

Využití dielektrické spektroskopie při zkoumání kvality vybraných potravin

Analysis of Chosen Properties of Matters Using Dielectric
Spectroscopy

Lukáš Pajonk

Bakalářská práce
2013



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta aplikované informatiky

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta aplikované informatiky
akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Lukáš PAJONK**
Osobní číslo: **A10232**
Studijní program: **B3902 Inženýrská informatika**
Studijní obor: **Bezpečnostní technologie, systémy a management**
Forma studia: **prezenční**

Téma práce: **Využití dielektrické spektroskopie při zkoumání
kvality vybraných potravin**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte literární rešerši popisující současný stav dané problematiky.
2. Seznamte se s programovacím prostředím Agilent VEE PRO a jeho možnostmi s připojením a ovládáním měřicích přístrojů.
3. Navrhněte a vytvořte uživatelskou aplikaci v tomto prostředí pro automatizované měření dielektrických veličin.
4. Provedte reálné měření dielektrických veličin na vybraných vzorcích, dosažené výsledky zpracujte a vhodně prezentujte.
5. Z dostupných technických prostředků navrhněte a sestavte laboratorní úlohu pro předmět Instrumentace a měření.
6. Vytvořte jednoduchý návod k úloze, provedte měření a vypracujte vzorový protokol o měření.

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. **BARSOUKOV, Evgenij a J MACDONALD. Impedance spectroscopy: theory, experiment, and applications. 2nd ed. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, c2005, xvii, 595 s. ISBN 0471647497.**
2. **GAONKAR, Edited by Anilkumar G. Characterization of food emerging methods. Amsterdam: Elsevier, 1995. ISBN 00-805-2894-5.**
3. **HOLCMAN, Vladimír. Dielektrická relaxační spektroskopie kompozitních soustav = Dielectric relaxation spectroscopy of composite systems: zkrácená verze Ph.D. Thesis. 1. vyd. IV Brně: Vysoké učení technické, 2008, 239 s. Senzory neelektrických veličin. ISBN 80-214-3573-9.**
4. **KREMER, F a A SCHÖNHALS. Broadband dielectric spectroscopy. New York: Springer, c2003, xxi, 729 p. ISBN 35-404-3407-0.**
5. **NAVRÁTIL, Milan. Instrumentace a zpracování signálů při měření kinetiky síťovacích reakcí pomocí impedanční spektroskopie. Zlín, 2002. 57 listů, iv příl. Diplomová Práce. UTB ve Zlíně. Vedoucí práce Vojtěch Křesálek.**

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Milan Navrátil, Ph.D.

Ústav elektroniky a měření

Datum zadání bakalářské práce:

25. února 2013

Termín odevzdání bakalářské práce:

30. května 2013

Ve Zlíně dne 25. února 2013


prof. Ing. Vladimír Vašek, CSc.
děkan




doc. Mgr. Milan Adámek, Ph.D.
ředitel ústavu

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se zabývá zkoumáním využití měření dielektrických vlastností pro měření kvality potravin, konkrétně jedlých olejů. Zaměřuje se na změny jejich vlastností vlivem času, světla a tepla. Konkrétně se zaměřuje na měření relativní permitivity a disipačního faktoru.

Klíčová slova: Dielektrická spektroskopie, relativní permitivita, disipační faktor, jedlé oleje

ABSTRACT

This bachelor's thesis examines the use of measuring dielectric properties for measuring the quality of foods, particularly edible oils. It focuses on changes in their characteristics with time, light, and heat. Specifically, focusing on the measurement of relative permittivity and dissipation factor.

Keywords: Dielectric spectroscopy, dielectric constant, dissipation factor, edible oils

Rád bych touto cestou poděkoval vedoucímu své bakalářské práce Ing. Milanovi Navrátilovi, Ph.D., za odborné vedení, cenné rady, kritické připomínky a trvalý zájem, který věnoval přípravě a realizaci mé bakalářské práce. Dále bych rád poděkoval své rodině za podporu ve studiu na vysoké škole a všem svým přátelům, kteří mi pomáhali během mého studia.

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby;
- beru na vědomí, že bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k prezenčnímu nahlédnutí, že jeden výtisk bakalářské práce bude uložen v příruční knihovně Fakulty aplikované informatiky Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3;
- beru na vědomí, že podle § 60 odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 odst. 2 a 3 autorského zákona mohu užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považují se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Prohlašuji,

- že jsem na bakalářské práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků budu uveden jako spoluautor.
- že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné

Ve Zlíně

.....
podpis diplomanta

OBSAH

ÚVOD	8
I TEORETICKÁ ČÁST	9
1 DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE	10
1.1 DIELEKTRIKA	10
1.2 POLARIZACE DIELEKTRIKA	11
1.3 RELATIVNÍ PERMITIVITA	11
1.4 DISIPAČNÍ FAKTOR	12
2 POTRAVINÁŘSKÉ OLEJE	13
3 MĚŘENÍ OLEJŮ	14
4 MĚŘENÍ TPM OLEJŮ	15
II PRAKTICKÁ ČÁST	16
5 SOFTWARE A HARDWARE	17
5.1 AGILENT VEE PRO 9.2.....	17
5.2 AGILENT E4980A PŘESNÝ LCR METR, 20 Hz AŽ 2 MHz.....	18
5.2.1 Parametry:	18
5.3 UŽIVATELSKÁ APLIKACE.....	18
5.4 MĚŘÍCÍ CELA	21
5.5 POUŽITÉ VZORKY	22
6 PŘÍPRAVA PŘED VLASTNÍM MĚŘENÍM	23
7 MĚŘENÍ OLEJŮ	24
7.1 NAMĚŘENÉ HODNOTY	25
8 LABORATORNÍ ÚLOHA	28
8.1 PROTOKOL O MĚŘENÍ.....	28
ZÁVĚR	29
ZÁVĚR V ANGLIČTINĚ	31
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	33
SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK	34
SEZNAM OBRÁZKŮ	35
SEZNAM TABULEK	36
SEZNAM PŘÍLOH	37
PŘÍLOHA P I: TABULKY NAMĚŘENÝCH HODNOT	38
PŘÍLOHA P II: VZOROVÝ PROTOKOL O MĚŘENÍ	40

ÚVOD

Dielektrická spektroskopie jako metoda pro měření vlastností organických látek byla použita již v roce 1931 a začala být používána k určování pohybu molekulárních dipólů.

Cílem této práce je zjistit, zda je dielektrická spektroskopie použitelná jako metoda pro měření kvality potravin, přesněji potravinářských olejů. Zaměřuje se na měření elektrické kapacity, disipačního faktoru a výpočtu relativní permitivity použitých vzorků. Zkoumá, zda se vlivem času, světla a tepla mění kvalita oleje a zda je tuto změnu možné měřit a zaznamenat za využití metod dielektrické spektroskopie.

Základem bude vypracování literární rešerše na téma dielektrické spektroskopie a současných metod pro posuzování kvality potravinářských olejů.

K dosažení těchto cílů, bude nutné vytvořit vhodné měřicí pracoviště, aplikaci pro usnadnění a zautomatizování měření a následné zaznamenávání naměřených hodnot a postup vhodný pro získávání přesných výsledků.

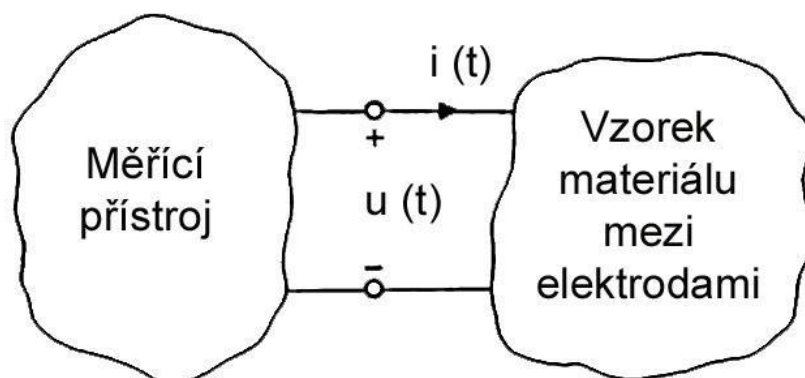
Součástí práce bude vytvoření laboratorní úlohy do předmětu instrumentace a měření, na téma dielektrické spektroskopie. K této laboratorní úloze bude následně zpracován vzorový protokol o měření a přiložen jako součást přílohy.

I. TEORETICKÁ ČÁST

1 DIELEKTRICKÁ SPEKTROSKOPIE

Interakce mezi elektromagnetickým zářením a pohybem elektrických dipólů umožňuje testování materiálů za využití dielektrické spektroskopie. Dielektrická spektroskopie se zaměřuje na sledování polárních molekul látek převážně v plynném nebo kapalném skupenství. Tato metoda byla uvedena v roce 1931 a začala být používána k určování pohybu molekulárních dipólů.

Základním principem měření je umístění zkoumaného materiálu mezi dvě vodivé elektrody (Obr. 1), použití časově proměnného napětí mezi elektrodami a sledování výsledného časově proměnného proudu nebo impedance. Prostřednictvím střídavého napětí je vyvoláno elektrické pole, zkoumaný materiál se začíná polarizovat a vede elektrický náboj, který přechází z jedné elektrody na druhou. Dielektrická polarizace a elektrická vodivost jsou příčinou vzniku proudu, jehož velikost se může výrazně měnit v závislosti na podmínkách měření [5].



Obr. 1 Princip dielektrického měření

1.1 Dielektrika

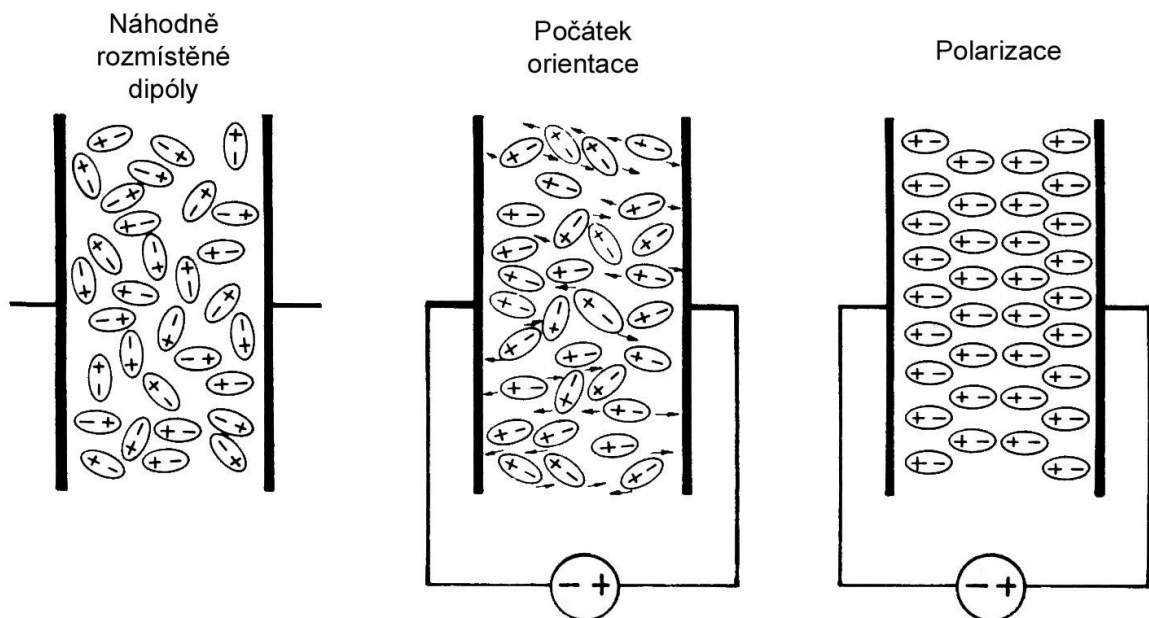
V elektrickém poli je uvnitř vodičů intenzita elektrického pole nulová. Vodič vložený do elektrického pole vytváří indukovaný náboj, jehož pole a pole vnější se uvnitř vodiče vruší. To je ovšem možné jen tehdy, jsou-li k dispozici ve vodiči volně pohyblivé náboje. V kovech to jsou volné elektrony.

Uvažujeme-li ideální izolant, žádné volné náboje v něm nejsou. Elektrony a protony jsou vázány v jednotlivých atomech a molekulách, i když na ně působí elektrické pole silou, nedojde k takovému přesunu jako ve vodivé látce. Vnější pole není zcela zrušeno a v izolantu existuje nenulová intenzita pole. Elektrické pole prostupuje izolantem, prochází

skrze izolant. Řecká předpona „dia“ = skrz dala název takovým látkám. Izolanty také nazýváme dielektrika.[6]

1.2 Polarizace Dielektrika

V pevných látkách s nepolárními molekulami dochází k tzv. elektronové polarizaci, kdy působení elektrického pole naruší symetrické rozložení nábojů. Dojde k posunu záporného elektrického náboje elektronového obalu a k opačnému posunu kladného náboje jader, tím nastane posun těžiště jak záporného tak kladného náboje molekuly. Vznikne orientovaný dipól (kladný náboj ve směru pole).[6]



Obr. 2 Orientace dipólů v elektrickém poli

1.3 Relativní permitivita

Relativní permitivita byla poprvé popsána Michaelem Faradayem jako poměr kapacit dvou kondenzátorů. Jeden kondenzátor je vyplněn dielektrikem – C a druhý kondenzátor je vakuový – C_0 . Jedná se o bezrozměrnou veličinu

$$\epsilon_r = \frac{C}{C_0} \quad (1)$$

Velikost relativní permitivity dané látky umístěné mezi elektrody se odvíjí od fyzikálních podmínek jako je tlak, teplota a také od kmitočtu střídavého napětí, které danou látkou prochází. Všechna dielektrika má relativní permitivitu vždy větší jak 1. Hodnota relativní

permitivity se u dielektrických látek pohybuje v intervalu 1-10. Pro porovnání, feroelektrické látky dosahují hodnoty relativní permitivity v intervalu 100-1000.

1.4 Disipační faktor

Při měření impedance se využívá disipační faktor D . Není závislý na velikosti impedance, ale pouze na jejím fázovém posunu. Jeho definice je:

$$D = \cot g(\phi) = \operatorname{tg}(\delta) = \left| \frac{\operatorname{Re}(Z)}{\operatorname{Im}(Z)} \right| = \left| \frac{\frac{R}{1+\omega^2 R^2 C^2}}{\frac{-\omega R^2 C}{1+\omega^2 R^2 C^2}} \right| = \frac{1}{\omega R C} \quad (2)$$

Protože platí:

$$R = \rho \frac{l}{S} \quad (3)$$

$$C = \varepsilon \frac{S}{l} \quad (4)$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (5)$$

kde σ je měrná vodivost [$\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$], ρ je měrný odpor [$\Omega\cdot\text{m}$], ε je permitivita prostředí, S je plocha [m^2], l je vzdálenost [m], můžeme po dosazení zapsat ve tvaru:

$$D = \frac{1}{\omega R C} = \frac{1}{\omega \rho \frac{l}{S} \varepsilon \frac{S}{l}} = \frac{1}{\omega \rho \varepsilon} = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \quad (6)$$

Z výše uvedeného je patrné, že faktor disipace je závislý na úhlové frekvenci, hodnotě permitivity a vodivosti materiálu, tedy pouze na materiálových vlastnostech.[5]

2 POTRAVINÁŘSKÉ OLEJE

Oleje jsou organické sloučeniny, které nelze prozatím vyrábět uměle. Kvůli tomu získáváme oleje z rostlinných či živočišných tkání.

Potravinářské, jedlé stolní oleje, jsou vysoce využívány ať již v potravinářství či v samotných domácnostech. Z chemického hlediska se jedná o rostlinné kapalné triacylglyceroly. Oleje jsou nerozpustné ve vodě, jelikož obsahují hydrofobní uhlovodíkové řetězce. Jejich hustota je také menší než hustota vody. V rostlinných tkáních slouží k ukládání energie. Proto jsou tyto látky nalezeny převážně v rostlinných plodech či semenech, z jejichž zpracování se získává potřebný olej.

Potravinářských olejů je vysoké množství druhů. Z těch nejznámějších a nejpoužívanějších jmenujme například řepkový – získávaný ze semen Řepky Olejné, slunečnicový získávaný se semen Slunečnic či olivový olej získávaný z plodů Olivovníku. Olivového oleje se rozlišuje několik druhů, dle výrobního postupu a zralosti oliv, ze kterých je olej lisován. Hlavní rozlišení je na panenské oleje – lisované za studena a rafinované oleje – lisované za vysokých tlaků a teplot, následně chemicky upravené.

Kvalita rostlinných olejů se snižuje vlivem teploty, světla a času. Proto se kvalitnější jedlé oleje prodávají v tmavých obalech, které mají účel zachování vlastností oleje po co nejdelší dobu. Pro skladování olejů je tedy nutné zamezit přístupu slunečního záření a působení vyšších teplot. Pro skladování je dostatečná pokojová teplota.

Při tepelném zpracování olejů, dochází ke změnám stavby mastných kyselin. Za působení vysokých teplot dochází ke vzniku zdraví škodlivých volných radikálů a trans mastných kyselin. Kvůli tomu je vhodné pro tepelné úpravy volit oleje s nižším obsahem nenasycených mastných kyselin. Z tohoto důvodu by se neměli oleje používat opakovaně například ke fritování, jelikož se zvyšuje riziko vůči lidskému zdraví.

3 MĚŘENÍ OLEJŮ

Existuje množství chemicko-fyzikálních metod pro zkoumání olejů. Níže je vyjmenováno několik z nich.

Číslo kyselosti a peroxidové číslo

Pro stanovení použita metoda dle Nařízení Komise (EHS) č. 2568/91 ve znění pozdějších předpisů.

Autenticita

Použita hmotnostní spektrometrie v otevřeném prostoru s využitím iontového zdroje pro přímou analýzu v reálném čase ve spojení s vysokorozlišovacím hmotnostním spektrometrem s analyzátozem typu orbitální past (DART-Orbitrap-MS).

Mastné kyseliny

Stanovení plynovou chromatografií s plamenově-ionizačním detektorem.

Pesticidy

Stanovení plynovou chromatografií s hmotnostním detektorem.

Polycyklické aromatické uhlovodíky

Stanovení plynovou chromatografií s hmotnostním detektorem.

Senzorické hodnocení

Vzorky posouzeny panelem posuzovatelů školených podle normy ISO 8586; publikované hodnocení je výsledkem průměrného hodnocení celého panelu. Hodnocení probíhalo ve zkušební místnosti vybavené podle normy ISO 8589.

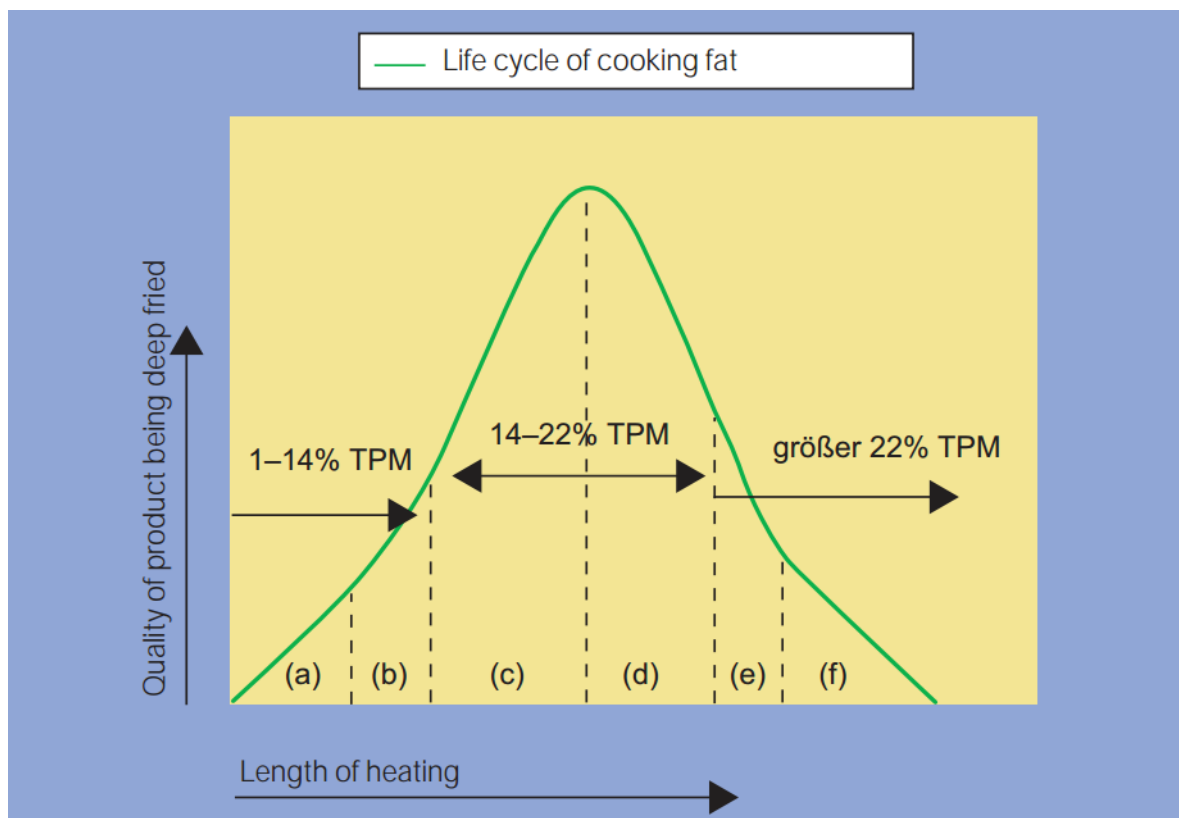
Deklarace

Kontrola obalu zaměřená na obsah, úplnost a správnost deklarovaných údajů.[10]

4 MĚŘENÍ TPM OLEJŮ

V současnosti je nejrozšířenější metodou měření celkového obsahu polárních sloučenin, označovaného jako TPM – Total Polar Materials. Maximální přípustné množství, je u nás v ČR stanovené na 25% TPM. Pro měření celkového obsahu polárních sloučenin, se používají přístroje, které pro měření využívají kapacitního senzoru. Toto měření je vhodné pro všechny typy olejů používané v potravinářství. [9]

Toto měření se používá především v gastronomických provozovnách pro měření fritovacích olejů. Měření se provádí za běžného provozu. Není potřeba čekat na vychlazení použitého oleje, jedinou podmínkou je, že v měřeném oleji se nesmí nacházet žádné potraviny. Teplotní rozsah pro měření je $+40^{\circ}\text{C}$ až $+200^{\circ}\text{C}$. Oleje s vysokou hodnotou TPM jsou opticky tmavší, nepříjemného zápachu a obsahují zbytky připálených potravin. Tuto metodu měření kvality olejů používá i Krajská hygienická správa. Jedním z nejpoužívanějších přístrojů pro měření TPM u nás i ve světě je tester Testo 270, od stejnojmenného výrobce, s pořizovací cenou kolem 10500 Kč. S tímto testerem se velmi jednoduše manipuluje, jelikož není nutné, aby byl připojen do elektrické sítě – je napájen bateriemi. I jeho váha je velice nízká, pouhých 164 g. [7]



Obr. 3. Graf životnosti kuchyňského oleje[7]

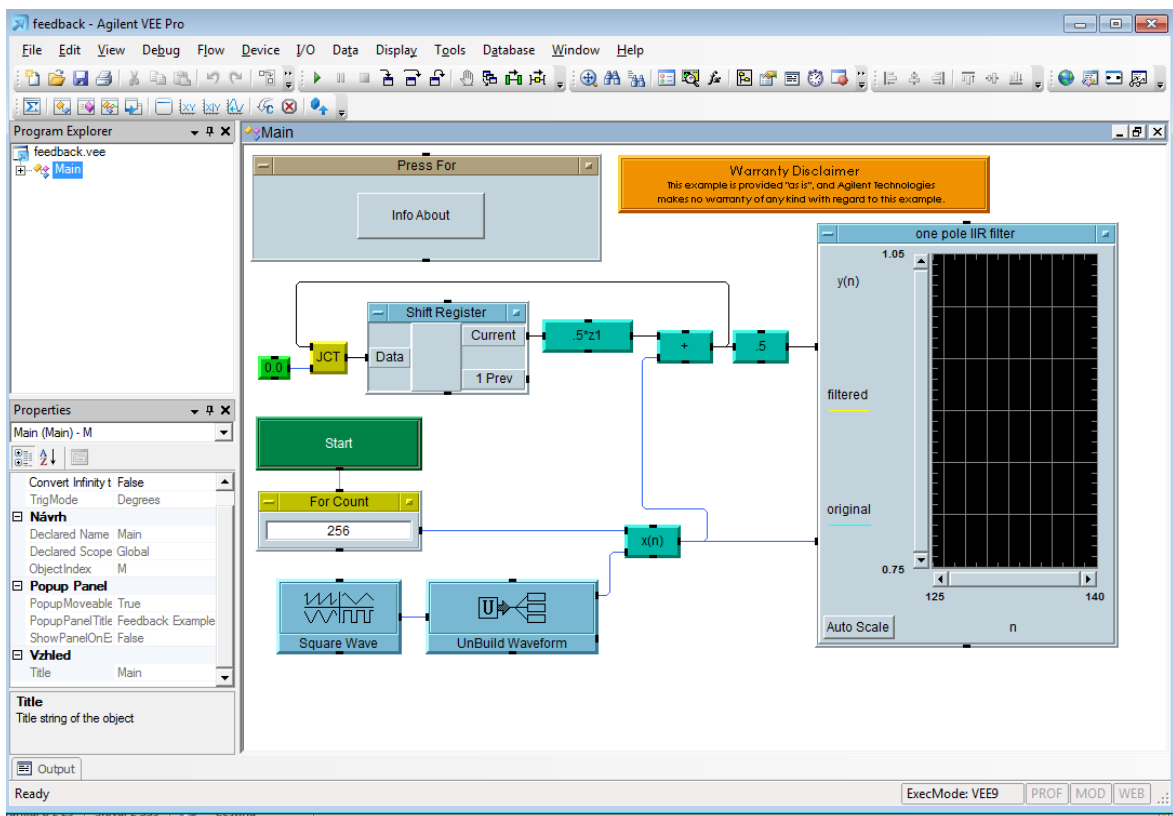
II. PRAKTICKÁ ČÁST

5 SOFTWARE A HARDWARE

V této kapitole je rozebráno použité vybavení, které bylo využité pro tvorbu měřicího pracoviště. Jedná se o použitý programovací software Agilent VEE Pro, měřicí přístroj Agilent E4980A, uživatelskou aplikaci vytvořenou speciálně pro tuto práci a měřící celou pro měření zkoumaných vzorků

5.1 Agilent VEE Pro 9.2

Agilent VEE Pro je grafický programovací software, který využívá vysoké úrovně grafického zobrazení, podobné vývojovým diagramům. Díky tomu usnadňuje měření, je přehledný a není nikterak těžké se s ním naučit pracovat. Návrh programu nezabere nikterak dlouhou dobu a je díky grafickému zobrazení velice srozumitelný a přehledný. Dále je velice snadné propojit počítač buď sběrnici GPIB nebo USB portem.



Obr. 4 Ukázka rozhraní programovacího softwaru Agilent VEE Pro 9.2

5.2 Agilent E4980A Přesný LCR metr, 20 Hz až 2 MHz

Přesný LCR metr E4980A nabízí nejlepší kombinaci přesnosti, rychlosti a všestrannosti pro nejrůznější měření komponent využitelnou jak v oblasti výzkumu a vývoje, tak při samotné výrobě. Samozřejmostí je konektivita LAN, USB a GPIB pro propojení s PC.

5.2.1 Parametry:

- frekvence: 20 Hz až 2 MHz, se 4-místným rozlišením
- přesnost: 0.05% s vynikajícím opakovaným měřením v nízkých a vysokých impedancích
- vestavěný 40V DC Bias
- možnost řízení externího bias zdroje proudu Agilent 42841A
- měření R_{DC}
- 20 V_{RMS} test signal
- vysokorychlostní měření 5.6 ms
- PC konektivita LAN, USB a GPIB



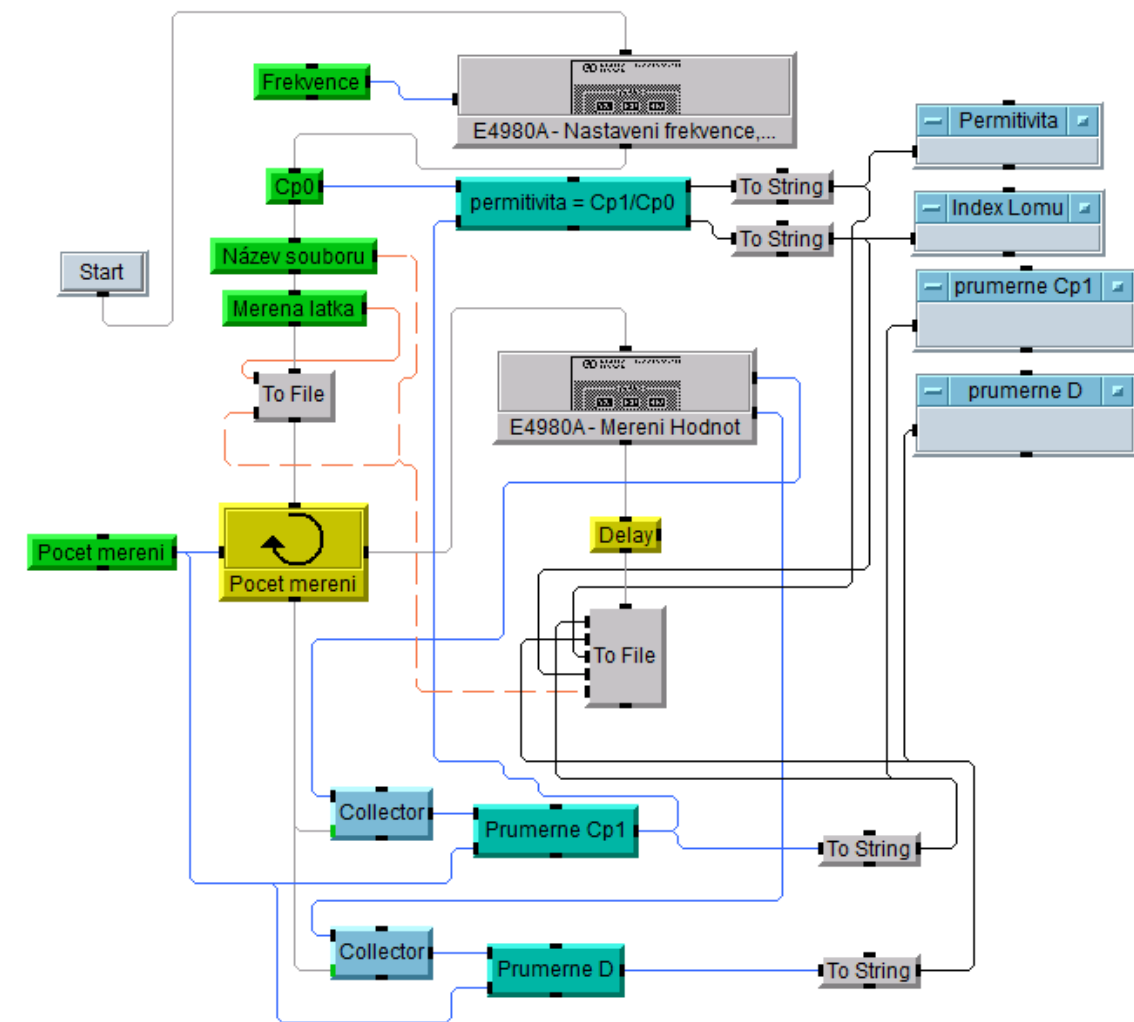
Obr. 5 Agilent E4980A Přesný LCR metr

5.3 Uživatelská aplikace

Pro usnadnění měření byla vytvořena aplikace pro měření v programu VEE Pro. Tento software byl zvolen, protože v něm lze snadno a rychle navrhnout potřebnou aplikaci pro specifické určení. Od základů byla naprogramována aplikace v softwaru Agilent VEE Pro,

verze 9.2. Díky navržení relativně jednoduché aplikace, jsem dosáhl výrazné úspory času a zjednodušení měření.

Aplikace byla navržena pro dielektrické měření, konkrétně pro měření elektrické kapacity, disipačního faktoru a výpočtu relativní permitivity. Měření se provádělo 5x, výsledná hodnota byla průměrem z pětice měření. Napětí bylo konstantní – 1 V. Aplikace také umožňovala změnu frekvence použité při měření. Použitý frekvenční rozsah byl 1 kHz – 2 MHz, kvůli schopnostem použitého měřicího můstku. Aplikace z naměřené kapacity měřící cely a zadané kapacity prázdné měřící cely vypočítala relativní permitivitu měřené látky. Dále měla aplikace zabudované jednoduché ukládání naměřených výsledků do textového souboru, pro usnadnění zapisování naměřených hodnot.



Obr. 6 Zdrojový kód uživatelské aplikace

Pro jednoduché a přehledné ovládání byly na panelu umístěny hlavní ovládací a zobrazovací prvky. Pomocí panelu se provádělo veškeré vlastní měření.

The screenshot shows a software application window titled "Main" with a dotted grid background. The window contains several input fields and a button:

- Three input fields at the top: "Pocet mereni" (5), "Cp0 - Referencni [F]" (75p), and "Frekvence [Hz]" (2000000).
- A label "Nazev a cesta k souboru pro ulozeni hodnot" above an input field containing "d:\mereni\olivovy_olej8.txt".
- A label "Merena latka" above an input field containing "Olivovy olej".
- A "Start" button below the "Merena latka" field.
- Four empty output fields at the bottom, each with a label above it: "Namerene prumerne Cp1[F]", "Namerene prumerne D", "Permitivita", and "Index Lomu".

Obr. 7 Aplikace pro měření (na panelu)

5.4 Měřící cela

Pro měření olejů byla použita ocelová měřící cela o objemu 16 ml. Naměřená kapacita prázdné cely, byla průměrně 75 pF (lišila se o desetiny v závislosti na poloze kabelů).



Obr. 8 Měřící cela

Cela byla po každém měření důkladně umyta, odmaštěna a vyčištěna, aby nedocházelo k ovlivňování měření. Po každém vyčištění byla cela zapojena, změřena a byla opětovně stanovena její kapacita, aby nedocházelo k ovlivňování výsledků rozdíly v kapacitě cely. Následně byl do cely vpraven olej malým otvorem v horní části. Pro naplnění olejem byla použita injekční stříkačka o celkové kapacitě 20 ml. Byla použita jednak proto, aby nedocházelo k pohybu s celou, případně měřícími kabely a také proto, aby bylo možné přesně stanovit potřebné množství měřeného oleje.



Obr. 9 Připojená měřící cela

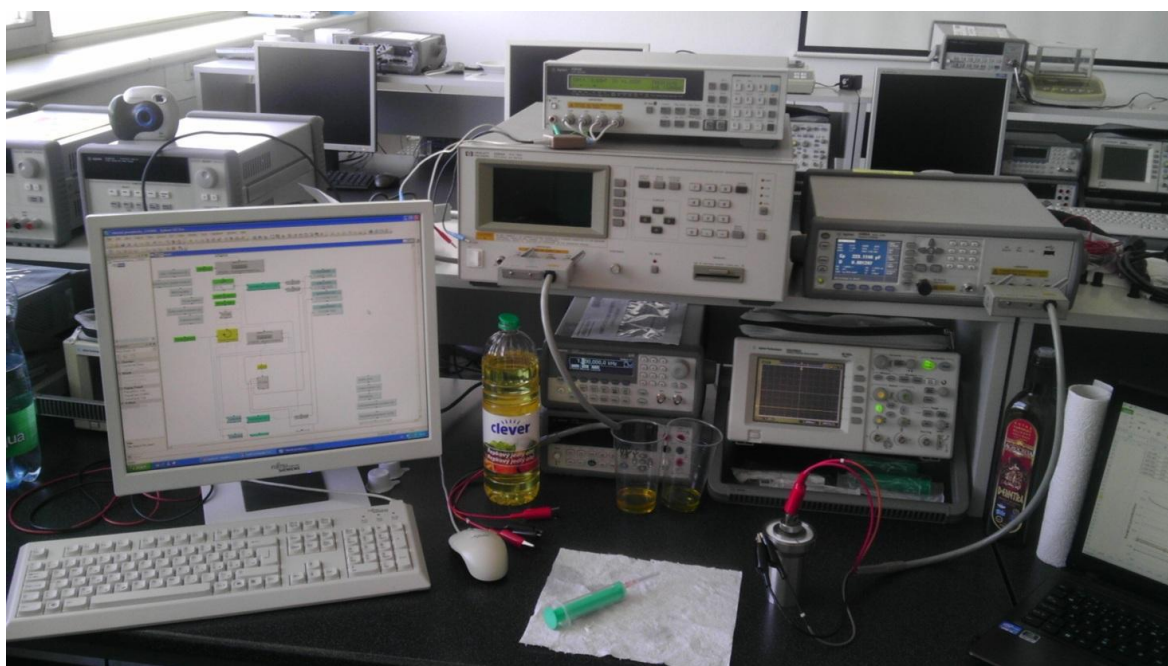
5.5 Použité vzorky

Pro měření byly použity následující jedlé oleje:

- Olivový olej Carbonell
- Olivový olej Carbonell – přepálený
- Olivový olej Demetra
- Olivový olej Demetra – zkažený
- Řepkový olej Clever
- Řepkový olej Clever – přepálený
- Slunečnicový olej Sunray
- Slunečnicový olej Sunray – zkažený

6 PŘÍPRAVA PŘED VLASTNÍM MĚŘENÍM

Vlastní měření probíhalo na pracovišti speciálně připraveném za účelem měření této práce. K sestavení měřicího pracoviště bylo využito osobního PC s operačním systémem Microsoft Windows XP, digitálního měřicího můstku Agilent E4980A (viz. kap. 2.1.2), příslušné kabeláže a měřící cely (viz. kap. 2.2.2). Následovně byla na daném PC spuštěna aplikace (viz. kap. 2.2.1), vytvořená v programu Agilent VEE Pro 9.2 (viz. kap. 2.1.1). Před samotným měřením se musela měřící cely důkladně vyčistit a odmastit. K tomu bylo použito kuchyňského saponátu. Následně byla nádoba důkladně vysušena, zapojena. Tento postup byl zvolen, jelikož po každém měření muselo dojít k odpojení kabelů, manipulace s nádobou a následnému čištění. Tím se ovšem změnila nepatrně měřené hodnoty celé sestavy, což negativně ovlivňovalo měření. Proto před měřením každého vzorku byla elektrická kapacita prázdné nádoby znovu změřena. Následně v uživatelské aplikaci nastavena, a to kvůli přesnému výpočtu relativní permitivity měřeného vzorku.



Obr. 10 Měřící pracoviště

7 MĚŘENÍ OLEJŮ

V měření jsme se zaměřili převážně na sledování dvou veličin – disipačního faktoru D a permitivity ε , která se odvíjela od velikosti elektrické kapacity C . Disipační faktor byl měřen přímo, za použití přístroje Agilent E4980A (viz. kap. 1.1.1). Permitivita byla dopočítávána jako poměr naměřené kapacity cely, kde dielektrikum tvořil měřený vzorek, ku prázdné cele, kde dielektrikum tvořil vzduch. Po celou dobu měření bylo použité střídavé napětí o hodnotě 1V a při teplotě laboratoře 23°C.

Pro zjištění jak jsou výsledky měření přesné, a jak jsou ovlivňované čištěním a manipulací s měřící celou, bylo nutné provést výpočet nejistoty měření. Hodnoty pro výpočet nejistoty měření, jsem získal z opakovaného měření jednoho druhu oleje. Zvolen byl Řepkový olej. Měření bylo provedeno 5x. Po každém měření byla cela odpojena, vyčištěna a znovu zapojena. Vše bylo tedy provedeno stejně jak mezi měřeními ostatních olejů. Z naměřených hodnot byla následně vypočtena a stanovena nejistota měření pro jednotlivé frekvence.

Reprodukovatelnost výsledků byla ověřena opakovaným měřením jednoho vzorku oleje. Měření jednoho vzorku bylo provedeno pětkrát, kvůli tomu, aby mohla být stanovena nejistota měření. Nejistota měření elektrické kapacity se pohybovala od 1,5% až k 1,6% z naměřené hodnoty. Nejistota měření permitivity se pohybovala, v závislosti na frekvenci, v rozmezí 6,3% až 8% z naměřené hodnoty. Nejistota měření Disipačního faktoru, v závislosti na frekvenci, se pohybovala v rozmezí 10,7% až k vysokým 60,9% z naměřené hodnoty. Takto vysoká hodnota nejistoty měření disipačního faktoru se naštěstí objevila pouze u frekvence 1kHz.

Pro měření byla zvolena frekvence 1 MHz, jelikož hodnoty naměřené při nižších frekvencích, vykazovali větší rozptyl hodnot a docházelo ke vzniku větší nejistoty měření. S narůstající frekvencí byl rozptyl naměřených hodnot nižší.

Pro zjištění změn elektrické kapacity a disipačního faktoru v závislosti na stáří a kvalitě oleje jsem vystavil dva vzorky olejů po dobu tří týdnů na přímému slunečnímu světlu, s přístupem vzduchu. Jednalo se o olivový olej Demetra a Slunečnicový olej Sunray.

Pro zjištění změn dielektrických veličin vlivem působení tepelných účinků, byl vystaven vzorek olivového oleje Carbonell a vzorek řepkového oleje Clever působení teploty vyšší jak 180°C po dobu 10 minut.

7.1 Naměřené hodnoty

V tabulce č.1 si můžeme všimnout rozdílných hodnot naměřené elektrické kapacity C. Pokud nepočítáme prázdnou měřící nádobu, kde dielektrikum tvořil vzduch, tak se hodnoty naměřených vzorků pohybovali v rozsahu 221,2 až 233,5 pF v závislosti na zvolené frekvenci. S růstem použité frekvence, se kapacita měřeného vzorku snižovala o jednotky pF. Pro měření byla proto zvolena konstantní hodnota 1 MHz.

Z výsledků naměřených při 1MHz měl nejmenší hodnotu elektrické kapacity čistý olivový olej Demetra a to 218,6 pF. Nejvyšší hodnotu měl čistý slunečnicový olej Sunray – 231,5 pF. Rozdíl mezi nejvyšší a nejmenší naměřenou hodnotou elektrické kapacity při frekvenci 1MHz činil 12,9 pF.

Tab. č. 1 Naměřené hodnoty elektrické kapacity

	Dielektrikum	C[pF]	Směrodatná odchylka[pF]	Relativní nejistota[%]
1	Vzduch	76,2	1,2	1,6
2	Olivový Olej Carbonell – čistý	226,0	3,6	1,6
3	Olivový Olej Carbonell – přepálený	227,2	3,6	1,6
4	Řepkový Olej Clever – čistý	228,7	3,7	1,6
5	Řepkový Olej Clever – přepálený	219,3	3,5	1,6
6	Slunečnicový olej Sunray – čistý	231,5	3,7	1,6
7	Slunečnicový olej Sunray – zkažený	222,4	3,6	1,6
8	Olivový olej Demetra – čistý	218,6	3,5	1,6
9	Olivový olej Demetra – zkažený	223,1	3,6	1,6

Zajímavé je porovnání olejů čistých, nepoužitých, s oleji které byli úmyslně zahřáty na teplotu vyšší jak 180°C, při které dochází k znehodnocování oleje, takzvanému „přepalování“.

Hodnoty elektrické kapacity olivového oleje Carbonell se mezi čistým a přepáleným vzorkem bohužel nelišili, bereme-li v potaz nejistotu měření. U řepkového oleje Clever se projeví změny vlivem tepelného působení již více. Narozdíl od olivového oleje, výsledná naměřená elektrická kapacita po přepálení klesla z původních 228,7 pF na 219,3 pF. Rozdíl tedy činil celých 9,4 pF.

V následném porovnání vzorků vystavených slunečnímu záření a působení vzduchu byly nalezeny taktéž měřitelné rozdíly. U slunečnicového oleje elektrická kapacita klesla vlivem působení světla a vzduchu o 9,1 pF. Naopak elektrická kapacita vzorku olivového oleje Demetra vystaveného působení vzduchu a světla vzrostla z původních 218,6 na 223,1 pF, tedy o 4,5 pF.

Zajímavé je, že u olivových olejů působením nežádoucích vlivů elektrická kapacita spíše narůstá, kdežto u oleje řepkového a slunečnicového kapacita výrazně poklesla.

Tab. č. 2 Naměřené hodnoty relativní permitivity

	Dielektrikum	$\epsilon[-]$	Směrodatná odchylka[-]	Relativní nejistota[%]
1	Vzduch	1,00	0,08	8,0
2	Olivový Olej Carbonell – čistý	2,93	0,20	6,8
3	Olivový Olej Carbonell – přepálený	3,00	0,20	6,7
4	Řepkový Olej Clever – čistý	3,11	0,20	6,4
5	Řepkový Olej Clever – přepálený	2,98	0,19	6,3
6	Slunečnicový olej Sunray – čistý	3,00	0,21	7,0
7	Slunečnicový olej Sunray – zkažený	2,87	0,20	7,0
8	Olivový olej Demetra – čistý	2,93	0,19	6,5
9	Olivový olej Demetra – zkažený	3,00	0,20	6,7

Od naměřených hodnot elektrické kapacity se následně odvíjí velikost vypočítané permitivity. Tyto vypočítané hodnoty můžeme vidět v tabulce č.2. Pohybovaly se, v závislosti na měřeném vzorku, od hodnoty 2,93 u olivového oleje Carbonell po 3,11 u řepkového oleje. Permitivita zkaženého Olivového oleje Demetra vzrostla z původních 2,93 na 3,00.

Tab. č. 3 Naměřené hodnoty disipačního faktoru

	Dielektrikum	D[-]	Směrodatná odchylka[-]	Relativní nejistota[%]
1	Vzduch	1,63E-03	0,17E-03	10,7
2	Olivový Olej Carbonell – čistý	3,47E-03	0,37E-03	10,7
3	Olivový Olej Carbonell – přepálený	4,61E-03	0,49E-03	10,7
4	Řepkový Olej Clever – čistý	2,81E-03	0,30E-03	10,7
5	Řepkový Olej Clever – přepálený	6,17E-03	0,66E-03	10,7
6	Slunečnicový olej Sunray – čistý	2,59E-03	0,28E-03	10,7
7	Slunečnicový olej Sunray – zkažený	4,01E-03	0,43E-03	10,7
8	Olivový olej Demetra – čistý	3,92E-03	0,42E-03	10,7
9	Olivový olej Demetra – zkažený	4,38E-03	0,47E-03	10,7

V tabulce č. 3 jsou zapsané hodnoty disipačního faktoru, jenž se pohyboval v hodnotách od 2,59E-03 u slunečnicového oleje Sunray až po 6,17E-03 u přepáleného Řepkového oleje Clever. Porovnání přepálených a čistých olejů je tentokrát zajímavější. Disipační faktor u přepáleného olivového oleje značky Carbonell je o 1,14E-03 vyšší jak u čistého vzorku olivového oleje. U Řepkového oleje Clever je tento rozdíl ještě podstatně větší. Přepálený Řepkový olej, má o 3,36E-03 vyšší Disipační faktor, což už je znatelný nárůst.

Disipační faktor zkaženého Olivového oleje Demetra vzrostl o 0,46E-03 z původních 3,92E-03 na 4,38E-03. U slunečnicového oleje disipační faktor taktéž vzrostl z 2,59E-03 na 4,01E-03, nárůst tedy byl o hodnotu 1,42E-03.

Vlivem působení nežádoucích vlivů, vzrostl u všech druhů olejů disipační faktor. O disipačním faktoru by se proto dalo uvažovat jako o vhodném parametru pro kontrolu kvality olejů.

8 LABORATORNÍ ÚLOHA

V rámci bakalářské práce byla navržena laboratorní úloha využívající metodu dielektrické spektroskopie. Úloha bude využita v předmětu Instrumentace a Měření. Její součástí je zadání, stručná teoretická část, požadavky na vytvoření aplikace pro měření v prostředí Agilent VEE Pro a postup měření.

V zadané úloze se studentni stručně seznámí s dielektrickou spektroskopií a měřením dielektrických veličin. Úloha byla navržena s ohledem na přiměřenou časovou náročnost a přiměřenou náročnost provedení. Počítá se s tím, že student si vzorky pro měření obstará samostatně, popis vzorků vhodných pro měření je v úloze.

Úloha se zaměřuje především na schopnosti studentů, potřebné k navržení a realizování aplikace pro měření v programu Agilent VEE Pro. Výsledky jednotlivých měření se budou vždy mírně lišit, v závislosti na použitých vzorcích a celkovém způsobu měření (poloha kabelů, atd...).

8.1 Protokol o měření

Následně byl podle zadání, popsaného v předchozím bodu, vytvořen vzorový protokol. Využil jsem již předešlých naměřených hodnot. Vzorový protokol o měření je přiložen v příloze BP.

Jednotlivé body zadání laboratorní úlohy:

1. V prostředí Agilent VEE Pro navrhnete aplikaci pro měření zadaných dielektrických veličin.
2. Změřte připravené vzorky za využití navržené aplikace, měřící cely a měřícího můstku.
3. Vypracujte protokol o měření.

ZÁVĚR

Úkolem této práce bylo prozkoumat využití metod dielektrické spektroskopie pro zkoumání kvality potravin, konkrétně byla zaměřena na jedlé oleje.

Byla vypracována literární rešerše na téma dielektrické spektroskopie a současné problematiky jejího měření v potravinářství, konkrétně jedlých olejů využívaných v potravinářství.

V další části bylo provedeno seznámení s programovacím prostředím Agilent VEE Pro verze 9.2. Stručně byla popsána funkce programu a jeho grafické prostředí. Následně bylo realizováno propojení měřicího můstku Agilent E4980A s osobním PC. Byla ověřena funkčnost propojení a základního ovládání měřicího přístroje přes rozhraní programu Agilent VEE Pro.

V následující části byl proveden návrh aplikace pro měření daných dielektrických veličin. V programu Agilent VEE Pro byla tato aplikace vytvořena, důkladně odladěna a ozkoušena. Aplikace byla vytvořena s ohledem na jednoduchost a maximální zjednodušení požadovaného měření. Aplikace umožňovala volbu počtu měření, časový odstup mezi jednotlivým měření, volbu frekvence použité při měření. Důležitá byla především možnost automatického ukládání naměřených hodnot do textového souboru. Tato schopnost aplikace pro měření, značně usnadnila výsledné zpracování hodnot.

Vytvořená aplikace byla využita pro měření jednotlivých vzorků jedlých olejů užívaných v potravinářství. Měření byly dva druhy olivového oleje, dále jeden olej řepkový a jeden olej slunečnicový. Měření bylo provedeno jednak na čistých vzorcích, jednak ale i na vzorcích, které byly vystaveny nežádoucím vlivům tepla, světla a vzduchu. Výsledné naměřené hodnoty byly zpracovány ve formě tabulek a následně vhodně prezentovány v kapitole měření olejů. Bylo provedeno přímé srovnání jednotlivých vzorků olejů. Mezi naměřenými hodnotami jednotlivých vzorků byly znatelné rozdíly, které byly důkladně popsány a rozebrány v kapitole měření olejů.

Byla navržena laboratorní úloha pro předmět „Instrumentace a Měření“. Laboratorní úloha byla vytvořena s ohledem na schopnosti studentů a pro ověření praktické schopnosti studentů měřit a pracovat se softwarem Agilent VEE Pro.

Pro laboratorní úlohu byl vytvořen jednoduchý návod k úloze, podle kterého bylo následně prováděno měření. Z provedeného měření byl vypracován vzorový protokol o měření. Tento protokol byl následně přiložen k této práci jako příloha P II.

Z výsledků vyplynulo, že jako vhodný parametr pro určování kvality olejů by se jevil disipační faktor. Jako jediná dielektrická hodnota se vlivem působení nežádoucích vlivů na měřené vzorky zvětšoval. Bylo by vhodné provést podrobnější zkoumání na větším počtu vzorků. Což by ovšem bylo velice náročné, díky časové náročnosti jednotlivých měření.

Jako vhodné dalšího zkoumání by také bylo sledování změny disipačního faktoru v závislosti na působení tepla po delší časový interval a následného stanovení životnosti a časového intervalu použitelnosti oleje. Zajímavé by bylo i měření jednotlivých vzorků olejů vystavených různých teplotám. Následně by bylo provedeno vyhodnocení, u kterých teplot by docházelo k nevratným změnám.

Metodu měření dielektrických vlastností by bylo vhodné prozkoumat dále i pro jiné druhy olejů, jako jsou oleje používané v automobilovém či strojním průmyslu. Zajímavé by bylo zkoumání, zda by pomocí této metody bylo možné určovat míru opotřebení motorových olejů.

ZÁVĚR V ANGLIČTINĚ

The goal of this work was to investigate the use of dielectric spectroscopy methods for evaluating the quality of food, specifically focused on edible oils.

The literature review on the topic of dielectric spectroscopy and current issues of measurement in the food industry, particularly edible oils used in the food industry, was prepared.

In the next part, the Introduction to the Agilent VEE Pro Version 2.9 briefly described features of the program and its graphical environment. Subsequently, linking to the measuring bridge Agilent E4980A with a personal computer was realized. The functionality of interconnection and basic operation of the measuring device via the Agilent VEE Pro was verified.

The following proposal was made by measurement of the dielectric values. This application was created in the Agilent VEE Pro, thoroughly debugged and tested. Application was made with regard to simplicity and maximum simplification of the required measurement. Application allowed the option of measuring the time interval between measurements and the choice of frequencies used in the measurements. Interest was mainly in the automatic storage of measured values to a text file. This ability of measure application, greatly facilitated the processing of the resulting values.

Created application was used for measurement of samples of edible oils used in the food industry. Measured were two types of olive oil, rape oil and sunflower oil. Measurements were performed on pure samples and on samples that were exposed undesirable effects of heat, light and air. The results were processed in the form of tables and then appropriately presented in the chapter measurement of oils. The direct comparison of the oil samples was made. Between the measured values of each sample were noticeable differences which have been thoroughly described and discussed in chapter measurement of oils.

Laboratory task for the subject "Instrumentation and Measurement" was designed. Laboratory task was created with regard to student's abilities and to verify the practical ability of students to measure and work with the software Agilent VEE Pro.

Simple guide to the laboratory task was created. From the performed measurement was prepared a sample measurement protocol. This protocol was subsequently attached to this paper as Annex P II.

The results show that a suitable parameter for determining the quality of the oil would appear dissipation factor. As the only dielectric value resulting from the effects of adverse effects on the measured samples rose. It would be appropriate to conduct a more detailed investigation in a larger number of samples. Which would of course be very challenging, due to the time demands of individual measurements.

Further investigation would also monitor changes dissipation factor depending on the heat for a longer period of time and subsequent determination of the lifetime interval of the oil. It would be interesting and measur oil samples exposed to different temperatures. Subsequently, the evaluation would carried out in which temperatures causing irreversible changes of measured samples.

The method of measuring the dielectric properties should be further explored for other types of oils, such as oils used in automotive and engineering industries. It would be interesting to explore whether using this method to determine the degree of wear of engine oil.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] BARSOUKOV, Evgenij a J MACDONALD. *Impedance spectroscopy: theory, experiment, and applications*. 2nd ed. Hoboken, N.J.: Wiley-Interscience, c2005, xvii, 595 s. ISBN 0471647497.
- [2] GAONKAR, Edited by Anilkumar G. *Characterization of food emerging methods*. Amsterdam: Elsevier, 1995. ISBN 00-805-2894-5.
- [3] HOLCMAN, Vladimír. *Dielektrická relaxační spektroskopie kompozitních soustav = Dielectric relaxation spectroscopy of composite systems: zkrácená verze Ph.D. Thesis*. 1. vyd. [V Brně: Vysoké učení technické], 2008, 239 s. Senzory neelektrických veličin. ISBN 80-214-3573-9.
- [4] KREMER, F a A SCHÖNHALS. *Broadband dielectric spectroscopy*. New York: Springer, c2003, xxi, 729 p. ISBN 35-404-3407-0.
- [5] NAVRÁTIL, Milan. *Instrumentace a zpracování signálů při měření kinetiky síťovacích reakcí pomocí impedanční spektroskopie*. Zlín: Univerzita Tomáše Bati. Fakulta Aplikované Informatiky. 2002. 57 listů, iv příl. Diplomová Práce. Vedoucí práce Vojtěch Křesálek.
- [6] Hubeňák, Josef. *Elektrina a magnetismus (1.vyd.)*. 204 stran. Gaudeamus. Hradec Králové. ISBN 80-7041-089-2.
- [7] TESTO USA. *Cooking oil measurement: Field guide*. United States, 2012. Dostupné z: http://www.testousa.com/270/images/stories/docs/testo_270_Cooking_Oil.pdf
- [8] AGILENT. *User's Guide: Agilent E4980A Precision LCR Meter*. United States, 2012. Dostupné z: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/E4980-90080.pdf>
- [9] PERMEDLA, Radim. *Kvalita fritovacích olejů v různých typech stravovacích zařízeních*. Zlín, 2013. Diplomová práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně.
- [10] DTest: Test extra panenských olejů - Nezávislé testy, více než jen recenze. *DTest: Nezávislé testy, víc než jen recenze*[online]. 2012 [cit. 2013-05-29]. Dostupné z: <http://www.dtest.cz/testy-vyrobyku-336/test-extra-panenskych-olivovych-oleju>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

C	[pF]	Elektrická kapacita
D	[-]	Disipační faktor
ε	[-]	Permitivita
ω	[rad.s ⁻¹]	Úhlová frekvence
σ	[S.m ⁻¹]	Měrná vodivost
ρ	[Ω .m]	Měrný odpor
S	[m ²]	Plocha
l	[m]	Vzdálenost
st	[V]	Stejnoseměrné (napětí)
f	[Hz]	Frekvence
V	[l]	Objem

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1 Princip dielektrického měření.....	10
Obr. 2 Orientace dipólů v elektrickém poli	11
Obr. 3. Graf životnosti kuchyňského oleje[7].....	15
Obr. 4 Ukázka rozhraní programovacího softwaru Agilent VEE Pro 9.2	17
Obr. 5 Agilent E4980A Přesný LCR metr	18
Obr. 6 Zdrojový kód uživatelské aplikace	19
Obr. 7 Aplikace pro měření (na panelu)	20
Obr. 8 Měřicí cela	21
Obr. 9 Připojená měřicí cela	22
Obr. 10 Měřicí pracoviště	23

SEZNAM TABULEK

Tab. č. 1 Naměřené hodnoty elektrické kapacity.....	25
Tab. č. 2 Naměřené hodnoty relativní permitivity	26
Tab. č. 3 Naměřené hodnoty disipačního faktoru	27
Tab. č. 4 Měření elektrické kapacity.....	38
Tab. č. 5 Měření relativní permitivity	38
Tab. č. 6 Měření disipačního faktoru.....	39

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha P I: Tabulky naměřených hodnot

Příloha P II: Vzorový protokol o měření

PŘÍLOHA P I: TABULKY NAMĚŘENÝCH HODNOT

Tab. č. 4 Měření elektrické kapacity

	f[Hz]	C ₁ [pF]	C ₂ [pF]	C ₃ [pF]	C ₄ [pF]	C ₅ [pF]	Průměr[pF]	Směrodatná odchylka[pF]	Relativní nejistota[%]
1	1 000	229,5	229,8	223,7	222,9	223,1	225,8	3,5	1,6
2	5 000	229,1	229,4	223,5	222,5	222,8	225,5	3,5	1,5
3	10 000	229,0	229,3	223,3	222,4	222,6	225,3	3,5	1,6
4	25 000	228,9	229,1	222,9	222,2	222,5	225,1	3,6	1,6
5	50 000	228,8	229,1	222,7	222,0	222,4	225,0	3,6	1,6
6	125 000	228,7	229,0	222,6	221,9	222,2	224,9	3,6	1,6
7	250 000	228,6	228,9	222,5	221,8	222,1	224,8	3,6	1,6
8	500 000	228,6	228,8	222,3	221,7	222,1	224,7	3,7	1,6
9	1 000 000	228,5	228,5	222,1	221,6	222,0	224,5	3,6	1,6
10	1 500 000	228,4	228,0	221,9	221,4	221,9	224,3	3,6	1,6
11	2 000 000	228,4	227,3	221,6	221,3	221,8	224,1	3,5	1,5

Tab. č. 5 Měření relativní permitivity

	f[Hz]	ε ₁ [-]	ε ₂ [-]	ε ₃ [-]	ε ₄ [-]	ε ₅ [-]	Průměr[-]	Směrodatná odchylka[-]	Relativní nejistota[%]
1	1 000	2,94	2,94	2,94	2,94	2,95	2,94	0,20	6,8
2	5 000	2,93	2,93	2,94	2,94	2,94	2,94	0,20	6,8
3	10 000	2,93	2,93	2,94	2,94	2,94	2,94	0,20	6,8
4	25 000	2,93	2,93	2,93	2,93	2,94	2,93	0,20	6,8
5	50 000	2,93	2,93	2,93	2,93	2,94	2,93	0,20	6,8
6	125 000	2,93	2,93	2,93	2,93	2,94	2,93	0,20	6,8
7	250 000	2,92	2,93	2,93	2,93	2,93	2,93	0,20	6,8
8	500 000	2,92	2,92	2,93	2,93	2,93	2,93	0,20	6,8
9	1 000 000	2,92	2,92	2,92	2,93	2,93	2,93	0,20	6,8
10	1 500 000	2,92	2,91	2,92	2,92	2,93	2,92	0,20	6,8
11	2 000 000	2,92	2,91	2,92	2,92	2,93	2,92	0,20	6,8

Tab. č. 6 Měření disipačního faktoru

	f[Hz]	D ₁ [-]	D ₂ [-]	D ₃ [-]	D ₄ [-]	D ₅ [-]	Průměr[-]	Směrodatná odchylka[-]	Relativní nejistota[%]
1	1 000	3,10E-03	1,60E-03	5,64E-04	1,19E-03	1,30E-03	1,55E-03	0,95E-03	60,9
2	5 000	1,76E-03	1,35E-03	1,65E-03	1,61E-03	1,40E-03	1,55E-03	0,73E-03	11,2
3	10 000	1,51E-03	1,19E-03	2,16E-03	1,59E-03	1,38E-03	1,57E-03	0,37E-03	23,2
4	25 000	1,25E-03	9,60E-04	2,07E-03	1,43E-03	1,27E-03	1,40E-03	0,41E-03	29,5
5	50 000	1,12E-03	8,70E-04	1,78E-03	1,36E-03	1,23E-03	1,27E-03	0,34E-03	26,5
6	125 000	1,14E-03	9,90E-04	1,78E-03	1,42E-03	1,32E-03	1,33E-03	0,30E-03	22,6
7	250 000	1,28E-03	1,23E-03	2,14E-03	1,57E-03	1,52E-03	1,55E-03	0,36E-03	23,4
8	500 000	1,79E-03	1,82E-03	2,52E-03	2,10E-03	2,11E-03	2,07E-03	0,29E-03	14,2
9	1 000 000	2,92E-03	3,06E-03	3,84E-03	3,32E-03	3,38E-03	3,30E-03	0,35E-03	10,7
10	1 500 000	4,05E-03	4,28E-03	5,49E-03	4,54E-03	4,66E-03	4,60E-03	0,55E-03	11,9
11	2 000 000	5,26E-03	5,48E-03	6,92E-03	5,76E-03	5,92E-03	5,87E-03	0,64E-03	10,9

PŘÍLOHA P II: VZOROVÝ PROTOKOL O MĚŘENÍ

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta aplikované informatiky			
Jméno a příjmení	Lukáš Pajonk	Skupina	-
Předmět	Instrumentace a měření	Datum měření	9.5.2013
Název úlohy	<i>Dielektrická spektroskopie</i>	Hodnocení	-

Úkol měření:

1. V prostředí Agilent VEE Pro navrhnete aplikaci pro měření zadaných dielektrických veličin.
2. Změřte připravené vzorky za využití navržené aplikace, měřící cely a měřícího můstku.
3. Vypracujte protokol o měření.

OBSAH

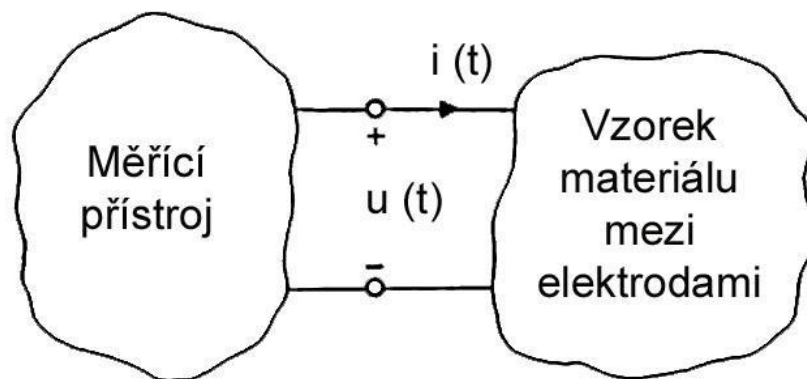
OBSAH	1
TEORETICKÝ ROZBOR ÚLOHY	2
Použité přístroje a součástky	3
Postup při měření	3
Naměřené a vypočítané hodnoty	3
ZÁVĚR	4
Seznam obrázků	5
Seznam tabulek	5

TEORETICKÝ ROZBOR ÚLOHY

Dielektrická spektroskopie

Interakce mezi elektromagnetickým zářením a pohybem elektrických dipólů umožňuje testování materiálů za využití dielektrické spektroskopie. Dielektrická spektroskopie se zaměřuje na sledování polárních molekul látek převážně v plynném nebo kapalném skupenství. Tato metoda byla uvedena v roce 1931 a začala být používána k určování pohybu molekulárních dipólů.

Základním principem měření je umístění zkoumaného materiálu mezi dvě vodivé elektrody (Obr. 1), použití časově proměnného napětí mezi elektrodami a sledování výsledného časově proměnného proudu nebo impedance. Prostřednictvím střídavého napětí je vyvoláno elektrické pole, zkoumaný materiál se začíná polarizovat a vede elektrický náboj, který přechází z jedné elektrody na druhou. Dielektrická polarizace a elektrická vodivost jsou příčinou vzniku proudu, jehož velikost se může výrazně měnit v závislosti na podmínkách měření.



Obr. 1 Princip dielektrického měření

Relativní permitivita

Relativní permitivita byla poprvé popsána Michaelem Faradayem jako poměr kapacit dvou kondenzátorů. Jeden kondenzátor je vyplněn dielektrikem – C a druhý kondenzátor je vakuový – C_0 . Jedná se o bezrozměrnou veličinu.

$$\epsilon_r = \frac{C}{C_0} \quad (1)$$

Velikost relativní permitivity dané látky umístěné mezi elektrody se odvíjí od fyzikálních podmínek jako je tlak, teplota a také od kmitočtu střídavého napětí, které danou látkou prochází. Všechna dielektrika má relativní permitivitu vždy větší jak 1. Hodnota relativní permitivity se u dielektrických látek pohybuje v intervalu 1-10. Pro porovnání, feroelektrické látky dosahují hodnoty relativní permitivity v intervalu 100-1000.

Domácí příprava:

- Připravte si vzorky na měření, ideální jsou rozličné druhy rostlinných olejů, či jiných tekutých potravin (např. mléko,...).
- Potřebný objem pro jedno měření je 16 ml, ale doporučené je větší množství, kvůli možnému opakování měření.
- Na přepravu vzorků použijte např. důkladně vyčištěnou zavařovací sklenici se šroubovacím víčkem.
- Minimální počet vzorků – 2 ks

Použité přístroje a součástky

- Měřící cela
- Osobní PC se softwarem Agilent VEE Pro
- Agilent E4980A Přesný LCR metr, 20 Hz až 2 MHz
- Kabeláž pro připojení měřícího můstku a měřící cely

Postup při měření

1. V softwaru Agilent VEE Pro navrhnete aplikaci pro měření a výpočet zadaných dielektrických vlastností zkoumaných vzorků (Elektrická kapacita, Permitivita, Disipační faktor).
2. Zapojte měřící můstek do PC s připravenou aplikací vytvořenou v Agilent VEE Pro. Následně připojte měřící celu a ověřte správnou funkci tím, že změříte kapacitu prázdné nádoby (měla by se pohybovat kolem hodnoty 75 pF).
3. Pomocí injekční stříkačky odměřte 16 ml měřeného vzorku a naplňte jím měřící celu. Pomocí vytvořené aplikace následně provedte měření daného vzorku. Měření jednotlivých vzorků opakujte minimálně pětkrát, kvůli následnému stanovování chyby měření. Postup opakujte pro všechny vzorky (mezi měření různých vzorků měřící celu důkladně vyčistěte).
4. Naměřené hodnoty vhodně zaznamenávejte a zpracujte ve formě tabulek.

Naměřené a vypočítané hodnoty

Naměřená hodnota prázdné měřící cely (dielektrikum – vzduch) byla **76,7 pF**.

Hodnoty byly naměřeny při st napětí 1 V o frekvenci 500 kHz.

Tab. č. 1 Naměřené hodnoty elektrické kapacity

Č. měření	Dielektrikum	C[pF]	Směrodatná odchylka[pF]	Nejistota měření[%]
1	Olivový olej	221,8	3,6	1,6
2	Slunečnicový olej	231,1	3,7	1,6

Tab. č. 2 Naměřené hodnoty permitivity

Č. měření	Dielektrikum	ϵ [-]	Směrodatná odchylka[-]	Nejistota měření[%]
1	Olivový olej	2,88	0,20	6,7
2	Slunečnicový olej	2,90	0,21	7,0

Tab. č. 3 Naměřené hodnoty disipačního faktoru

Č. měření	Dielektrikum	D[-]	Směrodatná odchylka[-]	Nejistota měření[%]
1	Olivový olej	3,47E-03	0,70E-03	10,7
2	Slunečnicový olej	2,59E-03	0,28E-03	10,7

ZÁVĚR

Při vypracování této úlohy jsem postupoval přesně podle zadání. Jako první jsem vytvořil uživatelskou aplikaci pro měření v prostředí Agilent VEE Pro, následně jsem ověřil její funkčnost měřením prázdné měřicí nádoby, naměřená hodnota její elektrické kapacity byla 76,7 pF.

Dále bylo provedeno měření na předem připravených vzorcích, veškeré hodnoty byly zaznamenány do tabulek v části naměřené a vypočítané hodnoty. Měření bylo opakováno pětkrát. Následně byla stanovena nepřesnost měření. Veškeré měření probíhalo při střídavém napětí 1 V a frekvenci 500 kHz.

Seznam obrázků

Obr. 1 Princip dielektrického měření	2
--	---

Seznam tabulek

Tab. č. 1 Naměřené hodnoty elektrické kapacity	3
Tab. č. 2 Naměřené hodnoty permitivity	4
Tab. č. 3 Naměřené hodnoty disipačního faktoru	4