

POUŽÍVANÉ MĚŘICÍ METODY PŘI SUBLIMAČNÍM SUŠENÍ

VLADIMÍR HOŘEJŠÍ

V rámci výzkumného úkolu „Sušení potravin sublimací“, jehož strojní část je řešena ve VÚ ZVÚ Praha, byly na menším zkušebním zařízení sledovány možnosti zkrácení sušicího procesu použitím různých způsobů přívodu potřebného sublimačního tepla do mrazené hmoty.

Za účelem objektivního porovnávání a kontroly jednotlivých sušicích pochodů bylo nutné použít různých měřicích metod k stanovení váhy a stavu materiálu, teplot, tlaku apod.

Vlastní kinematiku sušicího procesu, která ovlivňuje i použité měřicí metody, je možno reprodukovat jak níže uvedeno. Je uvažován sálavý ohřev potravin, který je nejjednodušší a časově výhodný.

a) tuhé hmoty (např. plátky masa).

Teplo je přiváděno do materiálu z obou větších ploch plátek a led sublimuje z celého povrchu. V počáteční fázi, pokud je vysušená vrstva ještě minimální, není téměř žádných překážek k rychlému přívodu dostatečného množství tepla, potřebného k sublimaci, a rovněž k rychlému odvodu vytvořených vodních par. Růstem vysušené, izolující vrstvy je přívod tepla k ledovému jádru obtížnější, o rovněž tak je brzděn odvod molekul par přes kanálky vysušené vrstvy. Bylo zjištěno, že s výjimkou vysokofrekvenčního ohřevu, je rozhodujícím činitelem pro urychlení sušení dostatečný přívod tepla ledové vrstvě; odvod par z ledového povrchu je vždy dostačující. Za předpokladu přiměřených teplot kondenzačních ploch (pod -20°C pro případ sušení masa) a vhodně dimenzovaného potrubí ze sublimační do kondenzační komory, které škrtí průtok par jen nevýrazně a nezpůsobuje vzestup tlaku a tím i teplot ledu v sublimační komoře, je odvod par z ledového povrchu vždy dostačující. Z toho vyplývá požadavek udržovati povrchovou teplotu vysušené vrstvy na maximálně přípustné výši a podle této teploty regulovat přívod tepla a takto regulovat i celý sušicí proces. Průměrná teplota ledového povrchu i při maximálních ohřevech dosahovala nejvýše -15°C . Regulace přívodu tepla na základě maximální teploty ledu je nutná v případech sušení citlivých biologických materiálů, anebo roztoků s nízkou eutektickou teplotou, rovněž jestliže se použije značně vyšších kondenzačních teplot, což způsobuje i zvýšení teploty ledu v materiálu, takže mezní teplota ledu je dosažena dříve než mezní teplota sušiny.

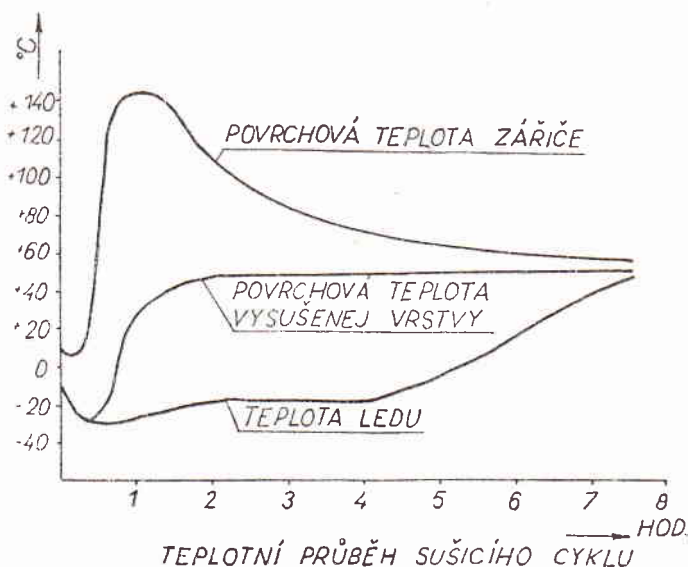
b) tekuté hmoty (např. ovocné protlaky).

Tekutiny je nutné v každém případě předem zmrazit v miskách nebo liskách, neb při samozmrazení během evakuace sublimační komory by docházelo k značnému vybublávání.

Kinematika sušení v liskách je oproti předchozímu případu rozdílná v tom smyslu, že ze spodní lísky lze přivádět teplo, ale nelze z této plochy odvádět páry. Může proto při intenzivním ohřevu dojít k vzestupu teploty ledu ve stykové vrstvě s ohřívaným dnem lísky a to zvláště při sušení v silnějších vrstvách, kdy nelze dostatečně rychle odvést teplo přes ledovou vrstvu k sublimační hladině. U choulostivějších produktů je nutné proto kontrolovat i teplotu ledu ve stykové ploše s dnem misky.

Eutektická teplota protlaků s vyšším obsahem cukru (15 až 20 °R) je tak nízká, že i velmi mírný ohřev způsobuje tání. Protlaky je proto nutné sušit neslazené a použitím vhodné tvarovaných (žebrovaných) lísek zvýšit rozvod tepla do materiálu. Sušení možno urychlit, jestliže se zmrazené pláty vyjmou z lísek a suší se volně položené na drátěných nebo děrovaných liskách; v tomto případě jsou páry odváděny z obou ploch plátků.

Skutečnost, že ve většině případů je směrodatná teplota sušiny materiálu, umožnila použít u sálavého přívodu tepla metodu rychlého ohřevu v počáteční fázi sušení. Zvýšením teploty zářičů (plochá keramická tělesa se zalitým odporovým drátem) na 120 až 140 °C lze zkrátit sušicí proces až o polovinu ve srovnání s klasickým způsobem jednostranního styku potravin s topnou plochou. Po dosažení předepsané povrchové teploty sušiny je nutné topný příkon přiměřeně snižovat. (Viz obr. 1 a 2).



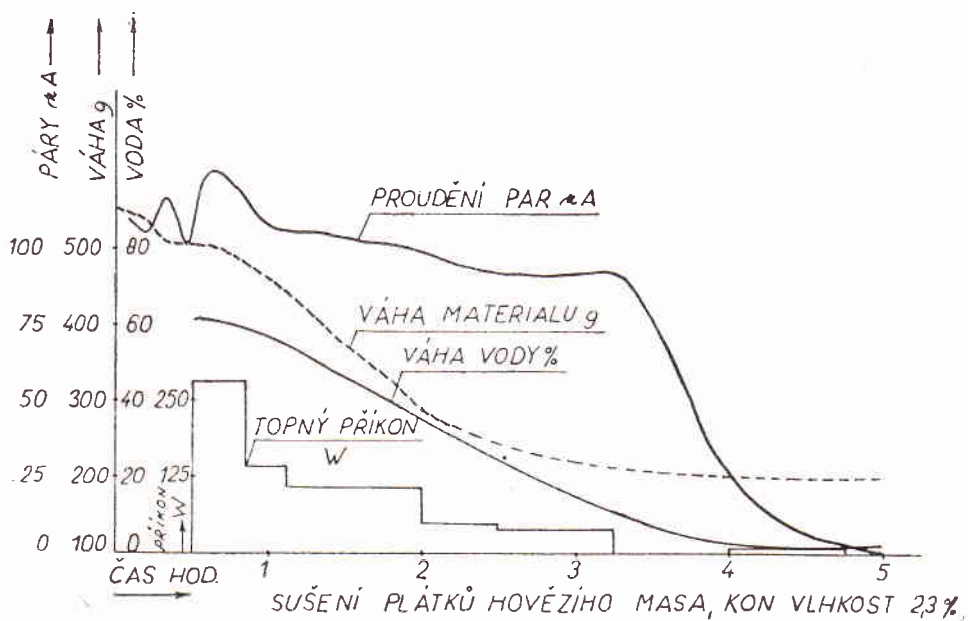
Obr. 1.

Měření povrchových teplot materiálu nelze bohužel provádět zcela přesně. Ploché teploměrné čidlo musí být k povrchu materiálu přitlačováno a měření záleží na dokonalosti styku a na osálení povrchu čidla. Poněkud spolehlivější lze pokládat použití injekčních jehel, v jejichž hrotu se nachází čidlo. Šikmým napíchnutím možno umístit hrot do povrchové vrstvy a eliminovat vliv osálení. Zapojením čidel — buď termočlánků nebo odporových teploměrů na padáčkový regulátor lze automaticky udržovat požadovanou teplotu. Teplota však poněkud pulsuje v závislosti na vypínacích intervalech regulátoru.

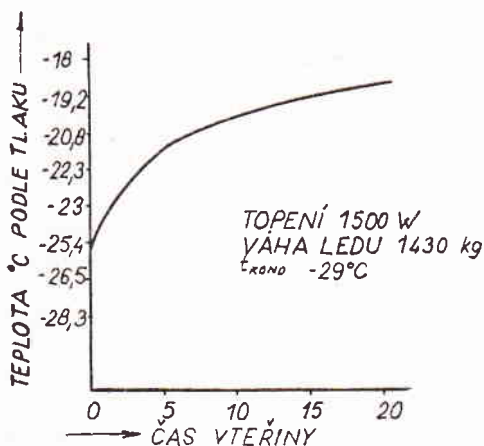
Teplota ledu se měří obvykle termočlánky, které se předem zamrazí do jádra materiálu. Nejvyšší teplota ledu se však vyskytuje na povrchu ledové hladiny, ke které prostupuje teplo přes usušenou vrstvu a ze které sublimují vodní páry. Termočlánky je velmi obtížné měřit právě teplotu této vrstvy. Podle německého patentu (1) je možno tuto teplotu výhodně zjišťovat t. zv. barometrickou metodou. Odpojením sublimační komory od čerpacích orgánů stoupne velmi rychle parciální tlak vodních par v sublimační komoře na hodnotu odpovídající povrchové teplotě ledu. Odečtením tohoto tlaku lze na základě závislosti tlak—teplota tuto teplotu určit.

Na obr. 3 je graficky znázorněn vzestup tlaku po uzavření spojovacího ventilu ke kondenzační komoře (měření prováděno na zkušebním zařízení).

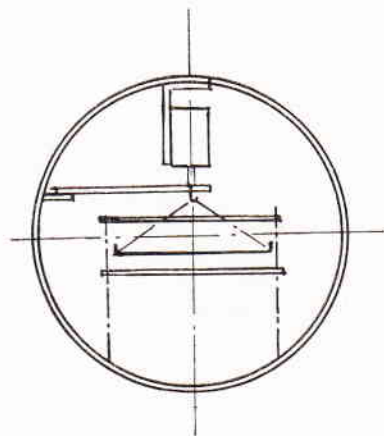
Na obr. 4 je provedeno totéž, ale během poslední hodiny sušení. Rozhodujícím faktorem pro správné měření teploty ledu je doba odpojení sublimační komory od čerpacích orgánů. Jak patrně, je vzestup tlaku zpočátku rychlý a po několika vteřinách získává lineární charakter. Směrodatné pro posuzování teploty je naměřený tlak po rychlém vzestupu, neboť následující lineární vzestup je způsoben tím, že do materiálu je přiváděno teplo aniž by vysublimované páry bylo možno



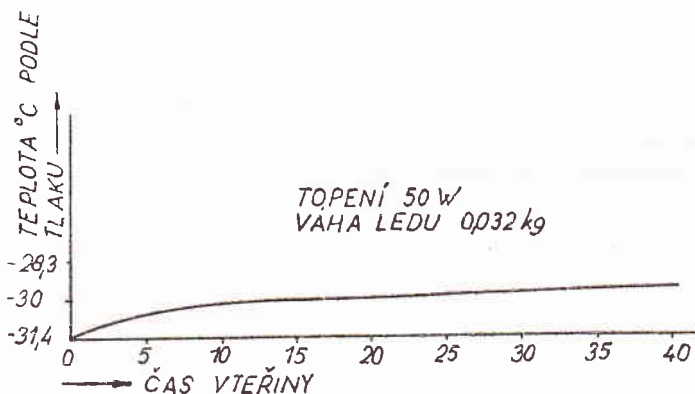
Obr. 2.



Obr. 3



Obr. 4



Obr. 5.

z měřeného prostoru odvádět. Doba rychlého vzestupu tlaku, za kterou se v komoře nastaví tlak par, rovnající se tlaku nad ledem za příslušné teploty, je závislá na těchto faktorech:

- a) vakuu
- b) objemu sublimační komory
- c) okamžitým množstvím ledu.

Na vakuu je závislý měrný objem vysublimovaných par podle vztahu:

$$\frac{1}{v} = 2,165 \cdot 10^{-7} \frac{P}{T}$$

v — měrný objem cm^3/g

P — tlak v mikronech

T — abs. teplota $^{\circ}\text{K}$

Na objemu komory závisí jaký objem par, tudíž jaké množství ledu je nutné k tomu, aby v celé komoře tlak dosáhl stejné hodnoty shodné s parciálním tlakem par nad ledem. V uvažovaném případě byl objem komory roven $0,28 \text{ m}^3$.

Množství ledu v materiálu podmiňuje množství vysublimovaných par a tudíž i dobu vyrovnání tlaku v komoře. V uvedeném případě byly váhové úbytky ledu zjišťovány podle údajů průběžné váhy.

Na základě výše uvedených hodnot lze určit teoretickou uzavírací dobu, za kterou by došlo k vyrovnání tlaku v prostoru sublimační komory. Tyto časy by'y porovnány s naměřenými údaji — viz. tab. 1.

měření Čís.	Váha uvolněné páry kg/h	Tlak v subl. komoře mm Hg	teoretická uzavírací doba — sec.	Skutečná uzavírací doba — sec.
1	0,57	0,45	0,9	4
2	0,232	0,31	1,4	5
3	0,072	0,275	3,0	8
4	0,045	0,248	5,0	15

Skutečné uzavírací doby jsou určeny pro okamžik zlomu křivky — viz obr. 3 a 4. Tento zlom sice nelze odhadnout přesně, ale přesto je patrné, že skutečná uzavírací doba komory je několikanásobně delší než teoretická. Jeden z důvodů tohoto rozdílu je pravděpodobně odpor, který klade vysušená vrstva proudu molekul vodní páry, dále pak skutečnost, že se jedná o vodní roztoky, jejichž tlak je cca o 20 % nižší než parciální tlak par nad čistým ledem. Zvláště v poslední fázi sušení při malém množství ledu je nutné uzavírací dobu značně prodloužit, ale to je již přesnost měření pochybná.

Barometrické měření udává pouze průměrnou teplotu celého ledového povrchu materiálu v komoře. Jestliže došlo k tání malého množství ledu, nestačí toto malé množství par zvýšit v komoře tlak natolik, aby odpovídal nadnulovým teplotám. Toto bylo zjištěno např. při ohřevu materiálu vf energií, aby při nadměrném příkonu došlo k počáteční fázi dokonce i k místnímu spálení potravin, t. j. leď musel nezbytně projít v kapalnou fázi, což však nebylo barometrickým měřením zaregistrováno. (Uzavírací doba komory 10 sec). Toto zjištění není v souladu se zahraničními údaji (2) viz, podle kterých je odečítána nejvyšší teplota ledu. Proto možno konstatovat, že barometrickým měřením lze určovat průběžně toliko průměrnou teplotu ledového povrchu; přesnost měření závisí na určení uzavírací doby hlavně v závislosti na ubývajícím množství ledu. Je to však jediný způsob, který trvale sleduje teplotu ledové hladiny.

Při vypařovacích teplotách chladicího okruhu v rozmezí -25 až -30 °C byly povrchové teploty ledové vrstvy zjišťované barometrickým měřením bezpečně pod doporučovanou hodnotou (pro hovězí maso -10 °C), i přestože vysušená povrchová vrstva dosahovala hodnot $+50$ až $+60$ °C. Z toho vyplývá nutnost regulovat ohřev podle maximálně přípustných teplot sušiny. V opačném případě by vznikalo nebezpečí připálení vysušených vrstev. Pouze za předpokladu použití značně vyšších kondenzačních teplot, nebo vyšších tlaků v sublimační komoře,

což přivádí i zvýšení teploty ledu, má regulace ohřevu na základě barometrického měření své plné uplatnění.

Prof. Rey (3) aplikoval jinou metodu pro kontrolu teplot ledu. Přes vybrané kusy materiálu proudí elektrický proud. Pakliže je veškerá voda vymrzlá, je odpor značný. Při přeměně i malé části ledu ve vodu značně klesá elektrický odpor, což slouží jako impuls ke snížení tepelného příkonu. Tato metoda nebyla ve zkušebním zařízení ve VÚ ZVÚ ověřována, neb je v první řadě vhodná pro citlivé biologické materiály. U většiny potravin, které se suší při teplotě ledu -15 až -20 °C, zůstává i tak až 10-ti procentní podíl vodního roztoku v tekutém stavu. Průběžné stanovení váhových úbytků materiálu během sušicího procesu je důležité pro určení maximálních výkonů chladicího zařízení a pro přibližné určení konce sušení. Váhy, umístěné v sušicí komoře zkušebního sublimačního zařízení, tvoří letmo vetknutý nosník v boční stěně komory. Na konci nosníku je volně zavěšena líska se sušenou potravinou. Indukční vysílač je upevněn ve svislé ose komody o dotýká se predloužením jádra o konec nosníku. Zatížením líska, resp. změnou zatížení se měří velikost ohybu nosníku, což se přenáší na jádro indukčního vysílače, které tím mění svoji polohu. Tím se mění i výstupní napětí vysílače, které je úměrné zdvihu jádra (viz obr. 5). Výstupní napětí se indikuje elektronkovým voltmetrem.

Průběh závislosti napětí na zatížení je lineární vyjma rozsahu v počátku stupnice; přesnost měření je 3 až 5 %. Výsledná křivka váhových úbytků je patrná na obr. 2. Z této křivky bylo možno stanovit největší váhové úbytky, které např. u hovězího masa použitím metody rychlého zvýšení teplot zářičů činí během první hodiny sušení až 36 % celkového množství vody v masě obsažené. Stanovení konce sušení pomocí vah je dosti hrubé, neb úbytky vlhkosti v poslední fázi sušení jsou nepatrné. Vysušení materiálu je spojeno s vzestupem teplot v celém průřezu materiálu a lze proto usuzovat o stupni vysušení podle teplot v jádře materiálu.

Při nepřesném umístění termoelementu do středu materiálu např. při zapichování termočlánků, anebo při nestejných tloušťkách potravin, z nichž je snímána pouze teplota několika vybraných kusů, není dostatečná jistota o stupni vysušení veškerého materiálu. Proto byl pro spolehlivější určení průměrného vysušení materiálu navržen níže popsany způsob.

Měření je založeno na principu ochlazování žhaveného platinového drátu, kolem kterého proudí vysublimované páry z produktu směrem ke kondenzačním plochám. Stupeň ochlazení drátu závisí na množství proudících par; při dosoušení je množství par již nepatrné, teplota drátu se zvyšuje, čímž se zvyšuje i jeho elektrický odpor. Platinovým drátem o \varnothing 0,1 mm je vytvořena mřížka uvnitř kruhu z nevodivého materiálu, vsazeného do spojovacího potrubí mezi sublimační a kondenzační komoru. Vliv tlaku v zařízení je kompresován stejným čidlem, které je umístěno v krytu tak, aby nebylo vystaveno proudu par. Obě čidla jsou zapojena do přilehlých větví měřicího mostu symetricky k měřicímu přístroji. V kolmé diagonále mostu je pak připojen zdroj stejnosměrného proudu. Změny tlaku v zařízení, které by jinak, v důsledku různé tepelné vodivosti prostředí, způsobovaly zkreslení údajů, působí na obě čidla stejně a jsou můstkovým zapojením kompenzovány.

Na obr. 2 je vynesena i průběh indikace proudu par. Absolutní hodnoty během snížení jsou závislé na množství náplně a na intenzitě ohřevu. Avšak při vysušení materiálu, po prudkém poklesu křivky, se údaj blíží v každém případě k nule

(závisí na zcejchování přístroje), což znamená, že i proud vodních par mizí a tudíž že materiál je vysušen.

U zařízení na zpracování biologických materiálů v lahvích nebo ampulkách používá francouzská firma Usifroid rovněž účinku proudících par k vizuálnímu stanovení konce sušení. Nad hrdlem každé lahve je umístěna vrtulka a pakliže se přestane otáčet, je materiál vysušen.

I barometrického měření teplot možno použít pro posouzení stupně vysušení materiálu. Při časově stejném odpojení sublimační komory od čerpacího ústrojí bude s ubývajícím obsahem ledu klesat i tlakový vzestup, způsobený tlakem vodních par. Nepatrný, nebo nulový vzestup znamená, že z materiálu vymizela téměř veškerá vlhkost. Přesnost měření závisí i na těsnosti sublimační komory, neb přisávaný vzduch ovlivňuje tlakový vzestup.

Popsanými měřicími metodami bylo možno celkem spolehlivě zvládnout sušící proces u sublimačního sušení ve vakuu a vytvořit tak předpoklady pro další výzkumně — vývojové řešení problému.

S ú h r n

Autor v článku pojednává o spôsoboch privádzania tepla, potrebného k sublimácii ako pre tuhé hmoty, tak aj pre tekuté hmoty. Poukazuje na nutnosť udržiavania povrchovej teploty na maximálne prípustnej hranici a spôsoby merania teploty vo vnútri spracovávaného materiálu pomocou termočlánkov, umiestnených v injekčných ihlách, barometrickou metódou, metódou prof. Reya.

L i t e r a t u r a

1. Patent NSR č. 1038988
2. Les problèmes de mesure et réglage en lyophilisation, Neumann, Lyon 1962.
3. Principes généraux de la lyophilisation alimentaire, Rey, Faculté des Sciences, Dijon.

ПРИМЕНЕНИЕ ИЗМЕРИТЕЛЬНОГО МЕТОДА ПРИ СУШКЕ СУБЛИМАЦИЕЙ

Автор в своей статье разбирает способы привода температуры необходимой к сублимации как для твердых веществ, так и для веществ жидких. Автор указывает на необходимость поддерживать поверхностную температуру на максимально допустимой границе, также как и на способы измерения температуры внутри обрабатываемого материала при помощи термоэлементов помещенных в шприцевые иглах, барометрическим методом, методом проф. Рея.

DIE BEI DER GEFRIERTROCKNUNG ANGEWANDTEN MESSMETHODEN

Z u s a m m e n f a s s u n g

Im Artikel führt der Autor die Art der Wärmezufuhr an, welche zur Gefriertrocknung nicht nur von festen, sondern auch von flüssigen Stoffen nötig ist. Es wird auf die Notwendigkeit der Oberflächentemperaturerhaltung auf die maximal zulässige Grenze und die Messungsart der Temperatur im Innern des verarbeitenden Materials mit Hilfe von Thermoelementen, die in Injektionsnadeln eingebaut sind, der barometrischen Methode, der Methode von prof. Rey, hingewiesen.