

CHALMERS



Utveckling av nya ultraljudsbaserade metoder för mätning av kristallisationsegenskaper i choklad.

Development of new ultrasound based methods for measuring crystallization properties in chocolate.

Examensarbete för högskoleingenjörsexamen inom Mekatronikingenjörsprogrammet.

Arvid Andersson

Institutionen för Material- och tillverkningsteknik
Avdelningen för Avancerad oförstörande provning
CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA
Göteborg, Sweden, 2011
Examinator: Håkan Wirdelius
Examensarbete No. 50/2010

Sammanfattning

En ny mätuppställning för att mäta kristallisationsegenskaper har satts upp, programmerats och testats. Vid chokladtillverkning är det viktigt att snabbt och tillförlitligt kunna mäta sådana egenskaper för att kunna avgöra kvaliteten i ett prov eller särskilja prover från varandra. Att mäta andelen kristalliserat fett eller partikelstorleksfördelning i ett prov med ultraljud kan ge resultat mycket snabbare än med alternativa metoder. Det ger möjlighet till bättre råvaruval, högre kvalitet och möjlighet att korrigera processen snabbare.

Summary

A new setup for measuring crystallization properties has been assembled, programmed and tested. When manufacturing chocolate, being able to quickly and reliably measure these properties is important in order to determine the quality of a sample or to distinguish between samples. Measuring the solid fat content or particle size distribution in a sample by means of ultrasound can give results faster than alternative methods. That enables a better selection of raw materials, higher quality and ability to faster adjust the manufacturing process.

Innehåll

1	Beteckningar	1
2	Inledning	2
2.1	Bakgrund	2
2.2	Syfte	3
2.3	Avgränsningar	3
2.4	Precisering av frågeställningen	3
3	Teoretisk referensram	3
3.1	Oförstörande provning (OFP)	3
3.2	Ultraljud	3
3.3	Mätning av solid fat content (SFC)	4
3.4	Partikelstorleksfördelning (PSD)	5
3.5	Akustiska fingeravtryck	6
4	Metod	6
4.1	Arbetsgång	6
4.2	Mätuppställning	6
4.2.1	Mätcell	7
4.2.2	AWG	8
4.2.3	Förstärkare	8
4.2.4	Transducrar	8
4.2.5	Digitizer	10
4.3	Pulsgenerering	10
4.4	Beräkning av flygtid	11
4.5	Bestämning av avståndet mellan transducrar	12
4.6	Beräkning av dämpning	12
5	Beskrivning av programvaran	13
5.1	Grafiskt användargränssnitt	13
5.2	Automatisk inställning av samplingsparametrar	16
5.3	Spara mätdata	18
6	Experiment	18
7	Slutsats och förslag till framtida arbete	18
8	Referenser	19

1 Beteckningar

AWG	<i>Arbitrary Wave Generator</i> . En digital vågformsgenerator som kan generera vågformer av valfri form. Det skiljer den från analoga tongeneratorer som är begränsade till ett litet antal vågformer, exempelvis sinusvågor, fyrkantpulser eller triangelvågor.
GUI	<i>Graphical User Interface</i> , grafiskt användargränssnitt till ett program.
NMR	<i>Nuclear Magnetic Resonance</i> , ett fysikaliskt fenomen som kan användas för att undersöka ett materials beståndsdelar. Atomkärnor får absorbera energi från ett ickehomogent magnetfält. När energin emitteras från atomkärnan är frekvensen ett mått på magnetfältets styrka.
OPF	<i>Oförstörande provning</i> , på engelska NDT för <i>Non Destructive Testing</i> .
PSD	<i>Particle Size Distribution</i> . Partikelstorleksfördelning, eller antalet partiklar med en viss diameter fördelat inom storleksintervall.
SDK	<i>Software Development Kit</i> , en samling utvecklingsverktyg och programexempel för programmering.
SFC	<i>Solid Fat Content</i> . Andelen fritt fast fett i kristallform.
SIK	Institutet för Livsmedel och Bioteknik.
UVP	<i>Ultrasound Velocity Profiling</i> . Mätning av hastighetsprofil med ultraljud.
UVP-PD	<i>UVP-Pressure Differential</i> . Mätning av reologiska egenskaper in-line med ultraljud.
ρ	Densitet (kg/m^3)
c	Ljudhastighet (m/s)
f_0	Frekvens (Hz)
U	Spänning (V)
κ	Adiabatisk kompressibilitet.
V_{pp}	<i>Peak-to-peak voltage</i> . Skillnaden mellan största och minsta spänningsnivå i en puls, ofta mätt på oscilloskop.
Z	Impedans (Ω).

2 Inledning

2.1 Bakgrund

SIK, Institutet för Livsmedel och Bioteknik, utvecklar ny teknik på uppdrag från företag som en del i SIKs uppdragsverksamhet. Projektet *Metoder för bestämning av fetters kristallisationsegenskaper* är en del av regeringens storsatsning på svensk livsmedelsindustri, *Livsmedelsstrategi för Sverige*, i samarbete med företag inom chokladbranschen. Syftet med projektet är att ta fram nya förbättrade metoder eller kombinationer av metoder för att kontinuerligt kunna utvärdera och karakterisera fetters kristallisationsegenskaper.

Nya krav gör att livsmedelsindustrin måste söka nya råvaror och nya processer att ta fram fetter till olika användningsområden. Fett ska ur näringssynpunkt vara fritt från transfettsyror och innehålla mindre mängd mättade fettsyror. För att bibehålla livsmedlets egenskaper så att konsumenten accepterar produkten vad gäller smak och konsistens och för att produkten ska kunna tillverkas i befintlig processutrustning krävs att fettets egenskaper är kända och att processen kan anpassas.

Företagen köper in dyra råvaror, exempelvis kakaosmör, som varierar i kvalitet. För att få en produkt med konstant smak och av hög kvalitet måste råvarornas egenskaper testas och tillverkningsprocessen kontrolleras. På grund av dåligt utvecklad kontroll och styrning av viktiga kvalitetsparametrar, som till exempel reologiska egenskaper¹, kristallform och kristallstorlek, tenderar partier med sämre egenskaper gällande exempelvis kristallisation att komma ut på marknaden.

När choklad får stelna, kristalliseras fett till olika former. Dessa kallas α och βI till βV . βV är den mest attraktiva kristallformen, och ju större andel βV , desto finare choklad. Kristallerna bildas vid olika temperatur, och genom precis kontroll av temperaturen främjar man tillväxten av βV . I denna process är det viktigt att kunna mäta andelen kristallint fett, och det är här ultraljudsmätningar kan vara värdefulla.

I dagsläget används en lång rad traditionella tekniker som pulsad NMR (IUPAC, 1987), röntgen (*X-ray diffraction*), DSC (*Differential Scanning Calorimetry*) samt mikroskopi och olika reologiska och empiriska metoder. De är ofta kostsamma, off-line, tidskrävande och i behov av kontinuerlig kalibrering men ger i många fall ändå inte tillfredsställande information om kristallisationsegenskaper. Det förväntade resultatet med projektet är att sammanställa några nya mätmetoder eller kombinationer av metoder som är "optimala" för att utvärdera och karakterisera fetters kristallisationsegenskaper samt att lära sig mer om olika fettsystem.

Med nya direkta mätmetoder får en livsmedelstillverkare möjlighet att fokusera på viktiga mätparametrar såsom kristallisationshastighet, kristallform och dess kristallomvandling, mängd kristaller samt struktur hos kristallnätverket (fett råvara, färdiga livsmedlet under processen och vid lagring). Detta leder till att projektdeltagare kan göra ett bättre råvaruval, anpassa sin process till effektivare produktion, minska svinn och korrigera processen under gång. Med nya bra och tillförlitliga metoder att bestämma kristallisationsegenskaper för varje leverans av fett kan man köra med högre flödes hastighet genom processen och ändå uppnå önskad kristallisation.

¹Reologi mäter deformation, exempel på egenskaper är viskositet och elasticitet.

2.2 Syfte

Syftet med arbetet var att sätta upp, programmera och testa en ny mätuppställning för ultraljudsbaserade mätningar av kristallisationsegenskaper.

2.3 Avgränsningar

Mätsystemet skall sättas upp och programvara för att styra den skall utvecklas, inklusive ett grafiskt användargränssnitt. Mätningar av ljudhastighet och dämpning skall kunna utföras för enskilda frekvenser och frekvenssvep i området 1–100 MHz.

2.4 Precisering av frågeställningen

En prototyp i form av en mätcell har designats på SIK. Ett komplett exemplar av utrustningen (beskriven i kapitel 4.2) ska byggas upp och testas. Utrustningen kommer därefter användas för att avgöra om andelen fritt fast fett (SFC) kan bestämmas för fetter/fettblandningar relevanta för chokladindustrin och om resultaten stämmer överens med existerande mättekniker baserade på bland annat pulsad-NMR. Det ska även undersökas om mätutrustningen kan användas för att bestämma partikelstorlek samt partikelstorleksfördelning hos fettkristallerna.

3 Teoretisk referensram

3.1 Oförstörande provning (OFP)

Oförstörande provning är ett samlingsnamn för alla provmetoder som inte skadar den provade produkten. Till skillnad från stickprovskontroller med tester som förstör produkten kan man pröva varje enhet och upptäcka många fel som påverkar produktens livslängd och kvalitet.

Det finns många metoder, exempelvis kan magnetiskt pulver appliceras på en magnetiserad produkt. Ansamlingar av pulver kan då tyda på defekter. En annan metod använder fluorescerande vätskor som får rinna över en yta. Vätskan rinner in i sprickor, som då blir tydliga i ultraviolettt ljus.

Inom OFP används ultraljud för att leta hål och sprickor och för att mäta materialtjocklek. Man utnyttjar då det faktum att övergångar mellan olika material ger upphov till reflektioner.

3.2 Ultraljud

Människor kan höra ljud med en frekvens upp till ungefär 20 kHz. Ultraljud är tryckvågor med en frekvens över denna.

Ultraljud används inom många branscher. I medicinskt ultraljud används det för att se inuti kroppen och för att mäta blodflöden, och i tillverkningsindustri för oförstörande provning (OFP). Andra vanliga tillämpningar är flödesmätningar och hastighetsprofiler. UVP (*Ultrasonic Velocity Profiling*) är en teknik för att mäta en momentan hastighetsprofil längs en mätlinje med pulsat ultraljud (Takeda, 1991, Wiklund, 2007).

Fördelar med ultraljud gentemot elektromagnetisk strålning är att det kan användas med opaka (ogenomskinliga) material, hög partikelkoncentration och icke-newtonska material. Man kan mäta genom gränsskikt och man kan mäta i realtid. Eftersom ljudhastigheten i gaser är låg, används ultraljud nästan enbart för vätskor och solida material.

Dämpningen av en ljudvåg mäts som en kvot av amplitud hos uppmätt eko och amplitud i utskickad puls. Den kan anges i decibel (dB) enligt formeln

$$D = 20 \log \left(\frac{A_{\text{eko}}}{A_{\text{puls}}} \right) \quad (1)$$

I många användningsområden för ultraljud arbetar man i området 1–10 MHz, men i detta arbete har frekvenser upp till 100 MHz använts vilket har gett problem med kraftig dämpning.

Dämpningen då en puls passerar genom ett material är proportionell mot avståndet och ökar ofta med frekvensen. Därför anges ibland en dämpningskoefficient α i enheten dB/(MHz cm).

Ljudhastigheten c i homogena vätskor och gaser är en funktion av densitet och kompressibilitet. Den beskrivs av ekvation (2), där ρ är densitet och κ är adiabatisk kompressibilitet (Urlick, 1947).

$$c = \frac{1}{\sqrt{\rho\kappa}} \quad (2)$$

3.3 Mätning av solid fat content (SFC)

SFC i ett prov är andelen fritt fast fett i kristallform. Det mäts vanligtvis med pulsad NMR. För att bestämma SFC i ett tvåkomponentsystem med ultraljud behöver följande parametrar kännas till: ljudets hastighet i fast respektive flytande ämne, densitet för fast resp. flytande ämne och pulsens medelhastighet genom provet.

Ljudhastigheten i olika material är beroende av temperaturen. Beroendet är linjärt, och hastigheten som funktion av temperaturen har mätts upp för de material som använts i försöken.

Densitet i proverna mäts med en densitetsmätare (Mettler Toledo) för flytande fas eller en pyknometer för fast fas.

I experimenten har palmstearin i rapsolja använts. Prover med känd andel palmstearin preparerades. Ljudhastigheten i rapsolja beräknas som en funktion av temperaturen, se ekvation (3). Formeln kommer från en linjär kurvanpassning av mätningar av hastigheten i rapsolja vid olika temperaturer. Övriga egenskaper står i tabell 3.1.

Tabell 3.1: *Provets egenskaper.*

ämne	ljudhastighet	densitet
rapsolja	$c(T)$	914 kg/m^3
palmstearin	1580 m/s	940 kg/m^3

$$c(T) = -3,240046948357 \cdot T + 1532,901643192488 \quad (3)$$

Medelhastighet genom provet beräknas som kvoten av avståndet mellan transducrar och flygtiden.

Ljudhastigheten i ett homogent ämne beräknas med ekvation (2). För att beräkna ljudhastigheten i en blandning av två ämnen, där ϕ är andelen fast fas, kan ρ och κ ersättas med

$$\rho = (1 - \phi)\rho_1 + \phi\rho_2 \quad (4)$$

$$\kappa = (1 - \phi)\kappa_1 + \phi\kappa_2 \quad (5)$$

där index 1 och 2 representerar kontinuerlig (flytande) respektive dispergerad (fast) fas (Wood, 1964). Ekvation (2) kan skrivas om som en kubisk ekvation med avseende på ϕ . För olje- och fettbaserade system finns en analytisk lösning (McClements & Povey, 1987, 1988)

$$\phi = \frac{-B - \sqrt{B^2 - 4AC}}{2A} \quad (6)$$

där A, B och C ges av följande samband:

$$A = v_1^2 \frac{1 - \rho_1}{\rho_2} + v_2^2 \frac{1 - \rho_2}{\rho_1} \quad (7)$$

$$B = v_2^2 \frac{\rho_2}{\rho_1 - 2} + v_1^2 \frac{\rho_1}{\rho_2} \quad (8)$$

$$C = v_2^2 \frac{1 - v_1^2}{v_{total}^2} \quad (9)$$

SFC i massprocent kan därefter beräknas

$$\text{SFC} = 100\phi \frac{\rho_2}{\rho} \quad (10)$$

3.4 Partikelstorleksfördelning (PSD)

Ljudhastigheten i ett prov är oberoende av frekvens men beror på koncentrationen av fast material i provet. Den akustiska dämpningen i ett prov är frekvensberoende och beror till största

delen på partiklarnas storlek och deras storleksfördelning.

Om man antar att provet består av en grupp av partikelstorlekar kan man beräkna en förväntad ljudhastighet och dämpning vid olika frekvenser. Man antar vidare att partiklarnas storlek följer en fördelning, exempelvis log-normal, med en viss medeldiameter och standardavvikelse.

Genom att variera medeldiameter och standardavvikelse och göra en icke-linjär anpassning med minsta kvadratmetoden kan felet mellan beräknad och verklig dämpning minimeras och på så sätt erhålls verklig PSD (Dukhin & Goetz, 2002).

3.5 Akustiska fingeravtryck

Med ett frekvenssvop kan man snabbt få ett spektrum som kan användas för att identifiera ett prov, liknande ett slags fingeravtryck.

Med ett sådant kan man snabbt skilja på prover med olika fetthalt eller göra en snabb kontroll av olika batcher (Dukhin & Goetz, 2002).

4 Metod

En prototyp till mätuppställning har tidigare tillverkats på SIK. Den är beskriven i detalj i avsnitt 4.2. Ett program för mätningar med denna uppställning har skrivits för Matlab². Programmet och mätuppställningen har testats för mätningar av flygtid och dämpning varefter SFC kunnat beräknas och jämföras med prover med kända värden.

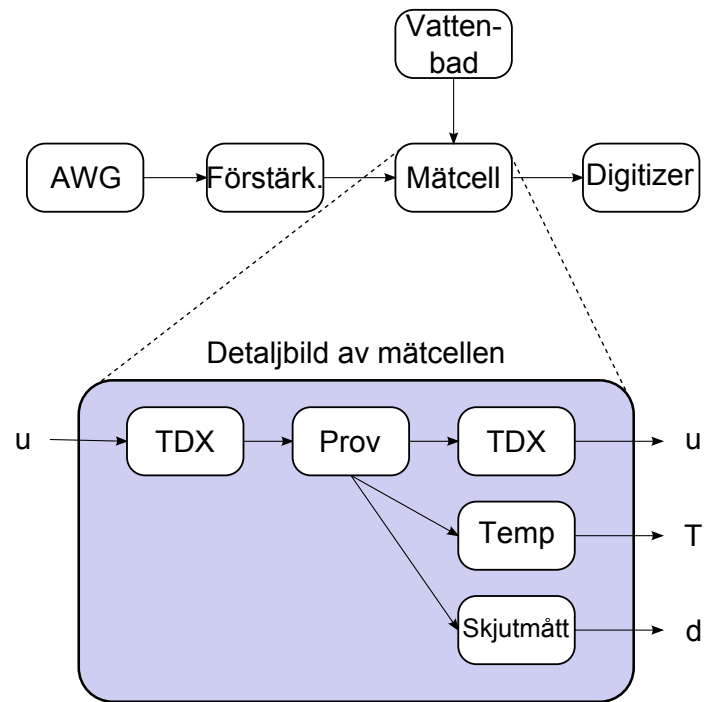
4.1 Arbetsgång

En dator ställdes först i ordning med de instickskort som användes, en AWG eller signalgenerator (avsnitt 4.2.2) och en digitizer (avsnitt 4.2.5). Dessa kopplades först direkt till varandra så att program för dem kunde skrivas. Därefter kopplades de in i förstärkare och mätcell, vilken fylldes med vatten. Programmet utökades till att även omfatta förstärkaren. Till sist kunde prover utföras med den kompletta mätuppställningen.

4.2 Mätuppställning

Mätuppställningen (figur 4.1) består av en mätcell och en dator med instickskort som kan generera och sampla signaler. En pulssignal genereras, förstärks och driver en transducer som alstrar ultraljud. Ultraljudet passerar provkammaren och fångas upp av en andra transducer. Tryckvågorna omvandlas av transducern tillbaka till spänning, som samplas av datorns digitizer. En

²Matlab är ett program för beräkningar och ett registrerat varumärke av *The MathWorks, Inc.*, 3 Apple Hill Drive, Natick, Massachusetts 01760 USA.



Figur 4.1: Schematisk bild av mätupställningen. Transducrar är märkta TDX och temperaturmätaren är märkt Temp.

temperaturmätare används för att mäta provets temperatur. Om en viss temperatur önskas kan ett vattenbad kopplas till mätcellen.

De delar av mätcellen som kan styras från en dator (AWG, digitizer och förstärkare) har programmerats i Matlab tillsammans med ett grafiskt användargränssnitt för att genomföra mätningarna.

SIK har tidigare utvecklat liknande mätupställningar för UVP, UVP-PD och andra ultraljudsmätningar men frekvensområdet har då varit begränsat till 0,5–8 MHz (Wiklund 2007a, 2007b, 2008).

4.2.1 Mätcell

Mätcellen (se figur 4.2) är utformad för att kunna användas i en industriprocess. Den har två gängade öppningar för att kunna anslutas till rör. I labbförsöken har en av öppningarna skruvats igen och provkammaren fylldt ovanifrån med provmaterialet.

Transducerparet sitter mitt emot varandra och vinkelrätt mot flödet av det material som ska mätas. Transducern sitter i fästen som låter dem skjutas ihop eller dras isär för att justera avståndet emellan dem.

Mätcellen har en vattenkanal för temperaturreglering. Kanalen kan anslutas till ett vattenbad (Julabo FP50) varifrån vatten cirkulerar konstant. Temperaturen i mätcellen mäts med en temperaturmätare (Testo 735).



Figur 4.2: Mätcell och temperaturmätare.

4.2.2 AWG

Pulserna genereras i datorn av en AWG i form av ett instickskort till datorn. Modellen är Gage CompuGen 4300. Den kan skapa vågformer med samplingsfrekvens upp till 300 MHz. Den programmeras i Matlab med hjälp av ett medföljande software development kit (SDK).

En programmerbar AWG ger en extremt flexibel uppställning där mätningar kan göras över ett stort frekvensområde med pulser av godtycklig form.

4.2.3 Förstärkare

Förstärkare måste användas eftersom AWG bara skapar pulser på enstaka volt men transducerarna behöver större pulser på flera hundra volt. Stora krav måste ställas på förstärkarna. Eftersom frekvenssvetp skall göras får inte förstärkaren ha olika effekt vid olika frekvens. Den måste också klara av hela frekvensområdet upp till höga frekvenser nära 100 MHz.

Två olika förstärkare har använts, Amplifier Research modell 75A250A och modell 50W1000B. De har jämn förstärkning vid alla frekvenser som använts och kan förstärka upp till 49 dB respektive 47 dB. De styrs via GPIB eller datorns serieport. I denna mätuppställning har serieporten använts.

4.2.4 Transducrar

En transducer omvandlar energi från en form till en annan. Inom ultraljud används de både för omvandling av en elektrisk signal till tryckvågor och tvärtom. De kan därför användas både som sändare och mottagare.



Figur 4.3: 50 MHz transducerar.

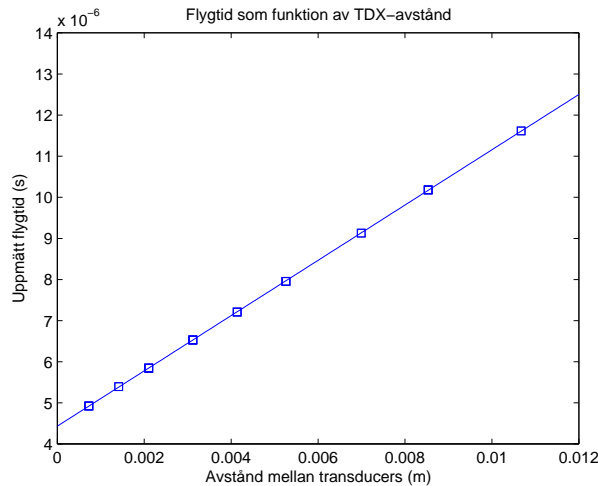
Transducerar är byggda för impulsexcitation och kräver hög excitationsspänning, 150–200 V. De klarar inte kontinuerliga pulser utan kräver en vilotid mellan impulserna för att inte brännas sönder.

En transducer har ett aktivt element som består av en piezoelektrisk kristall. Framför det aktiva elementet sitter en skyddsplatta. I vissa fall finns även ett stycke kisel framför transducern. Syftet med kiselblocket är främst att fördröja pulsen så att samma transducer hinner agera både sändare och mottagare då man vill mäta ett eko. Andra skäl till kiselblocket kan vara att man kan få högre upplösning nära transducers yta eller skydda transducern från höga temperaturer.

Skyddsplattans resonansfrekvens och möjligen också utformningen av det aktiva elementet bestämmer en optimal frekvens för transducern. För att kunna göra ett svep över flera frekvenser måste antingen flera transducerpar byggda för olika frekvenser användas, eller ett och samma transducerpar användas vid alla frekvenser. Om flera transducerpar används blir mätcellen och provvolymen alltför stor, mätcellen har därför konstruerats för ett enda transducerpar.

I testerna har Olympus panametrics modell V358 (figur 4.3) använts. De är avsedda för 50 MHz. De har ett kiselblock vars fördröjning angavs som $4,25 \mu\text{s}$. Fördröjningen anges för det fall då man mäter ett eko, så att pulsen passerar två gånger genom kiselblocket. Då man mäter med separat sändare och mottagare passerar pulsen bara en gång genom varje kiselblock men eftersom två transducerar används blir resultatet detsamma. Fördröjningen är dock korrekt bara för ett specifikt transducerpar.

Fördröjningen är i denna mätupställning en relativt stor del av flygtiden som oftast är under $10 \mu\text{s}$. Eftersom flygtiden är viktig i beräkningarna gjordes en ansträngning för att bestämma fördröjningen med större precision. En serie mätningar av flygtid vid olika transduceravstånd gjordes i destillerat vatten. Resultatet som kan ses i figur 4.4 blev en linjär kurva. Transducers fördröjning kan läsas av där kurvan skär y-axeln. För det transducerpar som använts blev fördröjningen $4,434 \mu\text{s}$.



Figur 4.4: Mätning av transducerparets fördröjning.

4.2.5 Digitizer

En digitizer, ett oscilloskopkort med hög samplingshastighet, samplar signalen från den mottagande transducern.

I arbetet har använts en digitizer av modell Gage CompuScope CS22G8. Den är i form av ett instickskort till en dator. Den kan sampla i upp till 2 GHz och har ett minne för 128 miljoner samplingar. Även denna har ett SDK för Matlab.

4.3 Pulsgenerering

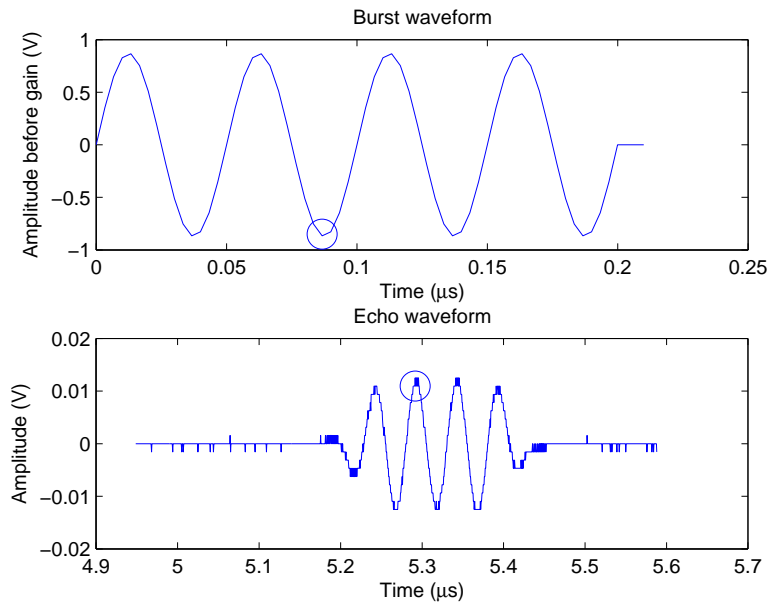
En sinusformad puls har använts. Amplitud, frekvens och antal cykler kan varieras liksom tiden mellan pulser.

Transducer och förstärkare kan gå sönder om för stor effekt under för lång tid skickas. Förstärkaren tål 1 mW (innan förstärkning) medan transducerarna tål 0,125 W (efter förstärkning). Eftersom det är vid stor förstärkning skador kan inträffa har effekten på transducern beräknats. Formeln kommer från tillverkaren (Olympus NDT 2006).

$$P_{\text{tot}} = \frac{(\text{Duty Cycle}) \cdot V_{\text{rms}}^2 \cdot \cos(\text{phase angle})}{Z} \quad (11)$$

Duty cycle är andelen exciterad tid, så att om exempelvis en 1 μs lång puls upprepas varje millisekund, blir Duty cycle = 0,001. Lös ut (Duty cycle) och sätt in $V_{\text{rms}} = \frac{V_{\text{pp}}}{2\sqrt{2}}$.

$$(\text{Duty Cycle}) = \frac{8 \cdot P_{\text{tot}} \cdot Z}{V_{\text{pp}}^2 \cdot \cos(\text{phase angle})} \quad (12)$$



Figur 4.5: Puls och eko. Inringade är de punkter som jämförs för att beräkna flygtiden.

Med största möjliga spänning från AWG och maximal förstärkning blir $V_{pp} = 450$ V. Sätter man in övriga värden $Z = 50 \Omega$, phase angle = 45° och $P_{tot} = 0,125$ W blir (Duty cycle) = 0,000 35. Med maximal amplitud och förstärkning måste man alltså vänta minst 3 000 gånger pulslängden mellan pulserna för att inte överbelasta transducern. Med låg frekvens (1 MHz) och fyra perioder långa pulser motsvarar detta maximalt 80 pulser per sekund.

4.4 Beräkning av flygtid

Flygtiden är den tid det tar ultraljudspulsen att passera genom provet. Den vanligaste orsaken till att man vill mäta den är för avståndsmätning eller i flödesmätare, men i detta projekt är den viktig eftersom den ger ett exakt mått på ljudhastigheten i provet.

Kan man identifiera en punkt i pulsen och motsvarande punkt i den mottagna signalen subtraherar man tiderna för dessa punkter för att få flygtiden. Denna flygtid inkluderar transducerns fördröjning D som också subtraheras (se avsnitt 4.2.4).

Eftersom mottagen signal inte är identisk med utsänd puls på grund av brus och av transducerns karaktäristik måste man på något sätt hitta en punkt i vardera signal som överensstämmer med varandra. Olika metoder har prövats, men ingen perfekt hittades. Slutligen användes en geometrisk modell vari punkten beräknas genom att man flyttar ett mätintervall av samma längd som pulsen stegvis över signalen. Vid varje steg beräknas summan av absolutbeloppet av alla samplingsar. Det steg där summan är störst motsvarar ett mätintervall som täcker in hela pulsen (se figur 4.5).

För att omvandla samplingsindex till tid, dividerar man index med samplingsfrekvensen (här kallad R för *rate*) som är olika för AWG och digitizer. AWG och digitizer är synkroniserade med en triggerkabel, men digitizern startar mätningen efter en fördröjning av d samplingsar.

Anledningen till fördröjningen är att minimera mängden oväsentlig data som samlas in.

$$t = \frac{(i_2 + d)}{R_{digitizer}} - \frac{i_1}{R_{AWG}} - D \quad (13)$$

4.5 Bestämning av avståndet mellan transducrar

Avståndet mellan transducern är lika med provets tjocklek och måste bestämmas mycket noggrant. Mätcellen har ett digitalt skjutmått fäst på en transducer. Det kalibreras då avståndet är noll, det vill säga då transducern är i kontakt med varandra.

Skjutmättet visar avstånd med en noggrannhet av 1 μm . Ändå var det otillfredsställande för ändamålet. Möjligen är det alltför många rörliga detaljer mellan transducer och mått. Transducern satt hårt i sina fästen och det kunde vara svårt att flytta en transducer utan att komma åt armen som skjutmättet mäter mot.

I stället användes en alternativ metod för avståndsbedömning. Mätcellen fylldes med destillerat vatten, därefter mättes flygtiden för en puls och vattnets temperatur. Ljudets hastighet i vatten som funktion av temperatur är känd (ekvation 14, Bilaniuk & Wong 1993, 1996) och avståndet kan beräknas som funktion av flygtiden enligt den klassiska formeln $sträcka = hastighet \times tid$.

$$v = 1,40238742 \cdot 10^3 + 5,03821344 \cdot T - 5,80539349 \cdot 10^{-2} \cdot T^2 + 3,32000870 \cdot 10^{-4} \cdot T^3 - 1,44537900 \cdot 10^{-6} \cdot T^4 + 2,99402365 \cdot 10^{-9} \cdot T^5 \quad (14)$$

Efter mätningen måste utrustningen hanteras varsamt då man rengör och byter prover. Skjutmättet kan här fylla syftet att upptäcka om sändartransducerns läge ändrats.

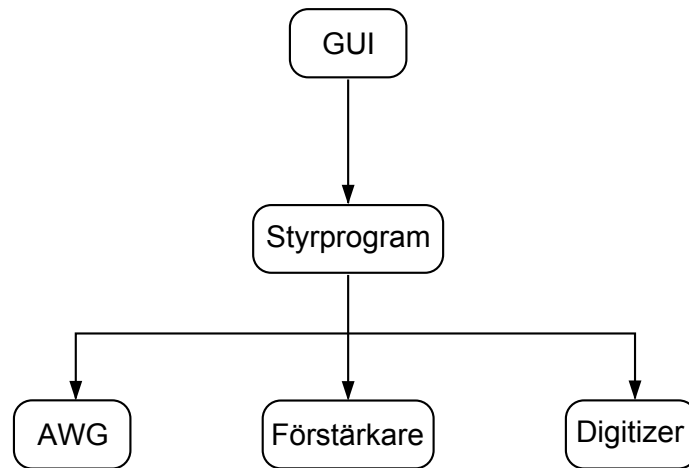
4.6 Beräkning av dämpning

Dämpningen beräknas genom att jämföra amplitud på utsänd och mottagen puls. Amplituden på den utsända pulsen är den som skickas ut från AWG, men påverkad av bidrag från förstärkare och transducer.

Förstärkarens bidrag ska enligt specifikationen vara oberoende av frekvens. Storleken på förstärkningen ställs in som ett värde i intervallet 0–4095, där 4095 motsvarar maximal förstärkning. Maximal förstärkning var 47 dB och 49 dB för de två förstärkare som använts.

Transducern ger ett bidrag som är olika vid olika frekvenser. Om dämpningskoefficienten i vatten är känd, kan transducerns dämpning vid en frekvens bestämmas med en mätning. Gör en mätning och kompensera för förstärkaren och vattnets dämpning över aktuellt avstånd. Återstoden av dämpningen är från transducern.

Med känd transducerkaraktäristik kan dämpningen beräknas på följande sätt



Figur 5.1: Programstruktur.

$$D = 20 \log \frac{G_{\text{amp}} \cdot G_{\text{TDX}} \cdot A_{\text{ut}}}{A_{\text{in}}} \quad (15)$$

där A är amplitud och G är (multiplikativ) förstärkning.

5 Beskrivning av programvaran

För att utföra mätningarna har ett program med grafiskt användargränssnitt skrivits i Matlab. Programmet används för att sätta parametrar, samla data, utföra beräkningar och för att spara och visualisera data.

En översikt av programmets struktur ses i figur 5.1. AWG, förstärkare och digitizer är implementerade som klasser för att kunna bytas ut beroende på vilken hårdvara som används, exempelvis har två olika förstärkare använts i projektet.

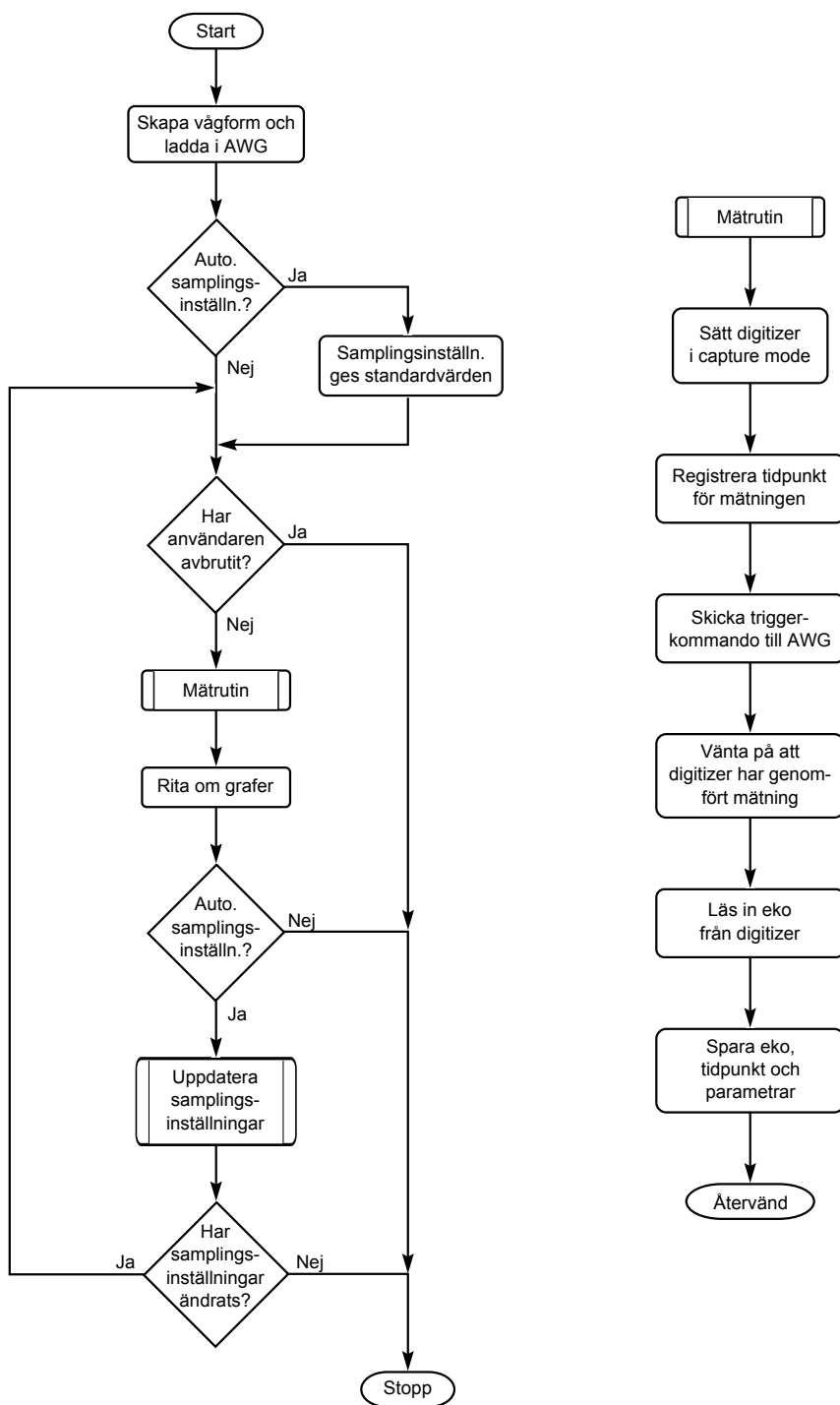
Programmets viktigaste funktion, en mätning, genomförs enligt flödesschemat i figur 5.2.

5.1 Grafiskt användargränssnitt

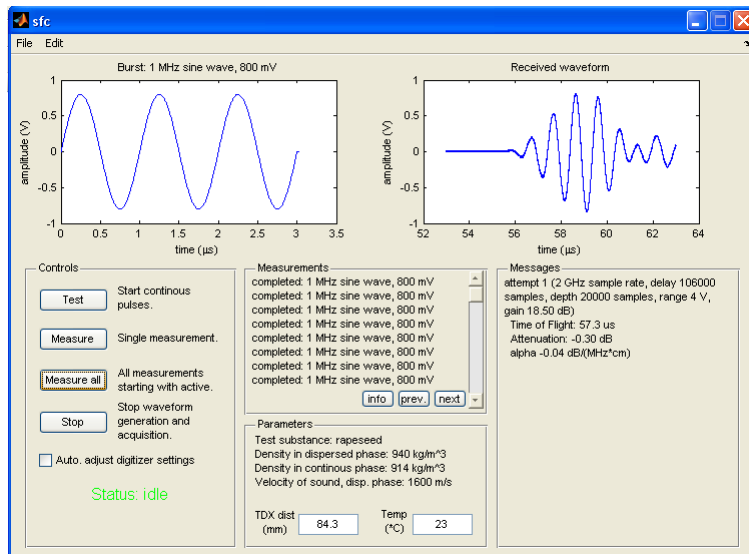
Programmets huvudfönster (figur 5.3) är uppdelat i flera delar. I övre halvan finns graferna; till vänster skickad puls och till höger mottaget eko.

Nederst till vänster finns kontrollerna. Det är här man startar och stoppar mätningar. Nederst i mitten är dels en lista på mätningar som gjorts (eller är köade) och dels mätparametrar. Nederst till höger är ett meddelandefönster där textinformation kan visas för användaren.

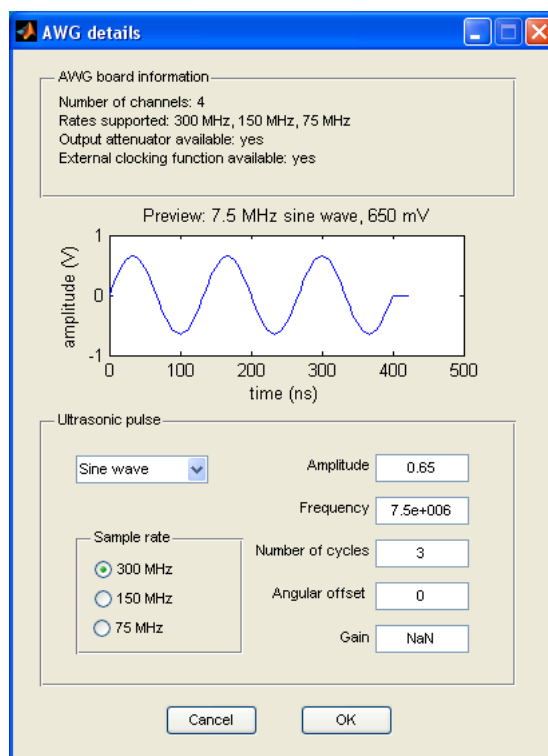
Ställa in skickad puls görs genom meny edit: edit AWG settings. Då visas fönstret i figur 5.4 med inställningar för AWG och förstärkare. Parametrarna är listade i tabell 5.1. Inställningarna



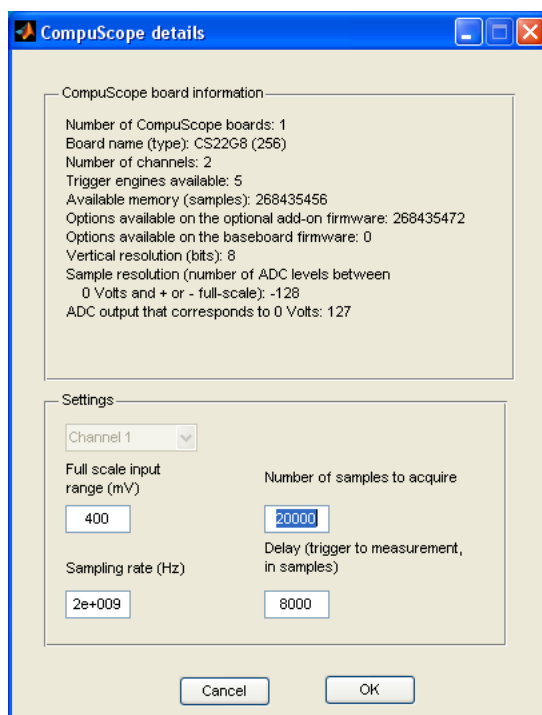
Figur 5.2: Schematisk beskrivning av hur en mätning genomförs.



Figur 5.3: Mätprogrammets huvudfönster.



Figur 5.4: Inställningar för utsänd puls.



Figur 5.5: Fönster för samplingsinställningar.

Tabell 5.1: Parametrar i AWG settings.

Parameter	Tillåtna värden	Förklaring
Sample rate	75, 150 eller 300 (MHz)	Samplingspunkter per sekund.
Amplitude	0 – 1,2 V	Pulsens amplitud.
Frequency	0 – 150 MHz	Pulsens frekvens.
Number of cycles	1+	Antalet perioder i varje puls.
Angular offset	0 – 2π radianer	vinkelförskjutning.
Gain	(beror på förstärkare)	Förstärkning i dB.

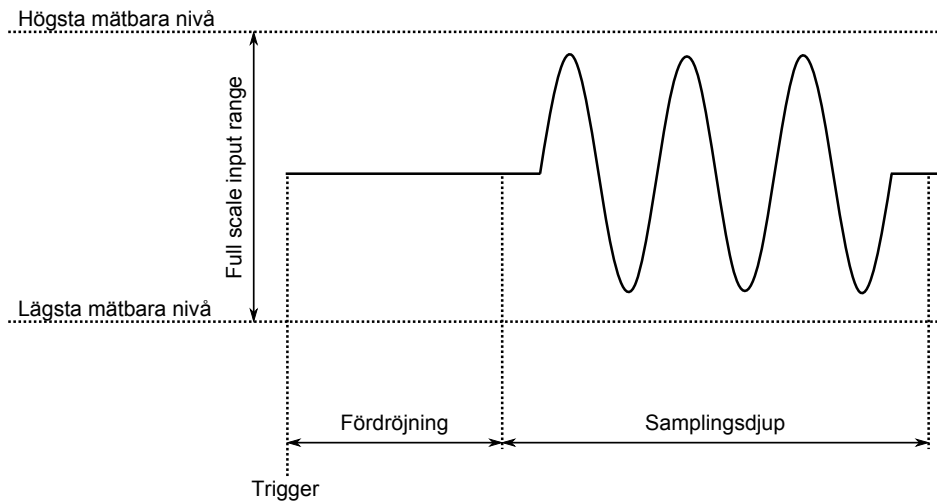
för digitizern, figur 5.5, kommer man åt via edit: edit digitizer settings. De parametrar man kan ändra här är i tabell 5.2.

Slutligen kan man ändra provparametrar via edit: edit parameter settings. Här kan man ställa in vilken substans man provar på, dess densitet och dess ljudhastighet.

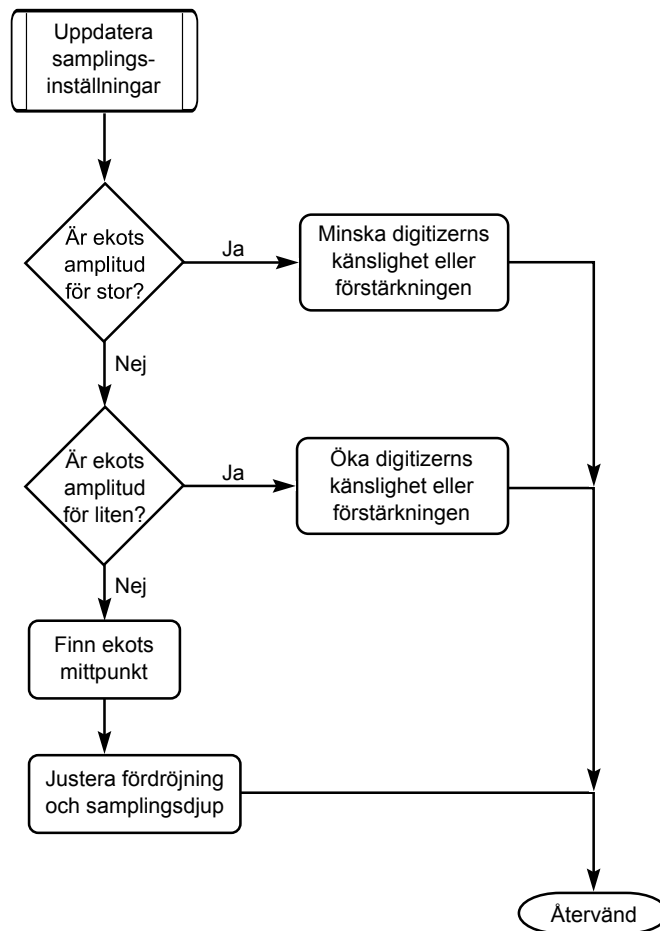
5.2 Automatisk inställning av samplingsparametrar

Inställningarna för digitizer och förstärkare är viktiga. Känsligheten, *Full scale input range*, skall vara så god som möjligt utan att ekots amplitud överskrider maxvärdet. Fördröjning och samplingsdjup (båda anges i antal samplings, se figur 5.6) skall ställas in så att hela ekot fångas, men så lite som möjligt runt omkring.

Programmet kan själv försöka ställa in dessa parametrar. I figur 5.7 är ett flödesschema för



Figur 5.6: *Samplingsparametrar.*



Figur 5.7: *Automatisk inställning av samplingsparametrar. Denna funktion upprepas tills inga ändringar sker (se figur 5.2 för ett större sammanhang.)*

Tabell 5.2: Parametrar i digitizer settings.

Parameter	Tillåtna värden	Förklaring
Full scale input range	400 – 4000 mV	Digitizerns mätområde.
Sampling rate	upp till 2 GHz	Samplingsfrekvens.
Number of samples	upp till 128 miljoner	Antal samplingsar.
Delay	0+ (samples)	Fördröjning mellan trigger och mätning.

funktionen som ändrar parametrarna. Den funktionen upprepas flera gånger i huvudprogrammet tills dess att inga ändringar längre sker.

Eftersom längden av den utsända pulsen är känd, räcker det att hitta ekots mittpunkt för att kunna ställa in fördröjning och samplingsdjup. Mittpunkten hittas på samma sätt som vid beräkning av flygtiden, se avsnitt 4.4.

5.3 Spara mätdata

Internt i programmet hanteras mätningar som objekt av en klass measurement. I measurement finns alla tillgängliga parametrar sparade såväl som vågformer för puls och eko.

Då mätningar gjorts de sparas antingen som en datafil för Matlab eller exporteras till ett excelark³.

6 Experiment

Experiment utfördes på prover bestående av palmstearin i rapsolja. Detta gav en bestämd SFC som ej varierade i rumstemperatur. Tre olika prover var förberedda med 5%, 10% och 20% SFC. Det visade sig dock att dämpningen blev mycket stor i proverna och ingen bra mätning kunde genomföras.

På stora avstånd (runt 10 mm eller mer) kunde inget eko uppmätas. På små avstånd var inte avståndsmätningen god nog, felet blev en för stor del av mätetalet för att ljudhastigheten skulle kunna beräknas tillräckligt exakt.

7 Slutsats och förslag till framtida arbete

Det var svårt att hitta ett bra mätområde för att mäta flygtid. Vid kort avstånd mellan transducerar, var mätningen av avståndet inte precis nog. Vid större avstånd var det istället kraftig dämpning som var problemet.

³Microsoft Excel är ett kalkylprogram och ett registrerat varumärke av *Microsoft Corporation*, One Microsoft Way, Redmond, WA 98052-6399, USA.

Mätningar vid låga frekvenser hade också stor dämpning, vilket kan ha berott på att transducern hade låg effektivitetsgrad så långt från deras avsedda frekvens, 50 MHz.

Är det enbart SFC man är intresserad av att mäta skulle kunna använda lägre frekvens med transducern avsedda för frekvensen. Mätningen av PSD kräver dock ljudhastighetsmätningar även vid högre frekvenser.

Styrprogrammet fungerar bra för mätningar. En del finesser har ej stöd, som multipla mätningar vid en trigger. Istället får flera mätningar göras och medelvärdesbildas. Programmet stöder inte heller fler än en kanal på endera kortet.

Om fler manuella mätningar gjorts tidigare kanske mer fokus kunde lagts på att försöka lösa problem med mätningarna istället för utveckling av programmet.

För att försöka lösa problemen med dämpning skulle man kunna testa mätningar med en förstärkare och eventuellt också ett bandpassfilter mellan mottagartransducer och digitizer. Man skulle också kunna prova andra typer av pulser som kanske passar transducern bättre, till exempel stegformade pulser.

8 Referenser

N. Bilaniuk & G. S. K. Wong (1993). *Speed of sound in pure water as a function of temperature*. Journal of the Acoustic Society of America 93(3) pp 1609-1612.

N. Bilaniuk & G. S. K. Wong (1996). *Erratum: Speed of sound in pure water as a function of temperature [J. Acoust. Soc. Am. 93, 1609-1612 (1993)]*, Journal of the Acoustic Society of America 99(5), p 3257.

Andrei S. Dukhin & Philip J. Goetz (2002). *Ultrasound for Characterizing Colloids: Particle Sizing, Zeta Potential, Rheology*. Elsevier.

McClements, D.J. & Povey, M.J.W. (1987). *Solid fat content determination using ultrasonic velocity measurements*. International Journal of Food Science and Technology, 22, 491–499.

McClements, D.J. & Povey, M.J.W. (1988). *Comparison of pulsed NMR and ultrasonic velocity techniques for determining solid fat content*. International Journal of Food Science and Technology, 23, 159–170.

IUPAC 2.510 (ex 2.323) (1987). *Solid Content Determination in Fats by NMR (Low Resolution Nuclear Magnetic Resonance)* 7th edn. Pp. 59–70. Oxford, UK: Blackwell Scientific Publishing.

J. Lubbers and R. Graaff (1998). *A simple and accurate formula for the sound velocity in water*, Ultrasound Med. Biol. Vol 24, No 7, pp 1065–1068.

Malcolm J.W. Povey & Timothy J. Mason (1998). *Ultrasound in food processing*. Blackie Academic & Professional.

Olympus NDT (2006) *Ultrasonic Transducers Technical Notes*.
<http://www.olympus-ims.com/data/File/panametrics/UT-technotes.en.pdf> (4 Juni 2010).

Takeda, Y. (1991). *Development of an ultrasound velocity profile monitor*. Nuclear Engineering & Design, 126, 277–284.

Urlick, R.J. (1947). *A sound velocity method for determining the compressibility of finely divided substances*. Journal of Applied Physics, 18, 983–987.

Wassell, P., Wiklund, J., Stading, M., Bonwick, G., Smith, C., Almiron-Roig, E., Young, N.W.G. (2010). *In-line viscosity and solid fat content (SFC) measurement of fat blends with ultrasound based in-line rheometry*. International Journal of Food Science and Technology, 45, 877–883.

Wiklund, J. (2007a). *Ultrasound Doppler Based In-Line Rheometry —Development, Validation and Application*. PhD thesis, Lund, Sweden: Lund University, ISBN 978-91-628-7025-6.

Wiklund, J. & Stading, M. (2008). *Application of in-line ultrasound Doppler based UVP-PD rheometry method to concentrated model and industrial suspensions*. Flow Measurement and Instrumentation, 19, 171–179.

Wiklund, J., Shahram, I. & Stading, M. (2007b). *Methodology for inline rheology by ultrasound Doppler velocity profiling and pressure difference techniques*. Chemical Engineering Science, 62, 4277–4293.

Wood, A.B. (1964). *A textbook of Sound*, 3rd edn. London: Bell and Sons.

Young, N.W.G., Wassell, P., Wiklund, J. & Stading, M. (2008). *Monitoring structurants of fat blends with ultrasound based in-line rheometry (UVP-PD)*. International Journal of Food Science and Technology, 43, 2083–2089.