บทที่ 2

การทดลอง

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. Freeze dryer

   ผลิตโดย The Virtis Company Gardier Model Unitrap 10-100

2. High Vacuum pump

   ผลิตโดย Cenco Model HYVAC 7

3. High Vacuum pump Model ED 50

   ผลิตโดย Edwards High Vacuum Crawley England

4. Thermostat Vacuum oven

   ผลิตโดย Townson and Mercer L.T.D.Croydon England

5. Vacustats

   ผลิตโดย Edward England

6. Beaker 1,000, 500, 150 ml (pyrex)

7. Desiccator, Vacuum 160 mm

8. Flask, conical 125 ml (pyrex)

9. Thermometer -200 ถึง 30°C

10. Trap, Vacuum, Freezing

11. ถาดอลูมิเนียมทรงเตี้ยขนาด 12 × 25 เซ็นติเมตร

2.2 สารเคมีและวัสดุ

1. Calcium chloride (Merck, Germany)

2. Ethanol 95 % (Ayuddhaya, Thailand)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3. Liquid nitrogen (Bangkok, Thailand)

4. Phosphorus pentaoxide (Merck, Germany)

5. Mercury (Merck, Germany)

6. High Vacuum grease

7. Dry ice (Solid CO_2)

8. ชาฝรั่ง ระมิงค์

9. มะตูมแว่นตากแห้งของโรงงานมอนดาวเรือง

2.3 วิธีการทดลอง

2.3.1 การเตรียมน้ำชาและน้ำมะตูมตัวอย่าง

- น้ำชา ชงด้วยน้ำร้อนอุณหภูมิประมาณ 70°ซ. โดยใช้บีกเกอร์ขนาด 500 ml เทน้ำร้อนลงไปให้ท่วมถุงชา ใช้แผ่นกระจกนาฬิกาปิดปากบีกเกอร์ทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที จะได้น้ำชาสีน้ำตาลเข้มตามต้องการ (น้ำ 100 ml ใส่ชาอย่างน้อย 8-10 ถุง) เทใส่ถาดที่เตรียมไว้ เพื่อนำไปแช่แข็งต่อไป

- น้ำมะตูม นำมะตูมแห้ง 10-15 แว่น ไปย่างไฟอ่อน ๆ จนมีสีเหลืองและมีกลิ่นหอม จากนั้นนำใส่ในบีกเกอร์ขนาด 500 ml ใช้น้ำร้อนที่ต้มจนเดือดเทใส่ลงไปให้ท่วมชิ้นมะตูม ปิดปากบีกเกอร์ทิ้งไว้ 20-30 นาที น้ำมะตูมจะมีสีเข้ม มีกลิ่นหอม เทน้ำมะตูมลงในถาดเพื่อนำไปแช่แข็งต่อไป

2.3.2 การแช่แข็ง

คอย ๆ เปิด Liquid Nitrogen จากถังใส่ลงไปในถาดที่บรรจุน้ำชาหรือน้ำมะตูมเป็นเวลา 10-20 นาที หรืออาจจะใช้ Dry ice ผสมกับ Ethanol ก็ได้ น้ำชาและน้ำมะตูมในถาดจะแข็งตัวจนหมด แล้วนำไปทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

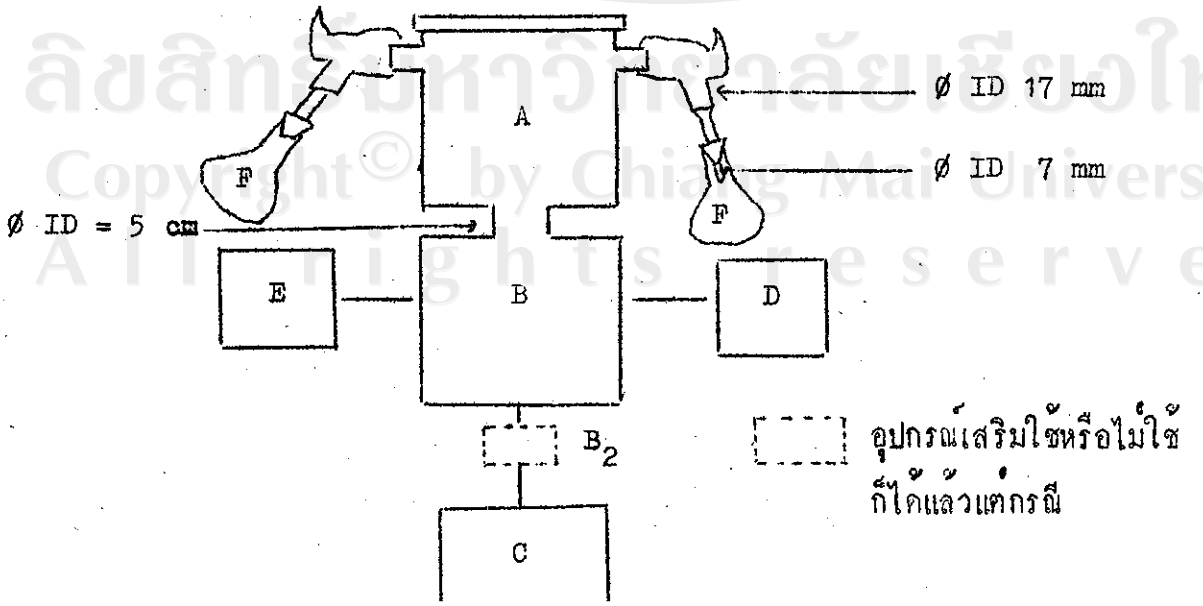
2.3.3 การทำแห้ง

ใช้เครื่องมือทำแห้งในสภาพแช่แข็ง model Unitrap 10-100 ของบริษัท the virtis Company ซึ่งควบคุมอุณหภูมิของเครื่องควบแน่น (Condenser) ได้ถึง -40 °ซ. และความดันในระบบได้ต่ำสุด 5 mtorr (1 mtorr = 10^{-3} torr หรือ 10^{-3} mmHg)

ในการทดลองครั้งนี้เนื่องจากใช้วิธีการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้เครื่องมือแบบไม่ต่อเนื่อง (Batch Freeze dryer) จึงมีการดัดแปลงเครื่องมือโดยใช้เตาอบสุญญากาศ ต่อเพิ่มเติมเข้ากับเครื่องทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง model unitrap 10-100 ของบริษัท the Virtis Company เพื่อใช้ทำหน้าที่เป็นห้องทำแห้ง (chamber) ใส่ถาดอาหารตัวอย่างที่ต้องการจะทำแห้งและสามารถให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างในระหว่างการแห้งได้ตามต้องการ นอกจากนี้ยังมีการออกแบบเครื่องทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งอย่างง่ายและทดลองใช้เพื่อนำผลมาเปรียบเทียบกับเครื่อง unitrap 10-100

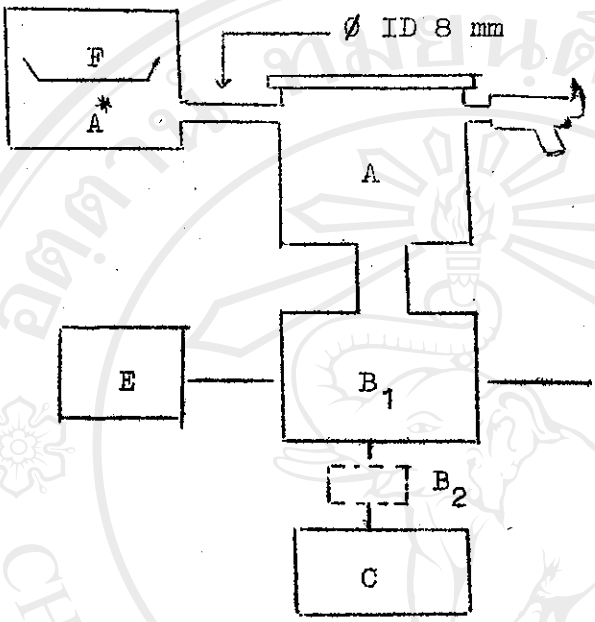
รูป 2.1 เครื่องมือทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง

แบบที่ 1 - model unitrap 10-100 ของ Virtis



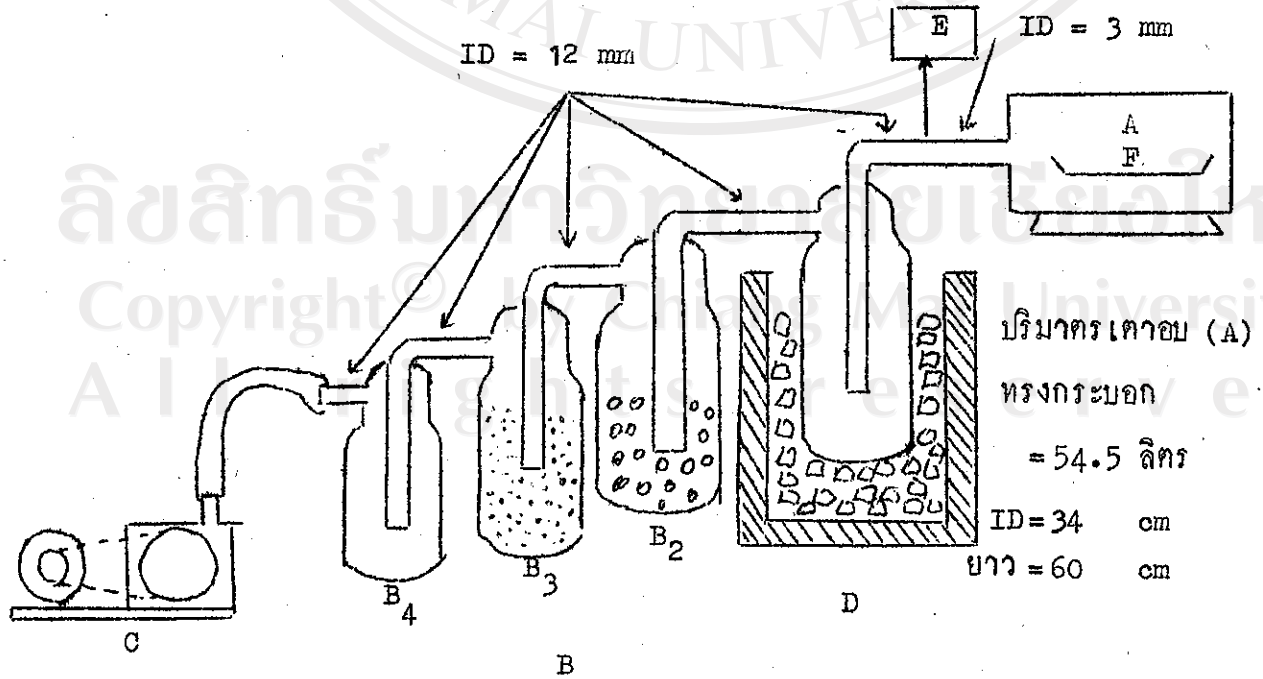
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

แบบที่ 2 ผ่านการปรับปรุงให้ใช้กับเตาอบสุญญากาศ (vacuum oven)



ปริมาตรของเตาอบ (A^*)
= 20 x 20 x 30 cm^3
= 12 ลิตร

แบบที่ 3 เครื่องทำแห้งภายใต้สภาวะแช่แข็งที่ออกแบบ



ปริมาตรเตาอบ (A)
ทรงกระบอก
= 54.5 ลิตร
ID = 34 cm
ยาว = 60 cm

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ส่วนต่าง ๆ ของเครื่องมือ

A คือ ห้องทำแห้ง (chamber) ทำด้วยโลหะผนังหนา 2 ชั้นหรืออาจใช้ Vacuum oven แทนก็ได้

B คือ เครื่องควบแน่นและตัวกำจัดไอน้ำซึ่งประกอบด้วย

B_1 เครื่องควบแน่น "cold trap"

B_2 ตัวกำจัดไอน้ำบรรจุด้วย $CaCl_2$

B_3 ตัวกำจัดไอน้ำบรรจุด้วย P_2O_5

B_4 ตัวกำจัดไอแบบภาชนะว่าง "Blank trap"

C คือ ปั๊มสุญญากาศที่ทำให้ความดันต่ำมาก (High vacuum pump)

D คือ ตัวทำความเย็นให้กับเครื่องควบแน่นโดยใช้เครื่องทำความเย็น(refrigeration) หรือน้ำแข็งแห้งกับแอลกอฮอล์

E คือ เครื่องวัดความดันอาจเป็น Mcleod Gage หรือ Vacustats

F คือ ภาชนะที่ใส่อาหารแช่แข็งอาจเป็นถาดใส่อาหาร (tray) หรือ flask

2.4 การวัดอัตราเร็วของการทำแห้งและความชื้นที่มีในสารต่อหน่วยมวลสารแห้งสนิทของน้ำชาและน้ำมะตูมในระหว่างการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง

การวัดอัตราเร็วของการทำแห้งของน้ำชาและน้ำมะตูมในขณะทำแห้งในสภาพแช่แข็ง โดยการชั่งหาน้ำหนักของน้ำชาและน้ำมะตูมที่เปลี่ยนไปในช่วงเวลาต่าง ๆ ของการทำแห้ง แล้วนำไปคำนวณหาอัตราเร็วและนำข้อมูลที่ได้ไปสร้างเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เปลี่ยนไปต่อหน่วยเวลาคือ อัตราเร็วของการทำแห้ง

$$\text{อัตราเร็วของการทำแห้ง } -\frac{dm}{dt} = \frac{m_o - m_t}{t} \qquad (2.1)$$

เมื่อ m_o = มวลสารที่จุดเริ่มต้น ($t = 0$)

m_t = มวลสารที่เวลาต่าง ๆ ของการทำแห้งในสภาพแช่แข็ง

t = เวลาต่าง ๆ ของการทำแห้ง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

วิธีการที่ใช้ในการวิจัยนี้มี 2 แบบคือ

1. ใช้ flask ขนาด 125 ml จำนวน 10 ใบ ใส่น้ำชาหรือน้ำมะตูมใบละ 10 ml นำไปแช่แข็งต่อเข้ากับ manifold ของเครื่องทำแห้ง ถอด flask ออกมาชั่งน้ำหนักในช่วงเวลาที่กำหนดคือ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 8.0 ชั่วโมงตามลำดับ

2. ใช้ถาดสี่เหลี่ยมขนาด 15 x 25 cm ทรงเตี้ยสูงประมาณ 1.5 cm บรรจุน้ำชาหรือน้ำมะตูมปริมาตร 100 ml นำไปแช่แข็งแล้วนำไปทำแห้งจากนั้นนำออกไปชั่งน้ำหนักทุก 1 ชั่วโมง จนครบ 10 ชั่วโมง ก่อนนำถาดอาหารออกมาชั่งต้องหมุนปุ่ม manifold ไปในตำแหน่งปิดแล้วเปิดให้อากาศเข้าไปในห้องทำแห้ง จึงจะเปิดเอาถาดอาหารออกได้ เมื่อชั่งน้ำหนักแล้วนำกลับไปใส่ในเครื่องทำแห้งใหม่ เปิดปุ่ม manifold

การหาปริมาณความชื้นที่มีในสารต่อหน่วยมวลสารแห้งสนิทของน้ำชาและน้ำมะตูม หาได้โดยนำเอาอาหารที่ผ่านการทำแห้งในช่วงเวลาสุดท้ายจนแห้งแล้วไปอบในเตาอบสุญญากาศใช้อุณหภูมิประมาณ 70 °ซ. เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้องโดยใส่ในเครื่องดูดความชื้น (desiccator) นำไปชั่งน้ำหนักแล้วคำนวณหาจาก

$$W = \frac{M_t - M_\infty}{M_\infty} \qquad (2.2)$$

เมื่อ W = ปริมาณความชื้นของสารต่อหน่วยมวลสารแห้งสนิท

M_∞ = มวลสารที่แห้งสนิท

จากนั้นนำข้อมูลไปสร้างกราฟระหว่างปริมาณความชื้นต่อมวลสารแห้งสนิทกับอัตราเร็วของการทำแห้ง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2.5 การทดสอบเวลาที่ใช้ในการ rehydration ของผลิตภัณฑ์และการหาเปอร์เซนต์ความชื้นของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำแห้งในภาวะแช่แข็งของน้ำชาและน้ำมะตูม

- การตรวจสอบคุณสมบัติในการ rehydration ของผลิตภัณฑ์ที่ได้นั้น เพื่อดูว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีคุณสมบัติในการละลายน้ำได้ดีเพียงใด โดยพิจารณาจากเวลาที่ใช้ในการทำให้ผลิตภัณฑ์ละลายน้ำย้อนกลับไปเป็นสารละลายตอนเริ่มต้น ทำได้ดังนี้คือ

1. ตวงน้ำกลั่นปริมาตร 1 ใน 10 ส่วนของปริมาตรตอนเริ่มต้นของน้ำชาหรือน้ำมะตูม ก่อนนำไปแช่แข็งใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 ml

2. ชั่งผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำแห้งแล้วปริมาณ 1 ใน 10 ส่วนของน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำแห้งทั้งหมดใส่ลงในน้ำที่เตรียมไว้

3. ใช้แท่งแก้วคนอย่างต่อเนื่องจับเวลาทันทีเมื่อใส่ผลิตภัณฑ์ลงในน้ำจนกว่าจะละลายเป็นสารละลายหมด

4. บันทึกเวลาที่ใช้ในการ rehydration ของผลิตภัณฑ์

- การหาค่าร้อยละของความชื้นหรือเปอร์เซนต์ความชื้นของผลิตภัณฑ์ เพื่อดูว่ามีค่าใกล้เคียงกับพวกชาผงสำเร็จรูป (Instant tea) ที่กำหนดหรือไม่ ปกติพวกชาผงสำเร็จรูปจะมีความชื้นอยู่ระหว่าง 3.0-3.5 %[17] หาได้จาก

$$\% \text{ ความชื้นที่หายไป} = \frac{\text{น้ำหนักที่หายไปในระหว่างการอบ}}{\text{น้ำหนักเริ่มต้น}} \times 100 \quad \text{---} \quad (2.3)$$

$\therefore$ % ความชื้นของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำแห้ง =

% ความชื้นก่อนอบ - % ความชื้นที่หายไป

แต่การวิจัยนี้เราคิดปริมาณความชื้นที่มีอยู่ในผลิตภัณฑ์ที่แห้ง ดังนั้นจึงหาความชื้นได้จากสมการ 2.2 ดังนี้คือ

$$\% \text{ ความชื้นของผลิตภัณฑ์} = \frac{M_t - M_\infty}{M_\infty} \times 100$$

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved