

UNIVERZA V LJUBLJANI
BIOTEHNIŠKA FAKULTETA
ODDELEK ZA LESARSTVO

Tomaž CERAR

SUBLIMACIJSKO SUŠENJE LESA

DIPLOMSKO DELO
Visokošolski strokovni študij

FREEZE DRYING OF WOOD

GRADUATION THESIS
Higher professional studies

Ljubljana, 2010

Diplomsko delo je zaključek Visokošolskega strokovnega študija lesarstva. Eksperimentalno delo je bilo opravljeno na Biotehniški fakulteti v Laboratoriju za tehnologije sušenja lesa ter bistveni del v podjetju Kambič Laboratorijska oprema d.o.o.

Senat Oddelka za lesarstvo je za mentorja diplomskega dela imenoval prof. dr. Željka Goriška, za recenzentko pa doc. dr. Dominiko Gornik Bučar.

Mentor: prof. dr. Željko Gorišek

Recenzentka: doc. dr. Dominika Gornik Bučar

Komisija za oceno in zagovor:

Predsednik:

Član:

Član:

Datum zagovora: _____

Delo je rezultat lastnega raziskovalnega dela.

Tomaž CERAR

KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA

ŠD	Vs
DK	UDK 630*847
KG	les/sublimacijsko sušenje/kinetika sušenja/kakovost sušenja
AV	CERAR, Tomaž
SA	GORIŠEK, Željko (mentor)/GORNIK BUČAR Dominika (recenzentka)
KZ	SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VII/34
ZA	Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo
LI	2010
IN	SUBLIMACIJSKO SUŠENJE LESA
TD	Diplomsko delo (visokošolski strokovni študij)
OP	VIII, 32 str., 8 pregl., 26 sl., 5 pril., 12 vir.
IJ	sl
JI	sl/en
AI	Sublimacijsko sušenje se uporablja za dehidracijo občutljivih in kemijsko nestabilnih snovi. V lesarstvu je ta tehnika uveljavljena pri sušenju zelo vlažnega arheološkega lesa. Presojali smo možnosti izvajanja sublimacijskega sušenja smrekovine, bukovine in hrastovine z zelo visoko začetno vlažnostjo. V laboratorijskem liofilizatorju smo ugotavljali čas in hitrost sušenja ter ocenili končno kakovost osušenega lesa. Časi sušenja smrekovine in hrastovine so bili krajši od konvencionalnega sušenja, vendar zaradi zahtevnosti postopka niso izkazovali velike prednosti. Najugodnejši je bil čas sušenja bukovine. Tudi najvišja kakovost sušenja, ki smo jo ocenjevali z vlažnostnim gradientom, stopnjo zaskorjenosti ter pojavom razpok in veženja, je bila dosežena pri bukovini. Na nobeni proučevani lesni vrsti nismo zasledili vpliva postopka na obarvanje.

KEY WORDS DOCUMENTATION

DN Vs
DC UDC 630*847
CX wood/freeze drying/drying kinetics/drying quality
AU CERAR, Tomaž
AA GORIŠEK, Željko (supervisor)/GORNIK BUČAR Dominika (co-advisor)
PP SI-1000 Ljubljana, Rožna dolina, c. VII/34
PB University of Ljubljana, Biotechnical Faculty, Department of Wood Science and Technology
PY 2010
TI FREEZE DRYING OF WOOD
DT Graduation Thesis (Higher professional studies)
NO VIII, 32 p., 8 tab., 26 fig., 5 ann., 12 ref.
LA sl
AL sl/en
AB Freeze or sublimation drying is used for dehydration of chemically sensitive and fragile materials. This technique has been established in the wood industry for drying waterlogged wood. We examined the possibility of using sublimation drying for spruce, beech and oak with very high initial wood moisture content. In a laboratory lyophilizator, we observed the time and speed of drying and assessed the final quality of dried wood. The drying times of spruce and oak were shorter than with conventional drying, yet the complexity of the procedure did not show substantial benefits. The drying time proved optimum with beech. In addition to this, the quality of drying, which was evaluated with moisture gradient, case hardening, and the initiation of checks and wood twist, was also highest with beech. The impact of drying procedure on wood discolouration was not detected in any wood species studied.

KAZALO VSEBINE

	str.
KLJUČNA DOKUMENTACIJSKA INFORMACIJA	III
KEY WORDS DOCUMENTATION	IV
KAZALO VSEBINE	V
KAZALO PREGLEDNIC	VI
KAZALO SLIK	VII
KAZALO PRILOG	VIII
1 UVOD	1
2 PREGLED DOSEDANJIH OBJAV	3
2.1 PRINCIP SUŠENJA	3
2.1.1 Zamrzovanje materiala	4
2.1.2 Primarno sušenje	5
2.1.3 Sekundarno sušenje	8
2.2 UPORABNOST POSTOPKA	9
2.2.1 Sublimacijsko sušenje lesa	9
3 MATERIALI IN METODE DE LA	10
3.1 MATERIALI	10
3.2 METODE DE LA	11
4 REZULTATI	14
4.1 KINETIKA SUŠENJA	14
4.1.1 Sušilna krivulja	14
4.1.2 Hitrost sušenja	15
4.2 KAKOVOST SUBLIMACIJSKO SUŠENEGA LESA	17
4.2.1 Vlažnostni gradient	17
4.2.1.1 Vlažnostni gradient po debelini	17
4.2.1.2 Vlažnostni profil po dolžini	19
4.2.2 Zaskorjenje	21
4.2.3 Skrčki in razpokanost	22
5 RAZPRAVA IN SKLEPI	24
5.1 RAZPRAVA	24
5.1.1 Hrastovina	24
5.1.2 Bukovina	26
5.1.3 Smrekovina	28
5.2 SKLEPI	29
6 POVZETEK	30
7 VIRI	32
ZAHVALA	
PRILOGE	

KAZALO PREGLEDNIC

	str.
Preglednica 1: Časi in dosežene povprečne končne vlažnosti sublimacijskega sušenja hrastovine, bukovine in smrekovine.	14
Preglednica 2: Povprečne spremembe mase pri sušenju hrastovine, bukovine in smrekovine ter lesne vlažnosti pri tem.	15
Preglednica 3: Povprečne sušilne hitrosti glede na trajanje sušenja za hrast, bukev in smreko.	15
Preglednica 4: Povprečni vlažnostni gradienti pri dveh različnih režimih sušenja za vzorec hrastovine debeline 25 mm. Podatki so prikazani glede na trajanje sušenja in doseženo povprečno vlažnost.	17
Preglednica 5: Povprečni vlažnostni gradienti za bukovine in smrekove vzorce debeline 25 mm glede na trajanje sušenja.	17
Preglednica 6: Zaskorjenje izračunano po standardni metodi za bukev in smreko. Predznak minuspredstavlja obratno zaskorjenje, plus pa zaskorjenje.	21
Preglednica 7: Skrčki glede na čas sušenja in mesto, kjer je bila opravljena meritev za hrast, bukev in smreko.	22
Preglednica 8: Opis napak, ki so nastale na vseh bukovih in smrekovih preizkušancih.	23

KAZALO SLIK

	str.
Slika 1: Proces sublimacijskega sušenja. (Kambič, 2001)	3
Slika 2: Shema pilotnega liofilizatorja. (Kambič, 2001)	4
Slika 3: Liofilizator Kambič laboratorijska oprema LIO – 10 s štirimi vzorci hrastovine.	5
Slika 4: Diagram P-T za vodo. (Wittke, 2010)	6
Slika 5: Liofilizacija arheološkega mokrega lesa. (Kambič Laboratorijska oprema d.o.o., 2010)	9
Slika 6: Hrastovi vzorci pripravljene za eksperimente.	10
Slika 7: Shematski prikaz odvzema vzorcev za ugotavljanje kinetike in kakovosti sublimacijskega sušenja.	12
Slika 8: Režnji za določanje vlažnostnega profila po debelini in povprečne vlažnosti hrasta v sušilniku, ki ga predpisuje standard SIST EN 13183–1:2003.	12
Slika 9: Tehtnici za spremljanje poteka sušenja in določanje vlažnosti.	13
Slika 10: Vilice in razžagane polovice pripravljene po standardu SIST ENV 14464:2003.	13
Slika 11: Sušilne krivulje za hrastovino, bukovino in smrekovino pri debelini 25 mm.	14
Slika 12: Sušilni diagram za hrastove vzorce debeline 25 mm in 50 mm pri režimu sušenja -1 °C in 0,08 mbar.	16
Slika 13: Sušilni diagram za bukove in smrekove vzorce.	16
Slika 14: Povprečni debelinski vlažnostni profil bukovih vzorcev v odvisnosti od časa sušenja (dni).	18
Slika 15: Povprečni debelinski vlažnostni profil smrekovih vzorcev v odvisnosti od časa sušenja.	18
Slika 16: Vzorci smrekovine po 1,9 dnevih sušenja. Vzorci za gravimetrično določanje vlažnosti si sledijo od čela z desne proti levi.	19
Slika 17: Vzorci smrekovine osušeni na absolutno suho stanje.	19
Slika 18: Vlažnostni profil hrastovine po dolžini za štiri izbrane čase sušenja.	19
Slika 19: Vlažnostni profil bukovega preizkušanca po dolžini za štiri izbrane čase sušenja.	20
Slika 20: Vlažnostni profil smrekovine po dolžini za štiri izbrane čase sušenja.	20
Slika 21: Povprečna zaskoritev smrekovine v odvisnosti od časa sušenja. Prva krivulja (Δx_0) prikazuje odklon roglov vilic takoj po razrezu vzorca, druga (Δx_{48}) po 48 urah na istih nepredušno zaprtih vzorcih.	21
Slika 22: Povprečna zaskoritev bukovine v odvisnosti od časa sušenja. Prva krivulja (Δx_0) prikazuje odklon roglov takoj po razrezu vzorca, druga (Δx_{48}) po 48 urah na istih nepredušno zaprtih vzorcih.	22
Slika 23: Povprečne sušilne krivulje z eksponentno trendno črto.	24
Slika 24: Povprečni vlažnostni profili pri različnih intervalih (dnevih) sušenja hrastovine debeline 50 mm.	25
Slika 25: Povprečni vlažnostni profili pri različnih intervalih (dnevih) sušenja hrastovine debeline 25 mm.	26
Slika 26: Sušilna hitrost obeh bukovih preizkušancev.	27

KAZALO PRILOG

- Priloga A - Preglednica s podatki dobljenimi za bukovino in smrekovino pred in med sublimacijskim sušenjem.
- Podatki dobljeni po sublimacijskem sušenju – kontrola kakovosti.
- Priloga B - Podatki za hrastovino, režim dva (-1 °C, 0,08 mbar).
- Vlažnostni profil po dolžini kosa (začetek na čelu s številko 1).
- Priloga C - Hrastovina, režim 1 (-10 °C, 0,5 mbar).
- Priloga D - Shema laboratorijskega liofilizatorja.
- Priloga E - Opis napak za hrastovino, bukovino in smrekovino glede na režim za vsak preizkušaneec posebej.

1 UVOD

Les po poseku drevesa vsebuje precejšno količino vode in za nadaljnjo predelavo ter uporabo moramo znaten del te vode odstraniti. Sušenje je odstranjevanje vode iz lesa, zaradi česar se mu z izhlapevanjem vode bistveno spreminja večina lastnosti. Tako se les krči in spreminja svojo obliko. S sušenjem na pravilno ravnovesno vlažnost omejimo njegovo dimenzijsko delovanje med uporabo. Posušenemu lesu se zmanjša teža in izboljšajo mehanske lastnosti (trdota, trdnost). Bolj je biološko odporen, poveča se kalorična vrednost, spremenijo se toplotne, električne in akustične lastnosti (Gosar, 2007).

Sušenje lesa je torej neizogibno, vendar predstavlja velik delež stroškov in časa pri obdelavi lesa do končnega proizvoda, kar ni skladno z gospodarskimi težnjami po skrajševanju dobavnih rokov ter doseganju čim manjših stroškov. Naloga stroke je, da najde najboljši kompromis med temi nasprotujočimi dejstvi. V Sloveniji so med komercialno najbolj zanimivimi lesnimi vrstami smrekovina, hrastovina in bukovina. Vsaka ima značilne sušilne karakteristike, ki v praksi sušenja še vedno predstavljajo od vrste do vrste različne težave. Prav zaradi slednjega, sušenje lesa zahteva širok pristop. Z enostranskim pristopom res lahko rešimo proučevano težavo, vendar s tem lahko hitro nastane nekaj nezaželenih posledic pri drugih lastnostih posušenega lesa. Sušenje lesa poteka z različnimi uveljavljenimi postopki, a težnje k izboljšanju nas ženejo še v preizkušanje postopkov, ki se sicer do sedaj niso uveljavili v naši stroki.

Za sušenje mnogih občutljivih materialov se je že uveljavilo sublimacijsko sušenje v liofilizatorjih. Pri nizkih tlakih in temperaturah prihaja zamrznjena voda direktno v paro. Pri tem je za učinkovito sušenje pomembna predvsem parna permeabilnost sušičnih materialov. Prednost postopka je relativno kratek čas sušenja, nizka temperatura in tlak pa tudi preprečita nezaželeno obarvanje.

V zadnjih treh desetletjih je sublimacijsko sušenje, po predhodnem impregniranju s polietilen glikolom, najprimernejša rešitev za shranjevanje arheološkega lesa, z ohranjeno strukturo in dimenzijami. Uspehi pri sušenju arheološkega lesa so bili povod, da s to diplomsko nalogo proučimo možnost sublimacijskega sušenja kakovostnejših lesnih vrst, predvsem tistih, pri katerih obstaja veliko tveganje obarvanja in tistih, katerih sušilni procesi so v konvencionalnih postopkih dolgotrajni.

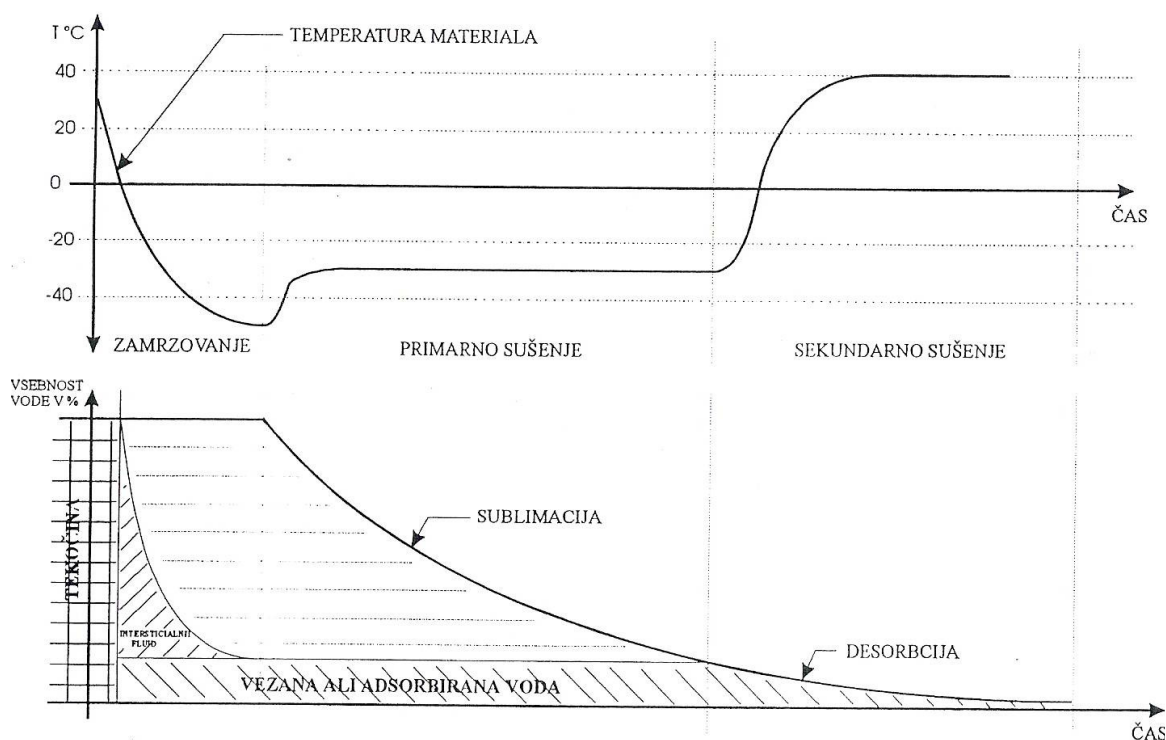
Predpostavljamo, da bo sublimacijsko sušenje učinkovito za parno permeabilne lesne vrste, ki bodo omogočile hitro prevajanje sublimirane pare iz sredice lesa do površine. Kakovost sušenja naj bi bila primerljiva ali celo višja kot pri konvencionalnih postopkih sušenja. Pri nepermeabilnih vrstah ne pričakujemo bistvenih prednosti sublimacijskega sušenja, lahko pa se zaradi večje hitrosti sušenja celo zmanjša kakovost osušenega lesa.

Sublimacijsko sušenje izbranih lesnih vrst (hrastovina, bukovina, smrekovina) je namen primerjalno ovrednotiti s konvencionalnim postopkom. Primerjavo bomo izvedli predvsem z vidika časa in hitrosti sušenja ter kakovosti osušenega lesa, ki ga bomo ovrednotili glede na pojav kolapsa, površinskih in notranjih razpok ter veženja. Ugotoviti želimo prednosti in pomanjkljivosti sublimacijskega sušilnega postopka in možnosti njegovega uvajanja v industrijsko prakso.

2 PREGLED DOSEDANJIH OBJAV

2.1 PRINCIP SUŠENJA

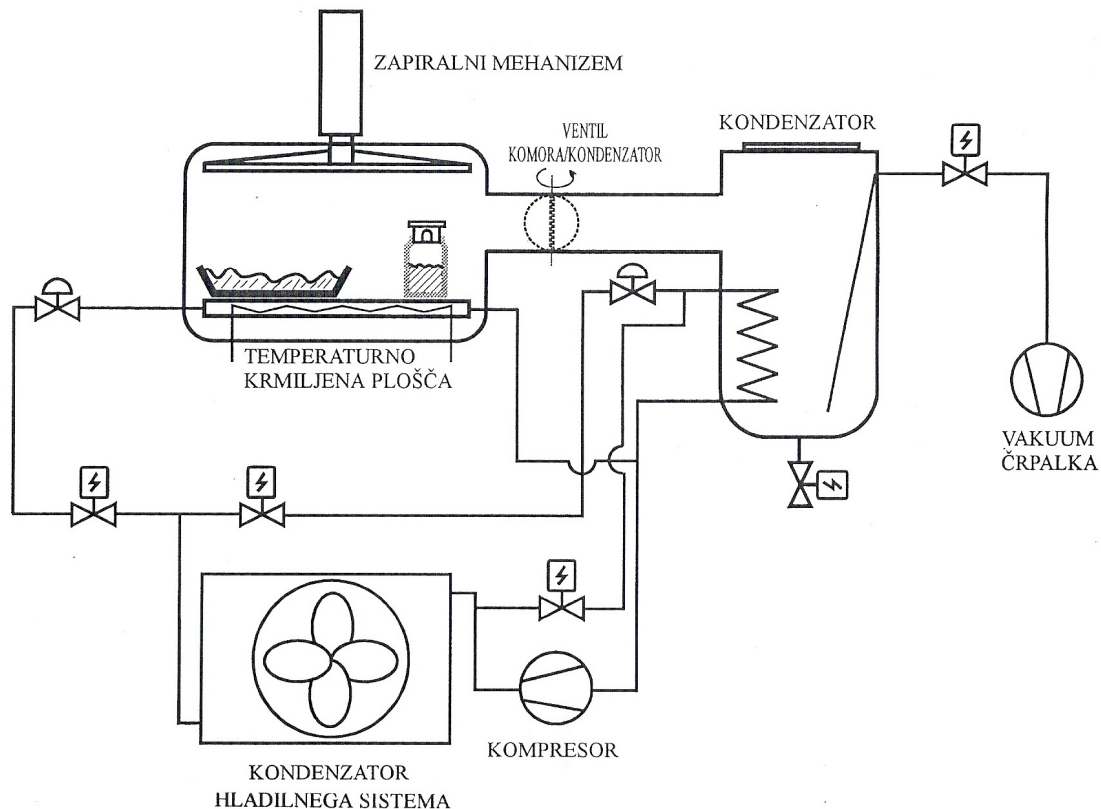
V osnovi je znano, da pri atmosferskem tlaku (1013 mbar) voda izpareva segreta na 100 °C, pri višjih tlakih je treba bolj segreti vodo in obratno. Torej lahko voda izpari tudi pri nižji temperaturi, če zadosti znižamo tlak v okolici. Pri zelo nizkih tlakih lahko vodo oziroma led uparimo celo pri temperaturi 0 °C, čemur rečemo sublimacija. Postopek sublimacijskega sušenja se začne z zamrzovanjem materiala pod 0 °C. Po zamrznitvi ali tudi prej se z vakuumiranjem komore začenjajo vzpostavljati pogoji za primarno sušenje, ki se začne, ko je dosežen tlak vsaj 6,1 mbar. Po sublimaciji vse proste vode nastopi sekundarna faza v kateri povišamo temperaturo. Zvišana temperature omogoča, da zrak v okolici sprejme več vlage in tako se prične desorbcija, pri čemer izhlapi večji del vezane vode (sl. 1).



Slika 1: Proces sublimacijskega sušenja. (Kambič, 2001)

Osnova sublimacijskega postopka je v tem, da je v prvi fazi produkt zamrznjen do pravilne temperature. V drugi fazi led sublimira pod znižanim tlakom, se pravi v vakuumu, ki ga ustvarimo z vakuumsko črpalko. Na mestih, kjer so bili ledeni kristali, ostanejo le še prazne pore (Flink, 1984).

Sublimacijsko sušenje izvajamo v liofilizatorjih. Osnovni sestavni elementi liofilizatorja so: vakuumska črpalka, kondenzator, kompresor, temperaturno krmiljena plošča in ventili (sl. 2 in priloga D).



Slika 2: Shema pilotnega liofilizatorja. (Kambič, 2001)

Proces sublimacijskega sušenja poteka v več stopnjah:

- zamrzovanje materiala,
- primarno sušenje (sublimacija),
- sekundarno sušenje (desorbicija),
- pakiranje in shranjevanje suhega materiala,
- rehidracija.

2.1.1 Zamrzovanje materiala

Za zamrzovanje materiala lahko uporabljamo več tehnik. Izbira le-te je v največji meri odvisna od lastnosti materiala, predvsem od tega ali je material v kapljevinstem ali trdnem stanju. Glede na mesto zamrzovanja razlikujemo zamrzovanje v sami napravi ali izven komore. Metode zamrzovanja so:

- zamrzovanje na hlajenih ploščah,
- zamrzovanje v hladni kopeli,

- evaporativno zamrzovanje.

Zamrzovanje na ploščah je še najbolj priljubljeno pri uporabnikih. Takšno zamrzovanje je v večini primerov zelo enostavno in ne zahteva dodatnih naprav. Industrijski kot tudi nekateri laboratorijski aparati imajo v sami komori že nameščene police, na katerih lahko zamrzujemo in kasneje tudi sublimacijsko sušimo. Izognemo se dodatnemu prenašanju in možnostim poškodb materiala (sl. 3).



Slika 3: Liofilizator Kambič laboratorijska oprema LIO – 10 s štirimi vzorci hrastovine.

Plošče, ki se uporabljajo kot police za nalaganje materiala, so navadno hlajene preko hladilnega agregata direktno s hladilnim plinom ali pa posredno s hladilnimi fluidi, ki se hladijo v toplotnih prenosnikih. Plošče imajo vgrajeno temperaturno regulacijo. Pri tem pa moramo paziti, da imamo čim večjo naležno površino materiala na polico in s tem prenos toplote.

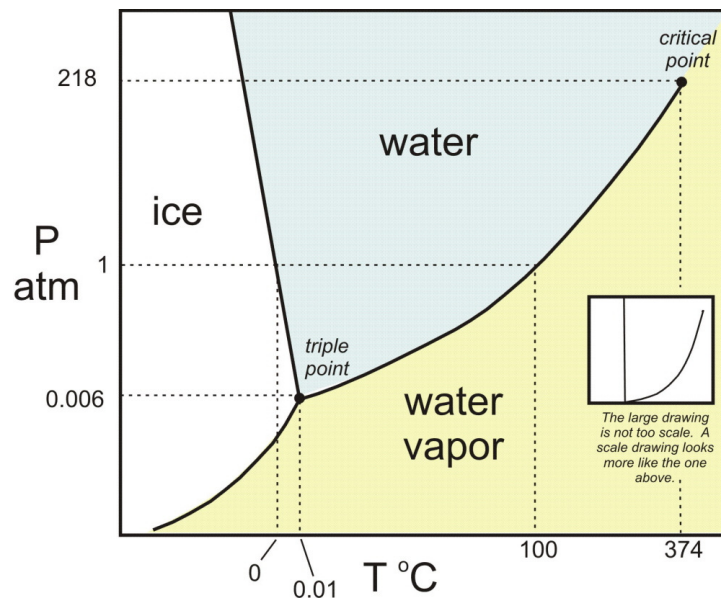
2.1.2 Primarno sušenje

Fazi zamrzovanja sledi faza primarnega sušenja. Za začetek sušenja s to fazo moramo zagotoviti pogoje, ki omogočajo sublimacijo vode.

Sublimacijo vode lahko izvedemo le pod trojno točko vode, ta je pri temperaturi $0,01\text{ }^{\circ}\text{C}$ in pri tlaku $6,1\text{ mbar}$ (sl.4). Ker imamo material že zamrznjen, moramo zagotoviti še ustrezen tlak. Običajno uporabljamo rotacijske vakuumske črpalke, ki lahko zagotavljajo dovolj nizek končni tlak (vsaj $0,1\text{ mbar}$). V fazi primarnega sušenja iz materiala odstranimo približno 90% vse vode, kar pomeni, da odstranimo prosto vodo in manjši del vezane

vode. Med fazo primarnega sušenja moramo poleg tlaka opazovati tudi temperaturo materiala in jo po možnosti zadrževati pod temperaturo, pri kateri se pojavi intersticijski fluid (T_{im}). Ta točka popolne kristalizacije za les ni pomembna, sicer pa pojav fluida lahko povzroči:

- kemično ali encimsko spremembo sušene snovi;
- izgubo izparljivih komponent snovi zaradi prostega izparevanja;
- izgubo delcev, ki jih odnaša para nad kapljevino, ki se v vakuumu uparja;
- penjenje, vrenje, brizganje substance po vakuumski posodi.



Slika 4: Diagram P-T za vodo. (Wittke, 2010)

Iz naštetih razlogov je pomembno poznavanje temperature materiala skozi celoten čas sušenja. Temperaturo popolne kristalizacije lahko določimo z meritvami električne upornosti materiala med ohlajanjem in ponovnim segrevanjem. Pri tej temperaturi je hitrost sublimacije največja. Zato moramo med fazo sublimacije zagotavljati temperaturo materiala, čim bližje temperaturi popolne kristalizacije (T_{im}), vendar nikakor ne višje, ker z njo tvegamo pojav fluida in s tem denaturalizacijo materiala. V našem primeru je material les, za katerega nismo ugotavljali točke popolne kristalizacije. Menimo, da ob nepopolni zamrznitvi ne bi prihajalo do sprememb v materialu.

Za zagotavljanje kontinuiranega postopka sublimacije je treba dovajati toploto, ki je enaka seštevku potrebne toplote za vzdrževanje ledu na 0 °C, za taljenje in uparjanje. Sublimacijska toplota je enaka vsoti talilne toplote ledu in izparilne toplote vode:

- | | |
|-------------------------------------|------------|
| • talilna toplota ledu r_{tal} : | 0,335 kJ/g |
| • izparilna toplota vode r_{up} : | 2,49 kJ/g |
| • sublimacijska toplota r_{sub} : | 2,825 kJ/g |

Sublimacija se navadno odvija pri nekoliko nižjih temperaturah, to je okrog $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, kar pomeni, da je treba dodati še toploto, ki je potrebna, da segrejemo zaledeneli material do $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Zato je potrebna še toplota, ki je enaka produktu specifične toplote (specifična toplota ledu je (C_{pl}) $2,1\text{ J/g K}$, lesa pa $0,36\text{ J/g K}$) mase in temperaturne razlike, za kolikor želimo material segreti.

Če materialu ne dovajamo toplote, jo jemlje iz svoje zaloge in se pri tem ohlaja. Podhladitev je lahko tako nizka, da sublimacija preneha.

Toploto lahko dovajamo materialu na več načinov: preko visokofrekvenčnega gretja, preko sevalnega gretja in preko kontaktnega gretja.

Med celotno fazo primarnega sušenja se spreminja tudi hitrost sublimacije. Na začetku, ko sublimacija poteka na površini materiala in smo sposobni zagotoviti takojšnje odsesovanje molekul, je ta hitra. S časom se sublimacijska površina pomika v globino materiala, zato ima para vedno daljšo pot. Gonilna sila, ki omogoča tok, je razlika tlakov. Upornost narašča z debelino in je tesno povezana z načinom zamrzovanja od katerega je odvisna velikosti kristalov in kasneje velikosti por kjer led sublimira.

Primarna faza liofilizacije je zaključena, ko vsa zamrznjena voda sublimira, kar pomeni, da tudi ob povišanju temperature ne pride do fluida, ker ga več ni. Za industrijska postrojenja navadno določijo čas in pogoje primarne faze na osnovi poizkusov na pilotnih laboratorijskih napravah. Za sušenje različnih bolj občutljivih materialov določajo čas primarne faze z različnimi metodami, najpogostejši sta z meritvami temperatur ali pretoka par.

- Določitev konca primarne faze z meritvijo temperature. Ta način določanja je mogoč le pri kontaktnem segrevanju materiala. Potrebujemo natančni meritvi temperature segrevalne police in samega materiala. Dokler iz materiala sublimira voda, ima kljub segrevanju nižjo temperaturo od ogrevalne plošče. S časom se temperatura materiala in ogrevalne plošče zblížujeta, kar pomeni, da se za sublimacijo porablja manj energije. V določenem momentu pa se ti dve temperaturi naglo izenačita in to nam daje signal, da v materialu ni več ledu, ki bi sublimiral.
- Določitev konca primarne faze z merjenjem pretoka par proti kondenzatorju. Takšna metoda je primerna pri napravah, ki imajo ločeno vakuumsko posodo in kondenzator. V presek, kjer potujejo pare proti kondenzatorju, namestimo merilec pretoka in ko ta več ne zaznava pretoka, pomeni, da je sublimacija zaključena. Navadno proizvajalci namestijo kar anemometer, s katerim zagotovijo že vizualno indikacijo. Metoda je precej groba, majhnih pretokov ne zaznava.

2.1.3 Sekundarno sušenje

Po odstranitvi proste vode je še vedno okrog 10 % vezane vode. To lahko skrajša dobo obstojnosti občutljivih materialov, med katere ne štejemo lesa. Zato je temperatura materiala pri sekundarni fazi precej višja, vendar ne višja od 30 °C za biološke materiale in ne višja od 50 °C za živila in manj občutljive materiale. Tudi v sekundarni fazi sušenja še vedno vzdržujemo nizek tlak. Iz materiala, ki je takrat zelo porozen in ima zato veliko površino, moramo odstraniti adsorbirano vodo ali tako imenovano vezano vodo. Postopek desorpcije poteka pri visokem vakuumu in konstantni temperaturi. Čas sekundarnega sušenja je največkrat rezultat predhodnih testov. Če prenehamo z desorpcijo prekmalu, nam vezana voda lahko povzroči denaturalizacijo in skrajša čas konzerviranja. Tudi po končanem sekundarnem sušenju ima material še vedno (1–3) % vezane vode. V večini primerov tako majhna vsebnost ne predstavlja ovire pri dolgotrajnem shranjevanju, v lesarstvu pa tudi sicer ni potrebe po sušenju pod 5 % vlažnosti.

Materiali za katere najpogosteje uporabimo sublimacijsko sušenje so zelo porozni, hkrati pa imajo tudi veliko sposobnost adsorpcije vode in plinov, zato moramo po končanem sušenju zagotoviti tudi primerno shranjevanje.

2.2 UPORABNOST POSTOPKA

Veliko materialov, predvsem tistih, ki so biološkega izvora in se uporabljajo v medicini ali farmaciji, je podvrženo hitremu kvarjenju in spreminjanju svojih lastnosti. Težave rešujemo s sušenjem snovi, zato potrebujemo postopek, ki materiala ne poškoduje in nam zagotavlja dolgo in enostavno skladiščenje. Proces liofilizacije se uporablja že od 1. svetovne vojne, ko so konzervirali serume, virus stekline, bakterije in podobno, širše pa se je proces začel uporabljati okrog leta 1935, in sicer za sušenje plazme človeške krvi. Po drugi svetovni vojni pa tudi industrijsko za sušenje živil, na medicinskem, farmacevtskem in veterinarskem področju (Povh, 1998).

Liofilizacija se v večini primerov uporablja za shranjevanje in konzerviranje občutljivih materialov, ki bi pri uporabi drugih postopkov sušenja izgubili bistvene ali želene lastnosti, ter za pridobivanje visoko občutljivih in dragih ekstraktov pri izdelavi zdravil. Uporabljajo jo za sušenje mulja, elementov rastlin, sušenje malih žuželk, virusov, zelišč, gob, gume, sintetičnih gelov, živil, tekočih produktov ali past, napitkov (čaj, instant kava...), mesa, povrtnine in v zadnjem času tudi sadja (Flink, 1984).

2.2.1 Sublimacijsko sušenje lesa

Sublimacijsko sušenje sta prvič predlagala Organ in Rosenquist (ločeno) leta 1959 kot konzervacijsko metodo za arheološki les, toda oba sta poročala o slabih rezultatih. Les se je skrčil ter postal zelo krhek in drobljiv. Postopek je bil opuščen do leta 1976, ko je Ambrose predlagal, da se arheološki les najprej impregnira z vodnim polietilen glikolom (PEG) 400, ki prepreči uničujoč vpliv zamrzovanja na strukturo lesa. Te metode se danes poslužujejo konservatorji po vsem svetu (sl. 5). (Watson, 2004)

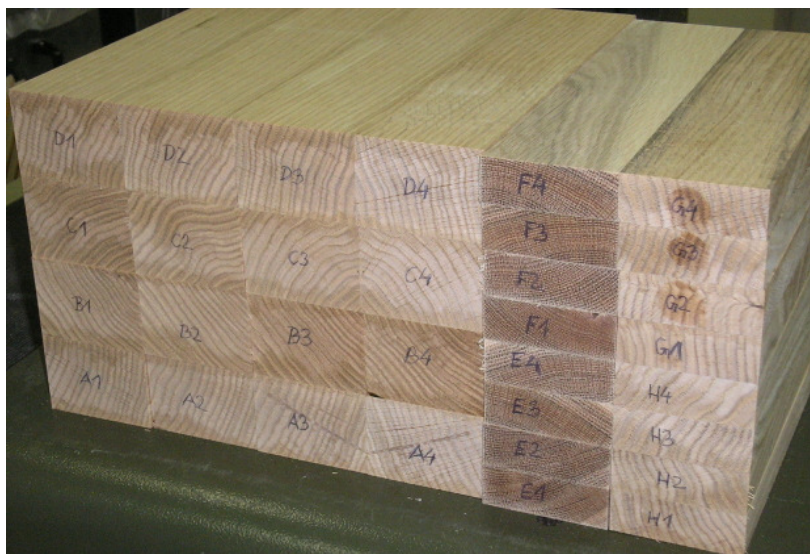


Slika 5: Liofilizacija arheološkega mokrega lesa. (Kambič Laboratorijska oprema d.o.o., 2010)

3 MATERIALI IN METODE DELA

3.1 MATERIALI

V diplomski nalogi smo hoteli preveriti, kako se na sublimacijsko sušenje odzivajo tri najbolj zastopane lesne vrste v Sloveniji, ki so si hkrati zelo različne po zgradbi in lastnostih. Te so hrastovina, bukovina in smrekovina.



Slika 6: Hrastovi vzorci pripravljani za eksperimente.

Glede na omejene dimenzije komore liofilizatorja smo vzorce naredili v velikosti (280 × 70 × 25) mm ter hrast izjemoma še debeline 50 mm. Vzorci hrastovine so bili vzeti iz jedrovine (sl. 6) na meji z beljavo, medtem ko bukovni in smrekovi vzorci iz periferije oziroma beljave. Beljava ima nekajkrat višjo vlažnost od osrednjega dela debla, tako se lahko izriše celotno sušilno krivuljo, pa tudi sicer je v svetu trend kontroliranega sušenja že od svežega stanja. Skupno smo pripravili 48 vzorcev. Tolikšno število je potrebno zaradi večje zanesljivosti dobljenih podatkov, dveh vzporednih vzorcev (sl.3), in predvsem zaradi sledilnih vzorcev. Sušilne krivulje namreč ne moremo dobiti z meritvijo na enem preizkušancu, ampak smo za to potrebovali nekaj čim bolj podobnih kosov lesa, v našem primeru smo ocenili, da so štiri zaporedja dovolj. Posledično smo sušenje morali prekinjati po vnaprej izbranih časovnih intervalih, da smo po vsakem intervalu izmerili vlažnost in ocenili kakovost ter tako dobili sušilno hitrost in vpogled v nastale napake. Po prekinitvi namreč nadaljnje sušenje v liofilizatorju ni več možno. Sledilnih vzorcev je dobro narediti več kot jih potrebujemo, kajti v primeru izpada električne energije ali nepričakovane napake na liofilizatorju vzorci zaradi omenjene neponovljivosti niso več primerni za eksperiment.

3.2 METODE DELA

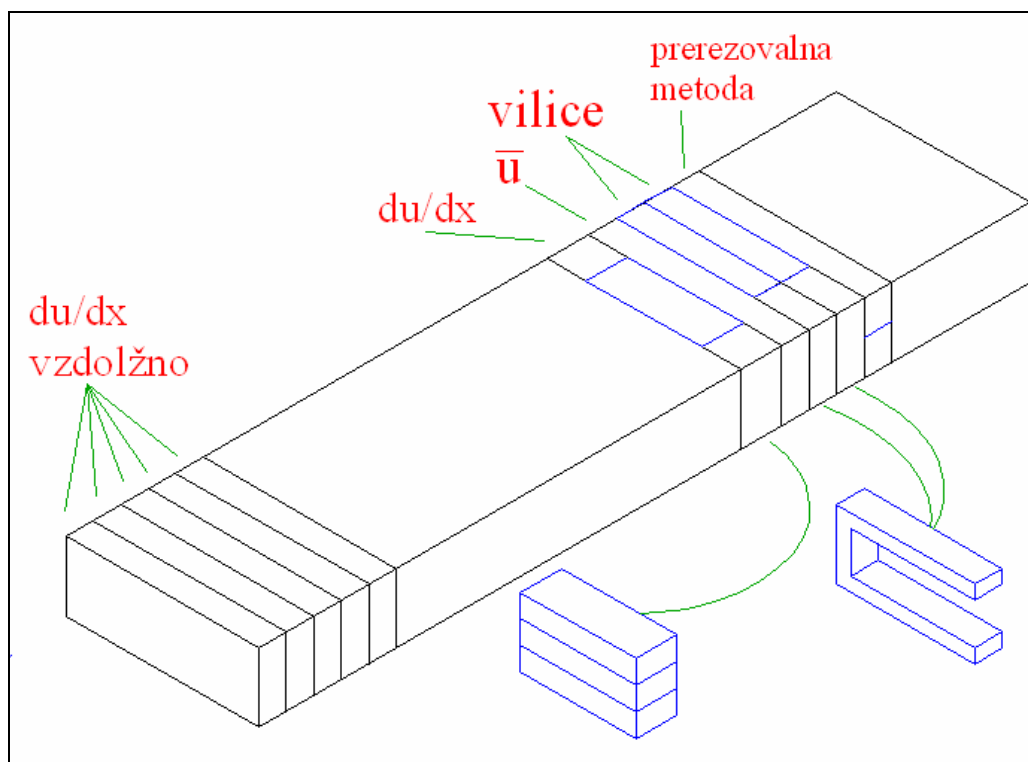
Dobra proučitev postopka sublimacijskega sušenja zahteva veliko različnih meritev, zato je za primerljivost dobljenih podatkov zelo pomemben enak postopek dela, ki je za vse šarže tega eksperimenta v naslednjem vrstnem redu:

1. zamrzovanje preizkušancev;
2. tehtanje preizkušancev;
3. merjenje dimenzij;
4. fotografiranje preizkušancev;
5. izbira programa (temperatura kontaktne plošče za vsako fazo posebej, tlak, trajanje primarne faze, trajanje sekundarne faze);
6. po izbranem časovnem intervalu sublimacijskega sušenja ponovitev 2., 3. in 4. točke ter izvedba kontrole kakovosti (povprečna vlažnost, vlažnostni profil po debelini in dolžini, zaskorjenje).

Zamrzovali smo zunaj naprave v zamrzovalniku, ker je polica, tako imenovana hlajena kontaktna plošča, kamor nalagamo preizkušance, zaradi velikih preizkušancev, primerna le za vzdrževanje nizke temperature v komori in materialu. Pred vsako meritvijo in sušenjem smo postrgati led, ki se je nabral na lesu. Preizkušance smo stehali in tako gravimetrično spremljali spremembo vlažnosti, za kontrolo pa smo jim zmerili tudi dimenzije. V primarni fazi smo na nekaj preizkušancih hrasta preizkusili najprej režim -10 °C in $0,5\text{ mbar}$ ter nato -1 °C in $0,08\text{ mbar}$. V slednjem režimu smo eksperimentirali z vsemi lesnimi vrstami in tako zagotovili primerljivost dobljenih podatkov. Čas sušenja smo začeli meriti z začetkom vakuumiranja in končali po sekundarni fazi, ki je bila vedno nastavljena na trajanje ene ure in temperaturo 20 °C .

Po sublimacijskem sušenju smo preizkušance ponovno stehali in izmerili dimenzije s čimer smo dobili podatek o količini sublimiranega ledu in skrčkah. Z opisom in fotografiranjem smo dokumentirali vizualne spremembe, ki so nastale po sušenju.

Vzorci za kontrolo kakovosti so bili vzeti na vseh preizkušancih vedno po enakem vrstnem redu in dimenzijah (sl. 7). Razen vzorca $\Delta u/\Delta x$ prečno (sl. 7), ki je debeline 15 mm , so bili vsi debeline 10 mm . Vsak odvzem vzorcev smo začeli 50 mm od čela za prerezovalno metodo, $2 \times$ vilično, povprečno vlažnost in gradient vlažnosti po debelini ($\Delta u/\Delta x$). Na nasprotni strani preizkušanca smo narezali pet vzorcev za določanje gradienta vlažnosti po dolžini (sl. 7).



Slika 7: Shematski prikaz odvzema vzorcev za ugotavljanje kinetike in kakovosti sublimacijskega sušenja.

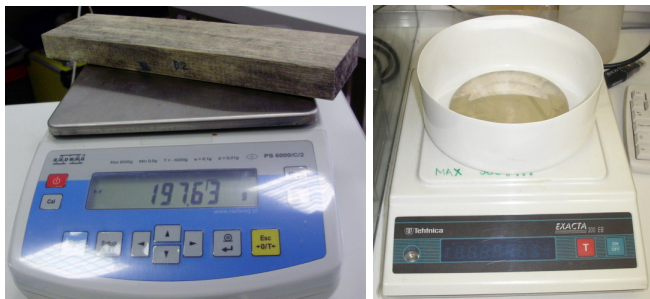
Povprečno vlažnost smo dobili z gravimetrično metodo določanja vlažnosti lesa po standardu SIST EN 13183-1:2003. Iz štirih podatkov povprečne vlažnosti pri različnih časih sušenja smo lahko dobili točke za izris sušilne krivulje in sušilne hitrosti ter nenazadnje končno vlažnost. Uporaba uporovne metode za določanje vlažnosti v sublimacijskem sušilniku ni mogoča (sl. 8).

Gravimetrično metodo merjenja vlažnosti smo uporabili tudi za določitev prečnega in vzdolžnega vlažnostnega profila oziroma gradienta. Od čela smo narezali 5 režnjev debeline 1 cm. Za prečni profil smo razdelili vzorec na tri režnje in na vsaki strani porezali za 1/5 širine, vzdolžnega smo pa dobili s petimi vzorci razmaka 1 cm (sl. 8).



Slika 8: Režnji za določanje vlažnostnega profila po debelini in povprečne vlažnosti hrasta v sušilniku, ki ga predpisuje standard SIST EN 13183-1:2003.

Zaradi majhnih koščkov smo tehtanje izvajali s tehtnicama natančnosti 0,01g (sl. 9). Vse meritve so imele dva vzporedna vzorca, ki sta bila osnova za izračun povprečja (sl. 3).



Slika 9: Tehtnici za spremljanje poteka sušenja in določanje vlažnosti.

Pomemben del kontrole kakovosti je ugotavljanje notranjih napetosti v lesu. Uporabili smo metodo ocenjevanja zaskorjenosti po standardu SIST ENV 14464:2003. Za ugotavljanje napetosti smo naredili tudi vilični test (sl. 10). Standard predpisuje meritev ukrivljenosti razžaganih polovic in vilic takoj po sušenju in po 48 urah, tako sem dobil dve vrednosti za vsak interval sušenja na 0,01 mm natančno. Iz tega je bilo razvidno nastajanje napetosti v lesu glede na trajanje sušenja.



Slika 10: Vilice in razžagane polovice pripravljene po standardu SIST ENV 14464:2003.

4 REZULTATI

4.1 KINETIKA SUŠENJA

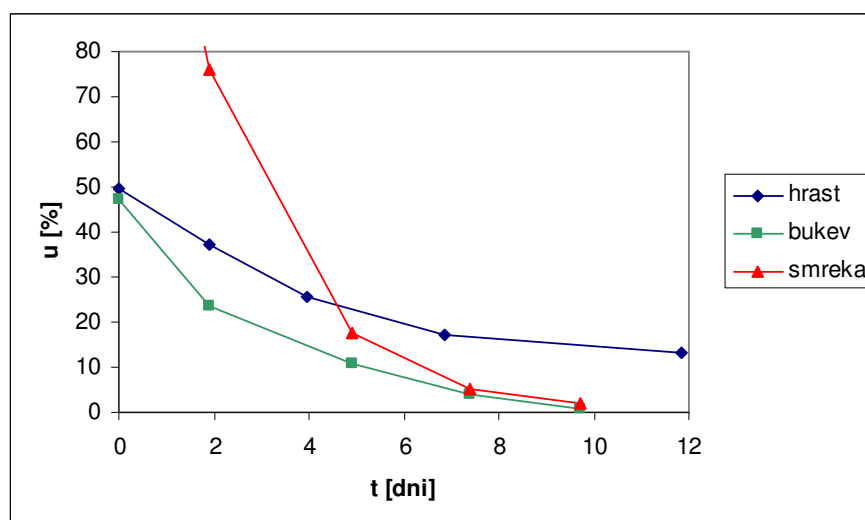
4.1.1 Sušilna krivulja

Sušilna krivulja nam prikazuje potek sušenja, kdaj smo dosegli točko nasičenosti celičnih sten (TNCS) in nenazadnje končno vlažnost. Sušilne krivulje sublimacijskega sušenja smo izdelali iz povprečja dveh vzporednih vzorcev. Sublimacijsko sušenje hrastovine je potekalo počasi in v predvidenem času ni doseglo želene končne vlažnosti 8 %. Presenetljivo nizko vlažnost smo dosegli pri sušenju bukovine in smrekovine, med 1 % in 2 % (pregl. 1).

Preglednica 1: Časi in dosežene povprečne končne vlažnosti sublimacijskega sušenja hrastovine, bukovine in smrekovine.

Lesna vrsta	Čas sušenja	Lesna vlažnost
Hrastovina 50 mm	12 dni	16%
Hrastovina 25 mm	12 dni	13%
Bukovina	5 dni	11%
Bukovina	9,7 dni	1%
Smrekovina	9,7 dni	2%

Hrastovina in bukevina sta imeli enako vlažnost v svežem stanju, slednja je hitro dosegla končno vlažnost, medtem ko je hrast že takoj zaostal in niti po dva dni daljšem sušenju ni dosegel želene vlažnosti 8 %. Smreka je imela začetno vlažnost zelo visoko, a strma krivulja kaže hitro sublimiranje ledu, ki se šele po petem dnevu nekoliko upočasni. S stališča industrije najbolj uporabnih (8 – 11) % vlažnosti sta bukev in smreka dosegli v pet do šest dneh sušenja.



Slika 11: Sušilne krivulje za hrastovino, bukovino in smrekovino pri debelini 25 mm.

Pri desetdnevem skupnem sušenju dveh bukovih in dveh smrekovih vzorcev je sublimiralo 987 g ledu ob tem, da so sveži kosi tehtali dvakrat toliko (1868 g). Pri smrekovem vzorcu z najnižjo gostoto med preizkušenimi, je sublimiralo največ ledu, 335 g. Bukovina je vsebovala pol manj vlage, pri hrastovini, ki ni dosegla tako nizke vlažnosti kot bukovina in smrekovina, je pa sublimiralo le 111 g ledu (preg. 2).

Preglednica 2: Povprečne spremembe mase pri sušenju hrastovine, bukovine in smrekovine ter lesne vlažnosti pri tem.

	Masa vlažnega vzorca	Masa vzorca po sublimacijskem sušenju	Masa sublimiranega ledu	Začetna vlažnost	Končna vlažnost
	[g]	[g]	[g]	[%]	
Hrastovina	444,1	332,6	111,4	45	13,3
Bukovina	426,9	269,1	157,8	47	1
Smrekovina	506,9	171,5	335,5	172	2

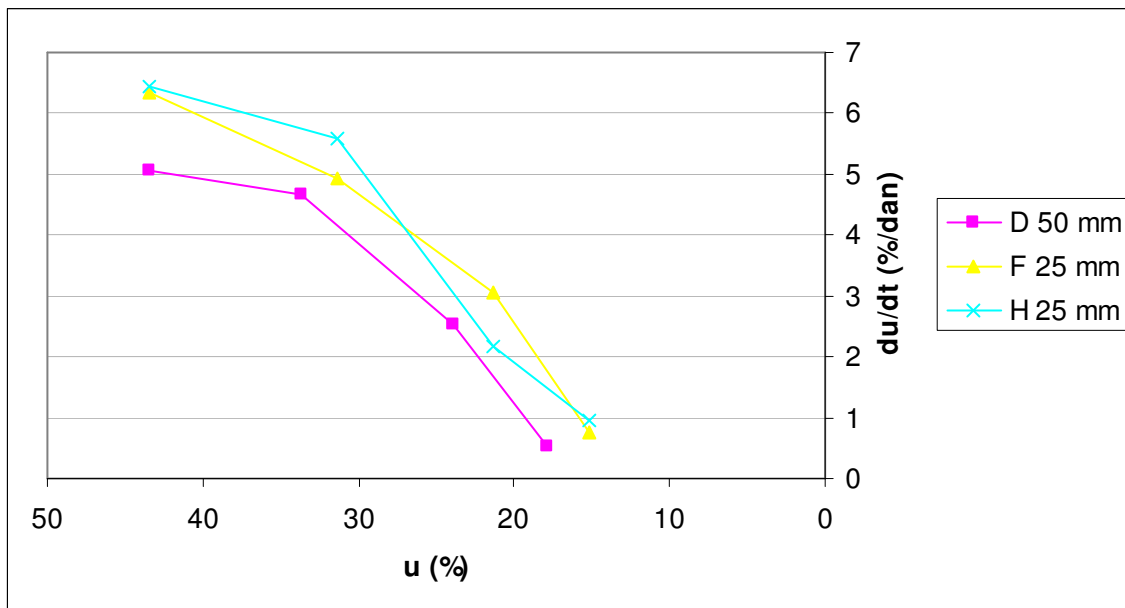
4.1.2 Hitrost sušenja

Hitrost sušenja lahko prikažemo glede na trajanje sušenja (preg. 3) ali glede na lesno vlažnost (sl. 12 in sl. 13). Najhitreje se je sušila smrekovina, najpočasneje hrastovina. Vsi preizkušanci so na začetku hitro izgubljali vlago. Z daljšanjem časa sušenja se je sublimacija upočasnila. Glede na to, da hrastovina ni dosegla želene končne vlažnosti po 12 dneh, bi za to potrebovala še veliko časa, kajti napredek sušenja na koncu je bil le še 0,8 %/dan (pregl. 3 in sl. 12).

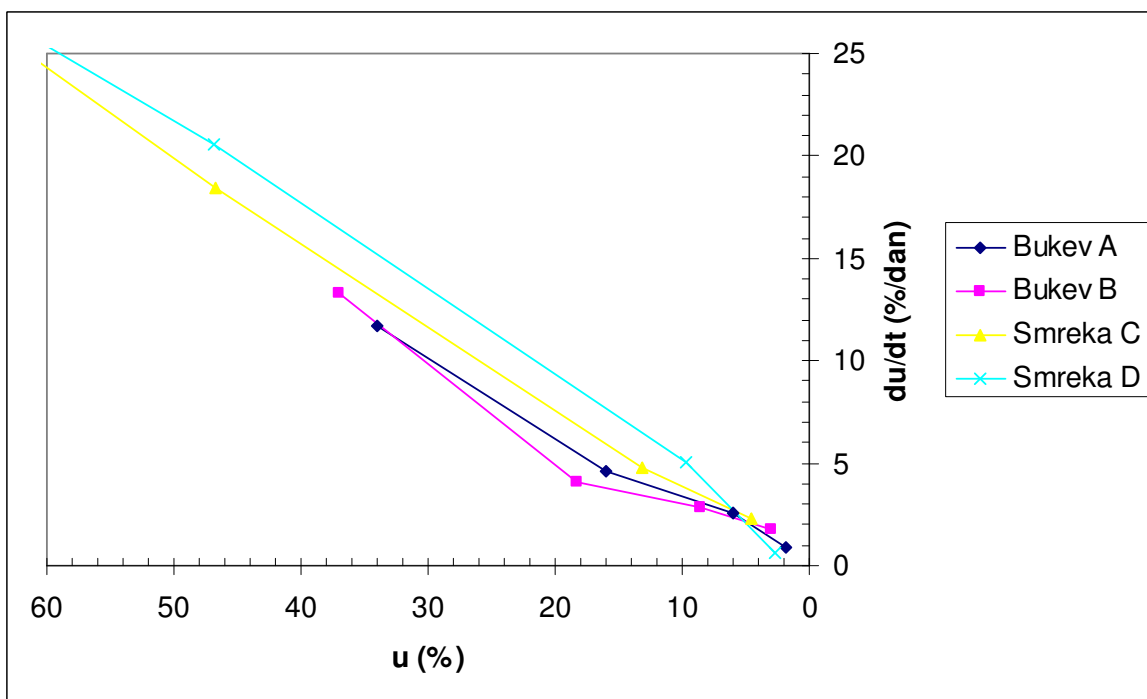
Preglednica 3: Povprečne sušilne hitrosti glede na trajanje sušenja za hrast, bukev in smreko.

	Režim sušenja		du/dt [%/dan]			
	p	T	1 dan	3 dni	5,8 dni	9,5 dni
Hrastovina	0,08 mbar	-1 °C	6	5	2,5	0,8
Bukovina	0,08 mbar	-1 °C	12,5	4,3	2,7	1,3
Smrekovina	0,08 mbar	-1 °C	50,2	19,5	4,9	1,4

Smrekovina in bukovina sta se pod vlažnostjo treh procentov še vedno sušili hitreje od hrastovine, kar 1,3 %/dan. Pri hrastovini je viden nagel padeč hitrosti sušenja, ko je dosežena TNCS in po tem še vedno pada občutno bolj kot pri smrekovini in bukovini. Največja hitrost sušenja hrastovine je 6 %/dan, bukovine 13 %/dan in smrekovine 50 %/dan (sl. 12 in sl. 13).



Slika 12: Sušilni diagram za hrastove vzorce debeline 25 mm in 50 mm pri režimu sušenja -1 °C in 0,08 mbar.



Slika 13: Sušilni diagram za bukove in smrekove vzorce.

4.2 KAKOVOST SUBLIMACIJSKO SUŠENEGA LESA

4.2.1 Vlažnostni gradient

4.2.1.1 Vlažnostni gradient po debelini

Pri sušenju hrastovine debeline 25 mm je v prvem intervalu sušenja nastal zelo velik vlažnostni gradient (pregl. 4). Z vidika nastajanja sušilnih napetosti velika razlika med vlažnostjo površine in sredice še ni problematična, saj je vlažnost tudi na površini še nad TNCS. Rezultati za dva režima sušenja, ki se med seboj ločita po temperaturi, so si do sedmega dne bolj ali manj enaki. Večji gradient vlažnosti se pojavi dvanajstega dne pri sušenju z nižjo temperaturo, ta znaša 9,6 %/cm, pri temperaturi -1 °C pa le 2,6 %/cm, ki je hkrati najnižja vrednost.

Hrastovina debeline 50 mm se je sušila tako neenakomerno, da ne moremo določiti zanesljivega povprečja.

Preglednica 4: Povprečni vlažnostni gradienti pri dveh različnih režimih sušenja za vzorec hrastovine debeline 25 mm. Podatki so prikazani glede na trajanje sušenja in doseženo povprečno vlažnost.

Čas sušenja [dni]	Povprečna vlažnost [%]	Režim	
		Hrastovina -10 °C [%/cm]	Hrastovina -1 °C [%/cm]
2	49,5	19,1	20,4
4	37,3	15,5	17,5
7	25,6	6,6	10,6
12	17,1	9,6	2,6

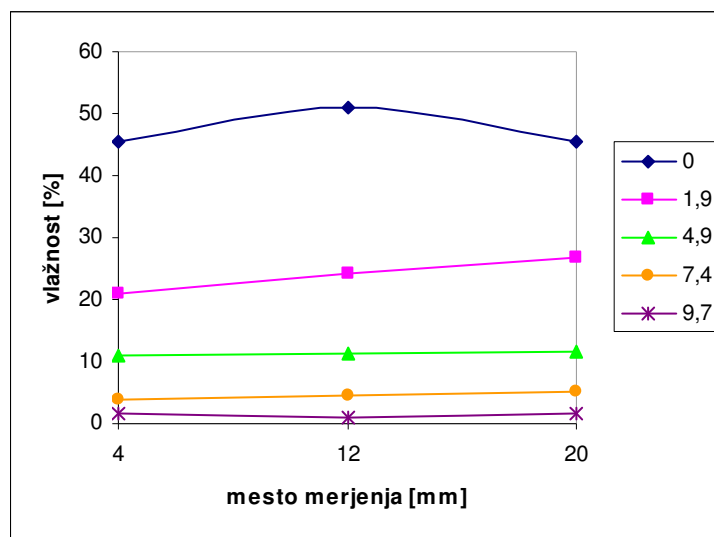
Pri smrekovini močno izstopa vrednost, dobljena na začetku sušenja (60,5 %/cm). Sicer pa ostali rezultati ne kažejo velike razlike v vlažnosti med sredico in periferijo, kar nam daje vedeti, da se les suši hitro in enakomerno po celotnem prerezu (preg. 5).

Preglednica 5: Povprečni vlažnostni gradienti za bukovine in smrekovine vzorce debeline 25 mm glede na trajanje sušenja.

Čas sušenja [dni]	Bukovina [%/cm]	Smrekovina [%/cm]
1,9	3,59	60,51
4,9	0,51	1,13
7,4	0,79	1,57
9,7	0,72	0,16

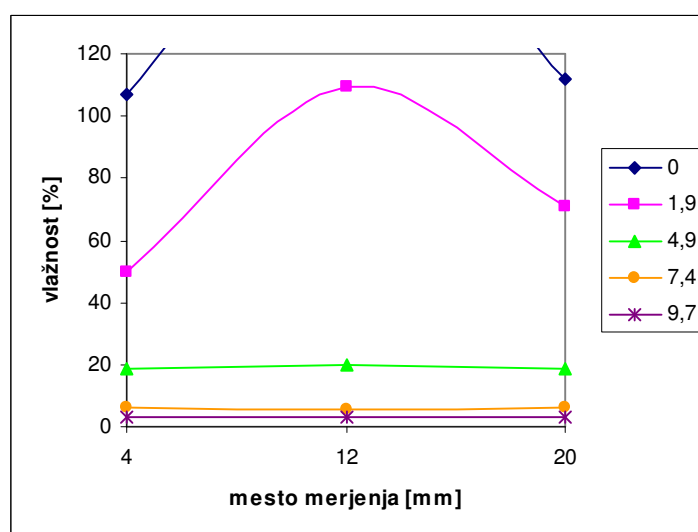
V nadaljevanju so prikazani vlažnostni profili oziroma vlažnost po prerezu preizkušanca v različnih intervalih sušenja.

Rahlo nesimetričnost vlažnostnega profila je bilo pričakovati zaradi samega delovanja liofilizatorja (sl.14). Vzorec na spodnji strani nalega na hladno polico in se tam vaporacija odvija drugače kot z zgornje strani. Sicer smo pri eksperimentih z bukovino in s hrastovino podložili lesene palčke, vendar se še vedno opazi vpliv hladilne police. Poleg tega je ventil za odvod pare na zgornji strani liofilizatorja in mogoče vpliva na hitrejše odvajanje sublimirane pare iz površine na zgornji strani vzorca. Razporeditev vlage po prerezu je enakomerna, manjše odstopanje se pojavi le na začetku sušenja.



Slika 14: Povprečni debelinski vlažnostni profil bukovih vzorcev v odvisnosti od časa sušenja (dni).

Vlažnostni profil po 1,9 dneva sušenja tako izstopa, ker led sublimira plast za plastjo (sl.15). Sušenje v tako kratkem času še ni doseglo mesta kjer smo naredili meritev, to je 100 mm od čela. V kasnejših intervalih se je les posušil enakomerno po celotni debelini.



Slika 15: Povprečni debelinski vlažnostni profil smrekovih vzorcev v odvisnosti od časa sušenja.

4.2.1.2 Vlažnostni profil po dolžini

Pri sublimacijski metodi sušenje poteka postopno, s sublimiranjem ledu plast za plastjo. Na sliki 16 je lepo vidna ostra meja med suhim in vlažnim predelom, ki ga sublimacija še ni dosegla. Prvi in drugi reženj sta utrpela čelne razpoke, kakor je značilno tudi pri klasičnem sušenju (sl. 16).

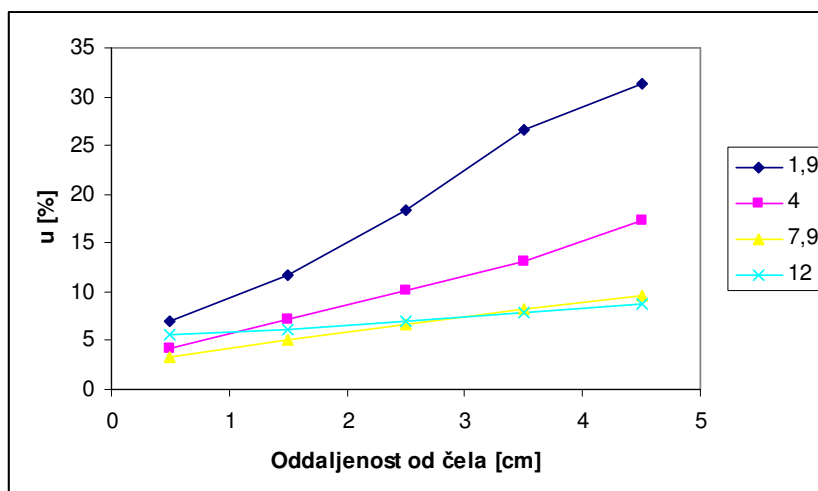


Slika 16: Vzorci smrekovine po 1,9 dneh sušenja. Vzorci za gravimetrično določanje vlažnosti si sledijo od čela z desne proti levi.



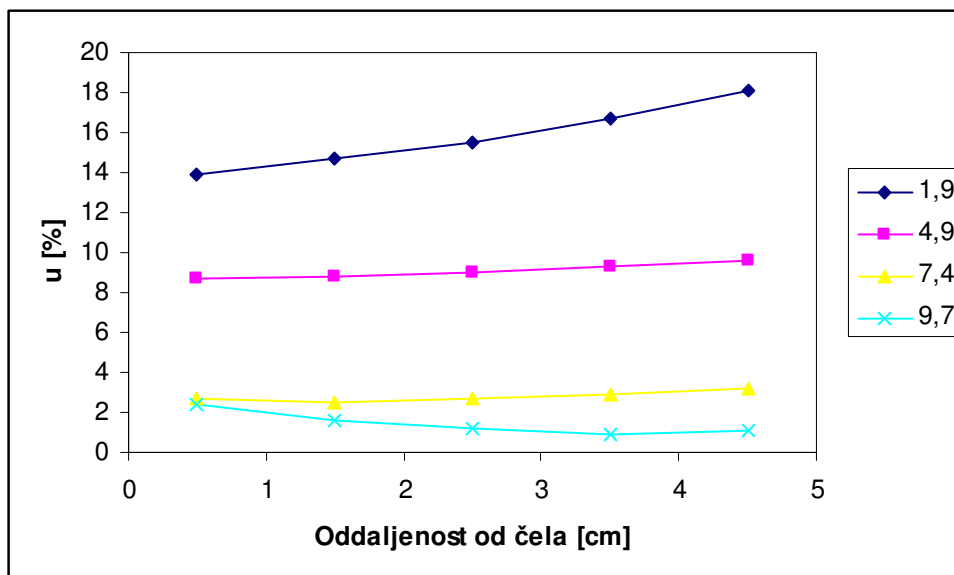
Slika 17: Vzorci smrekovine osušeni na absolutno suho stanje.

Vlažnostni profil hrastovine po dolžini kaže močno sušenje na čelih preizkušancev, ki le počasi preide v notranjost (sl.18). Razvidno je tudi, da dvanajsti dan sušenja nima vpliva na preučevanem območju preizkušanca, ker se le to ni osušilo bolj kot pri 7,9 dneh sušenja.



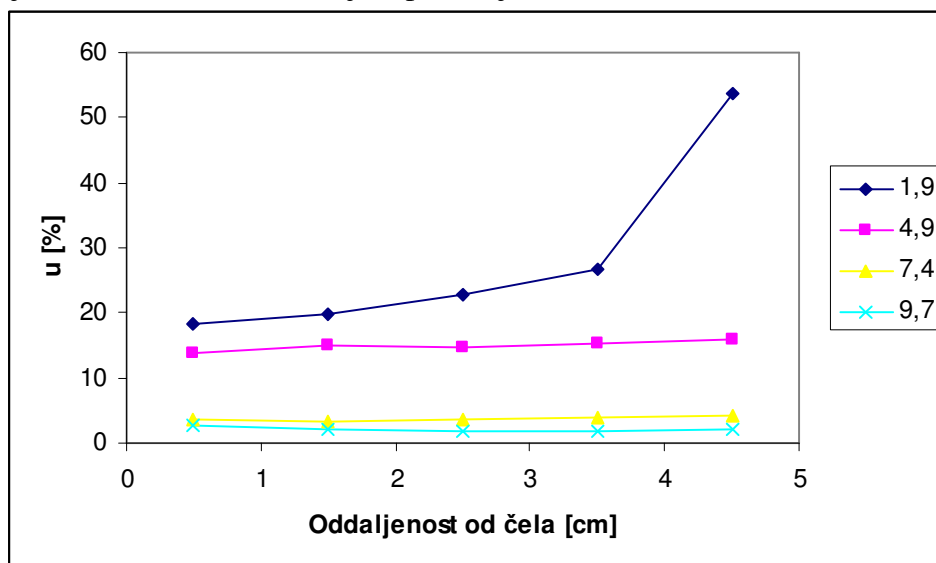
Slika 18: Vlažnostni profil hrastovine po dolžini za štiri izbrane čase sušenja.

Sušenje bukovine je potekalo popolnoma drugače kot pri hrastovini. Sušila se niso le čela ampak tudi notranjost, vendar postopno, s podaljševanjem sušenja je padala vlažnost enakomerno po celotnem preizkušancu. Sušenje pod tremi odstotki vlažnosti pa izkazuje nenavaden pojav, notranjost je namreč bolj suha od periferije (sl. 19).



Slika 19: Vlažnostni profil bukovega preizkušanca po dolžini za štiri izbrane čase sušenja.

Pri sušenju, ki je trajalo 1,9 dni, je v petem režnju opaziti nagel skok vlažnosti (sl. 16 in sl. 17). Torej smo pri času sušenja (1,9 dni) ujeli trenutek, ko sublimacija ledu ni prišla dlje kot 4 cm od čela. Sušenje smrekovine je podobno bukovini, tudi tukaj se je preizkušavec sušil postopno in enakomerno. Po najdaljšem intervalu sušenja, ko je vlažnost pod tremi odstotki, je bila sredica osušena bolj od periferije (sl. 20).



Slika 20: Vlažnostni profil smrekovine po dolžini za štiri izbrane čase sušenja.

4.2.2 Zaskorjenje

Pri smrekovini so se pojavljale večje deformacije vilic kakor pri drugih vrstah. Pri obeh vrstah (smreka, bukev) se napetosti po 48 urah niso sprostile, vilični test pri smreki kaže celo poslabšanje stanja, kar je zaskrbljujoče za nadaljnjo obdelavo tako posušenih elementov. Na rezultate pri tovrstni metodi meritev nekoliko vpliva tudi gradient vlažnosti. Medtem ko smrekovina prikazuje običajno krivuljo poteka zaskoritve (sl. 21), tega za bukovino ne moremo reči (sl. 22), sploh pa ne za hrastovino, ki ni dosegla zadostne končne vlažnosti za tovrstno oceno. Tako hrastovine nismo uvrstili med rezultate zaradi nepopolne krivulje.

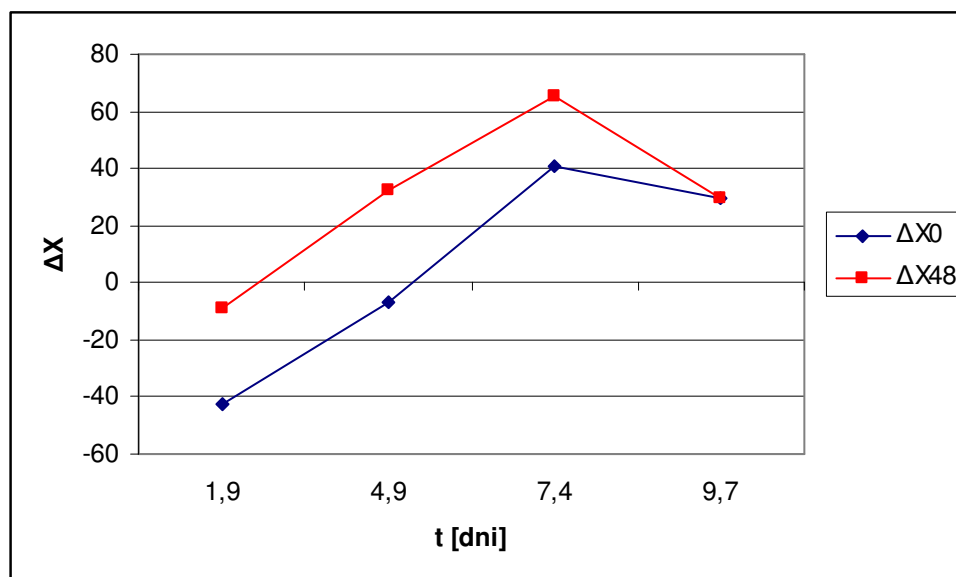
Preglednica 6: Zaskorjenje izračunano po standardni metodi za bukev in smreko. Predznak minuspredstavlja obratno zaskorjenje, plus pa zaskorjenje.

bukev	t [dni]	ΔX_0	ΔX_{48}
A1	1,9	-1,6	0,4
A2	4,9	5,5	24,3
A3	7,4	15,2	28,9
A4	9,7	25,2	24,4

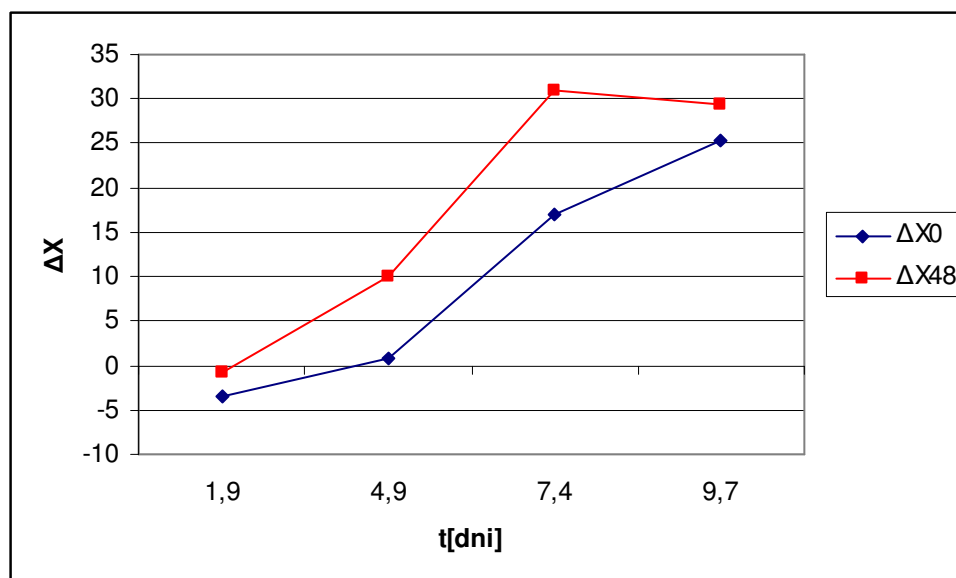
smreka	t [dni]	ΔX_0	ΔX_{48}
C1	1,9	-43,2	-9,4
C2	4,9	-7,8	48,4
C3	7,4	28,2	56,7
C4	9,7	28,1	30,5

bukev	t [dni]	ΔX_0	ΔX_{48}
B1	1,9	-5,4	-1,9
B2	4,9	-3,8	-4,3
B3	7,4	18,9	33,0
B4	9,7	25,4	34,2

smreka	t [dni]	ΔX_0	ΔX_{48}
D1	1,9	-41,7	-8,7
D2	4,9	-5,9	15,7
D3	7,4	53,0	74,4
D4	9,7	31,4	28,7



Slika 21: Povprečna zaskoritev smrekovine v odvisnosti od časa sušenja. Prva krivulja (Δx_0) prikazuje odklon roglov vilic takoj po razrezu vzorca, druga (Δx_{48}) po 48 urah na istih nepredušno zaprtih vzorcih.



Slika 22: Povprečna zaskoritev bukovine v odvisnosti od časa sušenja. Prva krivulja (Δx_0) prikazuje odklon roglov takoj po razrezu vzorca, druga (Δx_{48}) po 48 urah na istih nepredušno zaprtih vzorcih.

4.2.3 Skrčki in razpakanost

Pri skrčkih se je pojavil svojevrsten fenomen, in sicer pri bukovini ter smrekovini se je na sredini vzorec skrčil bolj kot na čelu, kar velja pri sušenju med 7,4 in 9,7 dnevi sušenja. Pri hrastu so skrčki izredno majhni za to lesno vrsto, kar je posledica slabega sušenja in visoke končne vlažnosti. Sicer je pa delovanje lesa primerljivo delovanju pri klasičnem komorskem sušenjem. Vzorci niso bili pravilno orientirani, zato so vrednosti zelo različne, vendar v mejah običajnih skrčkov med 5 % in 10 % (preg. 7).

Preglednica 7: Skrčki glede na čas sušenja in mesto, kjer je bila opravljena meritev za hrast, bukev in smreko.

	Mesto merjenja	2 dni	5 dni	7,5 dni	10 dni
		β [%]	β [%]	β [%]	β [%]
Hrast	sredina	0,1	0,6	1,5	1,6
	čelo	2,4	3,1	3,4	3,6
Bukev	sredina	2,0	6,7	8,6	8,4
	čelo	4,4	6,7	8,0	7,6
Smreka	sredina	0,2	0,9	6,2	6,5
	čelo	1,0	2,8	5,3	5,7

Posledica krčenja so razpoke, ki se pojavijo ob prekoračitvi natezne trdnosti lesa. Les počni na najbolj šibkih mestih, tudi pri sublimacijskem sušenju je to bilo na parenhimskih trakovih. Hrastovino smo sušili v dveh režimih, razlika v ostrosti med njima se opazi pri razpokah. Lahko bi rekli, da je režim $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$, $0,5\text{ mbar}$ blažji, ker med njim nastane manj

razpok. Največ je bilo opaznih napok na čelu, nekaj tudi poklin, vendar so večinoma ostale nevidne, ker se zaprejo, ko sušenje preide v notranjost preizkušancev. Nevidne pokline so bile najbolj moteče pri izdelavi vilične metode na smrekovih preizkušancih, ker je ta lesna vrsta imela največ poklin. Dobre rezultate smo dobili pri bukovini, kjer so v večji meri razpokala le čela preizkušancev (preg. 8 in pril. E). O razpokanosti hrastovine ne moremo podati ocene, ker se ni do konca osušila. Hrastovina z oznako E in F je bila drugačna od ostalih, redka in zelo vlažna, zaradi česar sklepam, da je mnogo bolj razpokala kot ostali hrastovi preizkušanci (priloga E). Takšen les velja za nekvalitetnega zaradi ozkih branik in malo kasnega lesa, zato smo ga izločili iz ocenjevanja.

Preglednica 8: Opis napak, ki so nastale na vseh bukovih in smrekovih preizkušancih.

Vrsta lesa in režim sušenja	t	Šifra vzorca	Vrsta napake
	[dni]		
Bukev – 1 °C 0,08 mbar	1,9	A1	napoke na robu čela
		B1	napoke na robu čela
	4,9	A2	napoka na sredini čela
		B2	napoka na sredini čela
	7,4	A3	nekaj zelo ozkih napok na sredini čela
		B3	plitke in ozke napoke sredi čela
	9,7	A4	
		B4	nekaj razpok na sredini čela
Smreka – 1 °C 0,08 mbar	1,9	C1	čelne napoke vzdolžno do 5 cm in čelne razpoke
		D1	čelne napoke vzdolžno do 5 cm in čelne razpoke
	4,9	C2	čelne napoke in vzdolžna razpoka do 10 cm od čela
		D2	čelne napoke in vzdolžna razpoka do 10 cm od čela
	7,4	C3	veliko čelnih razpok, pokline
		D3	široka vzdolžna razpoka, nekaj poklin in ozke čelene razpoke
	9,7	C4	veliko kratkih razpokic na sredini čela, večja poklina
		D4	veliko kratkih razpokic na sredini čela in večja poklina

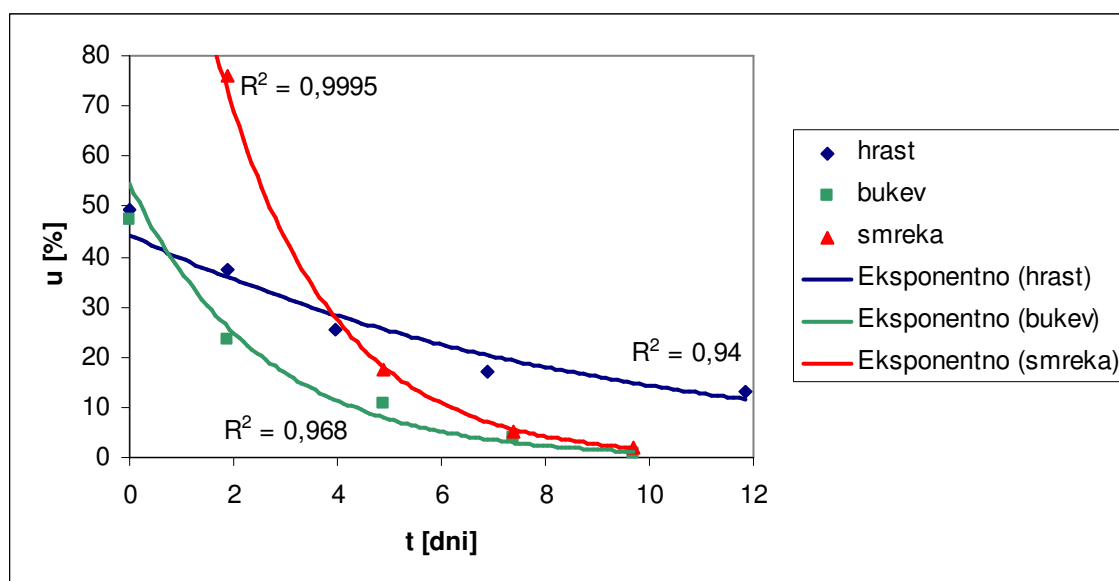
5 RAZPRAVA IN SKLEPI

5.1 RAZPRAVA

Po pregledu vseh rezultatov, primerjanju med seboj in ugotavljanju morebitni odvisnosti med njimi, lahko naredim zaključke za vsako lesno vrsto posebej.

5.1.1 Hrastovina

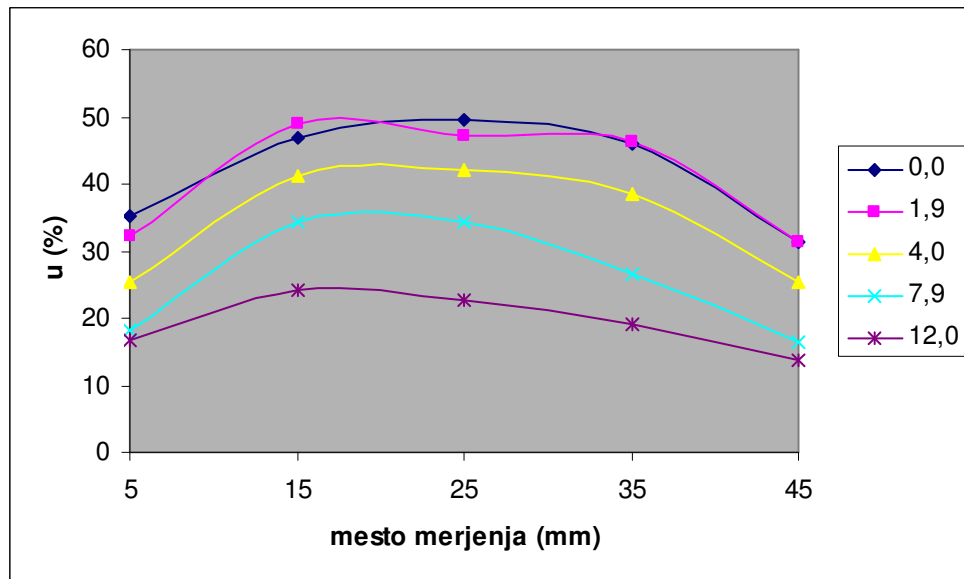
Hrastovine se s konvencionalnimi postopki ne da hitro posušiti, tako je tudi z liofilizacijo nismo mogli. Na hrastovini smo sušenje preizkušali z dvema različnima režimoma in debelinama vzorca. Majhna razlika med režimoma je opazna, režim z izrazitejšim vakuumom in višjo temperaturo police se je izkazal za hitrejšega, zato je bil isti režim uporabljen za vse eksperimente. Eksponentna trendna črta hitrosti sušenja se najslabše prilega eksperimentalnim vrednostim hrasta. Pri obeh ostalih vrstah ima R^2 višjo vrednost. To pomeni, da v primeru računanja vmesnih vrednosti, bi pri hrastu prišli do manj natančnih rezultatov (sl. 23).



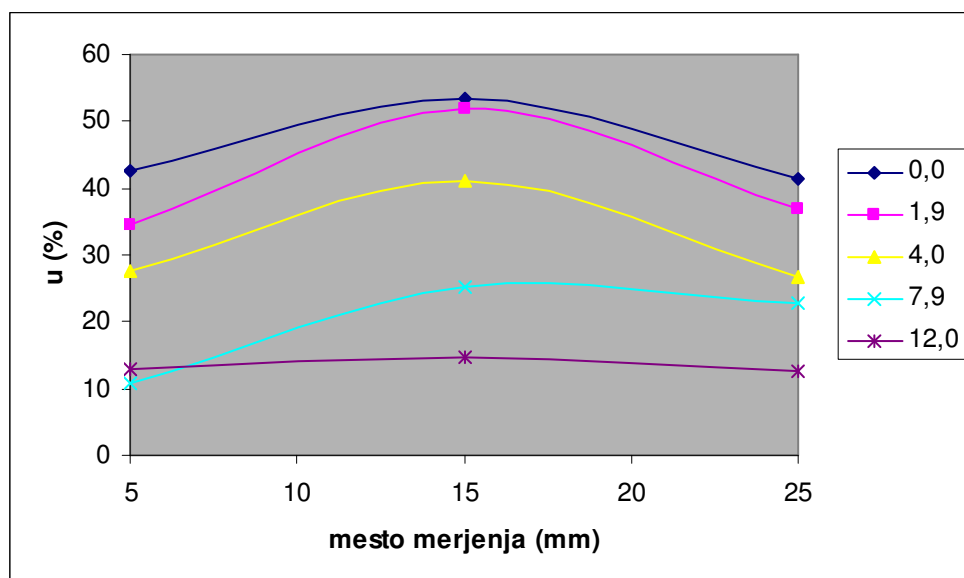
Slika 23: Povprečne sušilne krivulje z eksponentno trendno črto.

Sušilna hitrost hrastovine je bila ves čas najmanjša med preizkušenimi lesovi, pri dvanajstem dnevu je bila že tako majhna, da se izenači s sušenjem po konvencionalnem postopku. Pri klasičnem komorskem sušenju se izkustveno hrastovina povprečno posuši med 0,5 %/dan pri debelini 50 mm in 0,9 %/dan pri debelini 25 mm. Eksperimenta s hitrostjo sušenja 0,8 %/dan ni bilo več smiselno podaljševati, ker bi potem dosegli enake čase kot pri konvencionalnih postopkih.

Iz slike 24 je razvidno enakomerno sušenje po celotnem prerezu, kajti periferija je imela manj vlage že pred sušenjem. Sušenje je torej bilo najbolj intenzivno v vzdolžni smeri, prečno pa zanemarljivo. Kljub vsemu so bili vlažnostni gradienti veliki, vendar ne tako problematični, saj se vlažnost periferije gibala okoli TNCS. V celoti gledano pri vlažnosti preizkušancev obeh debelin je razlika opazna pri končni vlažnosti, a pri razporedu vlažnosti po prerezu ne toliko, kakor tudi ne pri vzdolžnem sušenju (sl. 24 in sl. 25).



Slika 24: Povprečni vlažnostni profili pri različnih intervalih (dnevih) sušenja hrastovine debeline 50 mm.



Slika 25: Povprečni vlažnostni profili pri različnih intervalih (dnevih) sušenja hrastovine debeline 25 mm.

Po dolgotrajnem sušenju se je pri razrezu 9 cm od čela še vedno videlo mokre predele v sredini, med tem ko so bila čela že precej suha. Predvidevamo, da v obeh primerih slaba parna permeabilnost zmanjšuje pretok sublimirane pare.

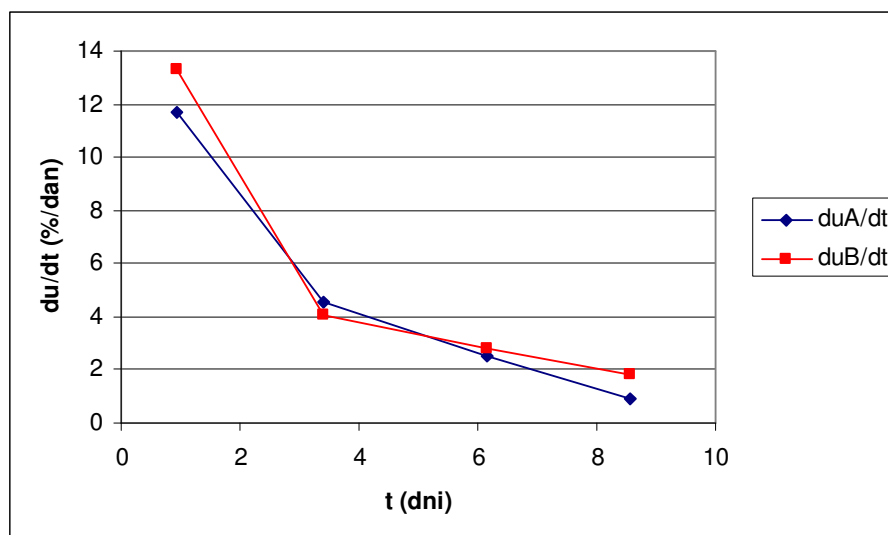
Zaskorjenje celovito težko ocenimo, kajti preizkušanci se niso osušili do želene vlažnosti. Do te mere kot smo osušili, vilični testi niso kazali velikih napetosti, ker se les tudi ni pretirano krčil. Skrčki so bili tudi po dvanajstih dneh manj kot 3,6 %, kar je posledica vlažnosti periferije tik pod TNCS. Nekaj razpokic se je pojavilo na nekaterih čelih preizkušancev, sicer jih pa ni bilo. Izjema so vzorci z oznako E in F, ki so bili iz zelo redkega in vlažnega lesa. Te sem tudi sicer izločil pri rezultatih, ker ne predstavljajo kvalitetne hrastovine za uporabo v industriji.

Ključni zaviralec sušenja je slaba parna permeabilnost, zaradi značilnega otiljenja trahej. Torej sublimacijsko sušenje pri hrastu nima časovnih prednosti, a v prid je podatek, da ni prišlo do obarvanj. Pri razrezu vzorcev nismo zasledili kolapsa celičnih sten ali kakšne druge deformacije kot posledice ostrih pogojev sušenja (temperatura, tlak).

5.1.2 Bukovina

Bukovi preizkušanci so bili vsi debeline 25 mm in sušeni po režimu $-1\text{ }^{\circ}\text{C}$ in 0,08 mbar. V samo petih dneh so se posušili do 10,5 % vlažnosti, v 9,7 dneh pa na le en odstotek lesne vlažnosti. Glede na to, da kakovostno normalnotemperaturno konvekcijsko komorsko sušenje lesa z delno izmenjavo zraka traja pri isti debelini 18 dni, je sublimacijsko sušenje približno trikrat hitrejše s tem, da se nismo ozirali na kakovost. Podatke o hitrosti

omenjenega konvencionalnega postopka smo dobili izkustveno. Bukovina z enako začetno vlažnostjo (približno 50 %) se do končne vlažnosti 8 % s konvencionalnim postopkom suši povprečno 2,2 %/dan. Na začetku sublimacijskega sušenja pa je hitrost bila visokih 12,5 %/dan in pri petem dnevu 2,7 %/dan, kar je še vedno veliko (sl. 26).



Slika 26: Sušilna hitrost obeh bukovih preizkušancev.

Za meritve gradienta vlažnosti smo odvzeli vzorec 100 mm od čela. Glede na to, da so bile visoke sušilne hitrosti bi pričakovali visok gradient vlažnosti, vendar ni bil. Povprečno je znašal le 1,4 %/cm. Ta podatek in majhno število napak so zelo vzpodbudni za sublimacijsko sušenje bukovine. Sublimacijsko sušenje je potekalo, glede na vlažnostni profil, najprej z odparevanjem proste vode nad TNCS. Daljše kot je bilo sušenje, več vezane vode se je izločilo. Vz dolžni vlažnostni gradient ni velik, kar izkazuje hitro sušenje po vzdolžni osi. Zaskorjenje pri bukovini je bilo kar močno še posebej po 48 urah, kar se na preizkušancih ni poznalo, vendar bi lahko delalo težave pri nadaljnji obdelavi.

Bukovina je najbolj delovala, pri okrog 11-odstotni vlažnosti se je skrčila 6,7 %, ob koncu sušenja pa 8,4 %. S konvencionalnim sušenjem so standardne vrednosti za bukev 5,8 % radilano in 11,8 % tangencialno, s tem je najbolj ekstremna od komercialnih slovenskih lesnih vrst. Vidimo, da sublimacijsko sušenje nič ne pripomore k zmanjšanju teh skrčkov, tako kot recimo pri arheološkem lesu impregniranim s polietilen glikolom (PEG). Pri tem sušenju torej ne moremo govoriti o prednostih, kot jih ima sublimacijsko sušenje arheološkega lesa pred klasičnim sušenjem. Razpok pri bukovini ni nastalo veliko. Te, ki so se pojavile, so bile na robu čela in ozke. Pri bolj osušenem preizkušancu so bile vidne na sredini čela, izgledale so kot ozke sataste. Nobena razpoka ni segala skozi cel vzorec niti ni bilo opaziti nobene vrste veženja vzorca, kakor tudi pri ostalih dveh vrstah.

Vzdolžni vlažnostni profil in meritve skrčkov so pokazale za sušenje svojevrsten fenomen, namreč po 9,7 dneh sušenja je bil preizkušanec vedno bol suh proti sredini in hkrati tudi

bolj ozek. Za višjo vlažnost čel od ostalega dela, je možna razlaga, da so se navlažila med meritvami ali končani sekundarni fazi sušenja, ko liofilizator miruje. Vedeti moramo, da je les pri tako nizki vlažnosti (1 %) močno higroskopičen.

V celoti gledano se je les sušil hitro, do želene vlažnosti in več, brez obarvanja, veženja ali močnih razpok. Dobre rezultate sušenja kvarijo vrednosti viličnega testa, kajti napetosti se po 48 urah niso zmanjšale, ostale so enake ali celo višje. To je zaskrbljujoč podatek, ker bi lahko privedel do deformacij pri končnem izdelku.

5.1.3 Smrekovina

Smrekovi vzorci za eksperiment so bili vzeti s periferije debla, zato so bili zelo vlažni. Iz začetne vlažnosti okrog 170 % so se zelo hitro posušili na kar 2 % v 9,7 dneh. Na ciljnih 8 % bi se smrekovina posušila v 6,6 dneh. Lesa iglavcev se v vakuumski in kondenzacijski sušilnici ne splača sušiti, vsaj ne v dimenzijah deske. Iz tega razloga je postopek najbolj smiselno primerjati s konvekcijsko komorsko metodo sušenja. Izkušveno vemo, da sušenje smrekovine debeline 50 mm traja toliko časa kot sušenje bukovine debeline 25 mm. Iz tega lahko sklepamo, da se naj bi smrekovina debeline 25 mm posušila več kot dvakrat hitreje od bukovine, torej najkasneje v devetih dneh (končna vlažnost 8 %). Glede na to je bilo sublimacijsko sušenje le 2,4 dni hitreje, kar ni velika prednost, zato je dokaj primerljivo klasičnemu sušenju.

Vlažnostni gradient je malenkost večji kot pri bukvi, vendar še vedno majhen. Vlažnostni profil po dolžini je enakomeren, edino na začetku sušenja smo ujeli stanje, ko sublimacija ledu ni prišla dlje od štirih centimetrov. Slednje potrjuje, da sublimacija poteka postopno z odparevanjem ledu plast za plastjo v globino preizkušanca.

Meritve zaskorjenja po času nam nakažejo običajno krivuljo, na začetku negativno, v drugi tretjini sušenja vrh notranjih napetosti ter na koncu popuščanje notranjih napetosti. Generalno gledano je zaskorjenje precejšnje in po 48 urah se te napetosti še povečajo. Orientacija lesa ni bila pravilna, tako skrčke ne morem razdeliti na radialne in tangencialne, vendar glede na literaturo lahko potrdim, da so znotraj meja (3,5 % – 8 %), saj je bila najvišja izmerjena vrednost 6,5 %. Hitro sušenje je slabo vplivalo na vizualno podobo preizkušancev, vidnih je bilo veliko različnih razpok, medtem ko obarvanj ni bilo.

5.2 SKLEPI

Sušili smo hrastovino, bukovino in smrekovino. Predpostavili smo, da sublimacijsko sušenje parno nepermeabilnih lesnih vrst ne bo imelo bistvenih prednosti pred konvencionalnimi postopki, kar se je s hrastovino izkazalo za pravilno hipotezo. Kljub preizkušanju z dvema različnima režimoma, otiljenje hrasta tudi pri tem načinu sušenja predstavlja neizogibno oviro. Sublimacijsko sušenje je potekalo enako hitro kot pri konvencionalnih postopkih. Visoki vlažnostni gradienti niso bili tako problematični, ker sušenje, razen na čelih, ni doseglo želene vlažnosti. S takimi rezultati sublimacijsko sušenje hrasta ne more konkurirati konvencionalnim, ki so sicer po hitrosti podobni, vendar mnogo cenejši in večjih kapacitet.

Bukovina je med sušenjem kazala vzpodbudne rezultate, sušila se je od trikrat do štirikrat hitreje kot pri konvekcijsko komorskem sušenju, imela je nizek gradient vlažnosti, ni se obarvala, končna vlažnost je bila celo blizu ničle. Pri nadaljnji uporabi teh vzorcev za izdelke bi se pa lahko pojavile težave s pokanjem ali zvijanjem med obdelavo. Na to nakazuje vilični test, ki je po 48 urah pokazal, da so napetosti ostale enake, pri nekaj vzorcih pa se celo povečale.

Smrekovina se je sušila hitro in skoraj do absolutno suhega stanja, ampak ker se tudi pri klasičnem postopku suši hitro, tu sublimacijsko sušenje ni v prednosti. Na začetku in v tretji četrtini sušenja so se pojavile visoke napetosti, najprej negativne, potem pozitivne, kar bi poleg ne ravno kvalitetne zgradbe lesa (širokih branik) lahko bil vzrok za veliko število razpok v vseh fazah sušenja. Zaradi razpok je večina vzorcev med nadaljnjo obdelavo razpadla, kar je slab znak za kvaliteto sublimacijskega sušenja.

Pri večini lesnih vrst bi v začetni fazi rabili milejši način sušenja, kar pa je v liofilizatorju težko regulirati. Pozitivno nas je presenetila dosežena končna vlažnost pri bukovini in smrekovini, kar je dobro, saj nam za nizko končno vlažnost tako ni treba lesa izpostavljati visokim temperaturam (103 °C), s katerimi se les lahko močno poškoduje. Ostalih pomembnejših prednosti nismo ugotovili.

Možnost uvajanja v industrijsko prakso bi bilo treba še stroškovno preučiti, načeloma pa vemo, da je postopek sublimacijskega sušenja z vidika stroškov obratovanja in kapacitete komor nekonkurenčen konvencionalnim postopkom. Tudi z vidika kinetike in kakovosti osušenega lesa hrastovina in smrekovina nimata prednosti pred konvencionalnim sušenjem. Nasprotno pa lahko rečemo za bukovino, ki je imela ugodne rezultate. Največja prednost bukovine je osušitev do samo enega odstotka ob nepoškodovani strukturi lesa.

6 POVZETEK

Sušenje lesa v industriji je neizogibno, s tem predstavlja velik delež stroškov in časa pri obdelavi lesa do končnega proizvoda, kar ni skladno z gospodarskimi težnjami po skrajševanju dobavnih rokov ter doseganju čim manjših stroškov. Naloga stroke je, da najde najboljši kompromis med temi nasprotujočimi dejstvi. V Sloveniji so med komercialno najbolj zanimivimi lesnimi vrstami hrastovina, bukovina in smrekovina. Vsaka ima značilne sušilne karakteristike, ki v praksi sušenja še vedno predstavljajo od vrste do vrste različne težave. Prav zaradi slednjega sušenje lesa zahteva širok pristop. Z enostranskim pristopom res lahko rešimo preučevano težavo, vendar s tem lahko hitro nastane nekaj nezaželenih vplivov na druge lastnosti posušenega lesa. Sušenje lesa poteka z različnimi uveljavljenimi postopki, a težnje k izboljšanju nas ženejo še v preizkušanje postopkov, ki se sicer do sedaj niso uveljavili v naši stroki.

Sublimacijsko sušenje, ki ga v ostalih strokah imenujejo liofilizacija, je uveljavljen postopek. V lesarstvu se razen za sušenje arheološkega lesa impregniranega s PEG ni uporabljal, zato nam je bil to povod, da ga preizkusimo. Pri tem so nas zanimale prednosti in pomanjkljivosti postopka ter možnost uvajanja v industrijsko prakso. Najbolj uporabljane slovenske lesne vrste (hrast, bukev, smreka) je bil namen primerjalno ovrednotiti s konvencionalnim postopkom. Cilj nam je bil izvesti primerjavo predvsem z vidika trajanja in hitrosti sušenja ter kakovosti osušenega lesa, prisotnost površinskih in notranjih razpok ter veženj.

Napravo za sublimacijsko sušenje imenujemo liofilizator. Postopek sublimacijskega sušenja se začne z zamrzovanjem materiala pod 0 °C. Po zamrznitvi ali tudi prej se z vakuumiranjem komore začne vzpostavljati pogoji za primarno sušenje, ki se začne, ko je dosežen tlak vsaj 6,1 mbar. Po sublimaciji vse proste vode nastopi sekundarna faza v kateri povišamo temperaturo. Zvišana temperatura omogoča, da zrak v okolici sprejme več vlage in tako se prične desorbicija, pri čemer izhlapi večji del vezane vode.

Glede na omejene dimenzije komore liofilizatorja smo naredili vzorce v velikosti 280 × 70 × 25 mm ter hrast izjemoma še debeline 50 mm. V svetu je trend kontroliranega sušenja že od svežega stanja, zato so bili vzorci vzeti iz beljave, ki je najbolj vlažna. Skupno smo pripravili 48 vzorcev. Tolikšno število je potrebno zaradi večje zanesljivosti dobljenih podatkov, dveh vzporednih vzorcev in predvsem zaradi sledilnih vzorcev. Sušilne krivulje namreč ne moremo dobiti z meritvijo na enem preizkušancu, ampak smo za to potrebovali nekaj čim bolj podobnih kosov lesa, v našem primeru smo ocenili, da so štiri zaporedja dovolj. Posledično smo sušenje morali prekinjati po vnaprej izbranih časovnih intervalih, da smo po vsakem intervalu izmerili vlažnost, ter tako dobili sušilno hitrost. Po prekinitvi namreč nadaljnje sušenje v liofilizatorju ni več možno.

Dobra preučitev postopka sublimacijskega sušenja zahteva veliko različnih meritev, zato je

za primerljivost dobljenih podatkov zelo pomemben enak postopek dela, ki je bil za vse šarže tega eksperimenta v naslednjem vrstnem redu:

1. zamrzovanje preizkušancev;
2. tehtanje preizkušancev;
3. merjenje dimenzij;
4. fotografiranje preizkušancev;
5. izbira programa (temperatura kontaktne plošče za vsako fazo posebej, tlak, trajanje primarne faze, trajanje sekundarne faze);
6. po izbranem časovnem intervalu sublimacijskega sušenja ponovitev 2., 3. in 4. točke ter izvedba kontrole kakovosti (povprečna vlažnost, vlažnostni profil po debelini in dolžini, zaskorjenje).

Hrast se je na koncu poizkusa pri dvanajstem dnevu sublimacijskega sušenja sušil le s hitrostjo 0,8 odstotka na dan in dosegel ne dovolj nizkih 13 odstotkov lesne vlažnosti. Ključni zaviralec sušenja hrasta je slaba parna permeabilnost, zaradi značilnega otiljenja trahej. Torej sublimacijsko sušenje pri hrastu nima časovnih prednosti, a v prid je podatek, da ni prišlo do obarvanj. Pri razrezu vzorcev nismo zasledili kolapsa celičnih sten ali kakšne druge deformacije kot posledice ostrih pogojev sušenja (temperatura, tlak).

Bukovina je dosegla nizko vlažnost, vse do enega odstotka, pri petem dnevu je bila hitrost sušenja 2,7 %/dan. Obarvanje značilno za bukovino se ni pojavilo, skrčki so bili pa še vedno največji med slovenskimi lesnimi vrstami. V celoti gledano se je bukovina sušila hitro, do zelene vlažnosti in več, brez obarvanja, veženja ali močnih razpok. Dobre lastnosti sušenja kvarijo rezultati pri viličnem testu, napetosti se namreč po 48 urah niso zmanjšale, ostale so enake ali celo višje. To se mi zdi zaskrbljujoč podatek, ker bi lahko privedel do deformacij pri končnem izdelku.

Smreka se je sušila hitro in skoraj do absolutno suhega stanja, ampak ker se tudi pri klasičnem postopku suši hitro, tu sublimacijsko sušenje ni v prednosti. Na začetku in v tretji četrtini sušenja so se pojavile visoke napetosti, najprej negativne, potem pozitivne, kar bi poleg ne ravno kvalitetne zgradbe lesa (širokih branik), lahko bil vzrok za veliko število razpok v vseh fazah sušenja. Zaradi razpok je večina vzorcev med nadaljnjo obdelavo razpadla, kar je slab znak za kvaliteto sublimacijskega sušenja.

7 VIRI

- Ambrose W R. 1990. Application of freeze-drying to archaeological wood. Seattle, American Chemical Society: 235–261
- Bao F., Lu J., Avramidis S. 1999. On The Permeability of Main Wood Spices in China. *Holzforschung*, 53: 350–354
- Gosar M. 2007. Vpliv kakovosti smrekovine na izkoristek osušenega žaganega lesa. Diplomsko delo visokošolskega strokovnega študija. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 51 str.
- Kambič G. 2001. Laboratorijska sublimacijska sušilna naprava. Diplomaska naloga visokošolskega strokovnega študija. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za strojništvo: 69
- Kambič laboratorijska oprema d.o.o. 2010. Liofilizacija arheološkega mokrega lesa. http://www.kambic.com/popup.php?content_images/poizkusi_5.jpg (16. 5. 2010)
- Merela M. 2002. Zgradba in radialna plinska permeabilnost reakcijskih con pri bukvi. Univerzitetna diplomaska naloga. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Biotehniška fakulteta, Oddelek za lesarstvo: 51 str.
- Povh B. 1998. Osnove liofilizacije (I. del). *Vakuumist*, 18, 4: 11–13
http://www.imt.si/dvts/1998/1998_4/1998_4_4_100dpi.pdf
- Povh B. 1999. Osnove liofilizacije (III. del). *Vakuumist*, 19, 2: 9–11
http://www.imt.si/dvts/1999/1999_2/1999_2_3_100dpi.pdf
- SIST EN 13183–1. Delež vlage v žaganem lesu. Določevanje gravimetrično s sušenjem do absolutno suhega lesa. Moisture content of a piece of sawn timber – Determination by oven dry method. 2003
- SIST ENV 14464. Žagani les – Metoda za ocenjevanje zaskorjenosti. Sawn timber – Method for assement of case – hardening. 2003
- Watson J. 2004. The freeze – drying of wet and waterlogged materials from archeological excavations. *Physic education*, 39, 2: 171 – 177
- Wittke J. Diagram P-T za vodo. 2010. Northern Arizona University (19. 2. 2010)
<http://www4.nau.edu/meteorite/Meteorite/Book-GlossaryS.html> (11. 5. 2010)

ZAHVALA

Izr. prof. dr. Željko Gorišek, hvala za veliko pomoč pri pridobivanju naslova za mojo diplomsko nalogo ter strokovno usmerjanje med eksperimentalnim in pisnim delom.

Asist. dr. Alešu Stražetu hvala za strokovno pomoč ter hvala Luki Kržetu dipl. inž. les. za pripravo vzorcev.

Recenzentki doc. dr. Dominiki Gornik Bučar hvala za pregled diplomske naloge.

Podjetju Kambič Laboratorijska oprema hvala za omogočeno uporabo liofilizatorja, predvsem hvala pa Gorazdu Kambiču za dragocene informacije o liofilizaciji ter pomoč pri delu z liofilizatorjem.

Zahvala gre še vsem bližnjim za podporo in razumevanje.

PRILOGE

Priloga A Preglednica s podatki dobljenimi za bukovino in smrekovino pred in med sublimacijskim sušenjem

ozna.	čas	čas	rež.	rež.	m pred	masa po	m v	dim. pred liof.		d. po liof. (per.)		d. po liof. (sredi)		vizualna
vzor.	suš.	suš	(p)	T	liof.	liof	lab.	širina	deb.	širina	deb.	širina	deb.	ocena
	dni	h	mb	°C	(g)	(g)	(g)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	
A1	1,9	46	0,08	-1	511,78	293,87	262	70,12	25,14	67,03	24,5	68,73	24,87	
B1					511,78	293,87		70,15	25	67,03	24,5	68,73	24,87	
C1	1,9	46	0,08	-1	419,2	288,83		70,16	24,8	69,39	24,12	69,96	24,78	plesen
D1					419,2	288,83		70,08	24,82	69,39	24,42	69,96	24,82	
A2	4,9	118	0,08	-1	407,05	270,08		70,12	25,14	65,14	24,05	64,63	23,98	
B2	4,9	118	0,08	-1	426,02	293,69		70,15	25	65,73	24,22	66,23	24,09	
C2	4,9	118	0,08	-1	501,06	198,83		70,16	23,8	68,23	23,32	69,74	23,94	razpokal
D2	4,9	118	0,08	-1	471,48	197,77		70,08	24,82	68,03	24	69,29	24,4	razpokal
A3	7,4	178	0,08	-1	406,92	259,28		70,12	25,14	64,79	23,92	63,79	23,85	
B3	7,4	178	0,08	-1	426,65	276,63		70,15	25	64,23	23,85	64,37	24,09	
C3	7,4	178	0,08	-1	500,54	171,71		70,16	23,8	66,47	22,85	66,67	23,33	
D3	7,4	178	0,08	-1	511,52	166,99		70,08	24,82	66,36	23,47	64,82	23,62	volnat, ni raz
A4	9,7	232	0,08	-1	417,79	263,88	264,4	70,12	25,14	64,42	24	64,24	23,91	
B4	9,7	232	0,08	-1	436,1	274,4	274,9	70,15	25	65,14	23,65	64,2	23,9	
C4	9,7	232	0,08	-1	509,97	172,19	172,6	70,16	23,8	66,7	23,4	65,61	23,19	
D4	9,7	232	0,08	-1	503,9	170,76	171,3	70,08	24,82	65,5	23,49	65,5	23,82	smola na čelu

Podatki dobljeni po sublimacijskem sušenju – kontrola kakovosti

povprečna vlažnost			
	po liof. (g)	končna (g)	%
A1	11,075	9,008	22,95
B1	11,204	9,012	24,32
C1	10,379	5,954	74,32
D1	10,595	5,961	77,74
A2	9,785	8,961	9,20
B2	10,675	9,522	12,11
C2	6,654	5,590	19,03
D2	6,787	5,849	16,04
A3	9,735	9,464	2,86
B3	9,704	9,231	5,12
C3	6,090	5,683	7,16
D3	6,081	5,875	3,51
A4	9,452	9,383	0,74
B4	9,872	9,777	0,97
C4	6,030	5,914	1,96
D4	6,253	6,128	2,04

VLAŽNOSTNI PROFIL															
	pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%
A1/1	3,700	3,062	20,8361	B1/1	3,710	3,062	21,163	C1/1	2,604	1,811	43,79	D1/1	2,824	1,811	55,936
A1/2	3,545	2,870	23,5192	B1/2	3,555	2,870	23,868	C1/2	4,045	1,943	108,2	D1/2	4,065	1,943	109,21
A1/3	3,246	2,565	26,5497	B1/3	3,256	2,565	26,94	C1/3	3,390	1,933	75,38	D1/3	3,210	1,933	66,063
A2/1	3,574	3,2	11,6875	B2/1	3,712	3,323	11,706	C2/1	2,052	1,742	17,8	D2/1	2,271	1,9	19,526
A2/2	3,460	3,098	11,685	B2/2	3,582	3,232	10,829	C2/2	2,065	1,740	18,68	D2/2	2,258	1,871	20,684
A2/3	3,535	3,17	11,5142	B2/3	3,607	3,272	10,238	C2/3	2,131	1,801	18,32	D2/3	2,246	1,88	19,468
A3/1	2,978	2,883	3,29518	B3/1	2,918	2,798	4,2888	C3/1	1,896	1,761	7,666	D3/1	1,944	1,863	4,3478
A3/2	3,091	2,983	3,62052	B3/2	3,153	2,998	5,1701	C3/2	1,785	1,647	8,379	D3/2	1,853	1,804	2,7162
A3/3	2,713	2,604	4,18587	B3/3	3,177	2,999	5,9353	C3/3	1,741	1,618	7,602	D3/3	1,768	1,69	4,6154
A4/1	3,256	3,203	1,6547	B4/1	3,317	3,273	1,3443	C4/1	2,071	2,013	2,881	D4/1	2,186	2,126	2,8222
A4/2	3,277	3,248	0,89286	B4/2	3,433	3,401	0,9409	C4/2	2,069	2,013	2,782	D4/2	2,078	2,021	2,8204
A4/3	3,262	3,213	1,52505	B4/3	3,312	3,265	1,4395	C4/3	2,127	2,064	3,052	D4/3	2,054	1,995	2,9574

VLAŽNOSTNI PROFIL po dolžini kosa (začetek na čelu)															
	pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%
A1/1	10,339	9,034	14,4	B1/1	10,239	9,034	13,338	C1/1	6,837	5,789	18,1	D1/1	6,737	5,689	18,422
A1/2	10,237	8,884	15,2	B1/2	10,137	8,884	14,104	C1/2	6,956	5,788	20,18	D1/2	6,796	5,688	19,48
A1/3	10,44	8,995	16,1	B1/3	10,34	8,995	14,953	C1/3	7,069	5,77	22,51	D1/3	6,969	5,67	22,91
A1/4	10,434	8,896	17,3	B1/4	10,334	8,896	16,165	C1/4	7,31	5,786	26,34	D1/4	7,21	5,686	26,803
A1/5	10,705	9,022	18,7	B1/5	10,605	9,022	17,546	C1/5	9,335	5,929	57,45	D1/5	8,735	5,829	49,854
	pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%
A2/1	9,566	8,837	8,25	B2/1	10,929	10,015	9,1263	C2/1	6,454	5,7	13,23	D2/1	6,531	5,721	14,158
A2/2	9,554	8,838	8,1	B2/2	10,414	9,514	9,4597	C2/2	6,699	5,788	15,74	D2/2	6,612	5,774	14,513
A2/3	9,995	9,245	8,11	B2/3	10,424	9,49	9,8419	C2/3	6,624	5,774	14,72	D2/3	6,541	5,691	14,936
A2/4	9,623	8,893	8,21	B2/4	10,65	9,651	10,351	C2/4	6,549	5,668	15,54	D2/4	6,675	5,787	15,345
A2/5	9,736	8,977	8,45	B2/5	10,329	9,323	10,791	C2/5	6,619	5,688	16,37	D2/5	6,666	5,766	15,609
	pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%
A3/1	9,365	9,156	2,28	B3/1	9,875	9,585	3,0256	C3/1	5,835	5,575	4,664	D3/1	5,864	5,726	2,4101
A3/2	9,331	9,154	1,93	B3/2	9,590	9,299	3,1294	C3/2	5,998	5,726	4,75	D3/2	5,752	5,634	2,0944
A3/3	9,139	8,962	1,98	B3/3	9,924	9,597	3,4073	C3/3	5,943	5,653	5,13	D3/3	5,921	5,797	2,139
A3/4	9,196	9,006	2,11	B3/4	9,852	9,502	3,6834	C3/4	5,827	5,519	5,581	D3/4	5,865	5,725	2,4454
A3/5	9,338	9,115	2,45	B3/5	9,768	9,388	4,0477	C3/5	5,78	5,458	5,9	D3/5	5,87	5,716	2,6942
	pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%		pred	po	%
A4/1	9,664	9,438	2,39	B4/1	10,082	9,845	2,4073	C4/1	6,198	6,034	2,718	D4/1	5,859	5,706	2,6814
A4/2	9,499	9,361	1,47	B4/2	10,187	10,018	1,687	C4/2	6,016	5,889	2,157	D4/2	6,039	5,924	1,9413
A4/3	9,315	9,210	1,14	B4/3	9,952	9,825	1,2926	C4/3	5,997	5,889	1,834	D4/3	5,866	5,754	1,9465
A4/4	9,489	9,410	0,84	B4/4	10,361	10,254	1,0435	C4/4	6,118	6,019	1,645	D4/4	6,127	6,014	1,8789
A4/5	9,793	9,682	1,15	B4/5	10,189	10,081	1,0713	C4/5	6,631	6,496	2,078	D4/5	6,548	6,406	2,2167

Priloga B Podatki za hrastovino, režim dva (-1 °C, 0,08 mbar)

ozna. vzor.	čas suš. dni	dej. čas h	rež. (p) mb	m po raz (g)	m zam. (g)	m tik po s. (g)	dim. pred s.		d. tak. po suš.		opombe	
							širina (mm)	deb. (mm)	širina (mm)	deb. (mm)	š	d
B1	1,9	45	1,0	882,07	880,82	786,49	70,21	49,63	70,27	49,84	68,50	47,67
D1	1,9	45	1,0	858,65	855,62	748,90	70,10	49,32	70,06	49,62	68,38	48,40
F1	1,9	45	1,0	522,72	513,76	439,33	69,81	24,58	69,75	24,54	68,49	23,84
H1	1,9	45	1,0	422,91	420,92	360,15	69,95	24,70	69,75	24,45	68,03	23,58
B2	4	95	1,0	854,74	853,09	729,66	70,42	49,66	69,84	49,45	67,82	47,62
D2	4	95	1,0	842,43	843,42	689,79	70,06	49,38	69,72	49,35	67,95	47,07
F2	4	95	1,0	541,28	534,93	433,73	69,80	24,60	69,56	24,50	67,61	23,84
H2	4	95	1,0	424,47	423,34	338,14	69,82	24,67	69,28	24,40	67,94	23,29
B3	7,9	190	1,0	872,93	870,91	706,37	70,41	49,59	69,04	49,11	67,88	47,33
D3	7,9	190	1,0	853,88	850,24	652,55	70,05	49,53	69,15	49,18	68,00	46,85
F3	7,9	190	1,0	514,71	507,18	363,16	69,87	24,61	69,37	24,40	67,06	23,73
H3	7,9	190	1,0	431,39	431,30	319,94	69,93	24,68	68,36	23,76	67,73	23,30
B4	12	288	1,0	858,04	863,34	681,19	70,36	49,65	69,04	48,70	67,66	48,04
D4	12	288	1,0	884,95	888,71	660,60	70,09	49,44	69,39	48,99	68,37	46,95
F4	12	288	1,0	512,10	508,73	348,89	69,94	24,53	69,13	24,44	66,80	23,73
H4	12	288	1,0	436,51	444,08	332,64	70,22	24,71	68,60	23,93	67,56	23,54

čas suš. dni	oz. vz.	m1 (g)	m2 (g)	gradient pred suš. $\Delta u/\Delta x$ (g)					gradient po suš. $\Delta u/\Delta x$ (g)				
				1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
				4					12				
				20									
1,9	B1	30,407	22,212	5,511	6,103	5,683	6,299	5,843	4,282	4,226	3,862	4,355	4,362
1,9	D1	30,447	21,963	6,498	6,263	6,370	6,220	5,593	4,779	4,087	4,320	4,200	4,343
1,9	F1	16,335	10,717	5,947	6,589	5,564			4,007	3,880	3,773		
1,9	H1	13,669	9,959	5,046	4,608	4,636			3,755	3,032	3,386		
4	B2	27,631	22,603	4,700	5,260	5,367	5,337	5,282	3,810	3,810	3,843	3,874	4,170
4	D2	24,385	18,929	5,119	5,725	5,448	4,895	5,011	4,013	3,961	3,768	3,515	4,037
4	F2	16,957	11,935	5,018	5,344	5,025			3,580	3,222	3,576		
4	H2	11,768	9,373	3,807	3,904	3,675			2,982	2,764	2,899		
7,9	B3	27,057	22,708	5,274	5,572	5,579	5,272	4,768	4,687	4,215	4,157	4,036	3,998
7,9	D3	22,914	19,269	4,653	4,947	5,305	4,809	4,502	3,755	3,627	3,954	3,932	3,957
7,9	F3	13,598	10,443	3,410	4,881	4,124			2,764	3,213	3,230		
7,9	H3	12,150	10,372	3,600	3,900	3,707			3,246	3,113	3,020		
12	B4	24,932	21,600	5,103	4,385	4,854	4,165	4,693	4,544	3,665	3,967	3,469	4,120
12	D4	24,440	20,938	5,531	5,825	5,149	5,001	4,396	4,576	4,530	4,178	4,240	3,880
12	F4	13,391	10,538	3,415	4,046	3,922			2,795	2,994	3,025		

Vlažnostni profil po dolžini kosa (začetek na čelu s številko 1)

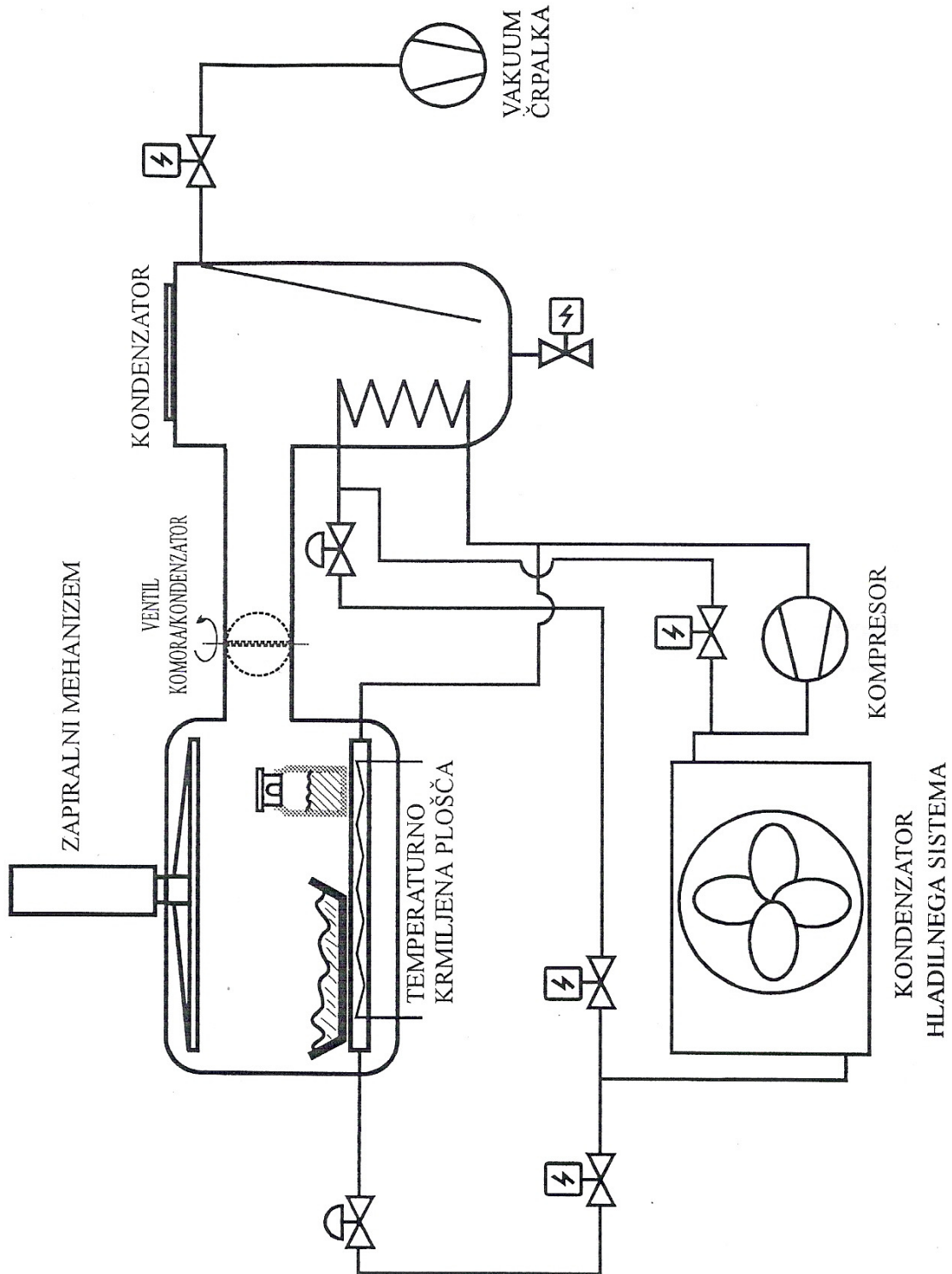
	vlažno	suho		vlažno	suho
	B1	B1		H1	H1
1	23,147	21,665		10,411	9,724
2	24,172	21,677		10,704	9,576
3	24,802	21		11,123	9,365
4	26,51	21,123		11,662	9,125
5	27,775	21,299		12,797	9,68
	vlažno	suho		vlažno	suho
	B2	B2		H2	H2
1	17,963	17,25		11,065	10,602
2	20,982	19,632		10,357	9,626
3	22,141	20,183		11,068	9,994
4	25,01	22,321		11,11	9,72
5	22,767	19,675		11,643	9,78
	vlažno	suho		vlažno	suho
	B3	B3		H3	H3
1	22,329	21,595		10,807	10,467
2	21,446	20,364		10,229	9,769
3	23,637	21,993		10,107	9,543
4	23,931	21,829		10,308	9,654
5	21,565	19,327		10,554	9,817
	vlažno	suho		vlažno	suho
	B4	B4		H4	H4
1	23,644	22,417		11,676	11,034
2	23,938	22,561		11,309	10,659
3	23,736	22,16		11,383	10,643
4	24,167	22,347		11,264	10,454
5	23,564	21,595		11,623	10,712

Priloga C Hrastovina, režim 1 (-10 °C, 0,5 mbar)

ozna. vzor.	t dni	dej. čas h	rež. (p) mb	datum začetka	ura zač.	m po raz (g)	m zam. (g)	m tik po s. (g)	dim. pred s.		d. tak. po suš.	
									širina (mm)	deb. (mm)	širina (mm)	deb. (mm)
A1	1,9	45	0,5	21.6.08	10:02	840,34	838,80	716,15	70,18	49,82	69,90	49,57
C1	1,9	45	0,5	21.6.08	10:02	893,73	894,59	834,55	70,34	49,74	69,91	49,50
E1	1,9	45	0,5	21.6.08	10:02	506,00	498,25	448,84	69,94	24,65	69,79	24,60
G1	1,9	45	0,5	21.6.08	10:02	432,41	430,12	386,29	70,13	24,67	69,80	24,35
A2	4,0	95	0,5	23.6.08	10:13	874,99	872,51	760,61	70,07	49,74	69,68	49,26
C2	4,0	95	0,5	23.6.08	10:13	850,15	849,83	759,04	70,38	49,77	69,73	49,41
E2	4,0	95	0,5	23.6.08	10:13	520,62	513,81	440,73	70,00	24,70	69,68	24,57
G2	4,0	95	0,5	23.6.08	10:13	449,31	447,92	389,35	69,91	24,65	69,52	24,16
A3	5,8	140	0,5	27.6.08	12:20	836,83	835,11	709,89	70,08	49,75	69,68	49,41
C3	5,8	140	0,5	27.6.08	12:20	842,49	840,67	735,64	70,32	49,81	69,75	49,54
E3	5,8	140	0,5	27.6.08	12:20	508,35	499,80	405,54	69,94	24,65	69,70	24,57
G3	5,8	140	0,5	27.6.08	12:20	435,06	433,02	356,03	70,02	24,71	69,55	24,21

t [dni]	oz. vz.	m1 (g)	m2 (g)	gradient pred suš. $\Delta u/\Delta x$ (g)					gradient po suš. $\Delta u/\Delta x$ (g)				
				1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
1,9	A1	27,248	19,320	2,990	2,995	3,971	3,020	3,015	2,095	2,051	2,723	2,082	2,122
1,9	C1	30,012	22,523	3,580	3,548	2,214	3,531	3,517	2,681	2,643	1,638	2,587	2,562
1,9	E1	16,052	9,833	2,916	3,061	2,987			1,827	1,752	1,910		
1,9	G1	13,530	10,248	2,554	2,722	2,463			2,095	1,864	1,868		
4,0	A2	27,446	20,252	4,756	5,39	5,563	5,326	5,069	3,647	3,671	3,730	3,576	3,757
4,0	C2	28,710	22,796	5,336	5,612	5,12	5,582	4,664	4,256	4,055	3,680	4,182	3,891
4,0	E2	15,970	10,610	4,874	6,064	4,487			3,219	3,700	3,194		
4,0	G2	13,781	10,560	3,922	5,187	4,176			2,980	3,600	3,325		
5,8	A3	27,216	20,339	4,905	6,114	6,100	6,010	5,487	3,964	4,180	4,141	4,036	4,103
5,8	C3	26,897	21,258	5,407	4,787	5,318	4,464	4,898	4,316	3,425	3,786	3,306	4,154
5,8	E3	15,694	10,438	5,930	7,481	4,672			3,467	3,587	4,030		
5,8	G3	13,435	10,647	4,520	5,189	5,029			4,035	4,256	4,241		
11,7	A4	24,708	20,487	4,889	5,620	5,730	5,751	4,878	3,865	4,137	4,223	4,474	4,230
11,7	C4	26,848	21,699	5,024	6,394	5,825	5,696	5,478	3,991	4,612	4,249	4,474	4,711
11,7	E4	14,791	10,504	4,724	6,021	4,683			3,361	3,712	3,514		
11,7	G4	12,237	10,000	4,190	4,500	4,249			3,476	3,430	3,464		

Priloga D Shema laboratorijskega liofilizatorja



Priloga E Opis napak za hrastovino, bukovino in smrekovino glede na režim za vsak preizkušane posebej. Izloženi so hrastovi preizkušanci s šiframi E in F, ker so bili iz izredno nekvalitetne hrastovine ter so tako vsi močno razpokali.

Vrsta lesa in režim sušenja	t	Šifra vzorca	Vrsta napake
	[dni]		
Hrast 0,08 mbar – 1 °C	1,9	B1	široke napoke in velike reže, široka poklina
		D1	nekaj velikih rež
		H1	brez
	4	B2	ozke čelne napoke
		D2	ozke čelne napokice, dolga ozka poklina
		H2	brez
	7,9	B3	ozki čelni reži
		D3	ozka čelna reža
		H3	ozka napoka
	12	B4	nekaj ozkih čelnih napok
		D4	ozka čelna napoka proti sredine
		H4	brez
Hrast 0,5 mbar – 10 °C	1,9	A1	nekaj napok na sredini čela in večja poklina
		C1	kar široke razpoke na sredini čela in poklina
		G1	ena ozka dolga napoka na sredini čela
	4	A2	brez
		C2	velika ozka napoka na robu čela
		G2	brez
	5,8	A3	brez
		C3	ena ozka napoka
		G3	brez
	11,7	A4	brez
		C4	brez
		G4	brez
Bukev 0,08 mbar – 1 °C	1,9	A1	napoke na robu čela
		B1	napoke na robu čela
	4,9	A2	napoka na sredini čela
		B2	napoka na sredini čela
	7,4	A3	nekaj zelo ozkih napok na sredini čela
		B3	plitke in ozke napoke sredi čela
	9,7	A4	brez
		B4	nekaj razpok na sredini čela
Smreka 0,08 mbar – 1 °C	1,9	C1	čelne napoke vzdolžno do 5 cm in čelne razpoke
		D1	čelne napoke vzdolžno do 5 cm in čelne razpoke
	4,9	C2	čelne napoke in vzdolžna razpoka do 10 cm od čela
		D2	čelne napoke in vzdolžna razpoka do 10 cm od čela
	7,4	C3	veliko čelnih razpok, pokline
		D3	široka vzdolžna razpoka, nekaj poklin in ozke čelene razpoke
	9,7	C4	veliko kratkih razpokic na sredini čela, večja poklina
		D4	veliko kratkih razpokic na sredini čela in večja poklina