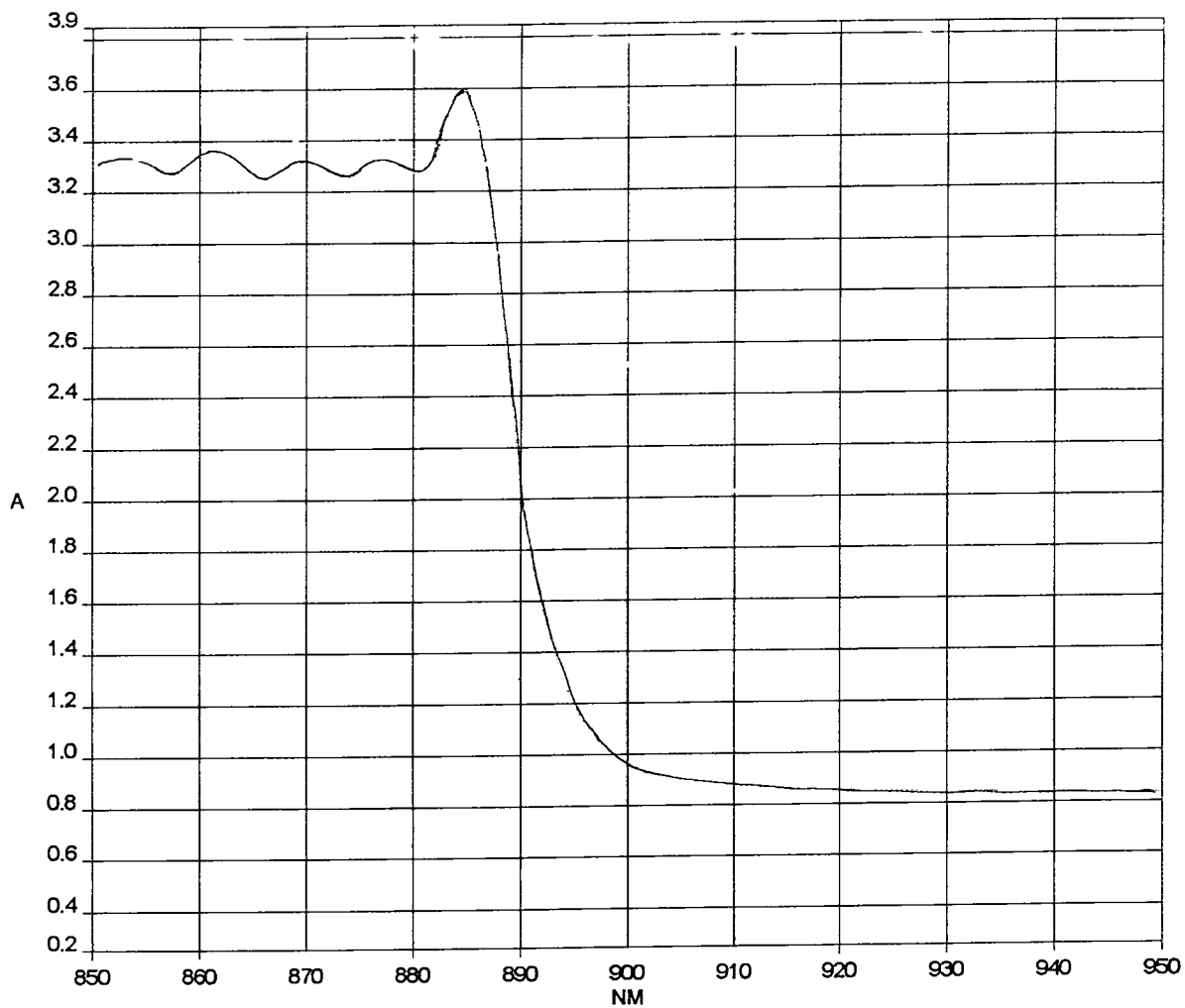


-- ASGA_T1.ASC - 03/12/97

..... ASGA_T2.ASC - 03/12/97

- - ASGA_T3.ASC - 03/12/97

Rys. 4. Krzywe absorpcji kryształu arsenku gallu
w funkcji długości fali dla temperatur
 $T_1 < T_2 < T_3$.

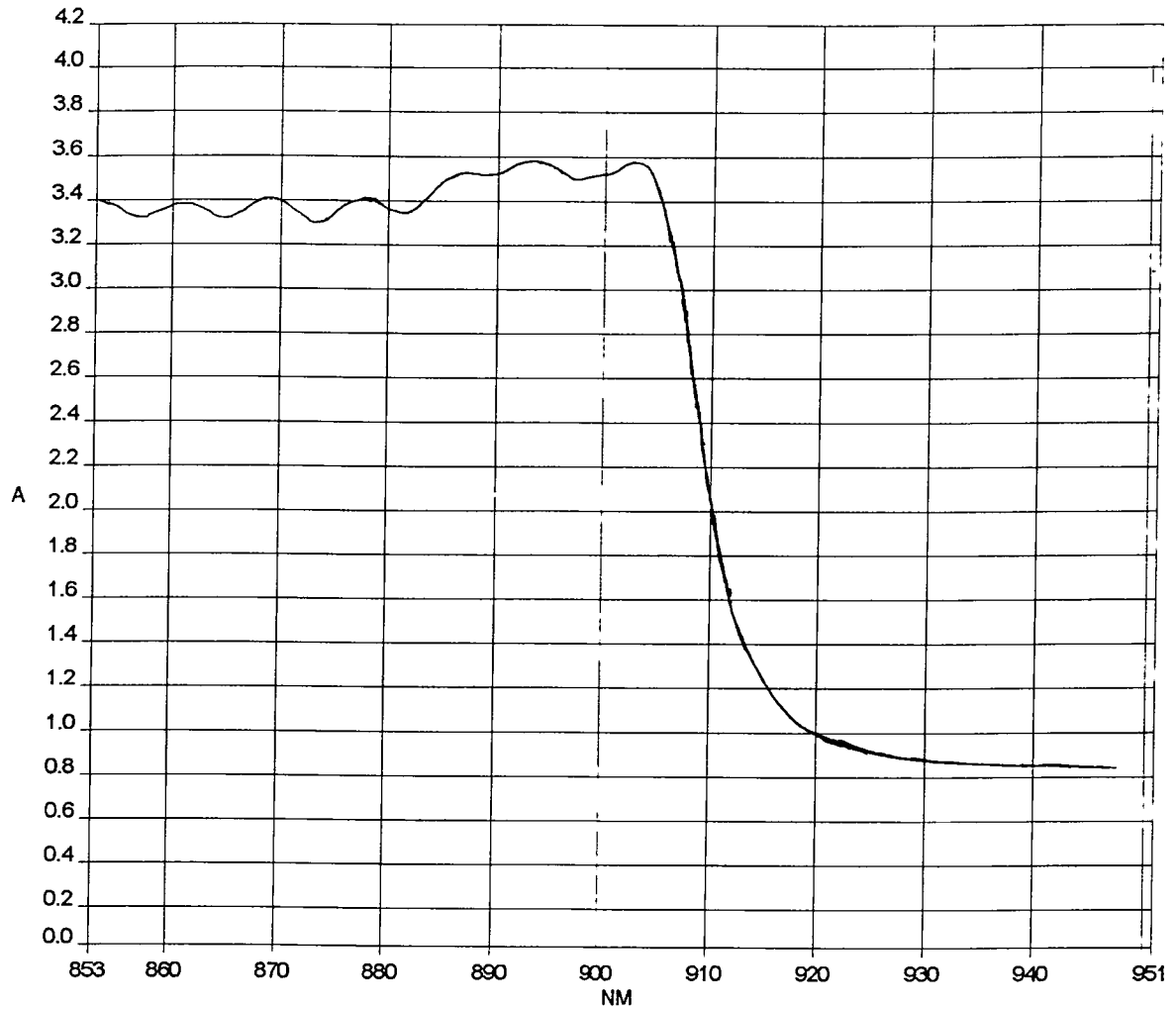


ASGA_SUM.SP - 03/12/97

ASGA_T2.SP - 03/12/97

ASGA_T1.SP - 03/12/97

Rys.5. Krzywa absorpcji kryształu arsenku gallu
w funkcji długości fali dla temperatury
 $T_1 = 22^{\circ}\text{C}$.

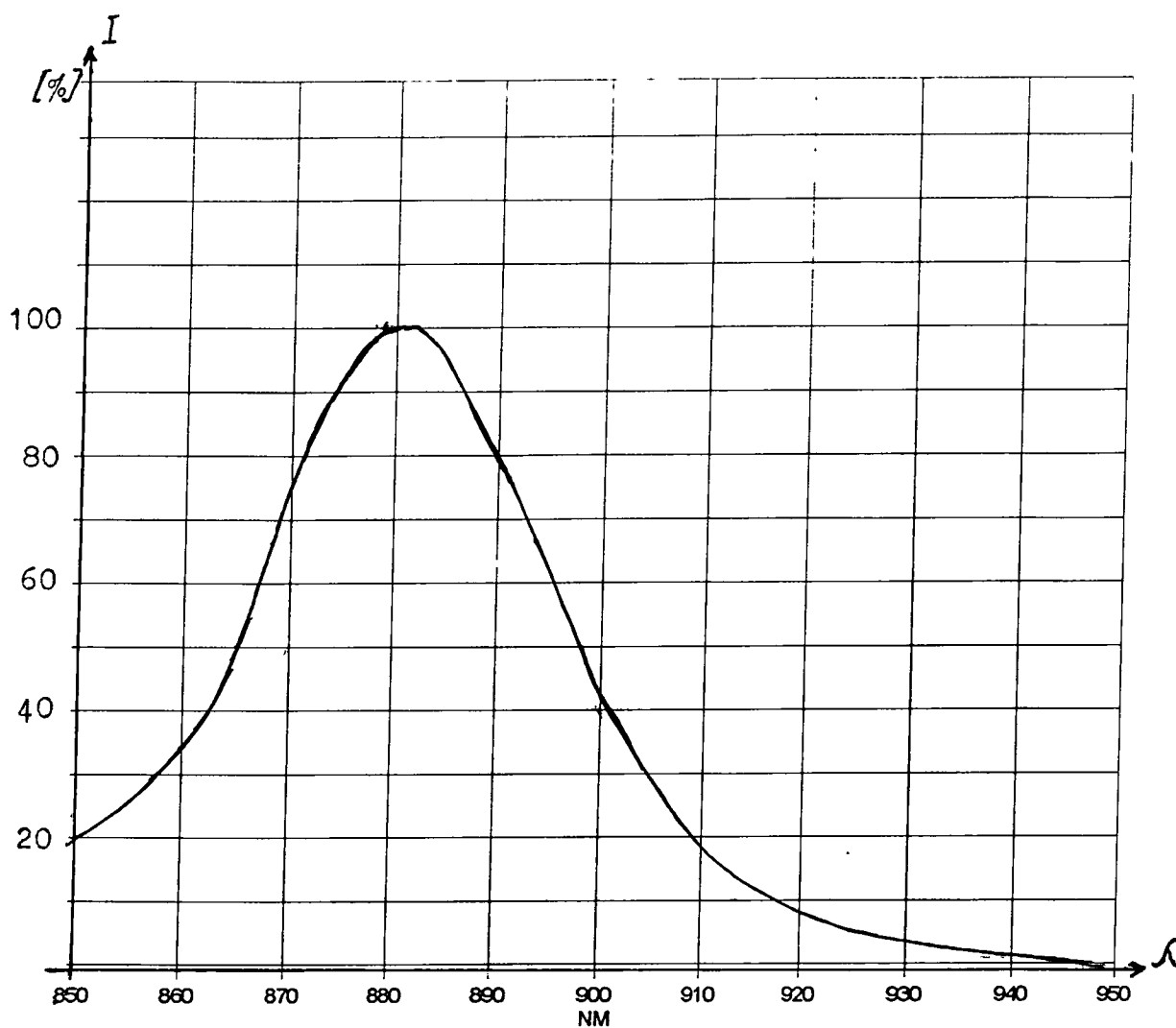


ASGA_T1.SP - 03/12/97

ASGA_T2.SP - 03/12/97

ASGA_T3.SP - 03/12/97

Rys. 6. Krzywa absorpcji kryształu arsenku gallu
w funkcji długości fali dla temperatury
 $T_3 = 45^{\circ}\text{C}$.



ASGA_T1.SP - 03/12/97

Rys. 7. Charakterystyka spektralna diody podczerwieni zastosowanej do pomiaru temperatury metodą optyczną z zastosowaniem światłowodów.

5. Podsumowanie i wnioski.

A. Na podstawie badań pasma absorpcji płytki arsenku gallu i jego progu zadziałania przeprowadzonych na fotospektrometrze można stwierdzić, że zmiana temperatury powoduje widoczną zmianę progu absorpcji.

B. Zależność położenia progu absorpcji od temperatury można wykorzystać praktycznie w układzie pomiarowym opisanym w niniejszym sprawozdaniu. Czułość prostego układu pomiarowego jest jednak niska (poniżej $1\text{mV}/10^\circ\text{C}$) i dlatego konieczne jest duże wzmocnienie układu elektronicznego.

Przyczyny małej czułości są następujące:

- mała stromość zboczy widma diody podczerwieni;
- niedobre pasmo widma diody podczerwieni względem charakterystyk absorpcji płytki arsenku gallu.

C. Przedstawione wyżej wady będzie można znacznie zredukować po zastosowaniu cyfrowej metody pomiarowej z linijką świetlną. Odpowiednie elementy tego układu pomiarowego zostały już zamówione, na którym przewiduje się dalsze badania w następnym etapie pracy.

Sprawozdanie

z badań cech geometrycznych i jakości technologicznej pszenicy kanadyjskiej przechowywanej w komorze z ciągłym monitoringiem temperatury ziarna (komora 3)

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

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

3. Wyniki.

3.1. Cechy geometryczne.

Cechy geometryczne pszenicy kanadyjskiej pobrane umownie z 5 warstw komory są bardzo zbliżone w obrębie badanych frakcji (tab.2). Wyraźnie różniące się wielkości mają takie cechy geometryczne, jak długość, szerokość

obwód, pole powierzchni pomiędzy frakcją stanowiącą złot z sita 2,5 x 25 mm i przesiew 2,2 x 25 mm. Wyniki opisujące cechy geometryczne nie wskazują na możliwość samosortowania ziarna w czasie zasypu lub opróżniania komory. Dowodzi tego również bardzo zbliżony skład frakcyjny badanych warstw (tab.1).

3.2. Jakość technologiczna.

Ziarno pszenicy kanadyjskiej po 6 miesięcznym przechowywaniu miało dobrą jakość technologiczną (tab.3). Wyciąg mąki, popiołowość ziarna i mąki, test sedymentacyjny nie różniły się wyraźnie pomiędzy warstwą górną, środkową i dolną. Jedynie liczba opadania ziarna malała w kierunku warstwy środkowej i dolnej. Największą liczbę opadania, a najniższą aktywność α -amylazy, stwierdzono w ziarnie warstwy górnej niezależnie od wielkości ziarniaków. Wszystkie wyróżniki jakości technologicznej są wynikiem niskiej wilgotności ziarna, która minimalizowała procesy metaboliczne ziarniaków.

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 środkowa	Warstwa dolna
> 2,5 x 25 mm	39,81 %	42,42 %	43,10 %
> 2,2 x 25 mm	39,20 %	37,38 %	34,84 %
< 2,2 x 25 mm	20,80 %	20,44 %	22,10 %

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

	Warstwa	Długość [mm]	Szerokość [mm]	Obwód [mm]	Pole powierzchni [mm ²]	W [-]
Frakcja 1	1	6,69	3,99	25,58	17,53	0,027
	2	6,64	3,93	25,38	17,28	0,027
	3	6,68	3,92	25,42	17,37	0,027
	4	6,73	4,03	25,71	17,59	0,027
	5	6,69	3,98	25,52	17,71	0,027
	zakres	6,64-6,73	3,92-4,03	25,38-25,71	17,28-17,71	0,027
Frakcja 2	1	6,33	3,79	24,15	15,09	0,026
	2	6,39	3,68	24,35	15,15	0,026
	3	6,31	3,74	24,03	14,97	0,026
	4	6,25	3,71	23,87	14,71	0,026
	5	6,28	3,68	24,02	15,03	0,026
	zakres	6,25-6,39	3,68-3,79	23,87-24,35	14,71-15,15	0,026
Frakcja 3	1	5,86	3,26	22,42	12,23	0,024
	2	5,89	3,40	22,55	12,49	0,025
	3	5,82	3,37	22,28	12,16	0,024
	4	5,85	3,37	22,32	12,36	0,025
	5	5,77	3,40	22,17	12,26	0,025
	zakres	5,77-5,89	3,26-3,40	22,17-22,55	12,16-12,49	0,024-0,025

24,55

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

Wyróżnik	Frakcja > 2,5 x 25 mm			Frakcja > 2,2 x 25 mm			Frakcja < 2,2 x 25 mm		
	I*	II	III	I	II	III	I	II	III
wilgotność [%]	10,84			10,82			10,82		
indeks granulacji PSI [%]	49,3	-	49,4	51,3	-	52,8	53,3	-	49,35
wyciąg mąki [%]	82,13	79,31	80,02	79,18	79,25	78,91	80,02	78,91	76,33
zawartość popiołu [% s.m.]	1,77	-	1,75	1,75	-	1,75	1,79	-	1,91
zawartość popiołu w mące [% s.m.]	0,67	-	0,68	0,68	-	0,69	0,69	-	0,70
liczba opadania [s]	499	-	341	591	-	470	621	-	420
wskaznik sedymentacji [cm ³]	35	38	36	40	40	41	39	40	41

* I - warstwa górną, II - warstwa środkowa, III - warstwa dolna

ZAŁĄCZNIK 1. Cechy geometryczne pszenicy.

Warstwa 1

Wymiar geometryczny		FracjaNr.*		
		1	2	3
Długość [mm]	x śr	6,69	6,33	5,86
	x max	7,64	7,44	7,09
	x min	5,69	5,35	4,72
	σ	0,422	0,390	0,420
	σ^2	0,178	0,152	0,176
Szerokość [mm]	x śr.	3,99	3,79	3,26
	x max	5,16	4,95	4,59
	x min	2,68	2,33	1,98
	σ	0,608	0,574	0,768
	σ^2	0,369	0,329	0,590
Obwód [mm]	x śr	25,58	24,15	22,42
	x max	28,72	27,88	26,61
	x min	21,82	20,28	18,02
	σ	1,498	1,362	1,525
	σ^2	2,243	1,854	2,326
Pole powierzchni rzutu [mm ²]	x śr	17,53	15,09	12,23
	x max	23,27	20,90	16,83
	x min	13,13	11,33	8,47
	σ	2,094	1,695	1,589
	σ^2	4,385	2,873	2,524
Współczynnik konturu obwodu obiektu P/O ² [-]	x śr	0,027	0,026	0,024
	x max	0,031	0,030	0,029
	x min	0,023	0,022	0,020
	σ	0,002	0,002	0,002
	σ^2	2,34E-0,6	2,8E-0,6	3,37E-0,6

ZAŁĄCZNIK 2. Cechy geometryczne pszenicy.

Warstwa 2

Wymiar geometryczny		FracjaNr.*		
		1	2	3
Długość [mm]	x śr	6,64	6,39	5,89
	x max	7,67	7,48	7,12
	x min	5,21	5,36	4,49
	σ	0,444	0,429	0,451
	σ^2	0,197	0,184	0,203
Szerokość [mm]	x śr.	3,93	3,68	3,40
	x max	5,16	5,09	4,71
	x min	2,57	2,22	2,10
	σ	0,569	0,662	0,702
	σ^2	0,324	0,438	0,493
Obwód [mm]	x śr	25,38	24,35	22,55
	x max	29,01	28,02	26,47
	x min	20,56	20,84	17,88
	σ	1,552	1,504	1,588
	σ^2	2,409	2,261	2,520
Pole powierzchni rzutu [mm ²]	x śr	17,28	15,15	12,49
	x max	23,29	19,81	18,49
	x min	12,43	10,95	8,79
	σ	2,023	1,712	1,621
	σ^2	4,093	2,930	2,627
Współczynnik konturu obwodu obiektu P/O ² [-]	x śr	0,027	0,026	0,025
	x max	0,032	0,029	0,030
	x min	0,023	0,020	0,019
	σ	0,002	0,002	0,002
	σ^2	3,08E-0,6	2,69E-0,6	3,56E-0,6

ZAŁĄCZNIK 3. Cechy geometryczne pszenicy.

Warstwa 3

Wymiar geometryczny		FracjaNr.*		
		1	2	3
Długość [mm]	x śr	6,68	6,31	5,82
	x max	7,95	7,38	6,93
	x min	5,35	5,35	4,39
	σ	0,439	0,391	0,500
	σ^2	0,193	0,153	0,250
Szerokość [mm]	x śr.	3,92	3,74	3,37
	x max	5,01	4,85	4,62
	x min	2,68	2,57	2,10
	σ	0,554	0,596	0,675
	σ^2	0,306	0,356	0,456
Obwód [mm]	x śr	25,42	24,03	22,28
	x max	29,29	27,60	26,33
	x min	21,12	20,42	17,18
	σ	1,531	1,330	1,802
	σ^2	2,345	1,769	3,248
Pole powierzchni rzutu [mm ²]	x śr	17,37	14,97	12,16
	x max	23,42	19,05	16,78
	x min	11,82	11,64	7,48
	σ	1,955	1,546	1,818
	σ^2	3,821	2,390	3,305
Współczynnik konturu obwodu obiektu P/O ² [-]	x śr	0,027	0,026	0,024
	x max	0,031	0,030	0,030
	x min	0,023	0,021	0,019
	σ	0,002	0,002	0,002
	σ^2	2,31E-0,6	2,74E-0,6	3,48E-0,6

ZAŁĄCZNIK 4. Cechy geometryczne pszenicy.

Warstwa 4

Wymiar geometryczny		FrakcjaNr. *		
		1	2	3
Długość [mm]	x \bar{x}	6,73	6,25	5,85
	x max	7,80	7,24	7,17
	x min	5,69	5,01	4,38
	σ	0,394	0,381	0,515
	σ^2	0,155	0,145	0,266
Szerokość [mm]	x \bar{x}	4,03	3,71	3,37
	x max	5,01	4,81	4,50
	x min	2,68	2,57	2,10
	σ	0,557	0,606	0,646
	σ^2	0,310	0,367	0,417
Obwód [mm]	x \bar{x}	25,71	23,87	22,32
	x max	29,71	27,32	26,75
	x min	22,25	19,99	17,60
	σ	1,384	1,269	1,841
	σ^2	1,914	1,611	3,389
Pole powierzchni rzutu [mm ²]	x \bar{x}	17,59	14,71	12,36
	x max	22,57	18,35	18,08
	x min	13,56	10,71	7,82
	σ	1,802	1,450	1,905
	σ^2	3,246	2,104	3,627
Współczynnik konturu obwodu obiektu P/O ² [-]	x \bar{x}	0,027	0,026	0,025
	x max	0,031	0,030	0,029
	x min	0,022	0,021	0,020
	σ	0,001	0,002	0,002
	σ^2	2,1E-0,6	2,76E-0,6	3,62E-0,6

ZAŁĄCZNIK 5. Cechy geometryczne pszenicy.

Warstwa 5

Wymiar geometryczny		FracjaNr.*		
		1	2	3
Długość [mm]	x śr	6,69	6,28	5,77
	x max	7,57	7,38	6,70
	x min	5,85	5,41	4,41
	σ	0,341	0,400	0,451
	σ^2	0,116	0,160	0,203
Szerokość [mm]	x śr.	3,98	3,68	3,40
	x max	5,31	5,17	4,73
	x min	2,68	2,45	2,10
	σ	0,583	0,696	0,664
	σ^2	0,340	0,485	0,441
Obwód [mm]	x śr	25,52	24,02	22,17
	x max	28,44	27,71	25,49
	x min	22,22	20,84	17,32
	σ	1,196	1,396	1,592
	σ^2	1,429	1,950	2,535
Pole powierzchni rzutu [mm ²]	x śr	17,71	15,03	12,26
	x max	21,89	20,07	16,77
	x min	14,55	11,68	8,20
	σ	1,624	1,535	1,541
	σ^2	2,639	2,356	2,375
Współczynnik konturu obwodu obiektu P/O ² [-]	x śr	0,027	0,026	0,025
	x max	0,031	0,031	0,031
	x min	0,024	0,021	0,021
	σ	0,002	0,002	0,002
	σ^2	2,46E-0,6	2,68E-0,6	3,68E-0,6

¹ Jakość technologiczna ziarna pszenicy z górnej i dolnej warstwy komory przechowalniczej

* ŁUCJA FORNAL

* KATARZYNA MAJEWSKA

* WITOLD GUDACZEWSKI

** ANDRZEJ KOBOSKO

* Akademia Rolniczo-Techniczna im. M. Oczapowskiego w Olsztynie

Katedra Technologii Produktów Roślinnych

**Przemysłowy Instytut Automatyki i Pomiarów w Warszawie

Przechowywanie ziarna zbóż ma wiele celów w racjonalnej gospodarce żywnościowej społeczeństw świata. Jednym z nich jest utrzymanie jakości technologicznej i minimalizowanie strat przechowalniczych. Osiągnięcie tego celu zależy od cech fizycznych ziarna zbóż, właściwości cieplnych, biochemicznych i chemicznych. Przechowywanie ziarna o wilgotności 12-13% w silosach metalowych lub komorach betonowych wymaga automatycznej kontroli temperatury. Procesy cieplne są pierwszym sygnałem intensyfikowania procesów fizjologicznych przechowywanego ziarna [2]. Rozkład temperatury ziarna na przekroju silosu lub komory przechowalniczej ma wpływ na jego jakość technologiczną [3].

Poznanie związków pomiędzy jakością technologiczną ziarna poszczególnych warstw a ich temperaturą jest ważne, ale ich wyznaczenie jest trudne w przypadku komór przemysłowych o dużej pojemności, bez otworów do pobierania prób z określonej wysokości słupa ziarna.

¹ Badania finansowane przez KBN, grant nr 5 PO6F 01611

Najczęściej akumulacja ciepła i migracja wody powoduje wzrost temperatury w centralnych partiach silosu lub komory. Warstwy zewnętrzne; górna, dolna i przylegająca do ścian komory mają temperaturę niższą.

W niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań jakości technologicznej ziarna pszenicy przechowywanego w komorze elewatora z zainstalowanym systemem pomiaru temperatury. W ocenie jakości technologicznej ziarna uwzględniono cechy geometryczne, zawartość białka, test sedymentacyjny, twardość oraz wybrane cechy reologiczne ciasta.

Material i metody badań

Materiałem badań było ziarno pszenicy przechowywane w komorze elewatora PZZ w Szymanowie. W komorze był zainstalowany system do ciągłego monitoringu temperatury (typu METROTERM DAC-20 opracowany w Przemysłowym Instytucie Automatyki i Pomiarów), pojemność komory wynosiła 850 ton. Temperatura ziarna warstwy dolnej wynosiła 21.3 °C, górnej 14.7 °C

Do badań pobrano ziarno z warstwy górnej i dolnej badanej komory. Ziarno sortowano za pomocą sit Vogla otrzymując trzy frakcje: zlot z sita 3.2 x 25mm (frakcja 1) i z sita 2.5 x 25mm (frakcja 2) oraz przesiew z sita 2.5 x 25mm (frakcja 3).

Cechy geometryczne ziarna wyznaczono stosując technikę wizyjnej analizy obrazu opisaną w wcześniejszych pracach [5]. Jakość technologiczną oznaczono mierząc: indeks granulacji PSI wg Williamsa i Soberinga [9], twardość pojedynczych ziarniaków - stosując test ściskania przy pomocy UMT Instron 4301 [6], zawartość białka metodą Kiejdahla, liczbę sedymentacji wg Zeleny'ego (PN-93/A-74019), liczbę opadania wg Hagberga-Pertena (ICC Standard No. 107). Stopień uszkodzenia skrobi oznaczono zmodyfikowaną metodą Barnes'a [1]. Cechy reologiczne ciasta wyznaczono stosując komorę ekstruzyjną OTMS o powierzchni przekroju 50cm² i dnie perforowanym. Tłok komory umocowany był w głowicy

UMT Instron 4301. Ciasto wytłaczano z prędkością 50mm/min. Uzyskaną krzywą wytłaczania analizowano używając oprogramowania Instron IX Series ver. 5.02. Do charakterystycznych punktów krzywej należały: pakowność, zwięzłość, spoistość ciasta, maksymalna siła wytłaczania oraz energia wytłaczania ciasta [4,6]. Właściwości wiskozymetryczne mąki określano za pomocą amylografu Brabendera z elektroniczną kontrolą temperatury wg ICC Standard No.126.

Omówienie i dyskusja wyników

Cechy geometryczne ziarna

Właściwości cieplne i higroskopijne ziarna zbóż są cechą gatunkową. Zależą także od składu chemicznego, wielkości ziarniaków i innych składników masy zbożowej oraz wielkości przestrzeni międzyziarnowych. Wielkość ziarniaków zbóż oddziałują na intensywność samosortowania ziarna w czasie zasypywania komory [7, 8]. Wyznaczone cechy geometryczne ziarna pszenicy warstwy górnej i dolnej wskazywały na szereg różnic. Ziarniaki warstwy dolnej charakteryzowały się większymi wymiarami, a różnice te były największe dla frakcji stanowiących przesiew przez sito 2,5 x 25mm (tab.1). W warstwach górnej i dolnej badanej komory różny był udział procentowy ziarniaków o określonych wymiarach. W warstwie górnej małał udział ziarna stanowiącego zlot i przesiew przez sito 2,5 x 25mm (tab.3). Badana komora była zasypana ziarnem pszenicy stanowiącym mieszaninę dwóch nieznanymi odmian różniących się barwą. Cechy geometryczne ziarniaków białych były wyraźnie mniejsze w porównaniu z ziarniakami czerwonymi (tab.2). Różnice w cechach geometrycznych badanych ziarniaków dotyczyły długości oraz współczynnika kształtu W.

Charakterystyka cech geometrycznych ziarna pszenicy warstwy górnej i dolnej, w układzie badanego eksperymentu może sugerować występowanie większych różnic w cechach geometrycznych w centralnych warstwach komory

przylegających do ścian bocznych. Czy może mieć to wpływ na intensywność procesów metabolicznych oraz niezawodność instalacji i dokładność pomiaru temperatury trudno jednoznacznie stwierdzić na podstawie tych badań. Nie mniej jednak, wyniki tych badań sygnalizują niejednorodność cech geometrycznych szczególnie ważnych w przypadku zasypywania ziarna, które jest mieszaniną odmian.

Jakość technologiczna ziarna

O wartości przemiałowej ziarna dwóch badanych warstw informują takie cechy, jak twardość i stopień uszkodzenia skrobi. Twardość ziarniaków mierzona zarówno wytrzymałością na ściskanie jak i stopieniem rozdrobnienia (PSI) w większym stopniu zależała od wymiarów/cech geometrycznych ziarna niż miejsca pobierania próby (tab.4). Im mniejsze były wymiary ziarniaków tym mniejsza była siła odkształcenia niesprężystego. Natomiast warstwa górna/ dolna w komorze w dużym stopniu zmieniała ważną w młynarstwie cechę mąki tj. stopień mechanicznego uszkodzenia skrobi, który był większy dla frakcji 2, warstwy górnej (tab.4). Z kolei, wśród wyróżników technologicznych informujących o wartości wypiekowej mąki charakterystyczna była niższa zawartość białka w ziarnie warstwy dolnej w porównaniu z warstwą górną, niezależnie od cech geometrycznych ziarna. Natomiast obliczony współczynnik A, potwierdza opisaną przez Kubiaka i Fornal [5] zależność o większej koncentracji białka na jednostkę powierzchni przekroju poprzecznego w ziarnie o malejących wymiarach geometrycznych (tab.5). Zróżnicowana zawartość białka w ziarnie warstwy górnej i dolnej uzasadniała również wyraźne różnice w liczbie sedimentacji oraz w liczbie opadania (tab.5).

Różnice w jakości technologicznej ziarna pszenicy warstwy górnej i dolnej potwierdziły wyniki badań właściwości fizykochemicznych skrobi i cech reologicznych ciasta (tab.6). Skrobia ziarna pszenicy warstwy górnej

charakteryzowała się wyraźnie niższą lepkością w temperaturze kleikowania w porównaniu z warstwą dolną. Wykazano również, że lepkość ta zależy od cech geometrycznych ziarna. Podobnie takie cechy reologiczne ciasta, jak spoistość, maksymalna siła wytłaczania i energia wytłaczania były wyższe dla ciasta z mąki otrzymanej z ziarniaków warstwy górnej (tab.6). Wielkości te różnicowała wielkość ziarna. Jeśli cechy amylograficzne mąki łączyć z mniejszą zawartością białka w ziarnie warstwy dolnej to cechy reologiczne ciasta są w większym stopniu związane z wyższą zawartością białka i liczbą sedymentacji ziarna warstwy górnej.

Podsumowanie

Wyniki badań wykazały, że jakkolwiek ziarno warstwy górnej i dolnej badanej komory różni się cechami geometrycznymi, twardością, jakością technologiczną i wartością wypiekową, to przy stałej i niskiej temperaturze przechowywania spełnia wymogi ziarna pszenicy do przetwórstwa. Jednak opisane związki potwierdzają, jak złożonym procesem inżynierskim jest zasyp ziarna i wynikające z tego skutki w projektowaniu instalacji do ciągłego pomiaru temperatury.

Piśmiennictwo

[1] Barnes W.C., 1987, The rapid enzymatic determination of damaged wheat, *Starch*, 30 (14):114-119.

[2] Kobosko A., 1996, Systemy pomiarowo-kontrolne stosowane w magazynach materiałów sypkich i ziarnistych. Przemysłowy Instytut Automatyki i Pomiarów. Praca monograficzna.

[3] Fornal Ł., Greig D.J., Michuri G., 1982, The effect of climatic condition on heat and moisture migration in maize stored in metal silo. *Proceedings of 7th World Cereal and Bread Congress, Prague 1982.*

[4] Dobrzycki J., N. Baryłko-Pikielna, 1986, Instrumentalne metody pomiaru tekstury żywności. Prace IZZ, Warszawa.

[5] Kubiak A., Ł. Fornal, 1994, Interaction between geometrical features and technological quality of wheat grains. Pol. J. Food Nutr.Sci. 3/44, no.4:75-85.

[6] Majewska K., 1996, Opracowanie metodyczne (materiały własne).

[7] Wierzbicki K., D. Choszcz, 1990, Zagadnienia rozwarstwiania się mieszanin ziarnistych podczas magazynowania i transportu. Biul. Naukowy ART Olsztyn, 1(6): 135-147.

[8] Wierzbicki K., D. Choszcz, S. Konopka, 1996, Wstępne badania nad rozwarstwianiem się mieszanin ziarnistych w silosach cylindrycznych. Acta Acad. Agricult, Tech. Olst. Aedficatro et Mechanica, no.28:153-161.

[9] Williams P.C., D.C. Sobering, 1986, Attempts at standarization of hardness testing of wheat. I.The grinding/siewing (Partical Size Index) method. Cereal Foods Word 31(5):359-365.

Tabela 1. Średnie wielkości cech geometrycznych

Wymiar	Fracja 1		Fracja 2		Fracja 3	
	↓	↑	↓	↑	↓	↑
dół - góra komory →						
długość [mm]	7.40	7.26	7.26	6.96	6.93	6.52
szerokość [mm]	4.66	4.65	4.36	4.27	4.15	4.02
obwód O [mm]	28.23	27.26	27.39	26.43	2.80	24.69
pole pow. P [mm ²]	23.90	23.50	21.62	20.43	18.54	17.38
$W = P/O^2$	0.030	0.030	0.029	0.029	0.028	0.028

frakcja 1 - złot z sita 3.2 x 25mm

frakcja 2 - złot z sita 2.5 x 25mm

frakcja 3 - przesiew z sita 2.5 x 25mm

Tabela 2. Średnie wielkości cech geometrycznych ziarniaków czerwonych i białych

Wymiar	Próba losowa		
	białe	mieszanina	czerwone
długość [mm]	6.72	7.04 -	7,5
szerokość [mm]	4.19	4.27	4.38
obwód O[mm]	25.61	26.72	27.44
pole pow. P [mm ²]	19.42	20.81	21.63
$W = P/O^2$	0.029	0.029	0.028

Tabela 3. Udział [%] poszczególnych frakcji

Warstwa	Frakcja 1	Frakcja 2	Frakcja 3
warstwa dolna	41.55	33.47	23.93
warstwa górna	55.24	27.33	17.34

Tabela 4. Jakość technologiczna ziarna - cechy wytrzymałościowe

Material	Rodzaj próby	Wilgotność [%]	Twardość ziarniaka [N]	PSI (14%) [%]	Stopień uszkodzenia skrobi [mg glukozy/1g mąki]
ziarno pszenicy warstwa górna	mieszanina	13.22	91.60	49.65	62
	frakcja 1	13.60	104.10	47.78	85
	frakcja 2	13.30	97.80	44.28	95
	frakcja 3	13.22	86.60	46.53	75
ziarno pszenicy warstwa dolna	mieszanina	13.09	99.60	50.51	72
	frakcja 1	13.05	104.00	51.70	55
	frakcja 2	12.96	90.40	47.47	53
	frakcja 3	12.96	91.40	48.01	75

Tabela 5. Jakość technologiczna ziarna - frakcja białkowa

Material badań	Rodzaj próby	Pow. ziarna P [mm²]	Zawartość białka B [% s.m.]	Wsp. A P/B	Liczba sedymentacji [cm³]	Liczba opadania [s]
mieszanina warstwa górna	mieszanina		12.25	0.60	33	248
	frakcja 1	23.50	12.20	0.52	37	311
	frakcja 2	20.43	12.08	0.59	33	308
	frakcja 3	17.38	12.03	0.69	32	253
mieszanina warstwa dolna	mieszanina		10.49	0.49	19	332
	frakcja 1	23.90	10.37	0.43	20	316
	frakcja 2	21.62	10.03	0.46	24	334
	frakcja 3	18.54	10.54	0.57	21	272

Tabela 6. Jakość technologiczna ziarna - charakterystyka amylograficzna mąki i cechy reologiczne ciasta

Materiał badań	Rodzaj próby	Ocena amylograficzna			Cechy reologiczne ciasta				
		Lepkość η_{max} [j.B.]	T_{pk} [°C]	T_{kk} [°C]	Pakow- ność [mm]	Zwięzłość [mm]	Spoistość Fw [N]	Maks. siła wytłacza- nia F_{max} [N]	Energia wytła- czania E_w [J]
mieszanina		245	56	74	17.00	75	610	850	27.60
pszenicy	frakcja 1	470	57	84	18.50	52	380	520	15.04
↑	frakcja 2	447	56	83	18.20	41	462	462	13.86
w. górna	frakcja 3	232	57	71	20.00	55	420	570	15.73
mieszanina		487	57	83	20.00	40	290	430	11.16
pszenicy	frakcja 1	500	57	84	22.00	52	500	840	21.41
↓	frakcja 2	440	57	82	21.00	46	350	557	14.48
w. dolna	frakcja 3	690	57	86	23.50	50	355	490	11.92

COMPUTER SYSTEM FOR THERMAL MEASUREMENT WITH OPTOELECTRONIC SENSORS IN GRAIN ELEVATORS

Andrzej Kobosko

Industrial Research Institute for Automation & Measurements, Warsaw,
Poland

Abstract: In the paper the results of our experiments with noncontact temperature measurement - radiation temperature measurement in mass grain will be presented. On the basis of this experience thermal processes in the grain storages will be analysed. We propose the new type heavy duty temperature cables for the silos and elevators with classic and optoelectronic sensors. We present the new systems of control and measurements sensors. This system give also the better prevention against a hazardous increase in temperature as well as against the explosion in the elevator chamber.

Keywords: Thermal distribution, storage monitoring system, Optoelectronic device and sensors

1. INTRODUCTION

Monitoring systems for foods and grain products are controlling microclimate and these products during storage time. In grain and foods there occur metabolic processes under storage conditions. This lead to generation of thermal energy, increase in temperature, change of humidity and concentration of emission of CO, CO₂, ethanol vapour and others. Intensity of this process depends on the increase in the loss of storage materials which are exponential function of temperature increment (above 60-70°C). In extremely noncontrolled conditions the explosion of the silo or elevator chamber can happen. Statistically explosion in storages occurs once a year on the European scale.

The second cause of explosion in storages are hazardous areas which depending on the of technological process especially during grain loading and unloading. During this process the flammable atmosphere is more susceptible to electrical sparking. All the electrical equipment working in this flammable atmosphere must meet requirements for Intrinsically Safe Circuit.

Efficient Monitoring Systems are to prevent uncontrolled situation and their operation cannot be the cause of the accident. New optoelectronic technique decreases explosion danger but it does not eliminated completely. Laser and fiber cables will be also analyse of for increasing intrinsically safety.

In this report we present new temperature cables which are a block of the monitoring system and the results of infrared measuring of temperature field in grain mass.

2. MONITORING SYSTEM

In grain, fruit and vegetables monitoring systems are controlling a few basic parameters: temperature, humidity, level of prism (loading) and microclimate inside storage builds. Temperature cables with multisensors are very specific especially designed for this system. Length range of these cables are from few metres up to several for heavy duty temperature cables. Signal from temperature cables flow to Data Acquisition Modules (fig.1). For one cable

with 8 sensors we use eight analogue input modules with digital output through an RS - 485 interface from the host computer in the central unit. From RS -485 network through RS 485 / RS 232 converter can be connected to the host computer type IBM PC/AT or compatible.

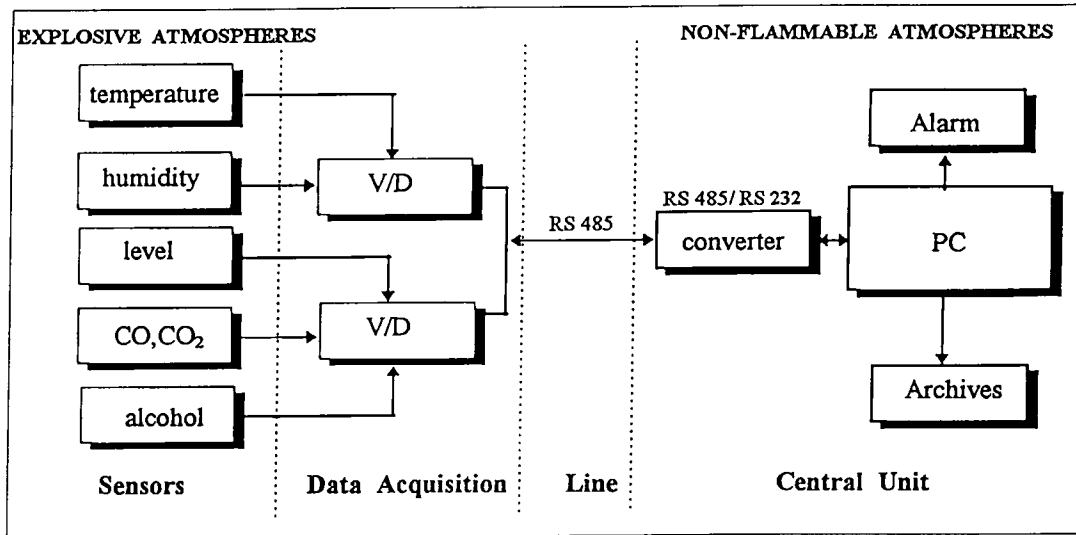


Fig.1. Schematic block diagram for Monitoring System

Alarm functions are set up on the alarm block for example in case of exceeding temperature limits. This temperature value depends on technology procedure. Similarly, we can set up temperature increment value, humidity limits etc. Actual values and alarm set up will be archived in Central Units during real time and stored technology period.

Monitoring systems will be cooperative with automatic control systems which mixes air flow, and other factors to receive optimal ventilation conditions.

3. HEAVY DUTY TEMPERATURE CABLES

Temperature flow from temperature source in the grain mass to cable sensors is presented in fig.2., it depend on a few barriers to temperature gradients.

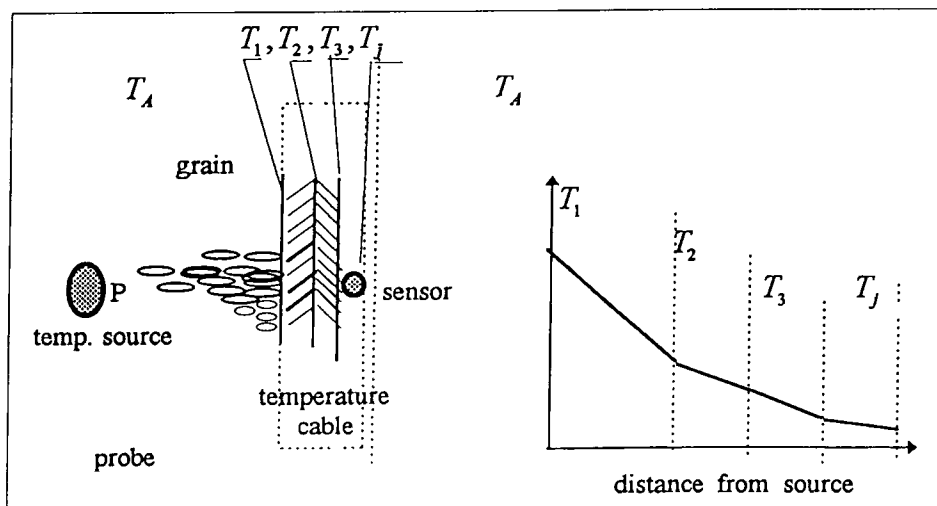


Fig.2. Temperature flow from grain to cable sensor

Total accuracy of the temperature cable is a sum partial errors. Heat from source flows into the mass grain by touch, convection and radiation. The last two components depend on molecular air in the grain area. Temperature decreases across cable layers reaches T_j . In effect, the sensor temperature is below the source temperature. We know about it, but up to date, we do not know better measuring methods in the grain mass [2].

Heavy duty temperature cables must fulfil a few requirements, sometime in the opposite meaning. They are, first of all, metrological parameters and mechanical strength (fig. 3).

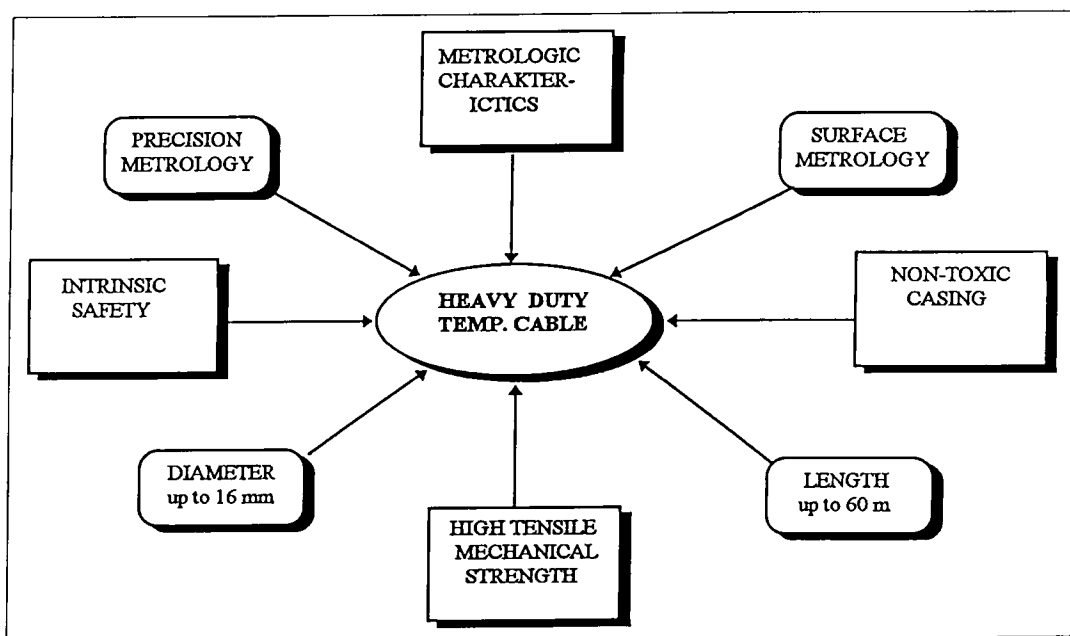


Fig.3. Design process of creative Temperature Cables

Protective coating of this temperature cable must be non-toxic because the storage contains food products. Mechanical load of these cables is a proportional function its diameter:

$$L = k\phi_z \frac{1}{\mu} l$$

where: L - load, k - proportional coefficient, ϕ_z - outer diameter, μ - coefficient of friction, l - distance from radial position the cable in a bin,

Proportional coefficient reproduces static and dynamic loads. In our research we obtained the dynamic load about ten times higher than the static load. Therefore the temperature cable must withstand a mechanical load, but it determine its dimension. If this dimension increases due to mechanical strength, speed of temperature flow reduce on these cables and metrological parameters are lower. We are aiming at sensor miniaturisation for the same reason.

The third problem is the electrical safety of these cables especially their intrinsic safety. Under the loading and unloading of the silo (bin) electrostatic charges on cable surface are generated. If we do not unload efficacious this electric charge, the explosion may occur in flammable atmosphere. Concentration of grain dust for one percentage value of humidity under storage is show in Table 1.

Table 1. Concentration of grain dust for 13% humidity

	wheat	rye	maze
Concentration [mg/m ³]	2 500	2900	19 700

Electrostatic charge Q_{st} depends on the cable structure of materials, outer surface, coefficient of frictional (grain-cable) and grain speed during loading and unloading according to the following equation:

$$Q_{st} = kq_0\Phi_z/l\mu v$$

where: k - proportional coefficient, q_0 - elementary charge, l - distance above grain level, v - grain speed under load,

In the monitoring system only temperature cables are working in the flammable atmosphere. Other blocks are in the normal atmosphere. The intrinsic safety criteria can be assured by:

- * Zener Barriers
- * Intrinsically safe temperature cable construction

The first method used for a smaller monitoring system, in bigger system special constructions are better from economic point of view.

Fig. 4 shows the results of testing thermal inertia for two temperature cables: one type heavy duty and second type medium duty (smaller diameter). Our research result were obtained on noncontact thermometer.

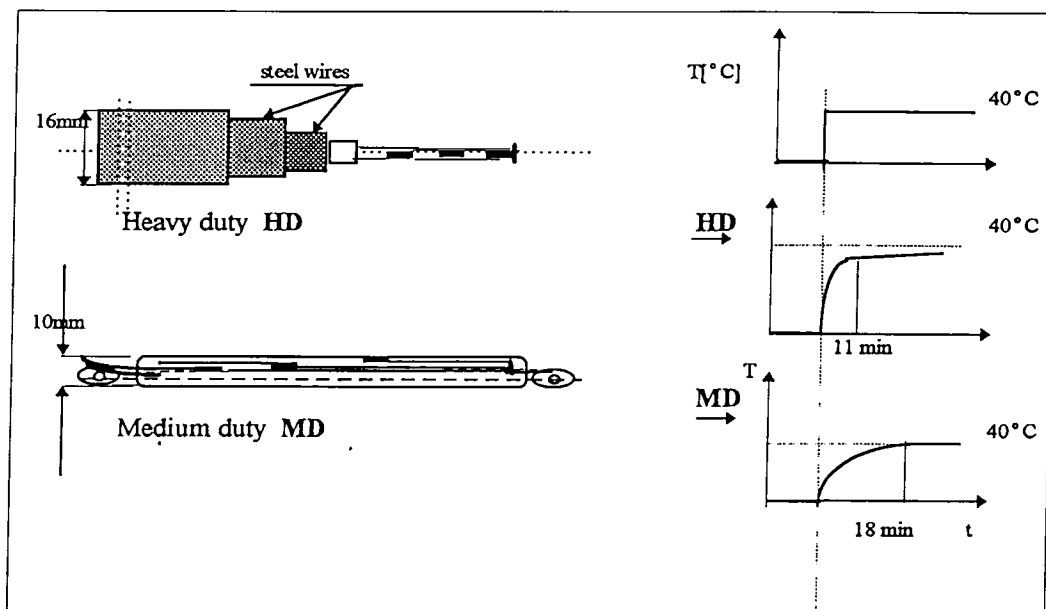


Fig.4. Type and accuracy of temperature cables

We measure cable sensor response time for rapidly increasing temperature: 0 to 40 °C. Temperature source is a one meter cylinder inside sample of the cable. From analysed response time we obtained interesting results. Response time increase for small diameters and vice versa [2]. It depends on the structure of these cables. For heavy duty cables the response time is short because two layers are steel wires and the flow of temperature is easy, but the temperatures measured are below the real value. It is the result of influence of thermal inertia on these wires.

4. MEASUREMENT IN INFRARED AREA

We used noncontact thermometers for two applications:

- * to define the optimal measurement temperature method in grain mass,
- * to design temperature fiber optic cables during the research process

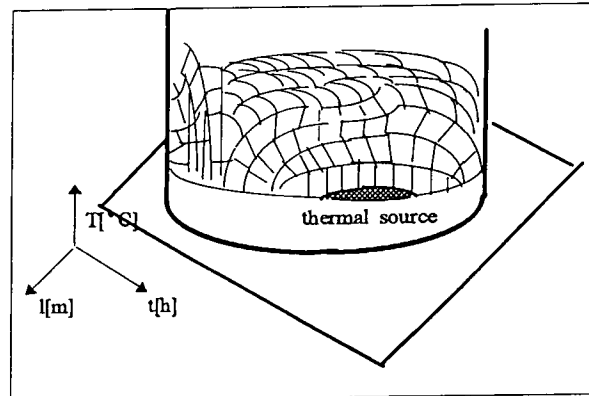


Fig.4. Temperature distribution of grain bin

For the first point we measure temperature by portable infrared thermometer with precision laser aiming with Data-Temp. software from PC. By this measurement we reported thermal distribution analysis in grain steel bin (fig.4). We can test temperature field from a few types of source and we observed change of thermal line guidance near the bin side and bottom and upper levels of grain. Based on this research we can determine to spacing points of sensors in grain mass. This points constitute the distance between sensors in one cable. This distance is different as compared to the prevailing measure standards.

On these infrared thermometers we also determine the response time for a few cables (fig.3). The idea of temperature measurement on fiber cables are base on Raman's theory [3]. Recently, the optoelectronic method has been confirmed in medicine as well as in industrial application [1,4]. Fig.6 shows probe of fiber optic cable with an example of one temperature fiber sensor.

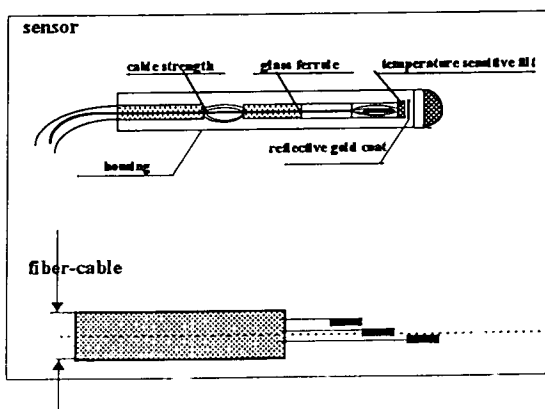


Fig.6. Temperature fiber-cable

In comparison with classic heavy duty temperature fiber cables has a lower dimension (8mm) and the same applies to the load (suffice 30 kN instead 80kN). The intrinsic safety is being tested now and then it will be tested during normal exploitation.

HA

REFERENCES

- [1] M.C. Elias, S.J. Strach, OSNET™ - an engineered fibre - optic sensing system for industrial applications, *Industrial Journal of Optoelectronics*, 1991, vol.6 Nos.1/2, pp.145-163.
- [2] A. Kobosko, Thermal distribution analyse on material storages realised by non contact measurement, *Proceedings of the ISMTII '96*, Hayama, Japan, 1996, pp.113-118.
- [3] E.Long D.A., *Raman spectroscopy*, Mc Graw - Hill, London 1977.
- [4] W.J. Bock, W. Urbanczyk, Selected application of fibre-optic sensors based on highly birefringent fibers, *Application of Photonics Technology*, G.A. Lampropoulos et al., Plenum Press, New York, pp. 315-316, 1996.

Contact point: Andrzej Kobosko, Industrial Research Institute for Automation & Measurements - PIAP,
Al. Jerozolimskie 202, 02-486 Warszawa, Poland, Phone (22) 863-88-64, Fax (48 22) 863-88-64
E-mail: AKOBOSKO@sg.piap.waw.pl

MONITORING OF THERMAL PROCESSES IN GRAIN STORAGE

Andrzej Kobosko

Industrial Research Institute for Automation & Measurements
Al. Jerozolimskie 202, 02-486 Warszawa

Abstract. The metabolic processes in grain storages cause heat generation. The monitoring of temperature and other parameters is aimed at their control and prevention against the exceeding of maximum values. The exceeding of temperature limit in the grain storage is harmful to grain and may cause the explosion in the elevator chamber. In the paper the measurement methods using the elastic temperature cables have been presented. The directions of the further development of the measurement systems have also been outlined.

Key words: grain storage, thermal processes in grain, methods of temperature measurement.

1. INTRODUCTION

The metabolic processes occurring in grain mass during storage cause the absorption of oxygen from the atmosphere, emission of CO₂ as well as release of many other substances. During anaerobic respiration these will include ethanol, lactic acid, aldehyd etc. These processes release some thermal energy due to the breaking of the carbon chain during the combustion of sugar or fat as well as the release of CO₂ and H₂O. This leads to physico-chemical changes and the loss of dry grain mass defined as the natural loss characterising the quantity losses in grain. The intensity of metabolic processes is determined by the respiration energy which depends on grain humidity and temperature. The respiration energy increases as the function of temperature and moisture (humidity). In some intervals this is an intensive exponential increase (Fig.1). Above 20°C and moisture exceeding 14% each temperature increment by 10°C, the amount of CO₂ and the related loss in dry grain

mass increases by the order of magnitude. In the temperature interval 30°C to 40°C the emission of CO₂ and the generation of thermal energy increase even more.

The FAO report [5] includes the chart of temperature and moisture as well as their impact on the processes occurring in the stored grain. The best storage conditions occur in the ranges of temperature below 20°C and humidity lesser than 16% (zone 1 in Fig. 2.) The increase of temperature and humidity also favours the growth of microbes, bacteria etc. which by themselves may generate thermal energy and may also contribute to bad quality of grain and its germination power as well as losses in grain storages. They also depend on the time of grain storage at given parameters of humidity and temperature. In the short time of storage these conditions may be much more rigorous. The author's study [2] shows that short-term storage of grain mass with higher moisture and temperature is possible, but this cannot be the case for the periods of several weeks or months. The best storage conditions occur in the range of temperature below 20°C and moisture lower than 6% (zone 1 in Fig. 1).

Higher temperatures and moisture lead to the development of a number of other processes which result in disadvantageous phenomena in grain mass and in decreasing its utility value. The research in the experimental chamber of a typical grain elevator [3] on the intensity of metabolic processes comprised also chromatographic research.

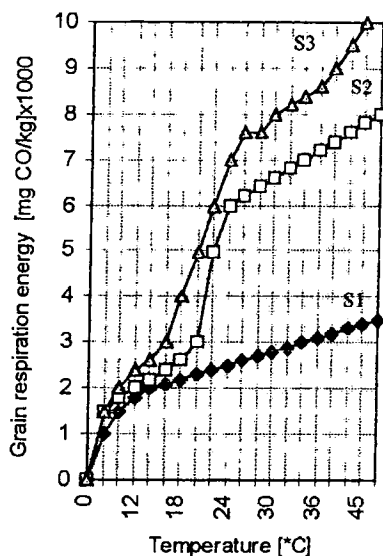


Fig. 1. Influence of temperature on the energy of rye grain respiration with moisture: S1 = 12.8%, S2 = 16.9%, S3 = 19.8% after [1]

Samples were taken from the lower and upper layer of the prism (Fig. 3) having the same temperature.

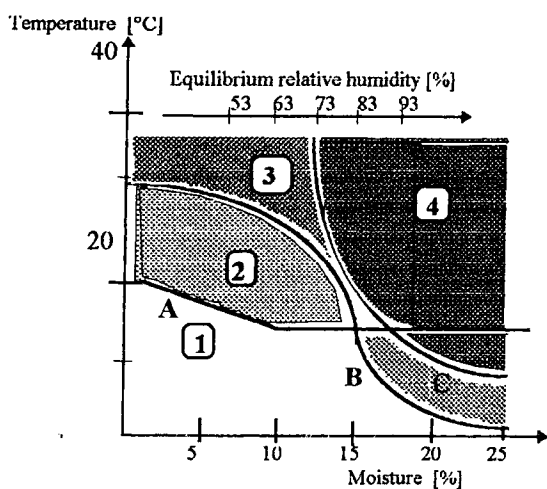


Fig. 2. Values of temperature, relative humidity and moisture content for safe storage, insect and fungal heating and fall in germination
 1. Safe
 2. Insect heating
 3. Fall in germination
 4. Fungal heating
 A. Lower limit for insect heating
 B. Lower limit for germination
 C. Lower limit for fungal heating From [5]

In the lower layer, having poor natural aeration, the number of micro-organisms was much lower than in the upper layer in which moisture was higher. In the temperatures lower than 10°C the number of micro-organisms decreased. In the present paper only the methods of temperature measurement were presented, since they are specially important in the industrial grain storage and are most frequently used to control metabolic processes.

2. TEMPERATURE DISTRIBUTION IN GRAIN MASS

Metabolic processes occur in the whole grain mass but due to heterogeneity of grain (impurities, moisture etc.) there are the areas of considerably higher temperature than that of the surrounding layers. Such areas, called sources of self-heating, reach higher temperatures due to poor carrying away of heat from the grain. Thermal conductivity of grain is very low and can be compared to that of asbestos, which is considered as a perfect insulator. When studying temperature distribution in grain mass, zones of hazardous temperature increments can be found; if the limits of temperature values are exceeded appropriate technological measures can be applied. The purpose of analytical research started by Sergunow [4] was to determine temperature distribution caused by the sources of local self-heating with model geometrical shapes: plane of the sphere and cylinder. Differences in the courses appeared to be small and that is why the simulation experiments focused on plane sources. The increase of temperature from such a source can be observed in the distance of up to ± 1.5 m. (Fig. 4). Three days after the appearance of the source, temperature increase is insignificant, but already after 8 days grain temperature in this area may reach 50°C and its further increase becomes hazardous. That is why

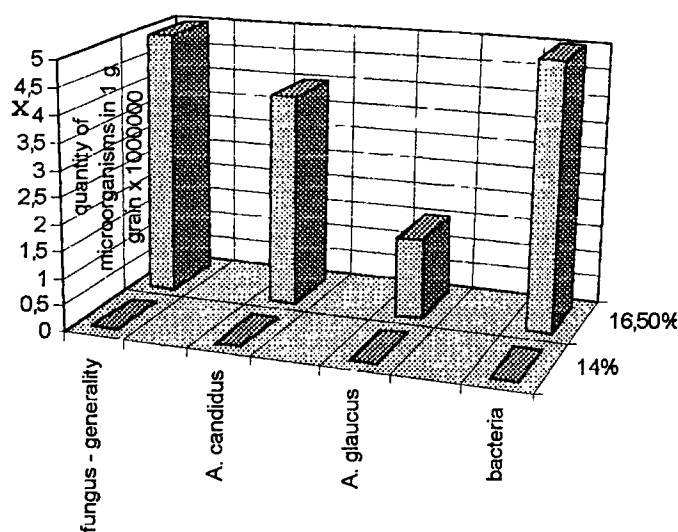


Fig. 3. Surface infection of wheat grain with moisture: 14% - for a sample from the lower layer of the prism and 16.5% - for a sample from the upper layer, stored at 10°C

temperature is needed by use of temperature sensors distributed in grain mass.

3. MONITORING SYSTEM

In grain storages the monitoring system „SM” permits a control of the following parameters: temperature and moisture of grain and degree of loading (filling of the elevator chamber). In addition, measurements of microclimate as well as atmospheric parameters (outside, inside the storage) are made. This is of special importance in case of enforced ventilation.

For most of the measurements universal sensors and industrial converters are used (Fig. 5). Temperature measurements inside grain mass are made by use of specialist multi-sensors measuring temperature cables resembling power cables.

In chambers where temperature cables are placed there is a high concentration of grain dust. Thus, the explosive atmosphere arises.

Boundary values of grain dust concentration, moisture being 13%, for wheat, rice and corn amount to 2500, 29000 and 19 000mg/m³.

In constructing the elements SM, especially temperature cables and sensors, in addition to many requirements regarding metrological parameters that must be met, Due to the danger of fire, conditions of sparking safety and of electromagnetic compatibility are very important.

Compatibility is understood as the ability to work correctly in the presence of undesirable electromagnetic radiation emitted, for example, by drives and other electromechanical devices.

The signals from the sensors are carried to signal concentrators and then transmitted by line RS 485 to the distant central part in which on the monitor measurement points can be found and the values of parameters can be read. In addition to the measurement of the temperature itself, temperature increments should be known for one day or one week. The system ensures the measurement even from several thousand measuring points. It is also important to have the transmission line composed of four cables, which facilitates the installation and servicing of SM. The application of the line RS 485 permits the use in SM of a number of other devices, sensors and converters which have an appropriate output. The system can be served by one computer set.

Due to development of light-pipe computer networks inside the grain processing plants, i.e. the elevator, mill and other storages and technological devices, the system may also be connected to this network. This will permit an observation of the results of measurement practically from every computer connected to the network, irrespective of the location of the supervision site in the elevator.

4. ELASTIC TEMPERATURE CABLES

In the elevator chambers and in storage bins two types of the multi-sensors temperature measuring cables are placed:

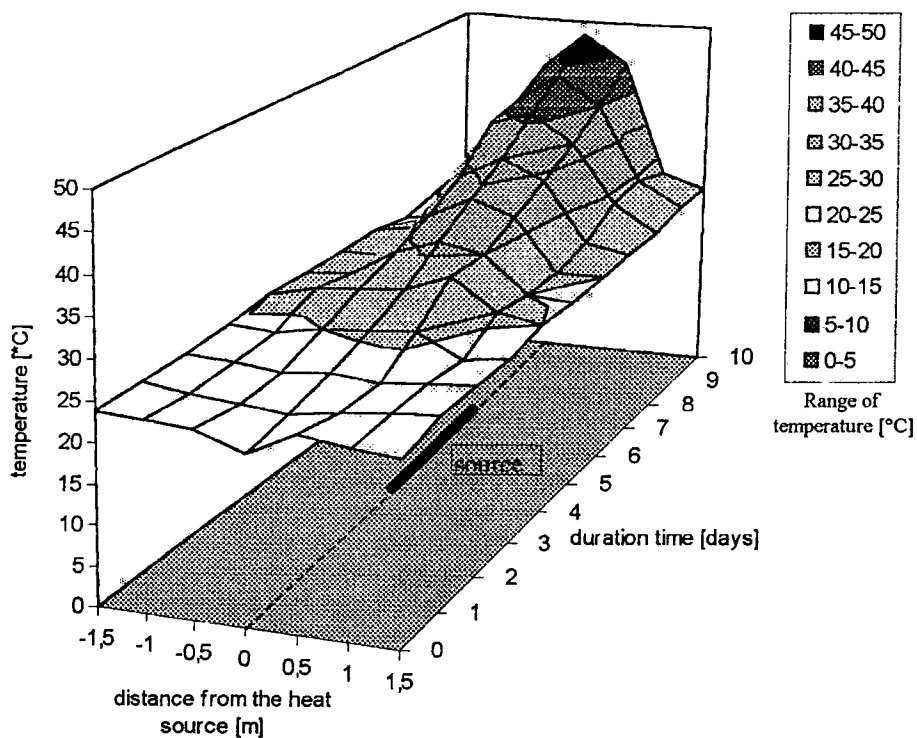


Fig. 4. The shape of temperature field in grain mass caused by the source in the base plane

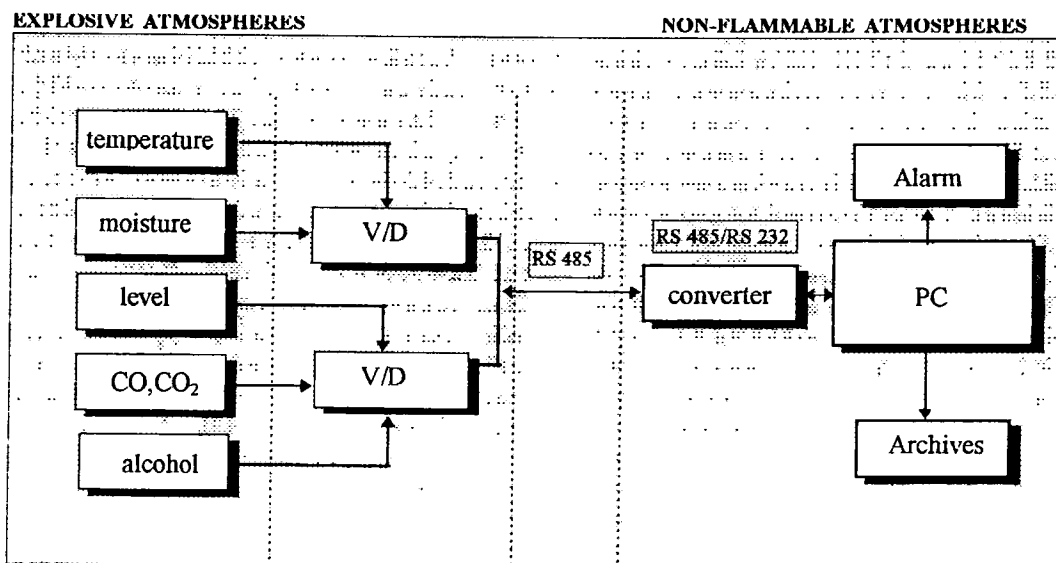


Fig. 5. Diagram of blocks of the monitoring system SM

416

HD - heavy duty temperature cables, used in horizontal storages (elevators), and MD - medium duty temperature cables, used in vertical storages (bins, flat storages).

The HD cables have 16 mm in diameter and mechanical resistance to breaking up to 90 kN.

Initially, according to the international standards [6], the value of resistance equal to 30 kN was recommended, and in the recent edition the standards were raised to reach 50 kN. In Poland, the temperature cables are made according to the original solution [7] of 1979 and designed for loads of 30 kN, according to the first edition of the standard.

We also have a more recent construction of the cable with higher mechanical resistance sustaining a load of 80 kN, which has been undergoing long-lasting operation tests (Fig. 6). The cable consists of a jacket into which the core is put consisting of very small sensors of temperature and connecting cables.

The jacket was made by winding around the high-pressure polyethylene pipe two braids made of steel wires with increased mechanical resistance. The direction of the winding of the layers of the braid is push-pull so that the twisting forces could be compensated.

The external surface of the jacket is the polyethylene casing, which is non-toxic for the grain.

The structure of this cable permits the installation of the jacket itself in the elevator and then the inserting and pulling out of the core. This facilitates the exchange of the damaged sensor, calibration of the measurement system etc.

The heads of the cables are placed in the openings of the ceilings over the chambers. The ceilings must thus have appropriate mechanical strength, and in the bins in which the ceilings were not designed for placing the cables, an additional sustaining construction is used. The temperature cables may also be anchored by use of

elastic ropes in the lower part of the chamber.

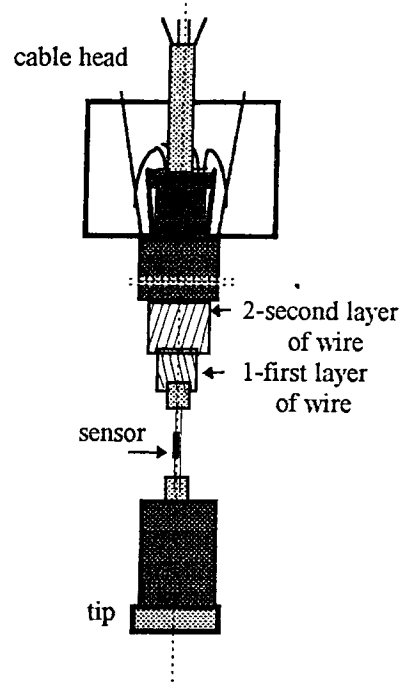


Fig. 6. The HD temperature cable

The MD cable used in the storage bins having 10 mm in diameter and mechanical resistance up to 10 kN is shown in Fig. 7. It is equipped with several sensors. The cable is not dismountable.

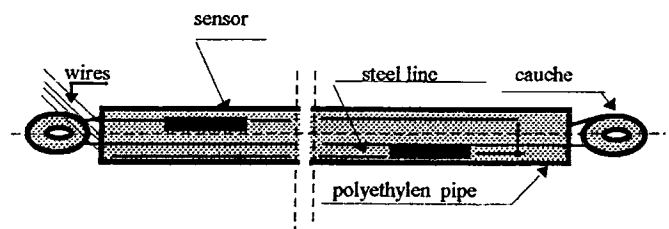


Fig. 7. MD temperature cable

The construction of the cables has been tested during long-lasting operation in storage bins containing cocoa flour as well as in grain storage bins.

The construction of elastic cables must meet a number of specific requirements shown in Fig. 8. In addition to relevant small diameter and high mechanical resistance, it should be nontoxic for grain.

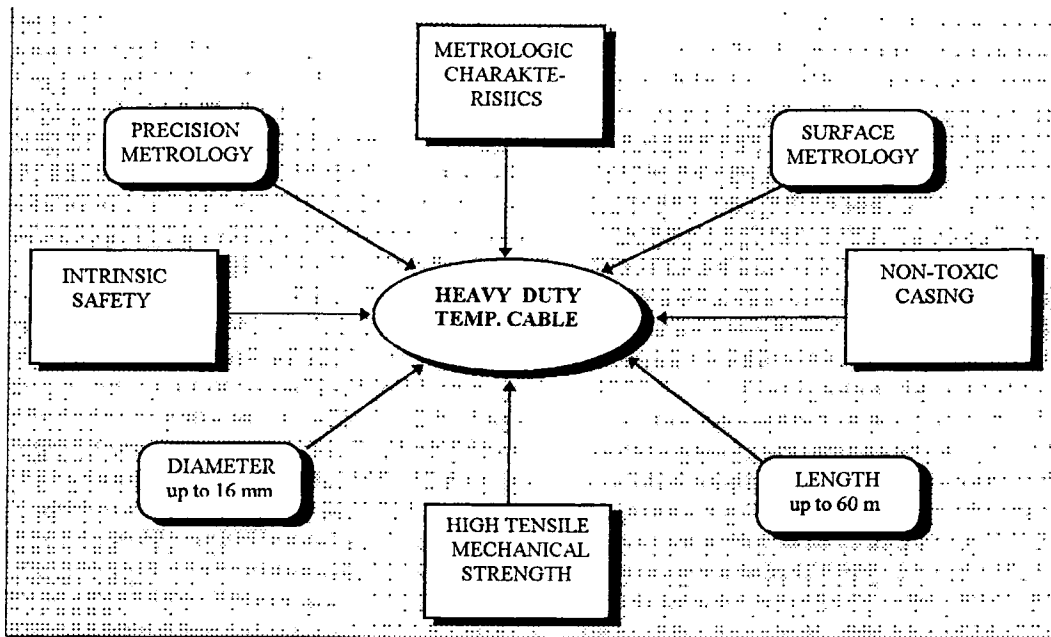


Fig.8. Requirements for elastic temperature cables

4.1. Mechanical loading of temperature cables

A loading caused by the friction force due to grain load in the elevator chamber or storage bin is applied to the cables. The friction force depends on the external surface of the cable shell, i.e. also on its diameter. The smaller the diameter, the lesser is the influence on the cable and on the ceiling to which the temperature cable is attached. In addition to the static load, also the dynamic load occurs. The latter is many times higher than the former. It occurs, for example, during the unblocking of plugged grain when it is loaded or during the unloading of the chamber. Due to this dynamic load, the cables have an „armoured” structure. The static load amounts to:

$$L = k \phi_e \frac{1}{\mu} l$$

L - load [kN],

k - coefficient of proportionality [kN/m²],
 ϕ_e - external diameter [m],
 μ - coefficient of friction,
 l - distance from the centre of symmetry [m]

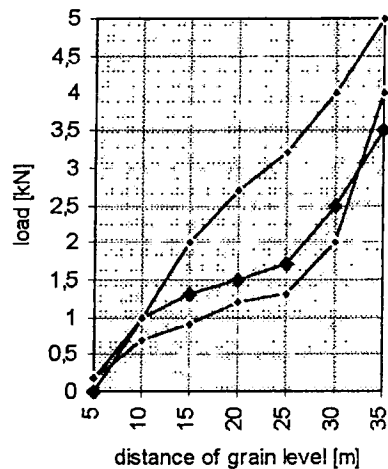


Fig.9. The loading of cables for various levels of grain :

- 1 - during loading (cable MD),
- 2 - during unloading (cable MD)
- 3 - during loading (cable HD)

The test of static load was under normal condition in working elevator (Fig. 9) for two types of temperature cables: HD and MD.

Greater loads are applied to HD cables than to MD cables due to their bigger diameter. There are also differences in the load of MD cables during the loading and unloading of grain.

The place of hanging of the cable also affects the breaking forces applied to it. The closer the walls of the storage bins the higher is the load applied to the cable, as it is shown in Fig. 10. It is recommended to place the cable near the axis of the bin.

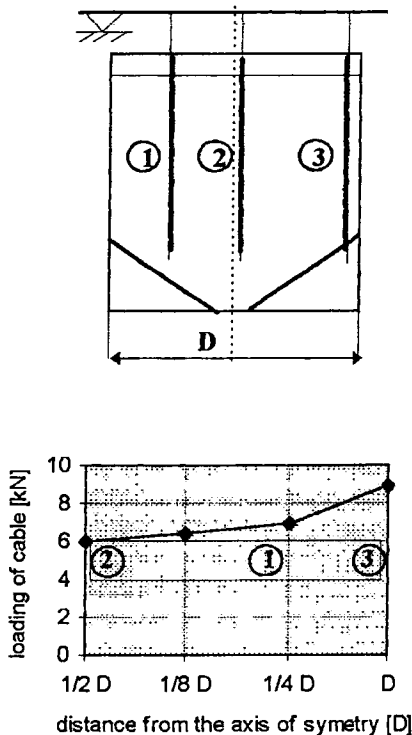


Fig. 10. The place of the hanging of the cables and the static load in the distance from the axis

The tests of dynamic loads are still being conducted. The preliminary results show that these loads are higher by the order of magnitude than static loads.

4.2. The tests on temperature inertia of the temperature cables

After the placing of the cable in the grain with a given temperature, the values of

measurements from the temperature sensors (resistance, current), rise to reach the set value representing the measured temperature. The time of the reaching of the set value depends on thermal inertia of the cable. Heat from the thermal source flows by way of convection and radiation and penetrates the cable sensor (Fig. 11) with time delay. On the way of thermal current there are barriers due to the construction of the cable. The total error consists of the sum of partial errors resulting from the existence of these barriers. It can be reduced by using values of temperature increments in a unit of time.

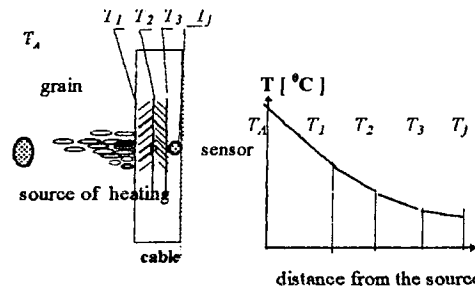


Fig. 11. The fall of temperature between the source and the cable sensor

According to the international standards [4], the time of the attainment of the set temperature by the cables should not exceed 3 minutes. The tests were conducted for cables HD and MD. The non-contact thermometer working in the infrared range was used. The answer of the sensors of the cables to a unit temperature jump is shown in Fig. 10. The inertia of the cable with a small diameter MD ($\Phi = 10$ mm) is by far bigger than that of the cable HD ($\Phi = 16$ mm). The cable HD records the measured temperature within a shorter time, but the error caused by the integrating effect of the steel layers in the cable jacket is greater [3]. The time set for these cables turned to be much longer than that provided by the international standards. They may only be met in probes used in flat storages. Comparative studies of the cables of several European manufacturers confirmed our tests and findings about the impossibility of reaching low times.

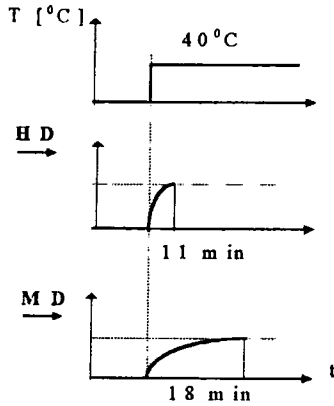


Fig. 12. Results of the temperature cable sensor in response to a unit temperature jump

This is the effect of the assumed mechanical resistance of the temperature cables. As regards these requirements, the standards should be corrected.

The infrared tests were made on the model of a steel bin filled with grain, in which the heat source is replaced by ceramic thin-shell heating plane. The course of isothermal lines of temperature field is shown in Fig. 13. Knowledge of these lines will allow us to find a more precise distribution of the temperature sensors. Changes in the course of the field occur more frequently near the side walls of the bin as well as in the space above the prism. On this basis it is difficult to find out a common rule of designing measuring points for food grain storages due to differences in the structure of the particular bins or elevator chambers. One can, however, recommend noncontact research in designing measuring systems for these storages.

4.3. The causes of electrostatic hazards

During the loading the grain flow hits the cable thus causing the electrostatic charge to rise on its side surface. This charge must be carried off since its accumulation may cause the spark-over and explosion in the high-dust atmosphere. Good earthing of the jacket is usually sufficient to neutralise it,

but there are cases when the earth electrode can be damaged.

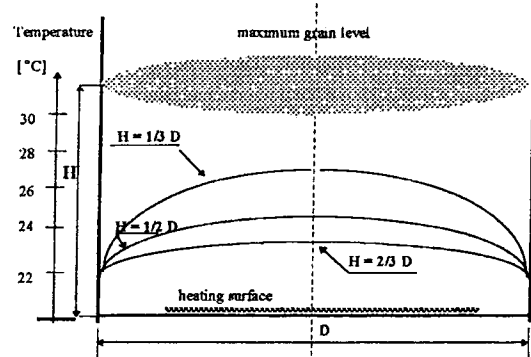


Fig. 13. The course of the temperature field in the experimental bin

The value of the electrostatic charge can be determined from the following dependence:

$$Q_{st} = kq_0/v/\epsilon \text{ [As]}$$

where: k - coefficient of proportionality $[\text{s/m}^2]$,

q_0 - elementary charge [As],

l - distance from the prism level [m],

v - grain velocity during prism loading [m/s],

ϵ - dielectric constant

The sparking safety of the cables may be ensured by use of the Zener Barriers for the cables having no intrinsic safety certificate and by meeting in its construction the requirements regarding sparking safety confirmed by the relevant certificate.

5. RESULTS AND DISCUSSION

Theoretical courses of temperature fields (Fig. 4) and the experimental ones determined on the bin [2] show a large degree of complexity of these courses. However, we may determine with great likelihood the spatial direction of the temperature field as well as changes in the shape of isotherms near the external layers of the prism (at the side wall of the elevator chamber, in the upper and lower layer of the prism). The findings will permit a greater precision in the methods of temperature measurement regarding the distribution of measuring points and

distribution of the temperature cable sensors.

The problems of elastic temperature cables presented here are confined to the specification of metrological requirements and construction limitations, especially in the area of mechanical strength and environmental impacts. This is aimed at determination of the methods of designing temperature cables and the monitoring system with higher metrological parameters and work reliability. The application of the line RS 485 will ensure compatibility of the elements of the monitoring system: sensors, converters made by many manufacturers.

The ISO standards [6] are not very precise, and their requirements in some important points cannot be met. This applies, for example, to the value of time of readiness to start measurements by temperature cables, which may only be sufficient for probes used in flat storages but not for elastic cables. In the elastic temperature cables, the value of time should be several times higher and dependent on the use of the cable.

6. CONCLUSIONS

1. The intensity of metabolically processes is the rising function of temperature and humidity of the products stored.
In the process of respiration thermal energy is generated; its initial value and its increment in the given time unit affect quality and quantity losses in cereal products. In the extreme cases, due to excessive temperature increase, the explosion may occur in the storage. Temperature increase in the grain causes the growth of micro-organisms, bacteria and fungi, which may also generate thermal energy. It will contribute to the increase in basic (metabolic) energy of the process.
2. The methods of temperature measurement using elastic temperature cables need to have precise measuring points, and their distribution in grain mass was preceded by model studies on

temperature fields. The findings point to the need for modification of the international standards regarding the distribution of measuring points and inertia of the cables with various uses (for bins, small and big elevator chambers etc.).

3. The designing of the monitoring systems with elastic cables, of which the examples have been shown, should take into consideration:
 - * differences in the inertia of sensors and temperature cables according to their use (HD, MD);
 - * compatibility with various measuring elements (converters and sensors);
 - * increasing the mechanical strength of the cables, the diameter being the same, or maintaining the same mechanical strength for lesser diameter of the cables;
 - * reducing the danger of explosion in the storage caused by defective work of the cable itself - reducing the threat of sparking due to the electrostatic discharge.

7. REFERENCES

1. **Jankowski St.:** Outline of technology of cereals and edible pulses (in Polish). Published by PWN, 1967.
2. **Kobosko A.:** Measuring and monitoring systems used in storages of grain (in Polish). Published by PIAP, pp. 88, 1996.
3. **Kobosko A., Leśkiewicz H., Fornal L., Kamiński E.:** Methods of evaluation of intensity of metabolically processes in storage of cereals (in Polish), Published by KBN- State Committee for Scientific Research of Poland, Research Project no 5-P06F01611, 1996.
4. **Sergunow E.:** Distance of temperature measuring system for grain elevators in Russian). Published by Kołos, Moskwa, 1977.
5. **FAO Agricult. Dev. Paper No.90.:** Handling and storage of food grains.
6. **ISO 4112:** Cereal and pulses - Guidance on measurement of the temperature of grain stored in bulk. Second edition, 1990.
7. **Kobosko A., Górnica W. + 3 co-authors:** The temperature measurement cables (in Polish). Polish Patents Office, RP., no. 39269, 1985.

High-precision determination of the temperature dependence of the fundamental energy gap in gallium arsenide

E. Grilli, M. Guzzi, and R. Zamboni

Dipartimento di Fisica, Università di Milano, via Celoria 16, I-20133 Milano, Italy

I. Pavesi

Dipartimento di Fisica, Università di Trento, I-38050 Povo, Trento, Italy

(Received 9 April 1991)

The photoluminescence (PL) spectra of GaAs have been measured as a function of temperature between 2 and 280 K. Measurements have been performed on a high-quality nominally undoped sample grown by molecular-beam epitaxy. At the lower temperatures the recombination of free excitons in the $n=1$ and 2 states is observed. Increasing the temperature, the interband recombination appears and eventually dominates the PL spectra. The spectra have been successfully fitted by a spectral-line-shape theory that considers both excitonic and band-to-band transitions. The fits demonstrate that even at the highest temperatures a well-defined narrow peak due to the $n=1$ exciton is observable: its energy corresponds to the energy of the maximum of the PL spectra (E_M). Hence, by adding the exciton binding energy to E_M , the value of the energy gap (E_G) at each temperature has been deduced from the spectra. This way an accurate determination of the temperature dependence of E_G in GaAs is obtained; values for the parameters of the semiempirical relations describing $E_G(T)$ are found and compared with the literature.

I. INTRODUCTION

The temperature dependence of the energy of the fundamental gap of a semiconductor is usually described by a semiempirical relation also known as Varshni's equation:¹

$$E_G(T) = E_G(0) - \alpha T^2 / (\beta + T), \quad (1)$$

where $E_G(T)$ is the energy gap at the temperature T and α and β are constants. If β is assumed to be of the order of the Debye temperature, Eq. (1) has low- and high-temperature trends consistent with the two mechanisms responsible for the temperature dependence of the energy gap: (i) the thermal dilation of the lattice that results in a linear shift with T , which is important at high temperatures; (ii) the temperature-dependent electron-phonon interaction, which leads to a quadratic variation of the gap at low temperatures and to a linear one at high temperatures.

Another expression with more microscopic foundations, although still semiempirical, has been proposed

$$E_G(T) = E_B - a_B \left[1 + \frac{2}{\exp(\Theta/T) - 1} \right],$$

where E_B and a_B are constants [$E_G(0) = E_B - a_B$], Θ is an average phonon frequency; in Eq. (2) the energy threshold decreases linearly in a term proportional to the average Bose-Einstein statistical factor for phonon emission and absorption. This equation has been used to describe the temperature dependence of the interband absorption points of a number of group-IV and group III-V semiconductors.

The main difference between Eq. (1) and Eq. (2) is the low-temperature region: the quadratic dependence given in (1) is replaced in (2) by an exponential dependence. The high-temperature trend, instead, is linear both in (1) and (2).

The effects of the thermal expansion and of the electron-phonon interaction are not explicitly considered or separately taken into account in the two relations (1) and (2); therefore, the physical meaning of the parameters appearing in them is not transparent. However, Maniagan and Woolley⁴ have demonstrated that the phonon contribution to the energy shift coincides with Eq. (2): that the Varshni equation (1) can be considered a second-order approximation of Eq. (2), valid at high temperatures ($\Theta/T \ll 1$).

As for GaAs, the most widely used⁵ estimation of $E_G(T)$ is the Varshni relation (1) with the following values of the constants:

$$\begin{aligned} E_G(0) &= (1519.2 \pm 0.2) \text{ meV}, \\ \alpha &= (5.405 \pm 0.25) \times 10^{-4} \text{ eV/K}, \\ \beta &= (204 \pm 45) \text{ K}. \end{aligned}$$

The $E_G(0)$ value has been obtained by Sell from temperature exciton absorption measurements^{6,7} and β parameters have been obtained fitting the difference $E_G(T) - E_G(T=0)$, where $E_G(T=0) = 1.42$ eV and the energy gap values refer to the 297-K temperature range; the standard deviation of the experimental data from the fitting equation has been estimated to be some 3 meV. The agreement between this difference and other low temperature data previously published is good.

By the analysis of the dielectric function measured over a wide temperature range, Lautenschlager *et al.*³ determined the temperature dependence of the interband critical points energy. In particular, between 20 and 500 K, $E_G(T)$ can be described by the Varshni equation (1) with parameters⁸

$$\begin{aligned} E_G(0) &= (1517 \pm 4) \text{ meV}, \\ \alpha &= (5.5 \pm 0.7) \times 10^{-4} \text{ eV/K}, \\ \beta &= (225 \pm 89) \text{ K} \end{aligned} \quad (4)$$

or by expression (2) with the parameters⁸

$$\begin{aligned} E_B &= (1571 \pm 12) \text{ meV}, \\ a_B &= (57 \pm 15) \text{ meV}, \\ \Theta &= (240 \pm 52) \text{ K}. \end{aligned} \quad (5)$$

The values of the parameters (3) and (4) are in reasonable agreement. However, the uncertainties are large. This fact can be justified if we consider that these values are deduced from the fit of a limited number of experimental data over a wide temperature region.

In this paper we present an accurate determination of the direct energy gap in GaAs for temperatures from 2 to 280 K obtained by means of photoluminescence (PL) measurements. Photoluminescence is very suitable to study near-band-edge transition and thus, if the quality of the sample is high enough, it allows the determination of the fundamental energy gap in a very accurate way. The measured E_G values are characterized by a scattering which is significantly lower than that of the literature data (see, for instance, Table III of Ref. 3). Hence we propose relations for the temperature dependence of E_G with new values of the parameters and we discuss the capability of Eqs. (1) and (2) to describe the experimental data.

II. EXPERIMENT

The photoluminescence measurements were performed on an undoped GaAs layer 3 μm thick grown by molecular-beam epitaxy (MBE).

The sample was mounted strain free in an exchange gas cryostat, whose temperature can be varied between 2 and 300 K. The sample temperature was measured by an Au:Fe vs Chromel thermocouple in good thermal contact with the sample; the precision of the temperature determination is estimated to be ± 2 K; the temperature stability during each spectrum was better than ± 0.5 K.

The PL was excited by a He-Ne laser; the laser power incident at right angle on the sample surface was 0.05 mW with a laser spot diameter of $\sim 250 \mu\text{m}$, corresponding to an intensity of $\sim 0.1 \text{ W/cm}^2$. For $T > 100$ K, the laser power has been increased to 1 mW in order to compensate for the decrease of the radiative recombination efficiency; the laser spot diameter was correspondingly enlarged to keep the incident power density constant. Due to the low power density used we rule out any significant sample heating by the laser excitation.

The PL was focused on the entrance slit of a 0.5-m Jar-

rel Ash grating monochromator with a 1200 grooves/mm grating blazed for $0.3 \mu\text{m}$ and detected by a cooled GaAs photomultiplier. The spectral band pass during the low temperature ($T < 30$ K) measurements was 0.16 nm (0.3 meV); at high temperatures it was progressively increased up to 1.1 nm (2 meV) in order to keep a reasonable signal-to-noise ratio despite the reduction of the PL intensity. The absolute precision of the wavelength determination was ± 0.1 nm, corresponding to ± 0.2 meV.

III. RESULTS

A PL spectrum measured at 2 K is reported in Fig. 1.⁹ Several lines are visible. With reference to the detailed study of Heim and Hiesinger¹⁰ we identify them as the $n=1$ free-exciton recombination (line at 1515.3 meV), excitons bound to neutral donor recombination (D^0, X) (line at 1514.3 meV), and recombination of excitons bound to neutral acceptors (A^0, X) (strong line at 1512.6 meV). Finally, the two weak and broad peaks at 1493.0 and 1491.0 meV are attributed to free-electron-neutral-carbon-acceptor (e, C_{As}^0) and neutral-donor-neutral-carbon-acceptor (D^0, C_{As}^0) transitions, respectively. Between the excitonic structures and the carbon-related recombination peaks, in the 1504–1512-meV spectral region, the well-known "defect-induced bound excitons" (d, X) (Ref. 11) appear.

The spectrum in Fig. 1 is typical of a nominally undoped MBE GaAs, the carbon acceptor being the dominant residual impurity; the very good quality of the sample is proved by the appearance at 1518.2 meV of the recombination of free excitons in the $n=2$ excited state and by the linewidth of the $n=1$ exciton recombination (~ 0.7 meV); the splitting of the (A^0, X) recombination, which is of the order of our spectral band pass (~ 0.3 meV), is not resolved.

When the temperature increases, the features of the photoluminescence spectra change smoothly but significantly [see Figs. 2(a) and 2(b)]. Between 2 and 25 K

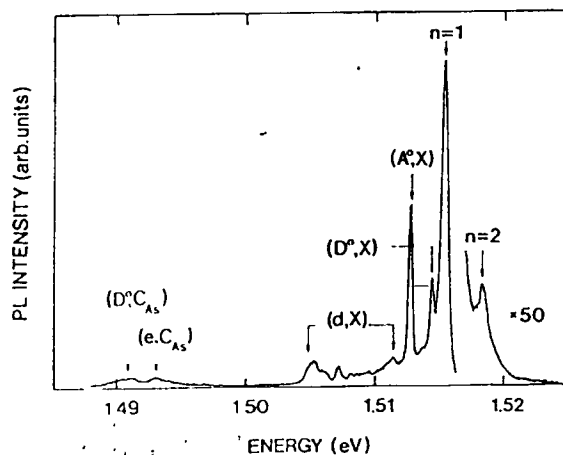


FIG. 1 Photoluminescence spectrum measured at 2 K with an exciting power density of $\sim 100 \text{ mW/cm}^2$. The attribution of the spectral lines to transitions involving excitons and shallow donors and acceptors is indicated.

the weakening and the disappearance of the bound excitons recombination is observed due to thermal dissociation of the complex. In the same temperature range, the $n=2$ exciton recombination increases and the band-to-band transitions appear. The relative strength of the interband recombination increases at high temperatures and finally ($T > 100$ K) the interband transition become the dominant recombination process.

In order to evaluate the relative weight of the different recombination processes, the PL spectra have been fitted

$$\alpha(h\omega) = \frac{4\pi e^2}{cn\omega m_0^2} |M_{c-v}|^2 \left\{ \frac{1}{a_B^3} \left[C A_x(E_g - R - \hbar\omega) + \sum_{n \geq 2} \frac{1}{n^3} A_b \left[E_g - \frac{R}{n^2} - \hbar\omega \right] \right] + \left[\frac{2\mu}{\hbar^2} \right]^{3/2} \frac{\sqrt{R}}{2} \int_{E_g}^{\infty} \frac{A_b(E - \hbar\omega)}{1 - \exp[-2\pi\sqrt{R}/(E - E_g)]} dE \right\} \quad (7)$$

$E_g - R/n^2 = E_n$ is the energy of the n th excited state of the free exciton. The empirical factor C is due to the assumption of a different relaxation mechanism between the $n=1$ exciton and the other high index excitons or free carriers.¹⁵ The functions $A_x(E)$ and $A_b(E)$ account for a broadening of the states through a suitable function (e.g., a Gaussian function or a Lorentzian one). In the limit of nondegenerate carrier density, the thermal function $f(E)$ is approximated by a Boltzmann function.

A least-squares fit of $I_{PL}(E)$ to the experimental data has been made for different spectra between 22 and 280 K. A Gaussian broadening has been assumed; the use of a Lorentzian broadening results in identical values of the fitting parameters but in larger χ^2 values. Five fitting parameters have been used: (i) Γ_x in $A_x(E)$, which represents the broadening of the $n=1$ excitonic state; (ii) Γ_b in $A_b(E)$, which represents the broadening of the high-index excitons and of the continuum states; (iii) the empirical factor C ; (iv) the total luminescence intensity; and (v) the band-gap energy E_G .

The exciton binding energy (R) is not a fitting parameter, but has been calculated in the hydrogenic effective-mass approximation, which is known to hold for GaAs.¹⁶ The low-temperature values of the effective masses and of the dielectric constants have been taken from Ref. 17; an estimation of their high-temperature values is proposed in Ref. 5, together with the temperature dependence of the electron effective mass m_e^* and of the electric constant. Detailed information on the temperature dependence of the hole masses is lacking in the literature and we assumed a linear interpolation between the low- and high-temperature values. This approximation cannot significantly influence the value of the reduced exciton mass, due to the smallness of the electron effective mass with respect to the hole masses.

Some fits are reported in Fig. 3. For $T=22$ K the $n=1$ exciton transition dominates the spectrum. Transitions associated with higher-index excitons are visible as a separated peak at about 1518 meV. The contribution of

using Elliot theory.¹² The luminescence intensity $I_{PL}(E)$ is related to the absorption coefficient $\alpha(E)$ through the energy balance relation¹³

$$I_{PL}(E) \propto \alpha(E) f(E), \quad \text{Boltzmann} \quad (6)$$

where $f(E)$ is a suitable thermal function. Using Elliot theory, which includes excitonic effects, the absorption coefficient¹⁴ is

the band-to-band recombination appears as a high-energy tail. The low-energy tail of the $n=1$ exciton peak is not very well reproduced by our fit, which tends to overestimate the broadening of the $n=1$ exciton state. This is due to the use of a Gaussian function for the low-temperature broadening; a Lorentzian function gives better results in this temperature range. This problem is no more present at higher temperatures, as indicated by the $T=111$ and 280 K results. For $T=111$ K, thermal population of high-energy states occurs and the relative intensity of the band-to-band and exciton transition is now comparable. The excitonic transitions ($n=1$ and higher-index excitons) have merged in a single wide band due to the thermal broadening of the excitonic states. For $T=280$ K the free-carrier contribution to the photoluminescence dominates the spectrum. However, the peak position is still determined by the excitonic transitions due to their smaller linewidth with respect to that of the broad band-to-band line. In general, our calculations justify *a posteriori* our assertion of no laser-induced thermal heating. In fact, the fit of the high-energy tail of the free-carrier band, which is due to the interband thermalization, is pretty good.

The fits, as mentioned before, show that, for our sample, even at the highest temperatures a well-defined peak due to the $n=1$ exciton is observable: its energy correspond to the energy of the maximum of the PL spectrum (see Fig. 3). This fact allows a straightforward evaluation of the band-gap energy at each temperature: we simply add to the peak energy of each spectrum the value of R calculated at the corresponding temperature. The values of the energy gap obtained this way are reported as a function of the temperature in Fig. 4, together with the errors on T and on E_G . These errors are three times the standard deviations deduced from the accuracy of the experiment. The error in the band-gap energy includes, together with the sources of error discussed in Sec. II, the uncertainty regarding the determination of the peak energy. Also the exciton Rydberg bears some uncertainty.

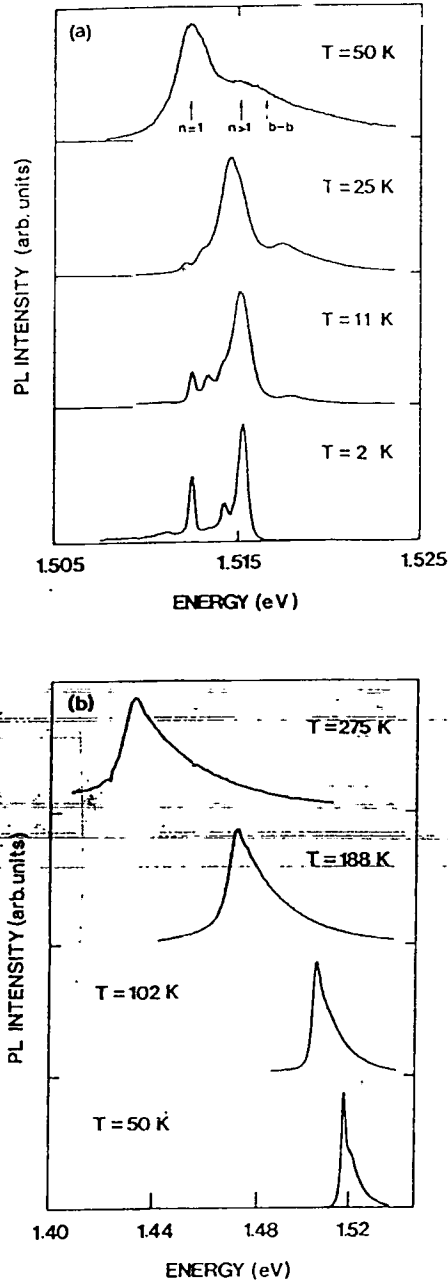


FIG. 2. (a) Photoluminescence spectra measured at different temperatures with an exciting power density of $\sim 100 \text{ mW/cm}^2$. The recombinations of the $n=1$ exciton ($n=1$), of the high index excitons ($n > 1$), and of free carrier ($b-b$) are indicated on the spectrum measured at $T=50 \text{ K}$. (b) Photoluminescence spectra measured at different temperatures with an exciting power density of $\sim 100 \text{ mW/cm}^2$.

which is impossible to evaluate: indeed any information on the errors and on the temperature dependence of the hole masses is lacking. However, the impossibility to estimate the uncertainty on R is not important, due to the smallness of the Rydberg (3–4 meV)

IV. DISCUSSION

The data in Fig. 4 have been fitted with both relations (1) and (2). The fitting parameters are reported in Table

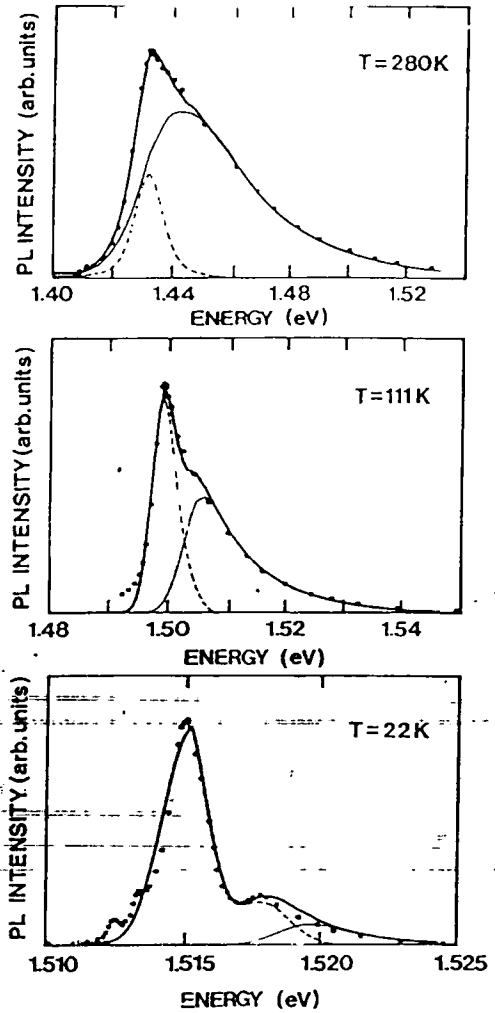


FIG. 3. Line-shape fits (thick lines) to the photoluminescence spectra of GaAs (dots) at various temperatures. The thin dashed lines and the thin solid lines indicate the excitonic and the free-carriers contribution to the total photoluminescence intensity, respectively. The parameters used in the fits are the following. For $T=22 \text{ K}$: $\Gamma_x=2.2 \text{ meV}$, $\Gamma_b=2.1 \text{ meV}$, $C=0.21$, and $E_G=1519.1 \text{ meV}$; for $T=111 \text{ K}$: $\Gamma_x=4.5 \text{ meV}$, $\Gamma_b=5.2 \text{ meV}$, $C=0.54$, and $E_G=1502.9 \text{ meV}$; for $T=280 \text{ K}$: $\Gamma_x=11.4 \text{ meV}$, $\Gamma_b=28.5 \text{ meV}$, $C=1.11$, and $E_G=1435.9 \text{ meV}$.

I, together with the literature results we discussed in Sec. I.^{3,7} The uncertainties of the fitting parameters and the estimated standard deviations of the fits are included in the table together with the $\tilde{\chi}^2$ values. The estimated standard deviation is defined as¹⁸

$$s = (\tilde{\chi}^2 / \bar{\sigma}^2)^{1/2}, \quad (8)$$

where

$$\bar{\sigma}^2 = \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N 1/\sigma_i^2 \right]^{-1}$$

σ_i are the standard deviations of the data points. The goodness of the fit is given by the value of $\tilde{\chi}^2$. With the number of our data points a good fit is defined by $\tilde{\chi}^2 \leq 1.5$; in this case the uncertainty of the fitting param-

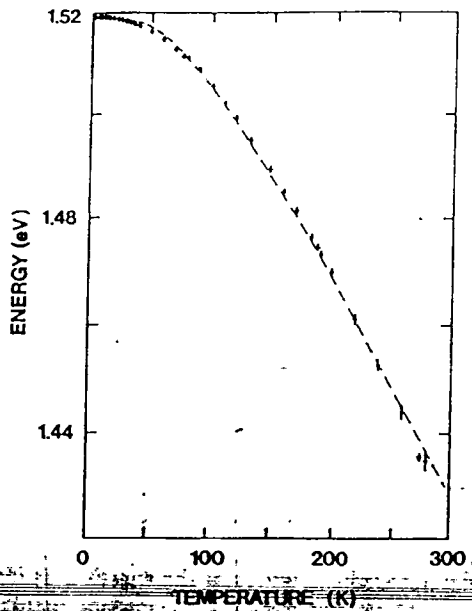


FIG. 4. Experimental values of the fundamental energy gap of GaAs for $T < 300$ K. The errors on T and on E_G are reported; these errors are three times the standard deviations deduced from the accuracy of the experiment. The fits of the data with Eq. (1) (dotted line) and Eq. (2) (dash-dotted line) are also shown; the fitting parameters are reported in Table I.

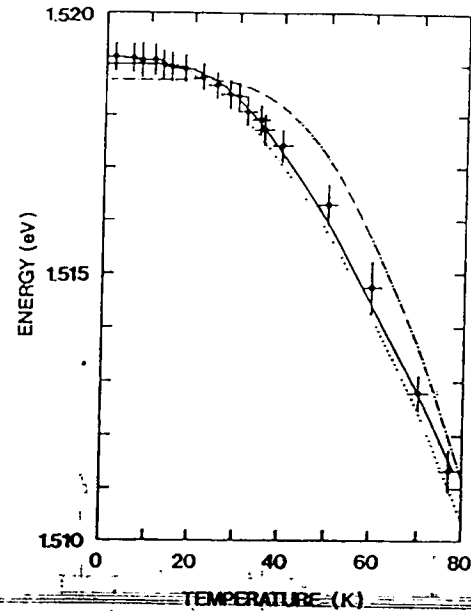


FIG. 5. Experimental values of the fundamental energy gap of GaAs for $T < 80$ K. The errors on T and on E_G are also reported; these errors are three times the standard deviations deduced from the accuracy of the experiment. The lines represent the fitting curves: curve obtained from the fit of the data at $T \leq 77$ K with Eq. (2) (solid line); curve obtained from the fit of the data at $T \leq 280$ K with Eqs. (1) and (2) (dotted line and dash-dotted line, respectively). The fitting parameters are reported in Table I.

eters can be effectively estimated. When $\bar{\chi}^2$ is greater, the function is not appropriate,¹⁸ in any case, the function with the parameters obtained from the fit provides a curve that describes the data points with an approximation of the order of the estimated standard deviation s .

The high $\bar{\chi}^2$ values (see Table I for the 2–280-K temperature range) show that the two equations are in significant disagreement with the experimental trend of $E_G(T)$. However, the estimated standard deviations (0.4 and 0.5 meV in the two cases) are of the same order of the experimental uncertainties. Then the approximation of the data points with the calculated curve could be reasonable for many practical uses. The difference be-

tween our experimental determination and the Varshni equation with the parameters (3), which is the most widely used $E_G(T)$ dependence,⁵ reaches 4–5 meV in the 100–200-K temperature range. The accepted low-temperature value of the energy gap of GaAs [1519.2 ± 0.2 meV (Ref. 6)] is in reasonable agreement with the $E_G(0)$ value deduced from the fit of our data with Eqs. (1) and (2): 1519.4 meV and $E_G(0) = E_B - a_B = 1518.7$ meV, respectively.

A closer insight into the fitting curves shows that in the low-temperature region ($T < 100$ K) there are small

TABLE I. Values of the parameters obtained from the fit of the GaAs energy gap with Eqs. (1) and (2). The uncertainty of the fitting parameters obtained in the present work is reported only if the fit is good ($\bar{\chi}^2 \leq 1.5$). $\bar{\chi}^2$ and s are the reduced χ^2 and the estimated standard deviation, respectively.

Fit with Varshni's equation (1)						
$E_G(0)$ (meV)	α (10^{-4} eV/K)	β (K)	Temperature (K)	s (meV)	$\bar{\chi}^2$	Ref.
1519.4	10.6	671	2–280	0.36	4.13	a
1519.2 ± 0.2	5.405 ± 0.25	204 ± 45	297–973			b
1517 ± 4	5.5 ± 0.7	225 ± 89	20–500			c
Fit with Eq. (2)						
E_B (meV)	a_B (meV)	Θ (K)	Temperature (K)	s (meV)	$\bar{\chi}^2$	Ref.
1529.4 ± 1.1	10.4 ± 1.1	102.4 ± 5.7	2–77	0.10	0.62	a
1562.0	43.3	202	2–280	0.49	7.47	a
1571 ± 12	57 ± 15	240 ± 52	20–500			c

^aPresent work.

^bReferences 6 and 7.

^cReference 3.

to be precise
do not mention

but systematic differences between the trend of the experimental data and of the calculated curve both in the case of expression (1) and expression (2) (Fig. 5). In any case, the fitting curves proposed in the literature do not fit our experimental data in this temperature range at all (Fig. 6).

However when we fit with Eq. (2) the low-temperature data only ($T \leq 77$ K), we get a good fit, as shown in Fig. 5.¹⁹ The χ^2 value is now 0.6 and the estimated standard deviation is 0.1 meV. Also the low-temperature $E_G(T)$ value (1519.0 meV) is in full agreement with the accepted one.⁶ The large value of the uncertainty on both E_B and a_B indicates the presence of some correlation between these parameters.

The better quality of this fit with respect to the two performed on all the data points is consistent with the fact that Eq. (2) gives essentially the dynamic part of the energy shift.⁴ This contribution dominates at low temperatures. Indeed the curve calculated this way does not fit the experimental points for $T \geq 100$ K. In fact, the thermal-expansion contribution to the energy shift becomes important. An estimation of this contribution can be deduced from the difference between the fitted curve and the experimental data at high temperatures (including the values at $T > 300$ K from Ref. 20); these differences are of the same order of the effects of the thermal expansion on the energy gap shift in GaAs reported in Table I of Ref. 21.

In order to get $E_G(T)$ relations valid in a wider temperature region, we have tried to fit our data together with the four high-temperature ($T > 300$ K) values of E_G reported in Ref. 20. The fit has failed ($\chi^2 \geq 10$). The disagreement is higher for $T > 300$ K than for $T < 300$ K. We think that a more-detailed determination of E_G for

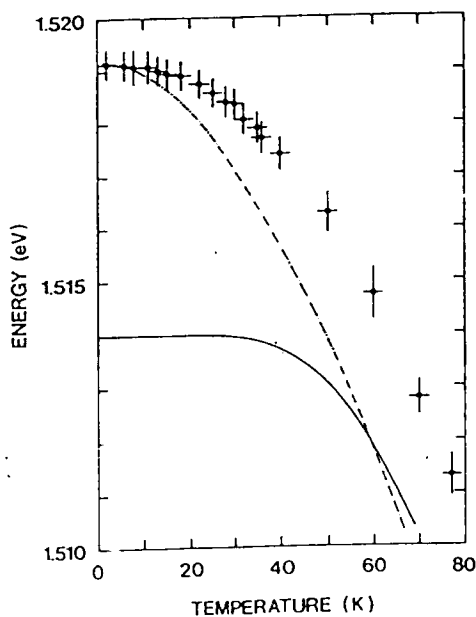


FIG. 6. Comparison of the experimental values of the fundamental energy gap of GaAs for $T < 80$ K with the fitting curves reported in the literature; the solid line represents Eq. (2) with the parameters (5); the dash-dotted and the dotted lines represent Eq. (1) with the parameters (3) and (4), respectively

$T > 300$ K is needed.

The preceding discussion warrants some final comments on the capability of Eq. (1) and (2) to describe the temperature dependence of the energy gap in GaAs.

(i) At low temperatures ($T < 80$ K) the effects of the lattice dilation are negligible (see Table I in Ref. 21); Equation (2), which is an expression for the dynamic contribution to $E_G(T)$, gives a good description of the data in this temperature range.

(ii) In GaAs the contribution of the electron-phonon interaction to $E_G(T)$ is always greater than the contribution of the lattice dilation.²¹ Therefore, Eq. (2) and its approximate form (1) give a useful fit of the data, also if data at high temperatures ($T \leq 280$ K) are considered. The effective dependence on the temperature, however, is only approximately described by the empirical relations.

(iii) Consequently, the values of the parameters with which a given empirical law describes the experimental data depend on the temperature interval in which the data have been fitted and are valid only in that interval.

V. CONCLUSIONS

We determined the width of the energy gap versus temperature in GaAs by means of PL measurements for temperatures below 280 K. The uncertainty of our determination progressively increases with temperature from 0.3 meV for $T \leq 30$ K to 1.9 meV for $T = 280$ K. This way we get experimental data that are more accurate than those available in the literature (see, for instance, the scattering of the data collected in Table III of Ref. 3).

The temperature dependence of these data has been fitted using two semiempirical relations: Eqs. (1) and (2). At low temperatures ($T < 80$ K), where the effect of the thermal dilation on $E_G(T)$ is negligible, the fit of the data with Eq. (2) is good.

For temperatures below 280 K, Eqs. (1) and (2) fit the data with comparable χ^2 and s values but none of them provides a good fit. It is important to point out that the previously published fitting parameters were obtained with a limited number of data points³ or with no points at all⁷ between 2 and 300 K. Therefore, our determination of the fitting parameters can be considered the most reliable one in this temperature region. When high-temperature literature data are included, the fits get worse: a more-detailed determination of E_G for $T > 300$ K would be useful.

In any case, we have shown that neither of the two relations proposed for the temperature dependence of the energy gap describes in an appropriate way the experimental data in the case of GaAs. We feel that this is a more general problem connected with the inadequacy of the proposed semiempirical relations to account for a complex physical problem.

ACKNOWLEDGMENTS

The fine GaAs MBE sample was kindly provided by A. Bosacchi and S. Franchi of the Istituto Materiali Speciali per Elettronica e Magnetismo, Parma (Italy). The authors thank J. L. Staehli at the Institut de Physique

Appliquée, Lausanne (Switzerland) for useful discussions and for a critical reading of the manuscript and C. Bosio at the Dipartimento di Fisica, Pavia (Italy) for providing the χ^2 minimization routine. One of us (R.Z.) wishes to thank Società Progetto Bicocca for support. This work

has been supported by the Progetto Finalizzato Mater. Speciali per Tecnologie Avanzate of the Consiglio Nazionale delle Ricerche and by the Consorzio Interuniversitario di Fisica della Materia.

- ¹Y. P. Varshni, *Physica (Utrecht)* **34**, 149 (1967).
²L. Viña, S. Logothetidis, and M. Cardona, *Phys. Rev. B* **30**, 1979 (1984).
³P. Lautenschlager, M. Garriga, S. Logothetidis, and M. Cardona, *Phys. Rev. B* **35**, 9174 (1987).
⁴A. Manoogian and J. C. Woolley, *Can. J. Phys.* **62**, 285 (1984).
⁵J. S. Blakemore, *J. Appl. Phys.* **53**, R123 (1982).
⁶D. D. Sell, *Phys. Rev. B* **6**, 3750 (1972).
⁷C. D. Thurmond, *J. Electrochem. Soc.* **122**, 1133 (1975).
⁸The error margins given in Ref. 3 for the parameters (4) and (5) represent a 95% reliability. The errors we quote in (4) and (5) are the corresponding standard deviations.
⁹The conversion factor between the wavelength in the air and the energy calculated in D. D. Sell, S. E. Stokowski, R. Dinglé, and J. V. Di Lorenzo, *Phys. Rev. B* **7**, 4568 (1973) has been used.
¹⁰U. Heim and P. Hiesinger, *Phys. Status Solidi B* **66**, 461 (1974).
¹¹F. Briones and D. M. Collins, *J. Electron. Mater.* **11**, 847 (1982).
¹²R. J. Elliot, in *Polarons and Excitons*, edited by C. G. Kuper and G. D. Whitfield (Oliver Boyd, Edinburgh, 1963).
¹³J. I. Pankove, *Optical Processes in Semiconductors* (Prentice-Hall, Englewood Cliffs, 1971).
¹⁴L. Pavesi, J. L. Staehli, and V. Capozzi, *J. Phys. C* **21**, 1485 (1988).
¹⁵A tentative fit to the PL spectra with $C=1$, i.e., assuming a

thermodynamic equilibrium between the $n=1$ exciton and the rest, has failed. We note that also the absorption coefficient of GaAs is not fitted by the Elliot theory [D. Hill, *Solid State Commun.* **11**, 1187 (1972)]. The oscillator strengths for high-index excitons or for continuum states well described by Elliot theory, whereas the ratio between $n=1$ and the $n=2$ exciton oscillator strength is missing. Some speculations on this point are possible, but an explanation goes beyond the objective of the present paper.

- ¹⁶A. Baldereschi and N. O. Lipari, *Phys. Rev. B* **3**, 439 (1971).
¹⁷M. Guzzi and J. L. Staehli, *Band Structure of the GaAs/Al_xGa_{1-x}As Solid Solutions*, in *Physics of DX Centers in GaAs Alloys*, edited by J. C. Bourgoin, *Solid State Phenomena* Vol. 10 (Tech Publications, Vaduz, 1990).
¹⁸P. R. Bevington, *Data Reduction and Error Analysis for Physical Sciences* (McGraw Hill, New York, 1969).
¹⁹Also the Varshni equation (1) gives a good fit of the points in the 2-77-K temperature region. However, both α and β parameters deduced for the fit are negative: thus $T > |\beta|$ the calculated curve gives an increase of the gap with the temperature. This kind of fit does not have physical meaning.
²⁰M. B. Panish and H. C. Casey, Jr., *J. Appl. Phys.* **40**, 1969 (1969).
²¹C. K. Kim, P. Lautenschlager, and M. Cardona, *Solid State Commun.* **59**, 797 (1986).

**OCENA INTENSYWNOŚCI PROCESÓW METABOLICZNYCH
W FUNKCJI TEMPERATURY SKŁADOWANIA**

ANALIZA ZIARNA PSZENICY I ŻYTA

ZE ZBIORU 1997r.

Opracował: dr inż. Henryk Jeleń

prof. dr hab.inż. Edward Kamiński

Analiza ziarna pszenicy i żyta ze zbioru 1997

Próby do badań ziarna zbóż ze zbioru 1997 pobierano w punkcie skupu bezpośrednio od dostawców w elewatorze Czerwonak (20 km od Poznania). W pobranych próbach ziarna oznaczano wilgotność przy skupie (tab. 1), skażenie mikrobiologiczne (tab. 2 i rys. 1) i związki lotne.

Analiza mikrobiologiczna ziarniaków zbóż ze zbioru 1997

Materiał do badań mikrobiologicznych stanowiły próby ziarna zbóż (5 prób ziarna pszenicy oraz 2 próby ziarna żyta).

Metoda posiewu:

Na płytki Petriego z pożywką brzeczkową zestaloną agarem (8°Błg z dodatkiem 7% NaCl) wykładano po 100 ziarniaków z każdej próby ziarna. Płytki inkubowano w temp. 26°C przez około tydzień. Następnie liczone ziarniaki, przy których wyrosły grzyby. Jako wynik podano % ziarniaków porażonych zidentyfikowanym grzybem.

Wyniki:

Tabela 1. Wilgotność prób ziarna mierzona przy skupie

nazwa i nr próby	wilgotność w %
pszenica 203	11,0
pszenica 204	11,5
pszenica 205	12,5
pszenica 208	14,5
pszenica 210	14,0
żyto 211	14,5
żyto 213	16,0

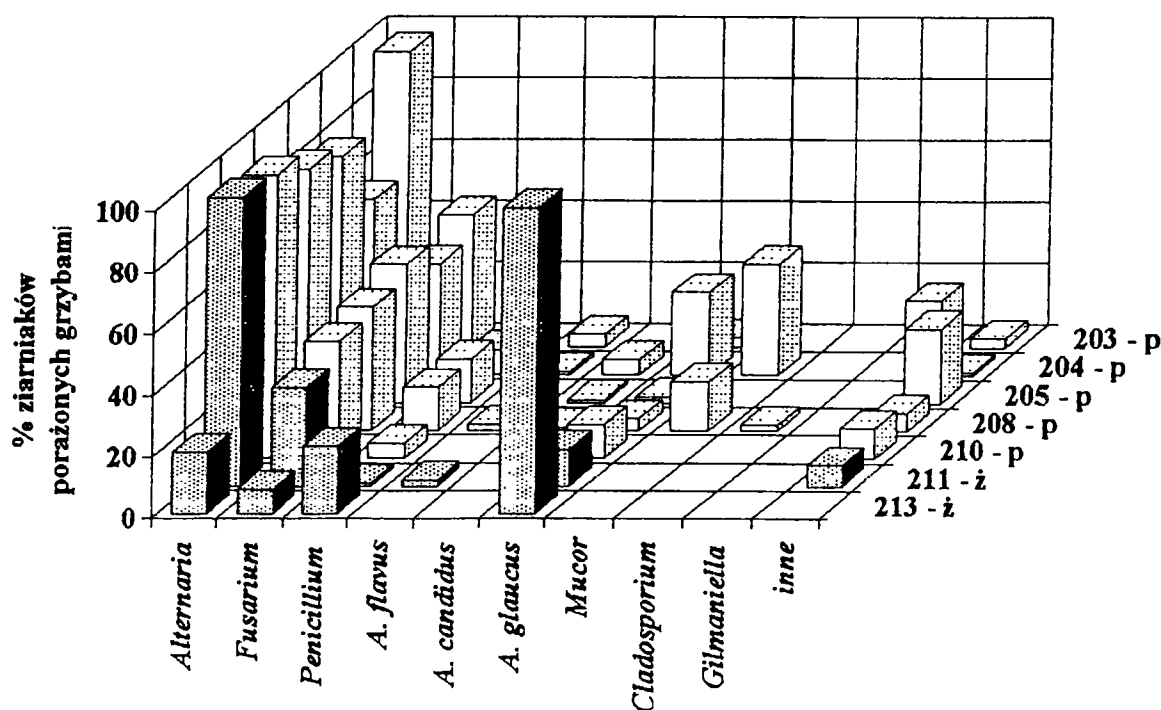
Do analizy mikrobiologicznej wybrano ziarno pszenicy o wilgotności od 11,0% do 14,5% i ziarno żyta o wilgotności 14,5% i 16,0%.

Tabela 2. Procentowy udział ziarniaków pszenicy i żyta porażonych grzybami

grzyb	rodzaj i nr próby badanego ziarna						
	pszenica					żyto	
	203	204	205	208	210	211	213
	procent ziarniaków porażonych grzybami						
<i>Alternaria</i>	96	57	80	85	92	94	20
<i>Aspergillus</i> ogółem	7	33	3	7	13	14	100
<i>A. flavus</i>	4	1		2		2	
<i>A. candidus</i>		5	1	1	2		
<i>A. glaucus</i>	3	27	2	4	11	12	100
<i>Fusarium</i>	43	36	45	40	38	32	8
<i>Penicillium</i>	5	8	14	14	5	1	22
<i>Mucor</i>		36		16			
<i>Cladosporium</i>				2			
<i>Gilmaniella</i>	15						
inne ogółem	3	1	24	6	10	7	

Rys. 1.

Mikroflora ziarna pszenicy (p) i żyta (ż) ze zbiorów 1997



We wszystkich dotychczas przebadanych pięciu próbach ziarna pszenicy i dwóch próbach ziarna żyta z tegorocznych zbiorów wykryto grzyby należące do czterech rodzajów. Grzyby "polowe" z rodzaju *Alternaria* występowały w 20 do 96% ziarniaków i z rodzaju *Fusarium* - w 8 do 45% ziarniaków, natomiast grzyby "przechowalniane" z rodzaju *Aspergillus* wykryto w 3 do 100% ziarniaków a z rodzaju *Penicillium* - w 1 do 22% ziarniaków. Wśród grzybów z rodzaju *Aspergillus* zidentyfikowano trzy gatunki: *A. flavus* (w trzech próbach pszenicy i w jednej żyta), *A. candidus* (w czterech próbach pszenicy) oraz *A. glaucus* (we wszystkich badanych próbach). Ziarniaki żyta o wilgotności 16,0% były najsilniej porażone grzybami "przechowalnianymi" - *A. glaucus* wyrastał ze 100% ziarniaków, a grzyby *Penicillium* z 22% ziarniaków. Poza wyżej wymienionymi grzybami, w dwóch próbach ziarna pszenicy wykryto grzyb z rodzaju *Mucor* (do 36% ziarniaków), w jednej próbie pszenicy grzyb z rodzaju *Gilmaniella* (15% ziarniaków) a w jednej próbie pszenicy grzyb z rodzaju *Cladosporium* (2% ziarniaków). W większości badanych prób ziarna izolowano także inne grzyby, które są obecnie identyfikowane. Wysoki procentowy udział ziarniaków porażonych grzybami "polowymi" *Alternaria* i *Fusarium* świadczy o tym, że ziarno jest świeże. Jednak obecność grzybów "przechowalnianych" *Aspergillus*, *Penicillium* i *Mucor* powinna przypominać o konieczności kontrolowania warunków przechowywania ziarna aby zapobiec w przyszłości rozwojowi grzybów i nagromadzeniu się ich toksycznych metabolitów.

ANALIZA ZWIĄZKÓW LOTNYCH WYBRANYCH PRÓB ZIARNA

Związki lotne izolowano z ziarna metodą dynamicznego headspace przepuszczając przez próbę strumień azotu i adsorbując uwolnione związki na polimerze Tenax GR. Zaadsorbowane związki eluowano mieszaniną eteru i pentanu (1/1 v/v). Mieszaninę poddano zagęszczaniu w strumieniu azotu do objętości ok 20 μ l i nastrzykiwano na chromatograf gazowy sprzężony ze spektrometrem masowym (HP 5890II/HP 5971B). Zawartość związków podano w ng/100g ziarna. Wyniki zostały przedstawione w tabeli 3.

Tabela 3. Zawartość dominujących związków lotnych w próbach ziarna zbóż pobranych w punkcie skupu - elewator Czerwonak, 20km od Poznania. Zawartość związków podano w [ng/100g ziarna].

Lp	Nazwa związku	czas retencji	pszenica 12% wilgotności	żyto 16% wilgotności
1	3-metyl-1-butanol	3.57	201	40
2	1-heptanol	3.80	Nd	381
3	2-metyl-1-propanol	4.40	189	65
4	oktan	4.82	211	178
5	ksylen	6.36	50	84
6	nonanol	7.93	35	25
7	1-okten-3-ol	9.49	nd	29
8	dekan	9.88	95	nd
9	bis(1-metyletyl) disulfid	10.27	44	21
10	dodekan	15.65	102	73
11	1-tetradecen	20.63	45	153
12	beta farnezen	22.48	30	nd
13	1-heksadecen	25.53	38	39


W tabeli 3. przedstawiono dominujące związki lotne w ziarnach żyta i pszenicy spośród ok. 30 związków oznaczonych metodą GC/MS.

Spośród związków podanych w tabeli typowymi metabolitami mikroflory są 3-metyl butanol, heptanol, nonanol, 1-okten-3-ol, tetradecen oraz β -farnezen. Wyższe alkohole są

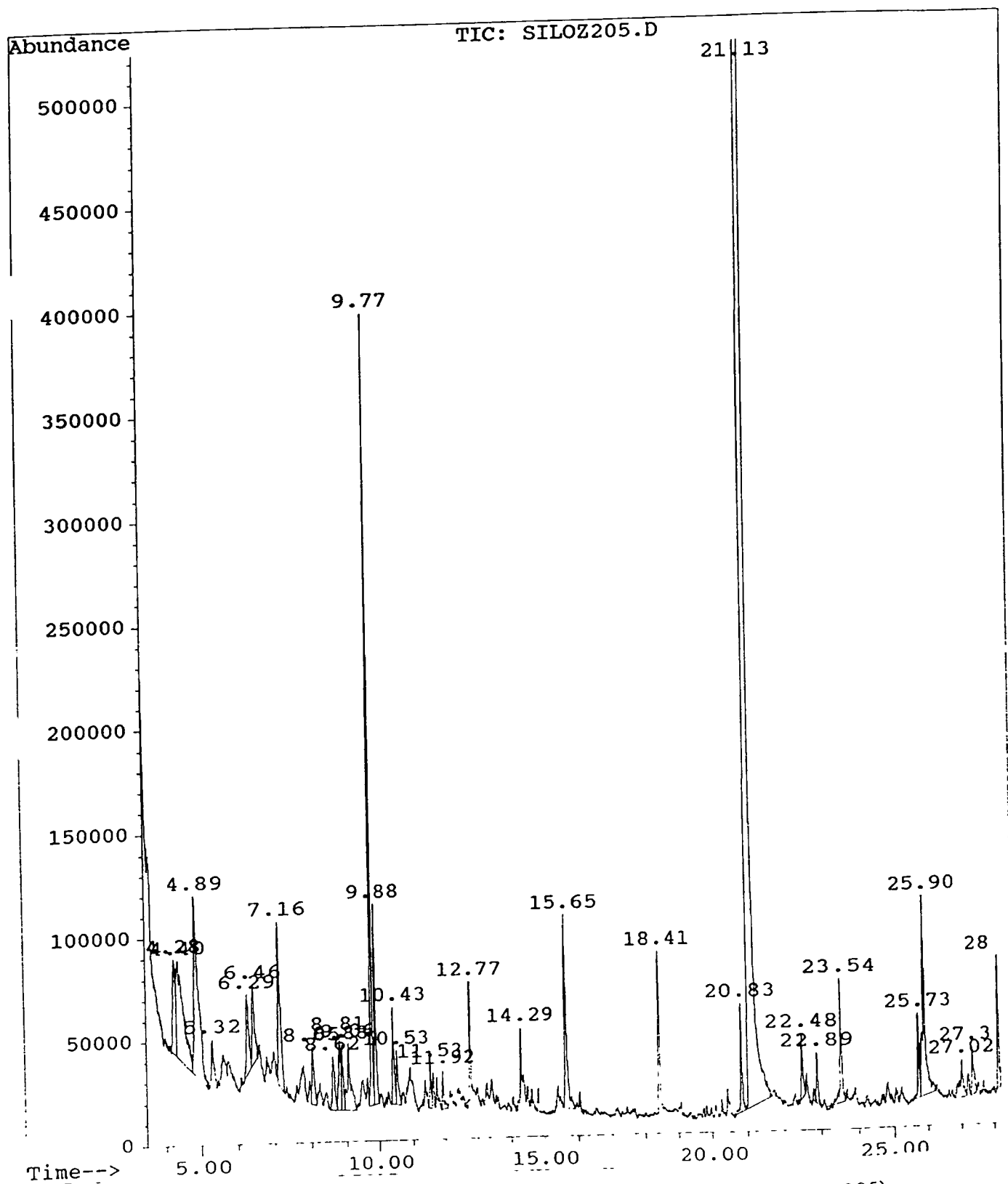
metabolitami typowymi dla wszystkich grzybów pleśniowych wykrytych metodami mikrobiologicznymi. W ziarnie żyta o wyższej wilgotności dominowała mikroflora przechowalnicza dla której wśród tworzonych alkoholi typowym metabolitem o zapachu grzybowym był 1-okten-3-ol. W pszenicy dominującą mikroflorą były grzyby polowe - Alternaria i Fusaria. Metabolitem grzybów z rodzaju Fusarium jest β -farnezen. Inne związki podane w tabeli wykrywane są często zarówno w próbach ziarna zdrowego jak i porażonego.

PODSUMOWANIE

Pobrane do badań próby ziarna ze zbiorów 1997 charakteryzowały się niską wilgotnością, za wyjątkiem próby żyta 213, która miała 16% wilgotności. Zawartość wody rzutowała na rodzaj i zawartość mikroflory co przedstawiono w tabeli 1. Zarówno analiza mikrobiologiczna jak i analiza związków lotnych może wskazywać na istniejące niebezpieczeństwo rozwoju mikroflory w silosach dla ziarna o wyższej zawartości wody (próby 203, 204, 205). Suche ziarno dostarczane do skupu nie stanowi zagrożenia. Ziarno o wyższej zawartości wody może stanowić zagrożenie poprzez predyspozycje do samozagrzewania.

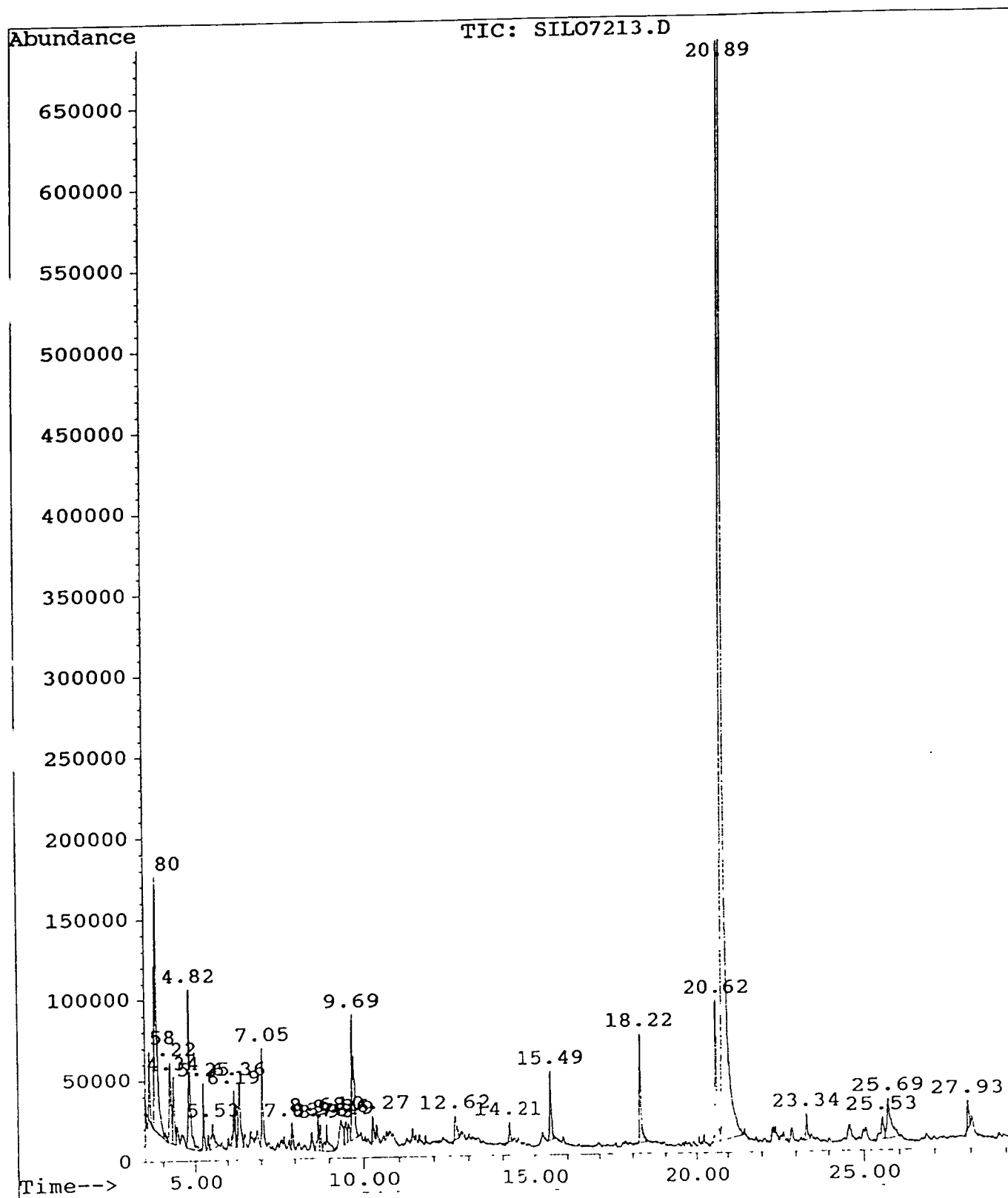

Prof. dr hab. Edward Kamiński

File : C:\HPCHEM\1\DATA\SILOZ205.D
Operator : hj
Acquired : 3 Dec 97 8:25 pm using AcqMethod FUSER1.M
Instrument : 5971 - GC
Sample Name: proba z 205
Misc Info :
Vial Number: 1



Rys. 2. Chromatogram GC/MS związków lotnych ziarna pszenicy (próba 205).

File : C:\HPCHEM\1\DATA\SILO7213.D
Operator : hj
Acquired : 24 Nov 97 3:29 pm using AcqMethod FUSETER1.M
Instrument : 5971 - GC
Sample Name: ziarno proba 213
Misc Info : C14 4ug
Vial Number: 1



Rys. 3. Chromatogram GC/MS związków lotnych ziarna żyta (próba 213).

66