

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

ในการทดลองนี้ ได้ทำการทดลองขั้นต้นโดยใช้เครื่องมือทำแห้งภายใต้ภาวะแห้งแข็ง (รูปที่ 2.1 แบบที่ 1) ของบริษัท Virtis model Unitrap 10-100 เพื่อนำข้อมูลไปใช้ในการออกแบบเครื่องทำแห้งที่ต้องการต่อไป

3.1 การศึกษาการแห้งตัวของน้ำชาและน้ำมะขาม

จากการติดตามน้ำหนักของตัวอย่างที่ถูกทำแห้งภายใต้ภาวะแห้งแข็งที่เวลาต่าง ๆ กัน ระหว่าง 0 ถึง 7 ชั่วโมง โดยใช้ตัวอย่างบรรจุในขวดรูปกรวย 10 ขวด ๆ ละ 10 ml หรือ 20 ml โดยลดตั้งกราฟรูป 3.1 ซึ่งเป็นกราฟระหว่างอัตราส่วนของน้ำหนักสารตัวอย่าง (M_t) ที่เวลา t ชั่วโมงต่อน้ำหนักตั้งต้น (M_0) เทียบกับเวลาในการทำแห้ง (t)

กราฟที่ได้มีลักษณะคล้ายกันคือ มวลลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับเวลาทำแห้งและค่อย ๆ เข้าสู่ค่าคงที่เมื่อเวลาในการทำแห้งมากขึ้น ในลักษณะของ exponential curve การทดลองทั้ง 4 ชุดนี้มีความคลาดเคลื่อนหลักที่การทำให้สารตัวอย่างแห้งตัวเนื่องจากภาชนะบรรจุเป็นรูปกรวย และในระหว่างการแห้งอย่างรวดเร็วด้วยไมโคร เจน เหวลซึ่งต้องทำการหมุนภาชนะบรรจุไปรอบ ๆ เพื่อให้สารตัวอย่างเกิดการแผ่กระจายเป็นฟิล์มบาง ๆ จึงอาจเป็นเหตุทำให้พื้นที่ผิวของสารตัวอย่างที่เกิดการแห้งตัวต่างกันไปในแต่ละขวดและในแต่ละชุดของการทดลอง แต่อย่างไรก็ตามจะสังเกตเห็นได้ว่ากราฟมีลักษณะเกือบซ้อนทับกันโดยไม่ขึ้นกับปริมาณของสารตั้งต้น แต่เส้นกราฟของน้ำมะขามนั้นพบว่าน้ำหนักลดลงเร็วกว่ากราฟของน้ำชา

ลักษณะของข้อมูลที่มีการกระจายอำนาจเนื่องจากวิธีการทดลอง
ที่ใช้นั้นเองจึงนำข้อมูลระหว่าง M_t/M_0 กับ t ไปทำ regression analysis
ในรูปของสมการคณิตศาสตร์

$$\frac{M_t}{M_0} = Ae^{Bt} \dots\dots\dots(3.1)$$

ซึ่งได้ผลดังแสดงในตาราง 3.1 และหาอัตราการแห้งจากสมการ

$$\begin{aligned} R &= \frac{-dM_t}{dt} \\ &= \frac{-dM_0 Ae^{Bt}}{dt} \\ R &= -M_0 ABe^{Bt} \dots\dots\dots(3.2) \end{aligned}$$

ในที่นี้ M_0 ใช้ค่าน้ำหนักตั้งต้นเฉลี่ยของการทดลองแต่ละชุดผล
ที่ได้รวบรวมไว้ในตารางที่ 3.2 ถึง 3.5 สำหรับการทดลองทั้ง 4 ชุด และผล
ที่ได้นำไป plot graph ระหว่างอัตราการแห้ง (R) เทียบกับปริมาณความชื้น
(W) ซึ่ง

$$W = \frac{M_t - M_\infty}{M_\infty}$$

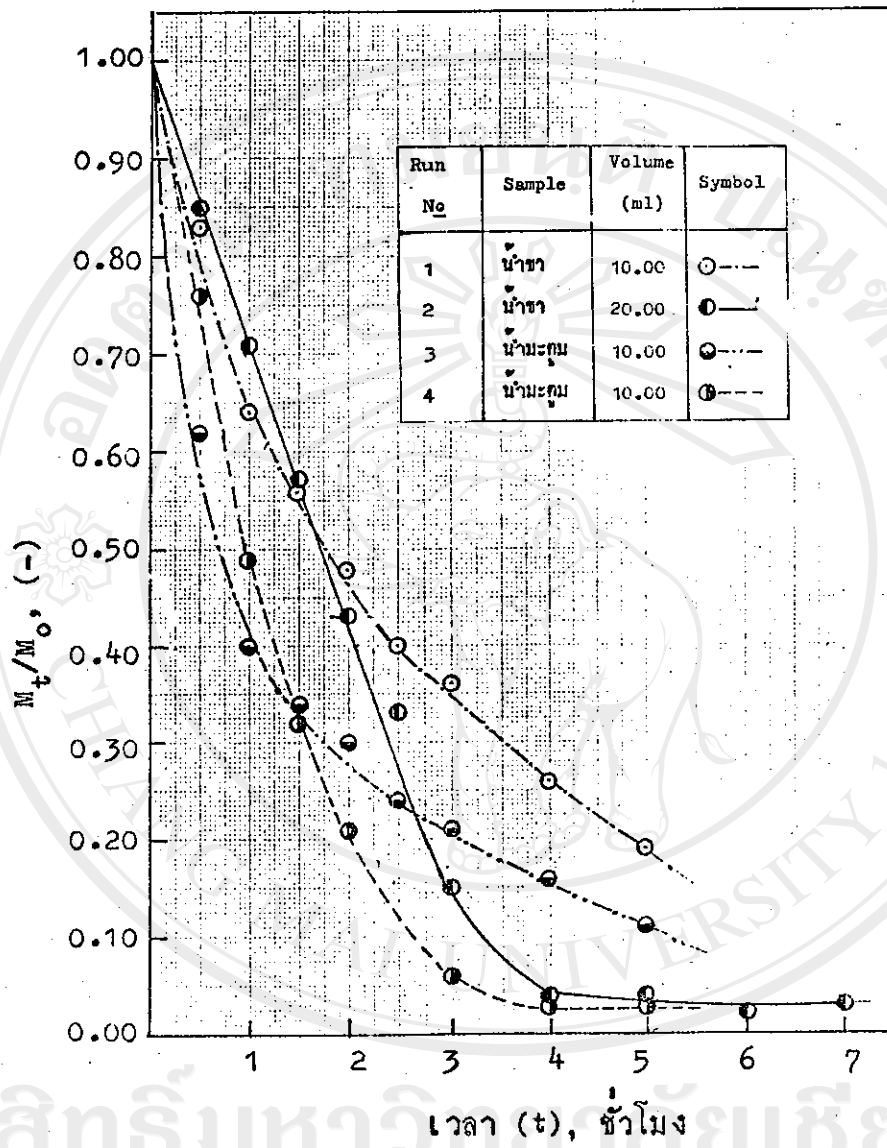
เมื่อ M_∞ = มวลสารแห้งสนิท (นั่นคือความชื้น = 0) ซึ่งหา
ได้โดยวิธีการในหัวข้อที่ 2.4 ดังแสดงในรูปที่ 3.2 และ 3.3 ตามลำดับ

ตาราง 3.1 การวิเคราะห์ความถดถอยระหว่าง M_t/M_0 เทียบกับ t โดย regression analysis*

$$\text{สมการ } M_t/M_0 = Ae^{Bt}$$

การทดลอง ชุดที่	สารตัวอย่าง	ปริมาตรทั้งหมด (ml)	A	B	r
1	น้ำชา	10.00	1.3383	-0.5175	-0.9491
2	น้ำชา	20.00	1.1914	-0.6314	-0.9558
3	น้ำมะตูม	10.00	0.5524	-0.2973	-0.9836
4	น้ำมะตูม	10.00	1.3615	-0.8506	-0.9619

* ดูภาคผนวก ข.



รูป 3.1 แสดงการลดลงของน้ำหนักสารตัวอย่างเทียบกับเวลาในระหว่างการ
ทำน้ำชาและน้ำมะกอมให้แห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง

ตาราง 3.2 ผลการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้น้ำแข็ง 10.00 ml
 การทดลองที่ 1 ปริมาณน้ำแข็ง 10.00 ml
 มวลของซาแห้งสนิท (M_{∞}) = 0.31 gm
 ร้อยละของของแข็งในน้ำแข็งตัวอย่าง (% TS) = 3.10
 ภาวะเครื่องทำแห้ง - ความดัน 100 mtorr
 - อุณหภูมิของเครื่องควบแน่น -40°C

เวลา (ชม.)	น.น. เริ่มต้น (M_0) (gm)	$\frac{M_t}{M_0}$	R (กรัม/ชม.)	W (กรัม/กรัม)
0.5	9.98	0.83	4.40	28.67
1.0	10.03	0.64	3.50	22.76
1.5	10.02	0.56	2.80	18.49
2.0	10.03	0.48	2.20	15.93
2.5	10.02	0.40	1.80	13.18
3.0	10.02	0.36	1.40	11.31
4.0	9.98	0.26	0.90	9.13
5.0	10.00	0.19	0.60	6.34
7.0	9.99	0.03	0.20	0.03
ค่าเฉลี่ย	10.01			

ตาราง 3.3 ผลการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้น้ำแข็ง 20.00 ml

การทดลองที่ 2 ปริมาณน้ำแข็ง 20.00 ml

มวลของซาแห้งสนิท (M_{∞}) = 0.48 gm

ร้อยละของของแข็งในน้ำแข็งตัวอย่าง (% TS) = 2.40

ภาวะเครื่องทำแห้ง- ความดัน 100 m torr

- อุณหภูมิของเครื่องความเย็น -40°C

เวลา (ชม.)	น.น. เริ่มต้น M_0 (gm)	$\frac{M_t}{M_0}$	R (กรัม/ชม.)	W (กรัม/กรัม)
0.5	19.98	0.85	10.99	36.54
1.0	19.98	0.71	7.99	30.96
1.5	19.98	0.57	5.80	25.45
2.0	19.97	0.43	4.20	19.52
2.5	19.99	0.33	3.20	14.61
3.0	19.92	0.15	2.20	8.82
4.0	20.00	0.04	1.20	2.80
5.0	20.00	0.04	0.60	0.59
6.0	20.03	0.02	0.40	0.33
7.0	20.05	0.03	0.18	0.09

ค่าเฉลี่ย

19.99

ตาราง 3.4 ผลการทำแห้งภายใต้ภาวะแห้งแข็งโดยใช้น้ำมะตูมตั้งต้น 10.00 ml

การทดลองที่ 3 ปริมาณน้ำมะตูม 10.00 ml

มวลของมะตูมแห้งสนิท (M_{∞}) = 0.49 gm

ร้อยละของของแข็งในน้ำมะตูมตัวอย่าง (% TS) = 2.45

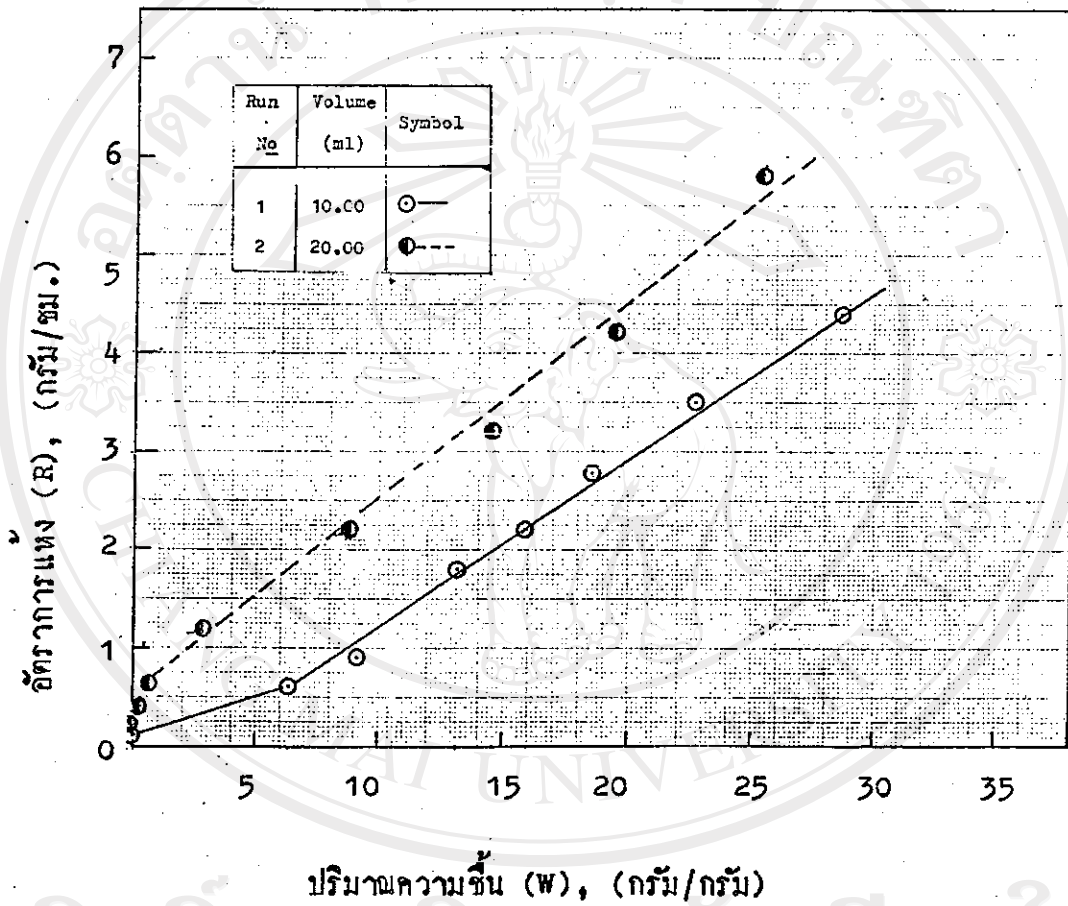
ภาวะการทำแห้ง - ความดัน 100 m.torr

- อุณหภูมิเครื่องควบแน่น -40°C

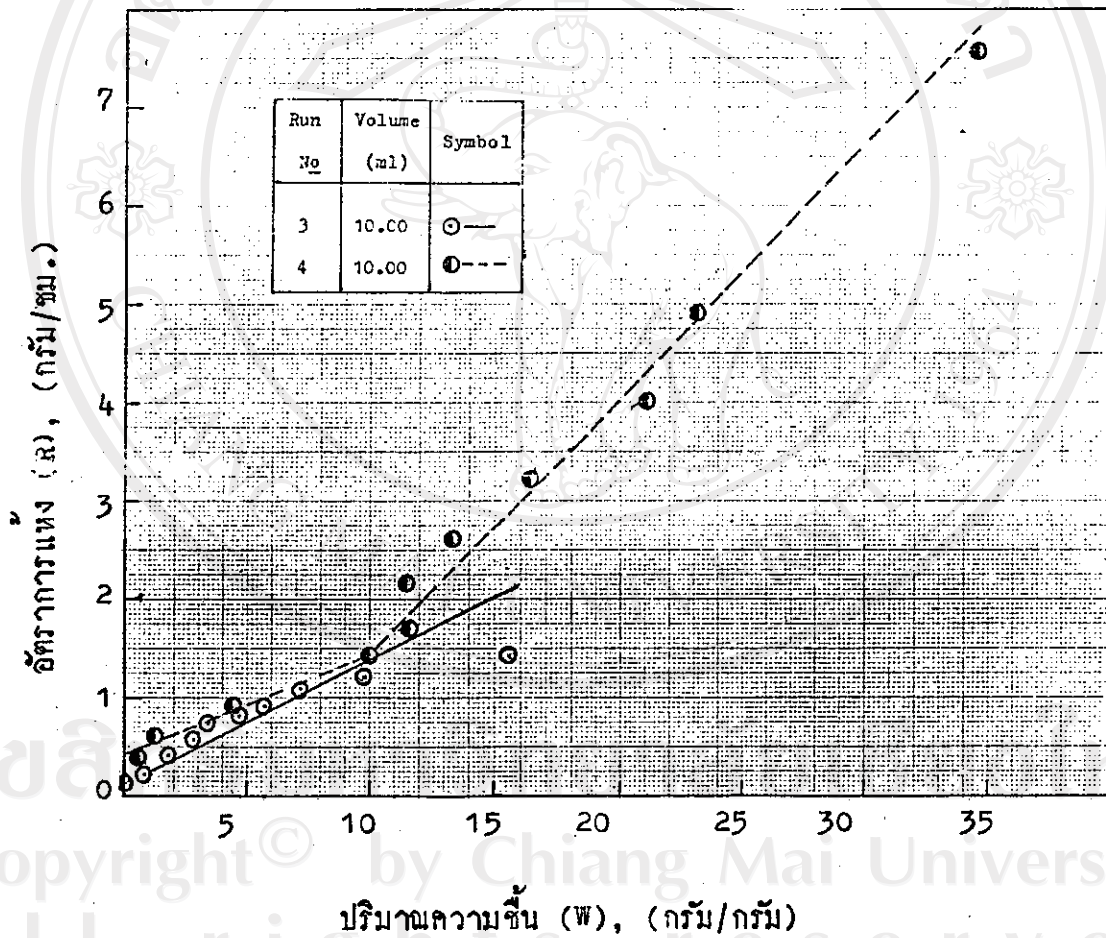
เวลา (ชม.)	น.น.เริ่มต้น M_0 (gm)	$\frac{M_t}{M_0}$	R (กรัม/ชม.)	W (กรัม/กรัม)
0.5	10.09	0.62	1.43	15.44
1.0	10.09	0.40	1.21	9.84
1.5	10.08	0.34	1.11	7.13
2.0	10.08	0.30	0.91	5.72
2.5	10.12	0.24	0.81	4.77
3.0	10.14	0.21	0.71	3.49
4.0	10.12	0.16	0.51	2.67
5.0	10.09	0.11	0.40	1.84
8.0	10.13	0.06	0.20	0.79

ค่าเฉลี่ย

10.10



รูป 3.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการผลิตกับปริมาณความชื้นของน้ำชา
ในการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง



รูป 3.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราความแห้งกับปริมาณความชื้นของน้ำมะตูม
ในการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง

ตาราง 3.5 ผลการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้น้ำมะตูมตั้งต้น 10.00 ml
 การทดลองที่ 4 ปริมาณน้ำมะตูม 10.00 ml
 มวลของมะตูมแห้งสนิท (M_{∞}) = 0.25 gm
 ร้อยละของของแข็งในน้ำมะตูมตัวอย่าง (% TS) = 2.52
 ภาวะเครื่องทำแห้ง - ความดัน 100 m torr
 - อุณหภูมิเครื่องควบคุม -40°C

เวลา (ชม.)	น.น.เริ่มต้น M_0 (gm)	$\frac{M_t}{M_0}$	R กรัม/ชม.	W กรัม/กรัม
0.50	9.98	0.78	7.56	34.50
0.75	9.98	0.61	6.09	26.37
1.00	9.98	0.56	4.90	23.12
1.25	10.03	0.53	4.00	21.15
1.50	9.99	0.39	3.20	16.32
1.75	10.00	0.35	2.60	13.35
2.00	9.99	0.28	2.10	11.45
2.25	9.98	0.35	1.70	11.58
2.50	10.01	0.21	1.40	10.05
3.00	9.98	0.06	0.90	4.35
3.50	9.98	0.05	0.60	1.23
4.00	9.95	0.03	0.40	0.54
5.00	9.98	0.03	0.20	0.08

ค่าเฉลี่ย 9.99

โดยทั่วไปการแห้งตัวของสารซึ่งภายใต้การทำแห้งคงที่นั้นจะให้กราฟ อัตราการแห้ง (drying rate curve) คือกราฟที่พล็อตระหว่าง R กับ W ที่ประกอบด้วย 2 ส่วนคือ

- ส่วนแรกเรียกว่า ช่วงอัตราการแห้งคงที่ (constant rate period) ซึ่งจะปรากฏในระยะเริ่มต้นของการแห้งตัวโดยมีลักษณะเฉพาะตัวคือ อัตราการแห้งมีค่าคงที่เมื่อเทียบกับ W นั่นคือ การระเหยเป็นไอของความชื้นในสารเกิดขึ้นเสมือนกับว่าไม่มีของแข็งอยู่เลย อัตราการแห้งจึงไม่ได้รับอิทธิพลจากลักษณะของของแข็งแต่อย่างใด และ

- ส่วนหลังเรียกว่า ช่วงอัตราการแห้งลดลง (falling rate period) ซึ่งอัตราการแห้งจะลดลงเป็นสัดส่วนกับความชื้น (w) ที่สารมีอยู่ในขณะนั้น ในช่วงนี้การระเหยเป็นไอของความชื้นจะได้รับอิทธิพล จากลักษณะของของแข็งโดยอัตราการแห้ง (R) อาจลดลงเป็นสัดส่วนโดยตรงกับการลดลงของ W คือ

$$R = aW + b$$

และ/หรือ อาจลดลงเป็นสัดส่วนกับการลดลงของ W ในลักษณะของ power law

ซึ่งอาจแทนได้ด้วยสมการคณิตศาสตร์

$$R = b'W^{a'}$$

จากการพิจารณารูปที่ 3.2 และ 3.3 จะเห็นว่า อัตราการแห้งตัวของสารตัวอย่างภายใต้ภาวะแห้งนี้จะมีลักษณะลดลงตามการลดลงของความชื้น (W) ที่สารมีอยู่ซึ่งลักษณะดังกล่าวนี้แสดงว่าลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่างมีอิทธิพลต่ออัตราการแห้งตัวของสาร

ดังนั้น ขั้นตอนการแช่แข็งจึงน่าจะมีความสำคัญเป็นอย่างมากต่อ
การทำแห้งแบบนี้

ข้อสรุปที่เห็นได้ชัดเจนนอกจากการที่กราฟของการทดลองที่ 1 และ
4 ซึ่งมีจุดเปลี่ยนความชันของกราฟที่

$$7 < W < 10 \frac{g_m \text{ ความชื้น}}{g_m \text{ สารแห้งสนิท}}$$

เมื่อเทียบกับกราฟของการทดลองที่ 2 และ 3 ซึ่งเป็นกราฟเส้นตรงที่มีความชัน
เพียงค่าเดียว การที่กราฟเปลี่ยนความชันนี้แสดงว่ากลไกการแห้งตัวคือ การ
ระเหิดของน้ำและการแยกไอน้ำออกจากสารตัวอย่างเกิดการเปลี่ยนแปลงไป⁽²⁰⁾
ทั้งนี้อาจเนื่องจากการแช่แข็งสารตัวอย่างซึ่งใช้วิธีผ่านไนโตรเจนเหลวลงไปใน
สารละลายสารตัวอย่างพร้อมกับหมุนภาชนะไปช้า ๆ เพื่อให้สารตัวอย่างแผ่กระจาย
เป็นชั้นของแข็งที่มีความหนาสม่ำเสมอและมีพื้นที่ผิวมากนั้นอาจทำได้ต่างกันทำให้ผล
การทดลองต่างกันไป อย่างไรก็ตามอาจแก้ไขได้โดยการใช้ภาชนะบรรจุสาร
ตัวอย่างเป็นถาดและผ่านไนโตรเจนเหลวลงไปในสารละลายตัวอย่างโดยไม่มี
การแกว่งหรือเขย่าเลย ซึ่งน่าจะทำให้ได้สารตัวอย่างแข็งที่มีความหนาสม่ำเสมอ
และมีพื้นที่ผิวคงที่ในทุก ๆ การทดลอง ถ้าใช้ปริมาณของสารละลายตัวอย่างมากพอ
ที่จะคลุมพื้นที่หน้าตัดของถาดได้หมด

โดยทั่วไปการลดลงของอัตราการแห้ง (R) ที่เป็นสมการเชิงเส้น
กับความชื้น (W) ในทุกช่วงของ W นั้นเป็นลักษณะการแห้งตัวของสารที่มีความพรุน
(porous solid)⁽²⁰⁾ ดังนั้นการแห้งตัวของสารตัวอย่างภายใต้ภาวะแช่แข็งนี้
จึงอาจกล่าวได้ว่าจะทำให้สารแห้งที่ได้มีความพรุนลักษณะดังกล่าวของสารแห้งนี้จะมี
ประโยชน์ในการละลายของสารแห้งเมื่อเติมน้ำลงไป แต่เมื่อพิจารณาสารแห้งที่

ได้เมื่อสิ้นสุดการทดลอง พบว่ามีลักษณะเป็นแฉกบาง ๆ นั่นคือ อนุพันธ์จะมีขนาดเล็ก และในระหว่างการแห้งตัวจะมีการหดตัวของสารตัวอย่าง ลักษณะดังกล่าวนี้มักจะปรากฏเสมอในการทำให้อาหารแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง (2)

การที่สารแห้งมีอนุพันธ์ขนาดเล็กนี้ทำให้ต้องใช้เวลานานในการเติมน้ำ เพื่อให้สารแห้งคืนสภาพเดิมในภายหลัง ปกติจะสามารถแก้ไขได้โดยการใช้ความร้อนที่พอเพียงสำหรับการระเหยของน้ำแข็งแก่สารตัวอย่างในระหว่างการทำแห้ง (2)

จากผลการทดลองขั้นต้นนี้สรุปได้ว่า

1. การทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งของน้ำชาและน้ำมะตูมภายใต้ภาวะการทำแห้งที่ความดัน 100 m.torr อุณหภูมิเครื่องควบคุม -40°C ต้องใช้เวลาไม่น้อยกว่า 5 ชั่วโมง

2. วิธีการที่ใช้ในการแช่แข็งสารตัวอย่างมีผลต่อลักษณะของสารแห้งซึ่งจะมีอิทธิพลต่ออัตราการแห้งตัวของสารตัวอย่างด้วย

3. สารแห้งที่ได้นั้นจะเป็นสารแห้งที่มีความพรุน และ

4. ต้องมีการให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างในระหว่างการทำแห้ง เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความพรุนขนาดใหญ่ซึ่งนอกจากจะทำให้สะดวกต่อการทำกลับเป็นสารละลายกึ่งเค็มแล้วยังทำให้ปริมาตรคอกหนวยมวลของผลิตภัณฑ์มีค่าสูงขึ้น

3.2 การทำแห้งโดยใช้เครื่องทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งแบบถาด (tray freeze dryer)

จากผลการทดลองในหัวข้อ 3.1 ทำให้เกิดแนวความคิดที่จะทดลองการทำแห้งโดยใช้ภาชนะบรรจุสารแบบถาดซึ่งจะทำให้พื้นที่สารตัวอย่าง

ภายใต้ภาวะแช่แข็งมีค่าค่อนข้างคงที่ในทุก ๆ การทดลองและใกล้เคียงกับภาวะที่ต้องการตามประสงค์ในการสร้างเครื่องมือทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งแบบภาคต่อไป นอกจากนี้เพื่อให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะพรุนมากเพื่อจุดมุ่งหมายในการละลายกลับให้เป็นสารละลายดั้งเดิม ในโอกาสต่อไปหรือในการนำผลิตภัณฑ์ไปใช้งาน ดังนั้นในการทดลองนี้จึงได้จัดหาเครื่องอบที่ความดันต่ำ (Vacuum oven) มาต่อเข้ากับเครื่องทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งของ VIRTIS โดยใช้สายยางต่อพ่วงกับท่อของเตาอบสำหรับต่อกับปั๊มสุญญากาศกับ manifold ของเครื่องทำแห้ง VIRTIS (รูปที่ 2.1 แบบที่ 2)

3.2.1 การศึกษาอัตราการแห้งในเครื่องทำแห้งแบบภาค

ในการทดลองนี้ได้ติดตามการเปลี่ยนแปลงมวลของสารที่ถูกทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยการนำภาคบรรจุสารขนาด 12 x 25 ซม. ออกจากห้องทำแห้ง (drying chamber) โดยการปิดกอกที่ manifold เพื่อตัดแยกห้องทำแห้งจากตัวเครื่องทำแห้ง จากนั้นเปิดกอก (Vacuum release valve) บนห้องทำแห้งเพื่อปรับความดันภายในห้องทำแห้งให้เป็นความดันบรรยากาศก่อนนำภาคออกจากห้องทำแห้งเมื่อซึ่งน้ำหนักแล้วจึงนำกลับไปใส่ในห้องทำแห้งและดำเนินการทดลองต่อ

ผลการทดลองกับน้ำชาปริมาณ 30.00ml และ 50.00ml และน้ำมะตูมปริมาณ 30.00ml ครอบคลุมไว้ในตาราง 3.6 ถึง 3.8 ตามลำดับ และกราฟระหว่าง M_t/M_0 เทียบกับเวลาแสดงด้วยรูป 3.4 ความสัมพันธ์ระหว่างมวลกับเวลาในการทำแห้งแทนได้ด้วยการคณิตศาสตร์ดังรวบรวมไว้ในตารางที่ 3.9

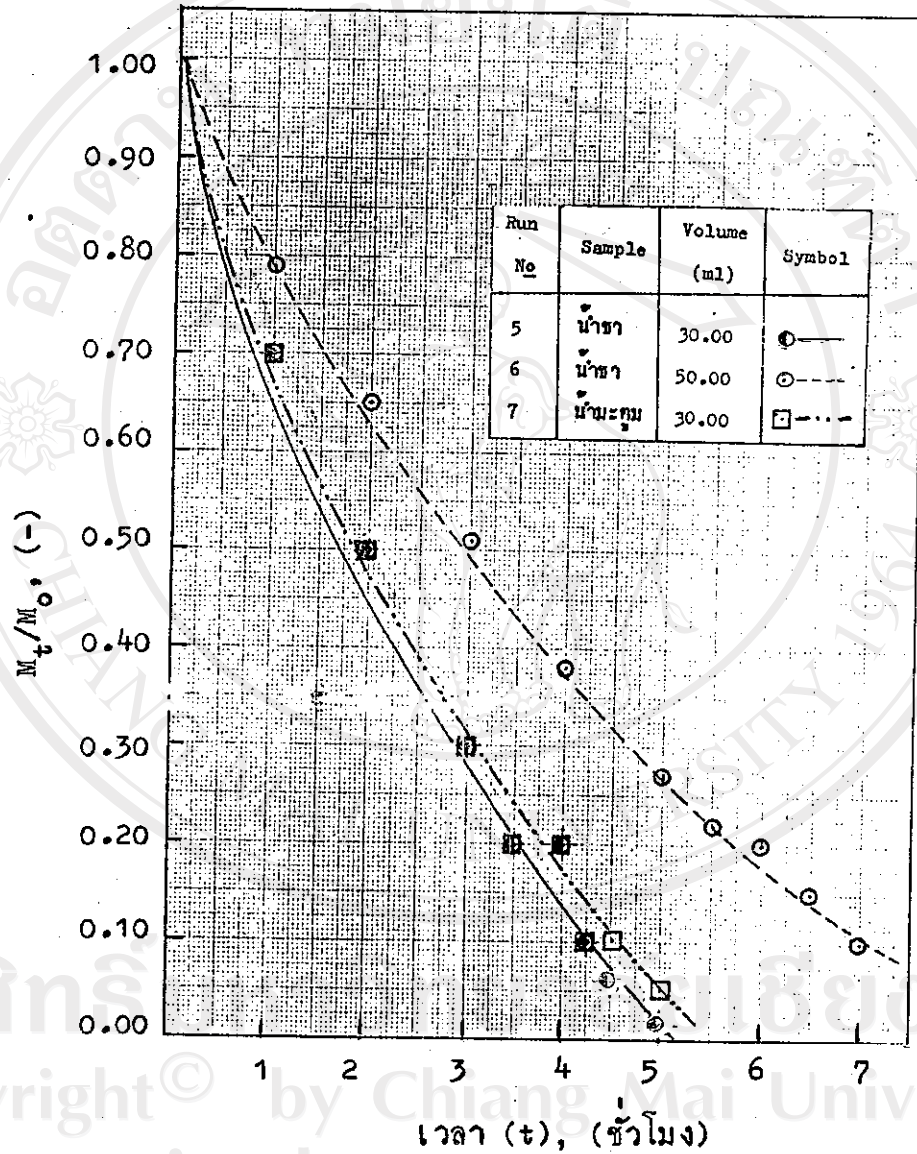
ในทำนองเดียวกันกับหัวข้อ 3.1 กราฟของอัตราการแห้ง (drying rate curve) ซึ่งเป็นกราฟระหว่าง R กับ W แสดงโดยควมรูป 3.5

การทำแห้งโดยสารแข็งซึ่งมีลักษณะแน่นอนนี้พบความวดของสารที่เกิดการระเหิดลดลงช้ากว่ากรณีที่บรรจุสารในขวดรูปกรวย แต่ลักษณะการลดนั้นจะลดลงอย่างสม่ำเสมอซึ่งต่างไปจากการทดลองที่ผ่านมาที่มวลลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงต้นของการทำแห้งและค่อย ๆ เข้าสู่ภาวะที่เมื่อเวลาในการทำแห้งมีค่าเพิ่มสูงขึ้น ปรากฏการณ์ดังกล่าวนี้ต่างไปจากที่คาดการณ์ไว้คือ พื้นที่ผิวของของแข็งที่เกิดการระเหิดมีค่าสูงขึ้น ดังนั้นอัตราการแห้งจึงควรมีค่าสูงและเวลาในการทำแห้งควรจะสั้นกว่าเดิม แต่จากกราฟระหว่าง M_t/M_∞ เทียบกับเวลา (t) นั้น อัตราการลดของมวลหรืออัตราการระเหิดของน้ำมีค่าน้อยในช่วงเวลาทำแห้ง 1-4 ชั่วโมง จึงเป็นผลให้สารตัวอย่างมีความชื้นคงเหลือเมื่อสิ้นสุดการทดลองใกล้เคียงกับการทำแห้งในภาชนะรูปกรวย

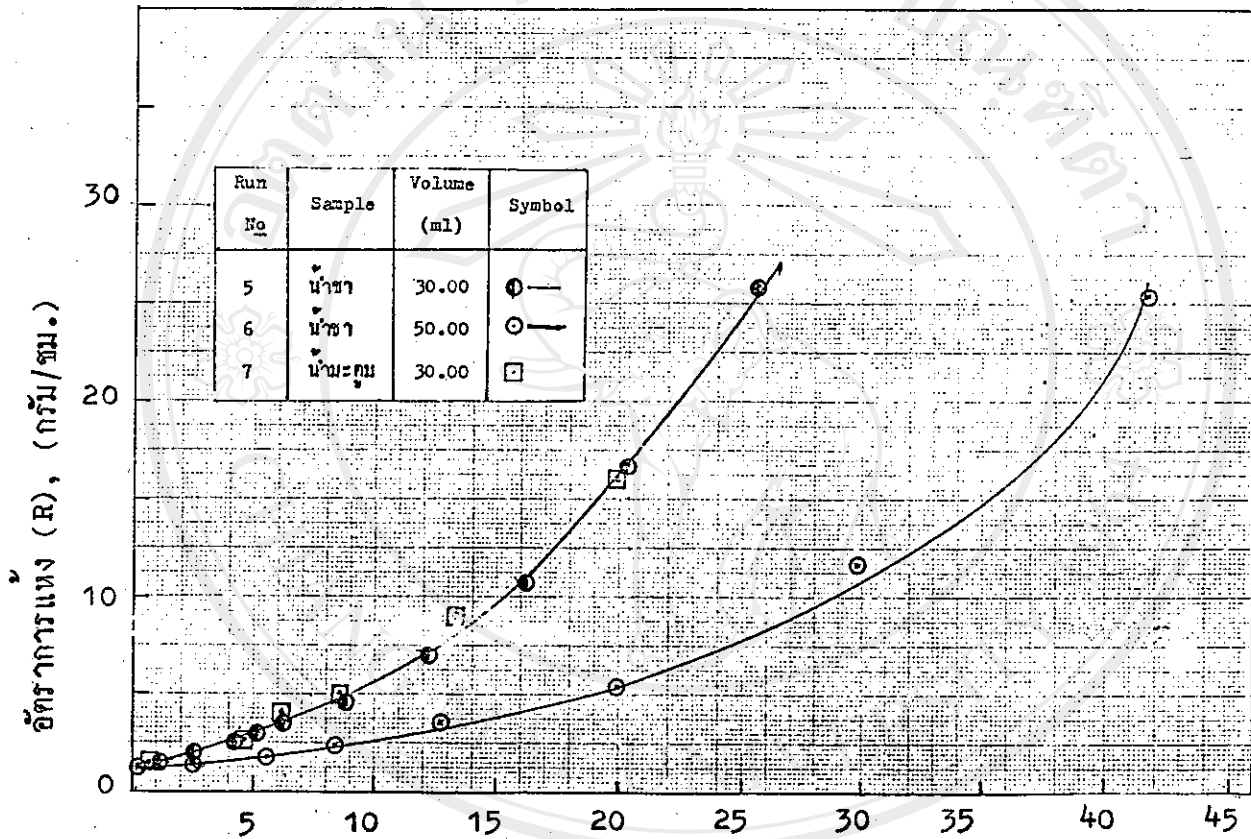
อนึ่ง จะเห็นว่ากราฟระหว่าง R กับ W นั้นมีเฉพาะช่วงอัตราการแห้งลดลง (falling rate period) เช่นเดิม แต่ลักษณะกราฟที่ได้เป็นกราฟเส้นโค้ง นั่นคือ อัตราการแห้ง (R) กับความชื้นของสารตัวอย่าง (W) แทนโดยสมการคณิตศาสตร์คือ

$$R = B \cdot W^a$$

ซึ่งต่างจากกราฟอัตราการแห้งในภาชนะรูปกรวยที่ R เป็นสมการเชิงเส้นกับ W ความแตกต่างดังกล่าวนี้อาจจะอธิบายได้ 3 แบบด้วยกันคือ



รูป 3.4 แสดงการลดลงของน้ำหนักสารตัวอย่างเทียบกับเวลาในระหว่างการทำน้ำชาและน้ำมะตูมให้แห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้ Batch Freeze dryer



ปริมาณความชื้น (W), (กรัม/กรัม)

ลิขสิทธิ์ © by Chiang Mai University

รูป 3.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการแห้งกับปริมาณความชื้นของน้ำชาและน้ำมะกอกในการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้ Batch Freeze dryer

1. เป็นปรากฏการณ์ที่พบกันเสมอ⁽²⁾ คือ อัตราการแห้งจะขึ้นกับรูปร่างของสารตัวอย่างแข็ง เช่น น้ำเลือด (blood plasma) ที่ถูกทำให้แข็งในขวด ในลักษณะที่เป็นแท่งทรงกระบอกแกนกลางกลวง การแห้งตัวจะเริ่มด้วยอัตราการแห้งต่ำ และเพิ่มขึ้นตามเวลาในการทำแห้งเนื่องจากพื้นที่การระเหิดเพิ่มมากขึ้นเมื่อระนาบของการระเหิดเคลื่อนจากแกนกลางดึกเข้าไปในทรงกระบอกและไปสิ้นสุดที่ผนังขวดแต่ในกรณีที่สองนี้ของแข็งถูกทำให้แห้งโดยวิธีการสเปรย์ใน freeze dryer นั้น การแห้งจะเริ่มจากผิวภายนอกของอนุภาคและเคลื่อนที่ถอยดึกเข้าไปในแกนกลางของอนุภาคทำให้พื้นที่ผิวของการระเหิดลดลงอัตราการแห้งตัวจึงลดลงเมื่อเทียบกับเวลา

2. เกิดจากวิธีการทดลองที่ใช้คือการนำภาตออกมาซึ่งน้ำหนักจะต้องทำการปรับความดันในห้องทำให้แห้งมีความดันเท่ากับความดันบรรยากาศ ดังนั้นการทำแห้งในช่วงเวลาต่อไปจึงต้องใช้ เวลาช่วงหนึ่งเพื่อลดความดันในห้องทำแห้งก่อนที่จะเกิดการระเหิดต่อไป จึงทำให้อัตราการแห้งเฉลี่ยในแต่ละช่วงเวลามีค่าต่ำกว่าที่ควรจะเป็น

3. ในช่วงต้นของการแห้ง ความชื้นในสารมีค่าสูงอัตราการแห้งสูง เมื่อเทียบกับช่วงท้ายของการทำแห้ง ในการนี้จึงต้องการความร้อนสำหรับการระเหิดมาก ดังนั้นเมื่อไม่มีการให้พลังงานความร้อนจากภายนอกเลย อัตราการแห้งจึงถูกควบคุมด้วยอัตราการถ่ายเทความร้อนจากโมเลกุลข้างเคียงไปยังโมเลกุลของน้ำที่เกิดการระเหิดนั้น

ในที่นี้ค่าความผลการทดลองที่ได้เกิดจากสาเหตุในข้อ 2 และ 3 มากกว่าข้อที่ 1 ทั้งนี้เนื่องจากการทำให้สารแข็งตัวในขวดรูปกรวยนั้นได้พยายามเอียงและหมุนภาชนะไปรอบ ๆ เพื่อทำให้เกิดฟิล์มบางของสารแข็ง ดังนั้นพื้นที่ผิว

ตาราง 3.6 ผลการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งของน้ำชาทั้งต้น 30.00 ml
 โดยใช้ Batch Freeze dryer
 การทดลองที่ 5 ปริมาณน้ำชา 30.00 ml
 มวลของชาแห้งสนิท (M_{∞}) = 0.6 gm
 รอยละของของแข็งในน้ำชานอวยกวา (% TS) = 2.01
 ภาวะเครื่องทำแห้ง - ความดัน 100 mtorr
 - อุณหภูมิเครื่องควบแน่น -40°C

เวลา (ชม.)	น.น. เริ่มต้น M_0 (gm)	$\frac{M_t}{M_0}$	R (กรัม/ชม.)	W (กรัม/กรัม)
1.0	29.8	0.70	25.33	41.73
2.0	29.8	0.50	11.62	29.80
3.0	29.8	0.30	5.36	20.00
3.5	29.8	0.20	3.58	12.70
4.0	29.8	0.20	2.38	8.40
4.25	29.8	0.10	1.79	5.60
4.5	29.8	0.06	1.49	2.50
5.0	29.8	0.02	1.19	0.25

ตาราง 3.7 ผลการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งของน้ำชาตั้งตน 50.00 ml

โดยใช้ Batch Freeze dryer

การทดลองที่ 6 ปริมาณน้ำชา 50.00 ml

มวลของชาแห้งสนิท (M_{∞}) = 1.7 gm

ร้อยละของของแข็งในน้ำชาตัวอย่าง (% TS) = 3.37

ภาวะเครื่องทำแห้ง - ความดัน 100 mtorr

- อุณหภูมิเครื่องความเย็น -40°C

เวลา (ชม.)	น.น.เริ่มต้น M_0 (gm)	$\frac{M_t}{M_0}$	R (กรัม/ชม.)	W (กรัม/กรัม)
1.0	50.5	0.79	25.76	25.6
2.0	50.5	0.65	16.67	20.4
3.0	50.5	0.51	10.61	16.2
4.0	50.5	0.38	7.07	12.2
5.0	50.5	0.27	4.55	8.7
5.5	50.5	0.22	3.54	6.3
6.0	50.5	0.20	3.03	5.2
6.5	50.5	0.15	2.53	4.2
7.0	50.5	0.10	2.02	2.6
7.5	50.5	0.04	1.52	1.03
8.0	50.5	0.03	1.01	0.12

ตาราง 3.8 ผลการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งของน้ำมะตูมปริมาตร 30.00 ml โดยใช้ Batch Freeze dryer
 การทดลองที่ 7 ปริมาตรน้ำมะตูม 30.00 ml
 มวลของมะตูมแห้งสนิท (M_{∞}) = 1.2 gm
 ร้อยละของของแข็งในน้ำมะตูมตัวอย่าง (% TS) = 4.03
 ภาวะเครื่องทำแห้ง - ความดัน 100 mtorr
 - อุณหภูมิเครื่องควบแน่น -40°C

เวลา (ชม.)	น.น. เริ่มต้น M_0 (gm)	$\frac{M_t}{M_0}$	R (กรัม/ชม.)	W (กรัม/กรัม)
1.0	29.8	0.70	16.69	19.9
2.0	29.8	0.50	8.94	13.3
3.0	29.8	0.30	4.77	8.9
3.5	29.8	0.20	5.58	6.2
4.0	29.8	0.20	2.38	4.3
4.25	29.8	0.10	2.09	3.0
4.5	29.8	0.10	1.79	2.1
5.0	29.8	0.05	1.19	0.7

ตาราง 3.9 การวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่าง M_t/M_0 เทียบกับ t ของการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งแบบถาด

การทดลอง ชุดที่	สารตัวอย่าง	ปริมาตรตั้งต้น (ml)	A	B	T
5	น้ำชา	30.00	2.3895	-0.7878	-0.9136
6	น้ำชา	50.00	1.8184	-0.4368	-0.9387
7	น้ำมะตูม	30.00	1.6648	-0.6294	-0.9623

จึงไม่ควร ต่างกันมากนักในระหว่างการทำแห้ง และในกรณีที่ใช้ถาดเป็นภาชนะบรรจุ นั้นพื้นที่ที่เกิดการระเหิดก็ค่อนข้างคงที่เช่นกัน สำหรับสาเหตุข้อ 2 นั้น ไม่อาจทำการแก้ไขได้ในการทดลองนี้ เนื่องจากต้องใช้วิธีการซึ่งนำหนักในการติดตามการเปลี่ยนแปลงของระบบ ส่วนสาเหตุที่ 3 นั้นอาจแก้ไขได้โดยให้ความร้อนโดยอาศัยระบบการให้ความร้อนผ่านผนังของทำแห้งซึ่งคัดแปลงจากเตาอบสูญญากาศอยู่แล้ว โดยควรจะเริ่มให้ความร้อนตั้งแต่ชั่วโมงที่ 3 เป็นต้นไป ทั้งนี้เนื่องจากจุดที่มีการเปลี่ยนความชื้นของกราฟระหว่าง R กับ W จะอยู่ในช่วงเวลานี้

3.2.2 การศึกษาการทำแห้งแบบถาดโดยมีการให้ความร้อนเสริมจากแหล่ง

พลังงานภายนอก

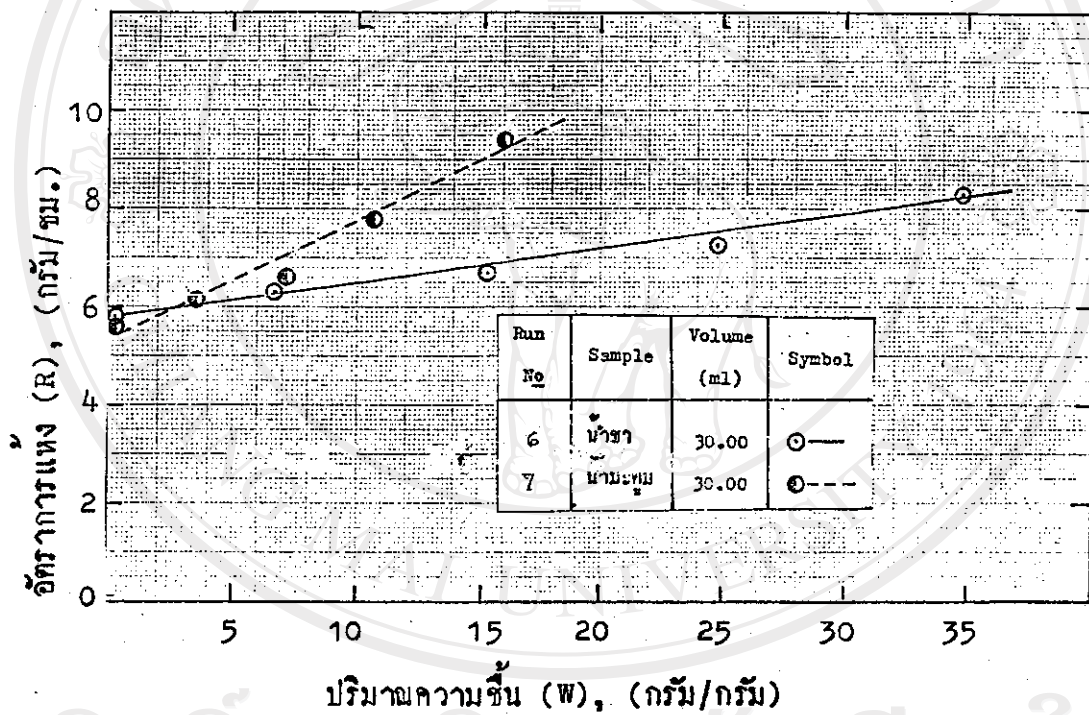
โดยการทดลองทำน้ำชาและน้ำมะตูมปริมาตรอย่างละ 30.00 ml ให้แห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งและให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างแข็งตั้งแต่วันที่ 3

เป็นต้นไปจนถึงสุดการทดลอง ปรากฏว่าข้อมูลที่ไ้รวบรวมไว้ในตารางที่ 3.10 และ 3.11 และกราฟระหว่าง R กับ W เป็นดังรูปที่ 3.6 ซึ่งจะเห็นว่ากราฟที่ไ้มีลักษณะเกือบเป็นเส้นตรงคล้ายกับการทดลองในหัวข้อ 3.1 ผลของการให้ความร้อนนี้ทำให้อัตราการแห้งมีค่าสูงที่ความชื้นของสารต่ำ หรือในช่วงท้ายของการทำแห้ง และมีความสูงมากเมื่อเทียบกับกรณีที่ไม่มีการให้ความร้อน อนึ่ง การสังเกตผลิตภัณฑ์ที่ควยตาเปล่าพบว่าผลิตภัณฑ์ที่ไ้มีความพรุนสูงมากเมื่อเทียบกับกรณีที่ไม่ให้ความร้อนชาย

จากผลการทดลองทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งแบบดาคินีไ้ขอสรุป

2 ประการคือ

1. พื้นที่ผิวที่เกิดการระเหิดหากมีค่าสูงเกินไปอัตราการแห้งจะขึ้นอยู่กับอัตราการถ่ายเทความร้อน สำหรับการระเหิดจากโมเลกุลข้างเคียงไปยังโมเลกุลของน้ำที่ไ้เกิดการระเหิดเป็นไอ
2. การให้ความร้อนเสริมตั้งแต่ชั่วโมงที่ 3 เป็นต้นไปจะทำให้อัตราการแห้งเพิ่มสูงขึ้น และกลไกการแห้งไม่ขึ้นอยู่กับอัตราการถ่ายเทความร้อนตามข้อ 1 อีกต่อไป และนอกจากนี้จะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ไ้มีความพรุนสูงควย



รูป 3.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการทำแห้งกับปริมาณความชื้นของน้ำชา และน้ำมะตูมในการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้ Batch Freeze dryer และมีการเพิ่มอุณหภูมิให้กับระบบในชั่วโมงที่ 3 ของการทำแห้ง

ตาราง 3.10 แสดงน้ำหนักที่เปลี่ยนไป อัตราเร็วของการทำแห้งและปริมาณ
ความชื้นต่อหน่วยมวลของสารแห้งสนิทที่เวลาต่าง ๆ ของการทำ
แห้งของน้ำชา

- ความดัน 50 mtorr
- อุณหภูมิของเครื่องควบคุม -40°C
- ปริมาตรของน้ำชาตั้งต้น 30 ml
- เพิ่มความร้อนให้กับระบบอุณหภูมิ 30°C ในชั่วโมงที่ 3 ของ
การทำแห้ง

เวลา (ชม.)	น.น. เริ่มต้น (M_0) (gm)	น.น. ที่เวลา ต่าง ๆ (M_t)	น.น. ที่แห้ง สนิท M_∞	R กรัม/ชม.	W กรัม/กรัม
1.0	29.8	21.5	0.6	8.3	34.8
2.0	29.8	15.5	0.6	7.2	24.8
3.0	29.8	9.8	0.6	6.7	15.3
4.0	29.8	4.6	0.6	6.3	6.7
5.0	29.8	0.7	0.6	5.8	0.2

ตาราง 3.11 แสดงน้ำหนักที่เปลี่ยนไป อัตราเร็วของการทำแห้งและปริมาณความชื้นต่อน้ำหนักของสารแห้งสนิทที่เวลาต่าง ๆ ของการทำแห้งของน้ำมะตูมภายใต้ภาวะและเงื่อนไขเดียวกันกับน้ำชา

เวลา (ชม.)	น.น. เริ่มต้น M_0 (gm)	น.น. ที่เวลา ต่าง ๆ	น.น. ที่แห้ง สนิท M_∞	R กรัม/ชม.	W กรัม/กรัม
1.0	29.8	20.4	1.2	9.4	16.0
2.0	29.8	14.1	1.2	7.8	10.7
3.0	29.8	9.9	1.2	6.6	7.2
4.0	29.8	5.4	1.2	6.1	3.5
5.0	29.8	1.6	1.2	5.6	0.3

3.3 การทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งโดยใช้เครื่องมือที่ออกแบบ

จากข้อมูลในหัวข้อที่ 3.1 และ 3.2 ได้นำไปสร้างเครื่องทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งอย่างง่ายดังรูปที่ 2.1 แบบที่ 3 ทั้งนี้โดยการใช้ Vacuum oven ทำหน้าที่เป็นห้องทำแห้ง (drying chamber) ซึ่งมีปริมาตรมาก ดังนั้นการทดลองกับเครื่องมือที่ออกแบบนี้จึงไม่สามารถติดตามการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเทียบกับเวลาได้เหมือนกับการทดลองในหัวข้อที่ 3.2

ปัญหาอีกประการหนึ่งคือ ไม่สามารถลดความชื้นในห้องทำแห้งให้ต่ำมาก ๆ ได้ตามต้องการ จากการทดลองโดยโรบิ่ตสูญญากาศ EDWARD

model ED 50 พบว่าความดันในระบบลดลงจากความดันบรรยากาศไปเป็นความดันต่ำที่สุด 0.2 torr (mmHg) และเมื่อใช้ mercury diffusion pump ความดันมีสัญญาณพบความดันต่ำสุดที่ได้มีค่าเพียง 0.1 torr (หรือ 10^2 mtorr) ซึ่งทั้ง 2 กรณีนี้ความดันในระบบมีค่าสูงมากเมื่อเทียบกับระบบที่ใช้ในการทดลองตามหัวข้อที่ 3.1 และ 3.2 ในทางอุตสาหกรรม ความดันที่ใช้อยู่ในช่วงระหว่าง 0.2-0.1 torr (10) เมื่อนำสารที่ยานการแช่แข็งโดยใช้ภาคเป็นภาชนะบรรจุสารละลายตัวอย่างไปทำให้แห้งในเครื่องทำแห้งนี้พบว่าเกิดการหลอมตัวของสารตัวอย่างบริเวณผิวหน้า ในช่วงต้นชั่วโมงแรกของการทำแห้งการลดความดันภายในระบบจากความดันบรรยากาศลงไปเป็นความดันปฏิบัติงาน (0.1-0.2 torr) นั้นพบว่าใช้เวลาน้อยกว่า 5 นาที จึงไม่ควรเป็นสาเหตุของการหลอมตัวที่ผิวหน้าของสารตัวอย่างและแม้ว่าจะทำการแก้ไขโดยการนำภาคบรรจุของผสม ethanol-dryice ใส่ไว้ในห้องทำแห้งเพื่อลดอุณหภูมิก่อนนำภาคบรรจุสารตัวอย่างไปใส่และเริ่มดูดอากาศออกจากระบบก็ตามก็ยังยังคงพบการหลอมตัวของสารตัวอย่างซึ่งแสดงว่าความดันภายในระบบไม่ต่ำพอทำให้การระเหิดเกิดขึ้นได้ ทำให้อุณหภูมิของสารตัวอย่างไม่สามารถรักษาให้ต่ำได้จึงเกิดการหลอมตัวดังกล่าว ด้วยเหตุนี้ในช่วงต้นของการทำแห้งจึงมีลักษณะเป็นการระเหยของน้ำมากกว่าจะเป็นการระเหิดของน้ำ อย่างไรก็ตาม เมื่อความชื้นในสารลดลงสารตัวอย่างจะมีลักษณะแข็งและการแห้งตัวของสารเกิดโดยการระเหิดของน้ำเหมือนกับในเครื่องทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็งทั่วไป ในโรงงานอุตสาหกรรมจะมีการเพิ่มอุณหภูมิให้กับระบบโดยใช้แผ่นความร้อนเริ่มต้นตั้งแต่ครึ่งชั่วโมงแรกของการทำแห้ง อุณหภูมิเริ่มต้นคือ 121°C เรื่อยไปจนถึงชั่วโมงที่ 3 ของการทำแห้งจะมีการลดอุณหภูมิลงเหลือ 65.5°C เนื่องจากที่ผิวหน้าของอาหาร เริ่มแห้งและสารอาหารที่ผิวหน้าอาจถูกทำลายไปได้ด้วยความร้อน (10)

ดังนั้น ในการทดลองนี้จึงทำสารให้แห้งอย่างต่อเนื่องโดยใช้เวลาในการทำแห้งนาน 10 ชั่วโมง และให้ความร้อนตั้งแต่ชั่วโมงที่ 3 เป็นต้นไป เพราะว่าการ

สังเกตในขณะทดลองเห็นว่าสารตัวอย่างเริ่มแห้งแล้ว และปริมาณความชื้นเหลือน้อยแล้วพิจารณาจากรูป 3.2 และ 3.3 ผลลัพธ์ที่ได้เปรียบเทียบกับผลการทดลองในหัวข้อที่ 3.1 และ 3.2 ต่อไป อื่นๆ เพื่อให้สามารถเทียบผลการทดลองได้ดียิ่งขึ้น จึงได้คัดแปลงเครื่อง virtis โดยการนำปั๊มสุญญากาศ EDWARD ED 50 ไปใช้แทนปั๊มสุญญากาศที่ใช้อยู่เดิม และนอกจากนี้ได้ทำการทดลองโดยใช้ปั๊มสุญญากาศดังกล่าวควบกับ mercury diffusion pump ซึ่งทำให้ได้ความดันในระบบเป็น 20 และ 5 mtorr ตามลำดับเทียบกับ 0.2 และ 0.1 torr เมื่อใช้ระบบปั๊มนี้กับเครื่องทำแห้งที่ออกแบบ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าขนาดของท่อทางออกของแก๊สในท้องทำแห้งของเครื่องที่ออกแบบนั้นมีผลเป็นอย่างมากมาต่อความดันของระบบ ลักษณะผลลัพธ์ที่ได้ในการทดลองต่าง ๆ ได้รวบรวมไว้ในตารางที่ 3.12 ดังต่อไปนี้

ตาราง 3.12 เปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำแห้งภายใต้ภาวะแห้งโดยใช้เครื่องมือทำแห้งแบบภาค
ที่ออกแบบและที่ตัดแปลงจากเครื่อง Virtis ปริมาตรของน้ำยา 100.00 ml

ความดันของ ระบบ	การทดลองที่	เครื่องมือ*	อุณหภูมิของเครื่อง ความเย็น °C	สีของผลิตภัณฑ์	ลักษณะของ ผลิตภัณฑ์
0.2 torr	8	1	-60	น้ำตาลเข้ม	ผงลาสิก
0.1 torr	10	1	-60	"	"
100 mtorr	12	2	-40	น้ำตาลอ่อน	"
50 mtorr	14	2	-40	"	"
20 mtorr	16	3	-40	น้ำตาลขาว	ปุยคล้ายพองน้ำ
5 mtorr	18	4	-40	"	"

* 1 ≡ เครื่องมือที่ออกแบบตามรูป 2.1

2 ≡ เครื่องมือที่ตัดแปลงจากเครื่อง Virtis

3 ≡ Virtis ตอกที่พิมพ์ ED50

4 ≡ Virtis ตอกที่พิมพ์ ED50 และ Mercury diffusion pump

จากข้อมูลในตาราง 3.12 ผลิตภัณฑ์ที่โคจากเครื่องทำแห้งที่ ออกแบบและที่ดัดแปลงมีลักษณะ เป็นผงพลาสติกสีน้ำตาล เขม้มีความพรุนน้อยกว่าเมื่อ เทียบกับผลิตภัณฑ์ที่โคจากเครื่อง VIRTIS ซึ่งมีลักษณะ เป็นปุ๋ยคล้ายฟองน้ำ สี น้ำตาลจนลมีความพรุนมากก็แสดงให้ เห็นว่าผลิตภัณฑ์ที่โคจากการควบคุมความ คั้นต่ำมาก ๆ มีคุณภาพดีกว่าเพื่อให้ เครื่องมือทำแห้งที่ออกแบบใช้งานไคมีประสิทธิภาพ ซึ่จึงควรปรับปรุงทางออกของห้องทำแห้งของ เครื่องทำแห้งที่ออกแบบให้มีขนาดกว้าง กว่าเดิมเหมือนเครื่องทำแห้ง VIRTIS เนื่องจากเมื่อทางออกของห้องทำแห้งมีขนาด เล็กทำให้โมเลกุลของแกสหรือไอ เคลื่อนที่ออกไปจากห้องทำแห้งไคช้าลง ความคั้น ในระบบจึงไม่อาจลดลงไคมากพอที่จะทำงาน เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพตามต้องการ

3.4 การทดสอบความสามารถในการละลายย้อนกลับ (Rehydration) ของผลิตภัณฑ์ทำไคดังนี้คือ.-

- ตวงน้ำกลั่นปริมาตร 1 ใน 10 ของปริมาตร เริ่มต้นของน้ำชา หรือน้ำมะตูมขณะก่อนทำการแช่แข็งลงใน beaker

- ชั่ง product ที่ได้ปริมาณ 1 ใน 10 กรัม เทใส่ลงในน้ำคน อย่างต่อเนื่องพร้อมจับเวลาที่ไคเมื่อ product ละลายจนหมด

- เวลาที่ได้เป็นเวลาที่ไคในการละลายย้อนกลับของผลิตภัณฑ์

ตาราง 3.13 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้อะไรและเวลาที่ใช้ในการละลายของแข็ง (rehydration) ของน้ำตาลปริมาตร 100.00 ml จากการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง

การทดลองที่	เครื่องมือ*	ความดันของระบบ	อุณหภูมิของเครื่องแช่แข็ง °C	ลักษณะของผลิตภัณฑ์	เวลาที่ใช้ในการละลาย (วินาที)
8	1	0.2 torr	-60	ผงละเอียด	42.24
10	1	0.1 torr	-60	"	42.39
12	2	100 mtorr	-40	"	49.12
14	2	50 mtorr	-40	"	60.00
16	3	20 mtorr	-40	ปุยคล้ายฟองน้ำ	17.28
18	4	5 mtorr	-40	ปุยคล้ายฟองน้ำ	10.86

* ดูพยายตาร่าง 3.12

ตาราง 3.14 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในเวลาที่ใช้ในการละลายยอดัม (rehydration) ของน้ำมะตูม ปริมาตร 100.00 ml จากการทำแห้งภายใต้ภาวะแช่แข็ง

การทดลองที่	เครื่องมือ*	ความดันของระบบ	อุณหภูมิของเครื่องความเย็น °C	ลักษณะของผลิตภัณฑ์	เวลาที่ใช้ในการละลาย (วินาที)
9	1	0.2 torr	-60	ผงละเอียด	43.23
11	1	0.1 torr	-60	"	41.43
13	2	100 mtorr	-40	"	42.06
15	2	50 mtorr	-40	"	51.88
17	3	20 mtorr	-40	ปุยคล้ายฟองน้ำ	18.36
19	4	5 mtorr	-40	ปุยคล้ายฟองน้ำ	18.37

*ดูท้ายตาราง 3.12

เมื่อพิจารณาข้อมูลในตาราง 3.13 และ 3.14 จะเห็นว่าลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำแห้งโดยใช้เครื่องมือทำแห้งแบบตากมีผลต่อการละลายน้ำคือ ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นผงพลาสติกจะใช้เวลาในการละลายย้อนกลับ (rehydration) มากกว่า ส่วนผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะเป็นเปลือกฝอยจะใช้เวลาในการ rehydration น้อยกว่าประมาณ 2.5 เท่า เนื่องจากโครงสร้างของผลิตภัณฑ์แบบพลาสติกนั้นมีความพรุนน้อยกว่าแทรกซึมเข้าไปในช่องว่างโคชามากเมื่อเทียบกับโครงสร้างที่เป็นเปลือกฝอยซึ่งมีความพรุนมากกว่าจึงดูดน้ำได้ดีเมื่อนำไปละลายน้ำจึงละลายได้เร็ว

นอกจากนี้โครงสร้างที่เป็นผงพลาสติกนั้นมักจะลอยอยู่บนผิวน้ำไม่จมลงไปทำให้การละลายน้ำช้าลง