**Cel i założenia projektu DISENSOR**

**Celem projektu jest określenie praktycznego zastosowania szerokopasmowych technik spektroskopii dielektrycznej do określenia wybranych parametrów fizycznych i chemicznych materiałów i produktów pochodzenia rolniczego w aspekcie oceny ich jakości.**

Osiągnięcie celu projektu będzie realizowane poprzez opracowanie sensorów dielektrycznych do pomiaru spektrum częstotliwościowego zespolonej przenikalności elektrycznej gleby oraz wybranych materiałów i produktów rolniczych. Korelacja zmierzonych wielkości z innymi istotnymi parametrami fizycznymi i chemicznymi badanych obiektów umożliwi ocenę ich jakości.

Materiały i produkty pochodzenia rolniczego (gleba, materiały biologiczne) są zazwyczaj materiałami wielofazowymi, o wysokim stopniu niejednorodności i bardzo zróżnicowanej strukturze. Selektywne, dokładne i nieniszczące pomiary właściwości tych obiektów przy pomocy metod analitycznych jest niezmiernie trudnym i skomplikowanym zadaniem. Wykorzystanie metod badawczych szerokopasmowej spektroskopii dielektrycznej umożliwia realizację takich pomiarów. Realizacja celu projektu stwarza konieczność dostosowania istniejących oraz opracowanie nowych sensorów dielektrycznych. Opracowane sensory, metodyka pomiaru, określenie warunków pomiaru w zależności od specyfiki budowy fizycznej i chemicznej badanych obiektów, metody kalibracji oraz uzyskane dane referencyjne umożliwią podjęcie dalszych prac nad wdrożeniem i komercjalizacją wyników projektu.

**Aktualny stan wiedzy**

Widmo częstotliwościowe zespolonej przenikalności elektrycznej dostarcza wielu informacji o badanym materiale. Wartość części rzeczywistej przenikalności elektrycznej można użyć na przykład do określenia zawartości wody w materiale, a z części urojonej można wnioskować o konduktywności elektrycznej materiału, która jest miarą stężenia zawartych w nim jonów swobodnych. Co więcej, analizując widmo częstotliwościowe przenikalności elektrycznej materiału, można zidentyfikować poszczególne mechanizmy polaryzacji dielektrycznej, określić ich częstotliwości oraz czasy relaksacji. Tych informacji można użyć z kolei do wnioskowania o strukturze i składzie chemicznym badanego materiału. Pomiary właściwości dielektrycznych są niezwykle atrakcyjne, gdyż można je przeprowadzić szybko, w sposób nieniszczący lub wręcz nieinwazyjny oraz przy użyciu aparatury dużo prostszej niż w przypadku skomplikowanych i kosztownych laboratoryjnych analiz referencyjnymi metodami fizycznymi i chemicznymi. Pozwala to na adaptację metod dielektrycznych m.in. do zastosowań przemysłowych, w tym do bezpośredniej kontroli właściwości materiałów w czasie rzeczywistym podczas realizacji procesów technologicznych.

Reflektometryczne techniki spektroskopii dielektrycznej, których odmianą są reflektometria w dziedzinie czasu (Time-Domain Reflectometry – TDR) oraz reflektometria w dziedzinie częstotliwości (Frequency-Domain Reflectometry – FDR), stosowane są jako praktyczne metody oceny właściwości dielektrycznych materiałów. Techniki te rozwijane są w wielu laboratoriach na świecie w celu opracowania skutecznych, szybkich, łatwych do użycia w warunkach polowych i produkcyjnych metod pomiaru między innymi zawartości wody i soli w badanych materiałach porowatych, sypkich, produktach spożywczych na różnych etapach procesów technologicznych. W szczególności, pozwalają one szybko i nieniszcząco wyznaczyć wilgotność gleby i materiałów roślinnych, oceniać jakość ziarna i innych produktów rolniczych, wyznaczać zawartość tłuszczu w mięsie, kontrolować zawartość wody w składnikach produktu końcowego w liniach produkcji materiałów budowlanych, przetwórstwie spożywczym, itp. Niezwykle interesujące są zwłaszcza szerokopasmowe techniki FDR, pozwalające na otrzymanie widma zespolonej przenikalności elektrycznej w funkcji częstotliwości zastosowanego sygnału elektrycznego. Prowadzone są badania nad wykorzystaniem spektroskopii dielektrycznej do określania składu chemicznego produktów spożywczych, na przykład wyznaczenia zawartości cukru w jogurcie czy określenia profilu kwasów tłuszczowych olejów roślinnych w celu opracowania metody wykrywającej fałszerstwa żywności [1].

Instytut Agrofizyki PAN w Lublinie (IA PAN) posiada wieloletnie doświadczenie w zakresie badań nad zastosowaniem metod spektroskopii dielektrycznej do oceny właściwości materiałów porowatych. W szczególności, w IA PAN opracowano i poddano komercjalizacji mierniki TDR oraz odpowiednie sondy pomiarowe do wyznaczania wilgotności i zasolenia gleby oraz opracowano sposoby kalibracji zwiększające dokładność pomiaru tych wielkości [2–9]. Odpowiednia technika pomiaru, konstrukcja przyrządu oraz geometria sondy o odpowiednio dużej strefie czułości pozwala na precyzyjne i niezależne wyznaczenie wilgotności i zasolenia gleby. Mierniki te odniosły sukces komercyjny i produkowane są obecnie przez przedsiębiorstwo E-Test Sp. z o.o. (członek konsorcjum naukowego projektu), powstałe jako firma spin-out na bazie komercjalizacji osiągnięć naukowych IA PAN w tej dziedzinie.

Sprzęt pomiarowy używany w technikach szerokopasmowej spektroskopii dielektrycznej jest stosunkowo drogi, co stanowi barierę rozwoju aplikacji przemysłowych. Wektorowy analizator sieci, który jest podstawowym przyrządem pomiarowym w szerokopasmowej spektroskopii dielektrycznej, jest urządzeniem uniwersalnym stosowanymi w warunkach laboratoryjnych. Dotychczas dostępne dane literaturowe przedstawiające spektrum częstotliwościowe zespolonej przenikalności elektrycznej gleby i materiałów pochodzenia rolniczego uzyskano przy pomocy tych przyrządów.

Gleba jak również inne materiały biologiczne oraz produkty pochodzenia rolniczego są materiałami heterogenicznymi, o skomplikowanej strukturze i złożonym składzie chemicznym. Badanie właściwości dielektrycznych takich materiałów nastręcza wielu praktycznych trudności. Popularne i obecne na rynku laboratoryjnego sprzętu pomiarowego sondy typu „open-ended” [10], pracujące w zakresie częstości od 200 MHz do 50 GHz, mają niewielką strefę czułości i wymagają ścisłego kontaktu próbki z sondą. Sondy te są zatem dostosowane do oceny jednorodnych cieczy oraz jednorodnych ciał stałych, wymagają przygotowanie próbek materiału o kształcie zapewniającym ścisły kontakt z całą powierzchnią sondy. Z kolei sondy stosowane do badania materiałów porowatych, w postaci falowodu równoległego, nie sprawdzają się w zakresie częstotliwości mikrofalowych, a w zastosowaniu do materiałów rolniczych nie zawsze są w stanie zapewnić nieniszczący charakter pomiaru [11]. Stosowane do badań gleby urządzenia TDR są kosztowne i nie dają pełnej informacji o właściwościach dielektrycznych. Obecnie dostępne komercyjnie popularne urządzenia FDR do pomiaru wilgotności gleby pracują w częstotliwościach do 150 MHz, co nie zapewnia odpowiedniej selektywności pomiarów, zwłaszcza dla materiałów o dużej konduktywności elektrycznej [12].

Opracowanie metod wyznaczania zespolonej przenikalności elektrycznej dla gleby oraz materiałów pochodzenia rolniczego do częstotliwości przynajmniej 1 GHz umożliwi rozszerzenie dotychczasowych zastosowań spektroskopii dielektrycznej w badaniach wilgotności i zasolenia materiałów porowatych i sypkich, co zostało potwierdzone wcześniejszymi badaniami naukowymi [11,13]. Stanowi to motywację do przeprowadzenia badań przemysłowych dotyczących przystosowania sensorów do dokładnych pomiarów zespolonej przenikalności elektrycznej badanych materiałów w szerokim zakresie częstotliwości.

Realizacja projektu przyczyni się do opracowania nowych narzędzi metrologicznych, w szczególności sensorów dielektrycznych, metod pomiarowych, i odpowiednich mierników wykorzystujących szerokopasmowe techniki spektroskopii dielektrycznej. Narzędzia te będą dostosowane i zoptymalizowane do specyfiki określonych obiektów pomiarowych, tzn. gleby ilastej, piaszczystej, itd., oleju rzepakowego, słonecznikowo, oleju z oliwek, itd., ziarna żyta, pszenicy, nasion rzepaku, itd. Efekty mechanizmów polaryzacji elektrycznej w tych materiałach występują w różnych zakresach częstotliwości, które należy ustalić. Identyfikacja efektów polaryzacji elektrycznej w wąskich, wcześniej zdefiniowanych zakresach częstotliwości dla różnych materiałów umożliwi zbudowanie odpowiednich sensorów przenikalności elektrycznej charakteryzujących się większą dokładnością pomiaru niż w przypadku sensorów pracujących w pełnym zakresie częstotliwości, np. 1 MHz – 10 GHz. Dodatkowo, przewiduje się, że koszt takiego selektywnego sensora będzie znacząco niższy, co przyczyni się do popularyzacji technik spektroskopii dielektrycznej do badania wilgotności materiałów porowatych i jakości materiałów rolniczych.

Przesłanki wskazujące na potrzebę realizacji projektu rozwoju sensorów dielektrycznych do badania gleby oraz jakości materiałów i produktów rolniczych to:

* zapotrzebowanie nauki i przemysłu na szybkie i nieniszczące pomiary właściwości fizycznych i chemicznych gleby oraz materiałów pochodzenia rolniczego, pozwalające ocenić ich jakość,
* bogata literatura naukowa potwierdzająca możliwość wykorzystania technik spektroskopii dielektrycznej w osiągnięciu zakładanego celu projektu,
* doświadczenie własne zespołu naukowców z IA PAN nad rozwojem oraz komercjalizacją mierników i sensorów TDR do wyznaczania wilgotności gleby,
* istnienie wiarygodnego partnera przemysłowego w postaci firmy spin-out, który może podjąć się komercjalizacji produktów projektu.

**Określenie potencjału aplikacyjnego wyników projektu**

Zespolona przenikalność elektryczna materiałów porowatych, wyznaczana obecnie dostępnymi urządzeniami opartymi na technice impulsowej TDR oraz niskoczęstotliwościowej technice FDR (do ok. 150 MHz), dostarcza informacji o ich wilgotności i zasoleniu. Wielkości te w decydującym stopniu determinują przebieg procesów fizycznych, chemicznych oraz biologicznych w glebie oraz materiałach i produktach rolniczych, a w powiązaniu z innymi parametrami fizycznymi i chemicznymi badanych materiałów są wskaźnikiem ich jakości.

W IA PAN opracowany został sensor FDR do oceny wilgotności i zasolenia gleby, pracujący w zakresie częstotliwości do 500 MHz [11]. W ramach projektu przeprowadzone zostaną badania przemysłowe mające na celu ulepszenie tego sensora i rozszerzenie jego zastosowania do materiałów i produktów pochodzenia rolniczego. Sensor ten będzie miał postać dwu- i trzyprętowego falowodu równoległego ze zintegrowanymi komponentami elektronicznymi oraz będzie pracował w zakresie wysokich częstotliwości, tzn. przynajmniej do 1 GHz. Prowadzone będą również prace badawcze nad szczególnym wariantem tego sensora, o zerowej długości prętów, odpowiadający sondom typu „open-ended” [10,14] służący głównie do badań materiałów ciekłych. Sensory te zoptymalizowane będą pod kątem badań wilgotności i zasolenia materiałów porowatych i sypkich pochodzenia rolniczego, takich jak gleba, ziarna zbóż, nasiona roślin oleistych, itp., jak również do badań właściwości ciekłych materiałów pochodzenia rolniczego w zakresie wysokich częstotliwości. Konstrukcja takiego sensora umożliwi, w ramach przyszłych prac rozwojowych, przystosowanie go również na potrzeby urządzeń pomiarowych stosowanych w zdalnych systemach monitoringu wilgotności gleby i innych materiałów porowatych.

Opracowane nowe sensory umożliwią otrzymanie widma zespolonej przenikalności elektrycznej w szerszym zakresie częstotliwości (do 1 GHz i powyżej), co pozwoli na selektywną identyfikację mechanizmów polaryzacji występujących w badanym materiale. Umożliwi to rozszerzenie funkcjonalności dotychczasowych sensorów dielektrycznych i przyczyni się do opracowanie technik i urządzeń pomiarowych do wykrywania zmian struktury i składu chemicznego materiału, które wpływają na cech jakościowe materiałów. Nowe techniki i urządzenia pomiarowych stosowane będą do szybkiego i nieniszczącego pomiaru właściwości materiałów kluczowych dla ich jakości technologicznej oraz wartości komercyjnej. Wyniki badań projektu posłużą do prowadzenia badań rozwojowych i wdrożeniowych mających na celu skonstruowanie unikatowych i nowatorskich urządzeń posiadających praktyczne zastosowania w rolnictwie, przetwórstwie spożywczym oraz do produkcji specjalistycznej aparatury pomiarowej do celów naukowych. Poniżej podano główne obszary wykorzystania rezultatów projektu.

*Pomiar wilgotności i zasolenia gleby i innych materiałów porowatych pochodzenia rolniczego*

Wiedza na temat wilgotności gleby jest niezwykle istotna między innymi dla rolnictwa, ochrony środowiska, ochrony przed katastrofami naturalnymi (powodzie, lawiny błotne), meteorologii. IA PAN dokonał już komercjalizacji mierników TDR do badania wilgotności i zasolenia gleby. Urządzenia te [1], których podstawowe moduły pomiarowe produkowane są obecnie przez firmę E-Test Sp. z o.o. (partner przemysłowy w projekcie), odniosły duży sukces komercyjny i od kilku lat są sprzedawane klientom w Polsce, Europie i wielu krajach świata.

Wysokoczęstotliwościowe sensory pracujące w technice FDR opracowane na bazie wyników badań projektu będą zastosowane w nowej generacji urządzeń monitorujących wilgotność materiałów porowatych będących materiałami i produktami rolniczymi. Komercjalizacja tych sensorów oraz odpowiednich mierników wykonanych z zastosowaniem tańszej, energooszczędnej technologii umożliwi obniżenie ceny końcowego produktu, powodując znaczne rozszerzenie kręgu potencjalnych odbiorców, m.in. o gospodarstwa rolne, służby leśne, instytucje monitorujące środowisko, przedsiębiorstwa magazynujące oraz przetwarzające zboża i inne produkty sypkie, do kontroli wilgotności w silosach, młynach, punktach skupu zbóż [15-19]. Efekty prac przyczynią się do poprawy standardu życia i będą elementem działań w kierunku zrównoważonego rozwoju gospodarki.

*Kontrola jakości materiałów ciekłych pochodzenia rolniczego*

Według badań własnych oraz danych literaturowych, metody spektroskopii dielektrycznej są wystarczająco selektywne do określenia zawartości różnych substancji w badanym materiale. W szczególności, analizując widmo zespolonej przenikalności elektrycznej, można odróżnić próbki różnych olejów roślinnych, zawierających różne kwasy tłuszczowe [20-22]. Dalszy rozwój sensorów i technik pomiarowych pozwoliłby np. na skonstruowanie czujnika badającego, czy oliwa z oliwek nie została zanieczyszczona tańszym olejem roślinnym przez porównanie zmierzonych własności dielektrycznych badanej próbki do wcześniej zbadanej próbki referencyjnej. Możliwa jest również ocena jakości oleju poddawanego procesom termicznym. W ramach projektu przewiduje się przeprowadzenie porównawczych badań dielektrycznych właściwości oleju w różnych etapach zużycia. Efektem uzyskanych wyników będzie opracowanie sensora jakości oleju do zastosowań w przemyśle spożywczym i gastronomii. Na podstawie wyników badań otrzymanych w tym projekcie, można rozwijać również podobne sensory dostosowane do wykrywania zmian jakości innych produktów rolniczych i spożywczych, takich jak mleko i produkty mleczne, soki i inne ciecze pochodzenia rolniczego. Urządzenia takie miałyby praktyczne zastosowania m.in. jako szybka metoda wykrywania fałszerstwa żywności na różnych etapach produkcji i sprzedaży oraz kontroli jakości produktów w czasie rzeczywistym podczas procesów technologicznych. Potencjalnymi odbiorcami takich urządzeń mogą być punkty skupu, zakłady przemysłu spożywczego, magazyny, punkty gastronomiczne oraz sieci handlowe.

*Badania podstawowe*

W ramach poszukiwania zastosowań technik spektroskopii dielektrycznej do badań materiałów i produktów pochodzenia rolniczego zbadane zostaną właściwości dielektryczne różnych gleb i materiałów rolniczych. Wyniki przeprowadzonych badań znajdą praktyczne zastosowania w wielu dziedzinach nauki.

Procesy transportu energii i wody w systemie gleba-roślina-atmosfera są niezwykle ważnym zagadnieniem badawczym nauk przyrodniczych oraz klimatologii. Istotnym czynnikiem w badaniach tych procesów jest monitorowanie wilgotności gleby. Wiadomo, że woda glebowa stanowi niezbędny zasób umożliwiający wzrost roślin, posiada duży wpływ na temperaturę powietrza i opady, a w dłuższej perspektywie – wpływa na klimat. Długofalowy monitoring wilgotności gleby w skali globalnej jest zatem niezbędny do badań nad zmianami klimatu. Obecnie prowadzone w tym celu obserwacje satelitarne muszą być kalibrowane przy użyciu danych z punktowych pomiarów naziemnych [23-24]. Szeroko rozbudowana sieć naziemnych stacji monitorujących wilgotność gleby byłaby zatem bardzo przydatna. Niestety, istniejąca sieć monitoringu nie jest wystarczająca. Oczekuje się, że wyniki badań tego projektu przyczynią się do opracowania taniego sensora do pomiarów wilgotności gleby, który mógłby zostać łatwo zaadaptowany do długotrwałego monitoringu. Efekty tego projektu przyczyniłyby się zatem pośrednio do poprawy jakości danych na potrzeby modelowania i prognozowania zmian klimatycznych.

Ocena właściwości dielektrycznych różnych materiałów stanowi ciągle istotne zagadnienie badawcze wielu dziedzin nauki. Obecnie prowadzone są intensywne badania dielektryczne materiałów biologicznych w celu określenia ich podatności na ogrzewanie, sterylizację i rozmrażanie mikrofalowe, jak również w celu znalezienia dielektrycznych wskaźników ich jakości. W ten ostatni nurt badań wpisuje się również obecny projekt. Wyniki otrzymane w ramach tego projektu, dotyczące zastosowań spektroskopii dielektrycznej do badań materiałów rolniczych, które są heterogeniczne i posiadają często skomplikowaną strukturę, zostaną opublikowane w międzynarodowych czasopismach naukowych i przedstawiane na konferencjach o zasięgu międzynarodowym. Będą zatem mogły zostać zastosowane również przez inne zespoły naukowe na potrzeby prowadzonych przez nie badań.

Potencjał aplikacyjny technik dielektrycznych w wielu gałęziach rolnictwa i przemysłu spożywczego wynika z możliwości konstrukcji niedrogich, wygodnych w użyciu urządzeń do szybkich i nieniszczących pomiarów. Pełne określenie własności fizycznych i składu chemicznego materiałów wymaga skomplikowanych, czasochłonnych i kosztownych badań laboratoryjnych wykonywanych za pomocą specjalistycznej aparatury. W przypadku zastosowania metod spektroskopii dielektrycznej do kontroli jakości, wykonanie badań laboratoryjnych można ograniczyć tylko do referencyjnej próbki do określenia wzorcowej jakości produktu. Następnie można określić właściwości dielektryczne tej próbki, które posłużą jako wzorzec do porównania z właściwościami dielektrycznymi analizowanej partii produktu. Pozwoli to na szybką i wiarygodną ocenę jego jakości. Zastosowanie dielektrycznych sensorów wpłynie dzięki temu na poprawę jakości materiałów i produktów oraz oszczędność energii i kosztów podczas procesów wytwarzania.

**Literatura**

[1] W. Skierucha, A. Wilczek, and A. Szypłowska, “Dielectric spectroscopy in agrophysics: a review,” International Agrophysics, 2012.(w druku)

[2] M.A. Malicki and W. Skierucha, Irrigation Science, 10(2), pp. 153-163, 1989.

[3] M.A. Malicki, R. Plagge, and C.H. Roth, European J. of Soil Science, 47, pp. 357-366, 1996.

[4] M.A. Malicki, R. Plagge, M. Renger, and R.T. Walczak, Irrig. Sci., 13, pp. 65–72, 1992.

[5] M. A. Malicki and R. T. Walczak, European J. of Soil Science, 50, pp. 505-514, 1999.

[6] W. Skierucha, International Agrophysics, 14, pp. 417-426, 2000.

[7] W. Skierucha, J. of Plant Nutrition and Soil Science, 172, pp. 186-193, 2009.

[8] W. Skierucha, A. Wilczek, and O. Alokhina, Sens. & Actuat. A: Phys., 147, pp. 544-552, 2008.

[9] W. Skierucha, A. Wilczek, and R.T. Walczak, International Agrophysics, 20, pp. 229-235, 2006.

[10] Agilent, “Agilent 85070E Dielectric Probe Kit 200 MHz to 50 GHz - Technical Overview,” 2008.

[11] W. Skierucha and A. Wilczek, Sensors, 10(4), pp. 3314-3329, 2010.

[12] D.A. Robinson, S.B. Jones, J.M. Wraith, D. Or, and S.P. Friedman, Vadose Zone J., 2, pp. 444-475, 2003.

[13] M.G. Pelletier, S. Karthikeyan, T.R. Green, R.C. Schwartz, J.D. Wanjura, and G.A. Holt, Sensors, 12, pp. 753-767, 2012.

[14] W. Skierucha, R.T. Walczak, and A. Wilczek, International Agrophysics, 18, pp. 355-362, 2004.

[15] S.O. Nelson, J. of Microwave Power and Electromagnetic Energy, 44, pp. 98-113, 2010.

[16] S.O. Nelson, Transactions of the ASAE, 39, pp. 1475-1484, 1996.

[17] S. Ryynänen, J. of Food Engineering, 26(4), pp. 409-429, 1995.

[18] M.S. Venkatesh and G.S.V. Raghavan, Biosystems Engineering, 88(1), pp. 1-18, 2004.

[19] W. Skierucha, A. Wilczek, M. Horyński, and A. Sumorek, Transactions of the ASABE, 51(1), pp. 177-184, 2008.

[20] A. Cataldo, E. Piuzzi, G. Cannazza, E. De Benedetto, and L. Tarricone, Measurement, 43, pp. 1031-1039, 2010.

[21] H. Lizhi, K. Toyoda, and I. Ihara, Journal of Food Engineering, 96(2), pp. 167-171, 2010.

[22] N. Miura, S. Yagihara, and S. Mashimo, J. of Food Science, 68, pp. 1396-1403, 2003.

[23] W. Skierucha, C. Sławiński, A. Wilczek, and O. Alokhina, in The Future of Hydrogenic Landscapes in European Biosphere Reserves, T.J. Chmielewski and D. Piasecki, Eds. Lublin, pp. 299-309, 2010

[24] B. Usowicz et al., Woda w glebie: pomiary naziemne i satelitarne w badaniach zmian klimatu. Lublin, Wyd. Nauk. FRNA, Komitet Agrofizyki PAN, pp. 1-168, 2009.