الوحدة الثالثة عشرة

التجفيف بالتثليج

Lyophilisation = Gelsication = Freeze - Drying

التجفيف بالتثليج هو احـدى طرق التجفيف التي يلجأ اليها في حالـة المواد سريعة الفساد ، مثل المنتجات الحيوية ، كالمصول والبلازما • وكما يوحي الاسـم فان التجفيف يتم والمادة في حالة التجمد ، حيث يتبخر الماء من الجليد ، فهو يعتبر من طرق التجفيف رغما عن أن الماء يتصعد من الحالة الصلبة الى الحالة الغازيـة ، خلافا لما رأيناه في طرق التجفيف العادية • يتم التجفيف هنـا تحت ضغطٍ منخفض وبدرجة حرارة متدنية •

فهذه الطريقة مـن التجفيف أو التصعيـد Sublimation تدعى بالتجفيف بالتثليـج Freez-Drying .

ميزات هذا التجفيف :

١ ــ استعمال درجة حرارة منخفضة تساعد على ثبات المواد الحساسة للحرارة•

٢ ــ فقدان الاجزاء الطيارة ، يمكن استبعاده عن هذا الطريق ، وذلك بجمعها بوسيلة مناسبـة •

٣ ــ التجفيف يتم بدون حصول التزبد •

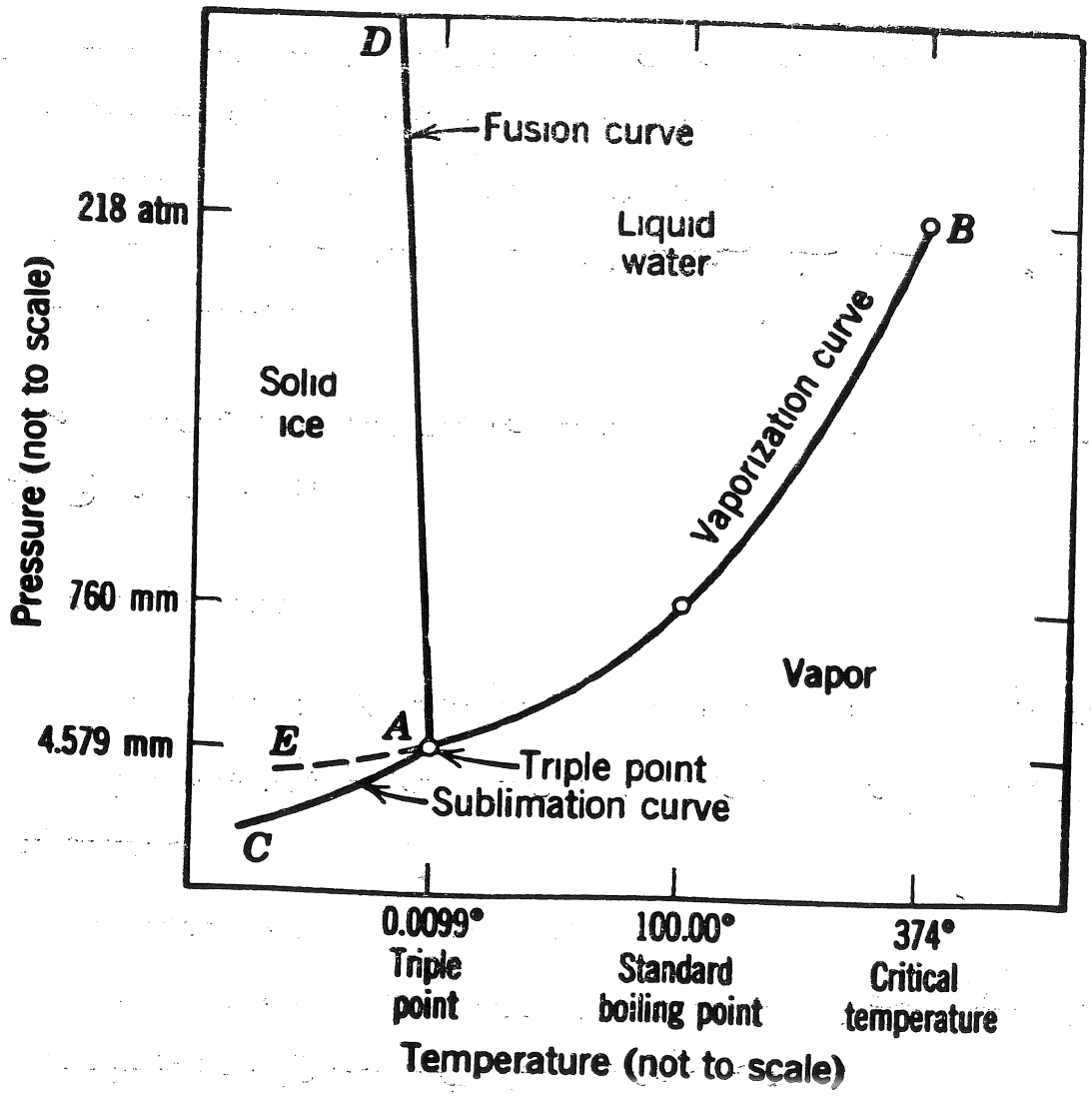
٤ ــ تبقى أجزاء المادة المجففة موزعة بصورة متجانسة في داخل الكتلة المجففة•

٦ ــ يمكن أن تطبق هذه الطريقة تحت الظروف العقيمة
Under Aseptic Conditions

٦ ــ المنتجات المجففة بهذه الطريقة تكون سريعة الانحلال في المـاء ، وذلك بسبب سطح التماس الهائل •

٧ ــ الاكسدة وتفاعلات التحلل الاخرى ، يمكن استبعادها في هـذه الطريقة جزئيـا أو كليـا •

ان التجفيف بالتثليج هو حالة مـن حالات التصعيد ، حيث يتصعـد الماء في الجليـد الى البخار دون المرور بالحالة السائلة • فاذا أخذنا الماء ، وجمدناه فـان ضغط بخار الجليد في درجة الصفر يعادل ٤٫٦ ملم زئبقي تقريبا • فاذا عرض هـذا



(شكل ١ ــ ١٣) حالات الاجسام الثلاثة

الجليد الى ضغطٍ أقل من ٤ر٦ ملم زئبقي لتحول الى الحالة الغازية بطريقة التصعيد ، دون أن يتميع الى الحالة السائلة ، وذلك طالما بقيت درجة الحرارة دون درجة التميع •

ويمكن تمثيل الحالات الثلاث للاجسام حسب الضغط والحرارة بالمنحنى البياني التالي :

حيث :

BC : يمثل منحني تبخر المادة

AB : يمثل منحني التصعيد

أي أن (AB) هو المنحني الذي تقع عليه النقاط الممثلة لدرجات الحرارة والضغط والتي يمكن معها للتصعيد أن يتم •

BD : يمثل منحني انصهار المادة

BC : هو المنحني الذي تقع عليه النقاط الممثلة لحالات التحول من الحالة السائلة

الى الحالة الغازية وبالعكس •

BD : يمثل حالات يكون فيها الصلب مع السائل بحالة توازن (منحني التجمد أو الانصهار) •

BE : يمثل حالة غير ثابتة للتوازن ، يمكن أن تلاحظ في بعض المواد ضمن بعض الشروط ، حيث يمكن للطور السائل أن يتواجد تحت ضغط أقل من ضغط النقطة المثلثة B (التأخر عن الغليان) •

نقطة التصعيد Sublimation Point :

هي درجة الحرارة التي يكون فيها ضغط بخار الجسم الصلب معادلا للضغط الكلي الواقع عليه •

نقطة تكون الثلج = نقطة الثلج Snow Point :

هي درجة الحرارة التي يكون فيها الضغط على الجسم المتصعد مساويا الى الضغط الجزئي لبخار هذا الجسم في المزيج الغازي الموجود (وتقارب هذه النقطة في تفسيرها ، نقطة تكون الندى) •

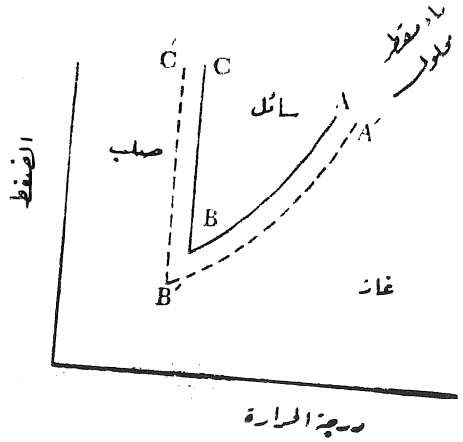
تطبيقات التصعيد Applications of Sublimation :

يستعمل التصعيد في تنقية المواد الكيميائية ، وفي الحصول على هذه المواد الكيميائية بشروط معينة « مثل بعد الاجزاء » ، وللحصول على المواد بشكلٍ معين • كذلك يستعمل التصعيد لمنع هذه المواد الكيميائية من التخرب ، حيث يطبق التصعيد في التجفيف بالتثليج ، وذلك لتجنب تخرب المنتجات الحساسة لارتفاع درجات الحرارة •

أسس التجفيف بالتثليج :

في أغلب الاحيان يكون الماء هو المكون الرئيسي المراد ابعاده في عملية التجفيف ، وبما أن ضغط بخار الجليد هو (٤ر٦) ملم فانه تلزم درجات متدنية من الضغط لتطبيق هذه الطريقة •

فاذا كان الماء موجودا بحالة نقية (بدون مواد منحلة) ، فيمكن أن تتم عملية التجفيف بالتثليج تحت ضغط أدنى بقليل من ٤ر٦ ملم أي ٤٦٠٠ ميكرون زئبقي • ولكن أكثر المواد المراد تجفيفها ليست بالجليد النقي الذي يحوي الماء النقي وحده • ولهذا فانه تلزم درجات من الضغط أكثر انخفاضا الى حد كبير من (٤ر٦) ملم ، كما تلزم درجات من الحرارة دون الصفر كي تبقي الجسم بالحالة الصلبة دون المرور بالحالة السائلة (شكل ٢ ــ ١٣) • وعادة تتم عملية التجفيف هذه بدرجة حرارة تتراوح بين (ــ ١٠) الى (ــ ٤٠) وبضغطٍ جويٍ من (٢ر٠ ــ ١) ملم زئبقي أو أقل من ذلك (جدول ١ ــ ١٣) •



(شكل ٢ ــ ١٣) حالات الاجسام الثلاثة بالنسبة للماء المقطر والمحلول المائي

المنحنى المستمر يمثل الماء المقطر ٠

المنحنى المنقط يمثل المحلول المائي ٠

جدول ١ ــ ١٣ ضغط البخار ودرجة الحرارة المستعملة في التجفيف بالتثليج

درجة الحرارة (مئوية)	الضغط	
	ملم زئبقي	ميكرون زئبقي
٠ ٠	٤٫٥٧٩	٤٥٧٩
ــ ١٠	١٫٩٥٠	١٩٥٠
ــ ٢٠	٠٫٧٧٦	٧٧٦
ــ ٣٠	٠٫٢٨٦	٢٨٦
ــ ٤٠	٠٫٠٩٧	٩٧

يتصف معدل التجفيف بالتثليج بأنه يأخذ شكل الخط البياني في (شكل ١٨ ــ ١٢) ، حيث تكون الكميات المجففة بالمراحل الاولى أضخم بكثير من الكميات المجففة بالمراحل المتأخرة ٠ ففي حالات كثيرة من المواد المجففة بالتثليج

تتخلص من ٩٥ ٪ من الماء في وقت يمثل ٨٠ ٪ من الوقت الكلي اللازم أو أقل من ذلك ، بينما نحتاج لتجفيف النسبة الباقية من الماء الى ٢٠ ٪ من الوقت الكلي اللازم .

ويكون معدل التجفيف متناسبا طردا مع معدل الحرارة المأخوذة (حرارة التبخر) . وهذه الحرارة المأخوذة تكون متناسبة طردا مع كلٍ من :

١ ــ سطح الجسم المعرض للتجفيف (A)

٢ ــ اختلاف درجة الحرارة بين الجليد والجهاز المسخن (انظر في آلية التجفيف ونظرياته في بحث التجفيف) .

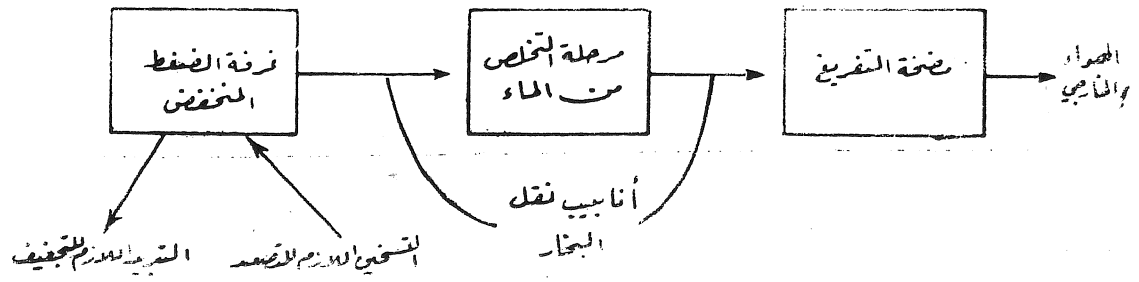
ويمكن تقسيم التجفيف بالتثليج الى ثلاث مراحل رئيسية :

المرحلة الاولى : مرحلة التثليج الاولي .

المرحلة الثانية : مرحلة التجفيف بواسطة الضغط المنخفض .

المرحلة الثالثة : تقديم الحرارة اللازمة للتبخر .

والشكل التالي (٣ ــ ١٣) يعطي فكرة عن مراحل العمل في التجفيف بالتثليج :



(شكل ٣ ــ ١٣) مراحل التجفيف بالتثليج

حيث تمثل هذه المراحل الاعمال التالية :

١ ــ التبريد للحصول على التثليج : (أو تحويل الشكل السائل الى صلب) يمكن أن تتم هذ ةالعملية عن طريق خارجي ، كما يمكن أن تتم بصورة ذاتية • فاذا عرضت المادة المراد تجفيفها الى ضغط شديد الانخفاض ، فان هذه المادة تبرد ذاتيا وذلك نتيجة حرارة التبخر • أما اذا كانت سرعة التبريد منخفضة ، وكانت المادة بكمياتٍ كبيرة نسبيا ، فان هذه الطريقة تصبح غير عملية في هذا المجال ، ولهذا يستعمل مبرد خارجي للحصول على التبريد • وفي هذه الحالة تتم العملية خارج جهاز التجفيف بالتثليج ، (وهي عملية التثليج المبدئية) •

هذا ويمكن أن تتم هذه العملية في غرفة الضغط المنخفض ، وذلك عن طريق تصميم خاص لهذه الغرفة ، بحيث تحتوي على غلاف يحيط بها ويبردها حين الضرورة ، أو بواسطة معوجات مبردة ممتدة داخل هذا الحيز •

تعتمد سرعة التبريد أو معدل التبريد على ثخن المادة المراد تجفيفها بالتثليج • ولهذا يحرص في هذه المرحلة على أن تكون المادة المجففة بشكل طبقة رقيقة ما أمكن ذلك ، وهذا ما تؤمنه بعض الطرق الخاصة في التجفيف بالتثليج ، مثل التجفيف بالتثليج بواسطة المحور العمودي ذي السرعة الفائقة •

تعبأ المادة في عبواتها النهائية من زجاجات وحبابات اذا كانت جاهزة للاستعمال بعد التجفيف ، أو يمكن أن توضع المادة على رفوف أو ألواح خاصة • تجمد هذه المواد بتعريضها لدرجة حرارة متدنية ، وذلك بامرارها على حمام مبرد ، حيث تغطس هذه الالواح في السائل المبرد بصورة متجانسة • وللحصول على هذا التجانس تكون الالواح موازية لسطح السائل المبرد وذلك للحصول على ثخن موحد للمادة المثلجة فوق الالواح • ومن الضروري أن لا يزيد ثخن المادة المجففة عن ٢ر٢ سم ، وذلكيما نضمن سرعة التجفيف • ويمكن أن تتم عملية التثليج بواسطة البرادات أو الغرف المبردة •

تبرد الاوعية المغطاة بصورة مبدئية الى درجة (+ ٤° ـ ٠°) في غرفة مبردة ، ثم تنقل الى حيز التثليج المنخفض ، حيث تبرد بسرعة الى درجة (ـ ٥٠) • وكلما كان التبريد سريعا حصلنا على بلورات ذات حجم أصغر (انظر في العلاقة بين عدد البلورات وحجمها وبين التبريد في بحث التبلور) ، وحصلنا على هذه البلورات بأبعاد ناعمة دون شكل منتظم ، حيث تكون قابلية الانحلال بالماء في هذه الحالة أكبر • كما أن التبريد السريع يؤمن تجانسا في احتواء المادة المجمدة على المكونات الاساسية التي تحتويها • فاذا كان التبريد بطيئا فان بعض هذه المكونات تتأخر في التجمد ، بحيث تتجمد الكتلة كلها دون هذه المكونات ، التي تتجمد فيما بعد متجمعة في منطقة ما دون المناطق الاخرى • وكمثال لهذه المكونات هنالك الآحين (البروتين) الذي تحتويه المادة المتجمدة •

وبعد أن تتجمد المادة فانها تحفظ في درجة حرارة منخفضة لمرحلة التجفيف ، أو أنها تدخل الى غرفة الضغط المنخفض بسرعة كبيرة ، وذلك كيما نحافظ على درجة الحرارة المنخفضة •

٢ ـ تقديم الحرارة اللازمة للتصعيد : (حرارة التصعيد) Heat of Sublimation

وهي الحرارة اللازمة كي يتصعد الماء من الكتلة المجمدة ، دون الارتفاع في درجة الحرارة • ولمعاملة الكميات الضئيلة من المواد ، فان الحرارة اللازمة للتصعيد يمكن أن تمون عن طريق وسط التجربة ، وهي الحرارة اللازمة لتبخير أو تصعيد الماء والمواد الطيارة الاخرى من الكتلة المجمدة (Latnt Heat of Vaporization) .
أما اذا كانت حرارة الوسط الخارجي غير كافية للتصعيد ، فيمكن أن يستعمل مصدر للحرارة المشعة ، حيث يوضع هذ االمصدر في أعلى غرفة الضغط المنخفض ، ليتم تصعيد الماء بصورة سريعة من الكتلة المجمدة •

كما يمكن أن يستعمل الماء الحار المار في أنابيب متعرجة داخل غرفة الضغط المنخفض ، حيث يسخن هذا الماء بواسطة المقاومات الكهربائية ، أو باستعمال الاشعة تحت الحمراء ، أو بواسطة مبادلات الحرارة (Heat Exchangers) .

ويجب أن تطبق عملية التسخين هذه بحذر شديد ، بحيث تكون كمية الحرارة المتصة مضبوطة بدقة شديدة وبشكل يناسب حرارة التبخير ، دون أن يسمح لدرجة الحرارة بالارتفاع • ولهذا فان تقديم الحرارة اللازمة لاتمام عملية التبخير تكون على مراحل ، وذلك حسب كمية بخار الماء المتصعدة ، بحيث يبدأ باعطاء الكميات الكبيرة من الحرارة ، ثم تخفض تدريجيا (انظر شكل ١٨ ــ ١٢) • فكمية الحرارة العظمى تقدم في المراحل الاولى للتجفيف ، نظرا لنسبة التبخر الكبيرة في هذه المراحل •

وعندما يصل محتوى المادة من الماء الى ١٠ ــ ١٥ ٪ فان تغيرات هامة تحدث في شكل المادة ، بحيث تنحدر من على جدران الاوعية الزجاجية أو من على الالواح الموضوعة عليها • ففي هذه المرحلة يصبح من العسير نقل الحرارة الى الجسم المجفف ، وذلك لان هذا الجسم لم يعد ملامسا الى سطح الوعاء بمساحة كبيرة كي يتم نقل الحرارة بواسطة التوصيل Conduction • وقد نحتاج في هذه المرحلة الى فروق كبيرة في درجات الحرارة بين الوسط المسخن والمادة المجففة ، وذلك كي نتابع عملية التجفيف ونعوض عن تناقص سطح التماس •

هذا وفي مراحل التجفيف التي ذكرت حتى الآن تبقى درجة حرارة الجسم منخفضة ، وذلك لان الحرارة المقدمة بالتسخين تعادل حرارة تبخر الماء • وعندما تنخفض درجة محتوى المادة من الماء لنسبة ١ ٪ أو أقل فان درجة حرارة المادة ترتفع بشكل فجائي لتبلغ درجة حرارة الوسط المسخن ، وهذا يشير الى أن عملية التجفيف قاربت نهايتها • ويجب الانتباه في هذه المرحلة حتى لا ترتفع درجة حرارة المادة المجففة فوق الحدود التي تتحملها حساسية هذه المادة الحيوية •

واذا كانت المواد المجففة هي من نوع بلازما الدم أو بعض المواد الحيوية الاخرى ، التي تقدم حقنا في طرق الحقن المختلفة ، فان عملية التجفيف بالتثليج يجب أن تتم في حيزٍ مغلق ومعقم ، وذلك بأن تعقم كل الاجهزة والادوات والتوصيلات المستعملة قبل البدء في التجفيف • وهذا ما يضيف صعوبة أخرى الى التجفيف بالتثليج •

٣ ـ غرفة الضغط المنخفض = غرفة التخلية Vacum Chamber :

تصنع غرفة الضغط المنخفض من المعـدن • وهي تحتوي على غلاف مفرغ يمكن تبريده أو تسخينـه ، بامرار وسطٍ معين فيه مثـل الغول والغليكولات • وبعض غرف الضغط المنخفض لا تحتوي على هذا الغلاف الفارغ ، حيث أن عملية التسخـين تتم بواسطـة الاشعـة تحت الحمراء داخـل الحيز المجهز بسطـح عاكسـة للحرارة •

تتصف هذه الغرفة ببعض الشروط الخاصة ، حيث تكون محكمـة الاغلاق حتى لا تسمح بدخول الهواء اليها وافساد الضغط المنخفض داخلها • كما يجب أن تكون مصممة بحيث تؤمن سهولة دخول المواد المراد تجفيفها واخراجها منها بيسر وسهولة • كما يجب أن تؤمن وسيلة كافيـة لتقديم التبريد والتثليج مـع وسيلة منفصلة أخرى ، لتقديم الحرارة اللازمة للتصعيد •

ويجب أن تحتوي غرفة الضغط المنخفض على مخرج ذي سعـة كافية كيما يخرج بخار الماء المتصعد • ويمكن أن تأخذ غرفة الضغط المنخفض أشكالا مختلفة، حسب كميات المواد المراد تجفيفها ، وحسب صفات هذه المواد الفيزيائية والحيوية • ففي بعض التطبيقات يمكن أن تكون هذه الغرفـة بشكل زجاجة تتم فيها عمليـة التجفيف وتصبح هي العبوة التي تباع في الاسواق • (كما هي الحال في الحصول على بلازما الدم المجفف بالتثليج) • وفي بعض الاحيان الاخرى تكون غرفة الضغط المنخفض ذات سعة كبيرة ، ومجهزة من الداخل بعدد من الوسائل اللازمة لكشط أو نزع المادة المجففة العالقة على الجوانب • كما يمكن أن تعطى هذه الغرفة حركة دائرية ، مثل اسطوانات التجفيف الدوارة • وأخيرا فقد تكون هذه الغرفة مجهزة ببعض الابواب الجانبية التي تضمن ادخال المواد واخراجها بشكل دائم ومنتظم ، وذلك بدون أن يتغير الضغط في داخلها •

ومن أهم الامور التي يجب مراعاتها أن تبقى المادة المجففة بشكل صلب خلال تطبيق عملية التجفيف بالتثليج (أي يكون الماء بشكل الجليـد) • فاذا انصهرت

الكتلة وتميعت نتيجة لارتفاع درجة الحرارة فان كمية لا بأس بها من المواد الحيوية يمكن أن تتخرب بسبب هـذا التحول الجزئي الى الحالة السائـلة ، حيث تتحول الكتلة الصلبـة الى كتلة سائـلة جزئيا مع وجـود الرغوة الكثيفـة على جوانب انـاء التجفيف •

ويتم في غرفـة الضغط المنخفض تحقيـق ضغط شديد التـدني يصل الى (٠ر٠١) ملم زئبقي ، وذلك بواسطة مضخة تفريغ مزدوجة المراحل ذات قدرة عالية في احـداث التفريغ •

وخلال تصعيد الماء من الكتلة فان أبخرة الماء يجب أن تحمل بعيدا عن المضخة المفرغة • هذا وقد تصل الحرارة في غرفـة الضغط المنخفض الى (ـ ٥٠) وذلك بواسطة وسيلة تبريد مناسبة • وبعمل المضخة المفرغة فان الضغط ينخفض الى حـد متدنٍ بحيث يبدأ الجليد بالتصعد •

انابيب نقل البخار :

مهمة هذه الانابيب هي سحب بخار الماء مع الغازات الاخرى غير المتكاثفـة من غرفة الضغط الى حيز التخلص من الماء • وبسبب حجم المـاء النوعي الكبير ، وحجم الغازات الاخرى غير المتكاثفة عند درجات الضغط شديدة الانخفاض التي تتم بهـا العملية ، فان أنابيب أو خطوط نقل بخار الماء يجب أن تكون ذات سعـة كبيرة ، وذلك بالمقارنة مع بقية أنابيب نقل السوائل العادية • فمثلا كمية مقدارها (٤٥٣) غ من بخار الماء في درجة حرارة الصفر المئوية وبضغط مقـداره (١٠٠) ميكرون زئبقي تأخذ حجما مقداره (١٥١٠٠٠) قدم مكعب • ويبين الجدول التالي الحجوم النوعية للهواء وبخار الماء تحت الضغط المتدني :

جدول ٢ ـ ١٣ حجم الغازات بدلالة الضغط

الضغط المطلق	الحجم النوعي للغازات	
	الهواء	بخار الماء
١٠٠٠ ميكرون زئبقي	٩٤٢٠ قدم٣	١٥١٠٠ قدم٣
٥٠٠ =	١٨٨٤٠ قدم٣	٣٠٢٠٠ قدم٣
١٠٠ =	٩٤٢٠٠ قدم٣	١٥١٠٠٠ قدم٣
٥٠ =	١٨٨٤٠٠ قدم٣	٣٠٢٠٠٠ قدم٣
١٠ =	٩٤٢٠٠٠ =	١٥١٠٠٠٠ =
٥ =	١٨٨٤٠٠٠ =	٣٠٢٠٠٠٠ =
١ =	٩٤٢٠٠٠٠ =	١٥١٠٠٠٠٠ =

مرحلة التخلص من الماء (التخلص من الغازات المتكاثفة)

: (Removing of Condensable Gases)

وهي المرحلة التي تفصل بين المضخة وغرفة الضغط المنخفض ، حيث يحتجز فيها بخار الماء كي لا يخرب المضخة المفرغة .

تتبع في هذه المرحلة ثلاث طرق مختلفة هي :

آ ـ استعمال المكثفات Condensers

ب ـ بواسطة المجففات Dessicants

جـ ـ بواسطة المضخات Pumps

كما يمكن أن ينزع الماء بدون استعمال الوسائط الثلاثة المذكورة ، فيما اذا استعملنا نافث البخار ذا المراحل المتعددة في الحصول على الضغط المنخفض ، وذلك بدلا من المضخات الزيتية .

آ ـ التخلص من الماء باستعمال المكثفات :

يحتوي المكثف على سطح مبرد ، تنتقل بواسطته الحرارة • يجهز هذا السطح بوسيلة تبريد مناسبة حيث يسبب هذا التبريد تكاثف بخار الماء بشكل طبقة رقيقة من الجليد على هذا السطح • وتختلف درجة حرارة هذا الجزء المبرد ، حسب كمية بخار الماء المراد التخلص منها ، وحسب سماكة طبقة الثلج أو الجليد ، وحسب درجة حرارة المادة التي يجري عليها التجفيف في غرفة الضغط المنخفض • كما تؤثر كمية الغازات غير المتكاثفة والمنطلقة أثناء التجفيف في درجة حرارة المكثف •

يتم نزع الجليد المتكون بصورة متقطعة بواسطة سائل حار ، يمرر على فترات داخل المكثف ، أو بواسطة سكاكين خاصة تكشط هذا الجليد بصورةٍ مستمرة •

ب ـ التخلص من الماء باستخدام المواد المجففة (Dessicants) :

يمكن استعمال المجففات الكيميائية لنزع الماء بواسطة الاتحاد الكيميائي • وكمثال لهذه المجففات هنالك خامس أوكسيد الفوصفور الذي يتفاعل مع الماء ليكون حمض الميتا فوصفور • كما يمكن استعمال بعض المجففات الاخرى مثل كلور الكالسيوم أو كبريتات الكالسيوم أو حمض الكبريت الكثيف التي تكون كلها مائيات مع الماء • وبشكل عام ، تستعمل هذه المجففات بحالة الانتاج على نطاق ضيق • ومن جهة أخرى هنالك المجففات الفيزيائية التي تنزع الماء بواسطة الادمصاص على سطوحها الفعالة مثل السيليكاجل ، وبعض المواد الترابية الاخرى Zeolites ، وهذه تعتبر من أهم المواد التي تستعمل في التجفيف الفيزيائي •

هذا وينبغي الانتباه في هذا المجال الى أنه عندما ينزع الماء بواسطة المجففات فان كمية معينة من الحرارة تنجم عن هذه العملية ، ولاجتناب ارتفاع درجة الحرارة يجب أن تطبق وسيلة مناسبة للتبريد مع هذه المجففات •

ج ـ التخلص من الماء بتطبيق المضخات Pumps :

يمكن أن يتخلص من الماء المتكون بصورة مستمرة عن طريق مضخات

مناسبة • وقد تكون هذه المضخات من النوع الذي يعمل بواسطة الزيت أو من الانواع التي تعمل بواسطة البخار •

ففي حالة النوع الاول من هذه المضخات (العاملة بواسطة الزيت) يجب أن تكون هناك وسيلة مناسبة لفصل الماء عن الزيت المستعمل في هذه المضخة • ويتم هذا الفصل بامرار الزيت مع الماء في آلة تثفيل نابذة تسمى (بالمثفلة المجففة) Drying Centrifuge ، أو بواسطة وسيلة ترشيح مناسبة •

أما في الحالة الثانية (المضخات العاملة بواسطة البخار) فان بخار الماء المسحوب يمتزج مع الماء البارد المستعمل لتكثيف البخار في هذه المضخة •

وان استعمال المضخات في نزع الماء يكون اقتصاديا في حالة الوحدات الصغيرة نسبيا ، وغير اقتصادي على الاطلاق في حالة الوحدات الكبيرة • تستعمل في حالة الوحدات الكبيرة المكثفات أو المجففات للتخلص من بخار الماء • وتتبع المجففات والمكثفات بمضخة للتخلص من الغازات غير المتكاثفة •

مضخات التفريغ : Vacum Pumps

تكمن وظيفة هذه الاجهزة في المحافظة على ضغط شديد التدني في غرفة الضغط المنخفض ، حيث تتم عملية التصعيد • وبغرض التخلص من الغازات المفرغة أو الغازات المسحوبة يجب أن تكون هنالك وسيلة مناسبة في هذه المضخة ، بحيث تضغط هذه الغازات بدرجة أكبر من الضغط الجوي ، كيما تطرح خارج الجهاز • ويمكن استعمال المضخة ذات المرحلة الواحدة (الدوارة) التي تعطينا ضغطا لغاية (١٠٠) ميكرون زئبقي • أما من أجل الحصول على درجات من الضغط أكثر انخفاضا من (١٠٠) ميكرون ، فيمكن أن تستعمل بعض المضخات ذات الكفاءة العالية ، مثل المضخة ذات المراحل الاربعة التي تعمل بالبخار • ومن المضخات الاخرى ذات الكفاءة الممتازة هنالك المضخة خماسية المراحل التي تعمل كسابقتها ببخار الماء •

وبصورة عامة تتصف طريقة التجفيف بالتثليج بكونها ذات تكاليف باهظة ، بحيث أن مواد معينة فقط تجفف بواسطتها • والجدول المرفق يبين أهم المواد التي تجفف حاليا بالتثليج ، وقد كانت المضادات الحيوية تجفف بهذه الطريقة عند تطبيقاتها الاولى •

وفي جهاز صغير للتجفيف بالتثليج لمادة البنسيلين ، كان السائل المركز والمعقم والذي يحوي النسيلين بحالة ملح ذواب ، يجمد بواسطة مزيج من أوكسيد الفحم الثلجي والغول ، بحيث يكون البنسيلين طبقة صلبة في زجاجة العبوة • توصل هذه الزجاجة الى المكثف وتبرد الى (ــ ٧٠°) ، حيث نحصل على ضغط منخفض بمقدار (١٠٠) ميكرون زئبقي • وفي هذه المرحلة يتصعد الجليد ويتجمع في المكثف • تقدم كميات ضئيلة من الحرارة الى زجاجات البنسيلين ، بحيث لا يحصل اطلاقا أي انصهار للكتلة المتجمدة • وبعد بضع ساعات نحصل على ملح البنسيلين مع كميات ضئيلة جدا من الماء ، بشكل كتلة اسفنجية خفيفة •

تستعمل طرق التجفيف بالتثليج على نطاق واسع Large Scale في صناعة المصول والبلازما ، كما تطبق أحيانا للحصول على المضادات الحيوية •

هذا وتتفاوت أحجام أجهزة التجفيف بالتثليج حسب الغرض من الاستعمال ، فذات السعة الصغيرة تخصص لاغراض الابحاث في مخابر مؤسسات البحوث ، وفي أقسام تحسين الانتاج والارشاد في المصانع الكبرى ، بينما تزداد سعة الجهاز مع ضخامة متطلبات الصناعة الكبيرة •

وهنالك مرحلتان رئيسيتان في أمثال تلك الاجهزة :

المرحلة الاولى وهي التجفيف الاولي ، والمرحلة الثانية وهي التجفيف النهائي• وفي حالة بعض المستحضرات الحيوية مثل اللقاحات والمصول (Serums) ، يجب الانتباه الى مرحلة التجفيف النهائي بصورة خاصة ، على اعتبار أنها المرحلة التي تسبق مرحلة التوزيع للمنتج بصورة نهائية • ويمكن أن تتم المرحلة الاخيرة في

هذه العملية بواسطة التجفيف تحت الخلاء مع وجود خامس أوكسيد الفوصفور ، أو بعض الكيماويات الاخرى المناسبة • كما ينتبه في هذه الاشكال والمستحضرات الدوائية الى أن تكون عبواتها مغلقة اغلاقا جيدا ، أثناء العمل وبعد وضعها للتخزين والاستهلاك ، فهي تستعمل حقنا داخل الجسم ، ويفيد اغلاقها في بقائها معقمة غير ملوثة ، وفي إبعادها عن رطوبة الهواء •

أما طريقة التجفيف الرئيسية المعمول بها في تحضير المصول فتكون بتطبيق طريقة التجفيف بالتثليج بواسطة المحور العمودي فائق السرعة •

التجفيف بالتثليج بواسطة المحور العمودي فائق السرعة

: High Speed Vertical Spin Freeze - Drying

تستعمل هذه الطريقة في الحصول على المصول والبلازما ، حيث تجلب

(شكل ٤ ــ ١٣) وحدة التجفيف بالتثليج

المصول في الزجاجات الحاوية عليها والتي ستكون العبوة النهائية لها • توصل هذه الزجاجات بمحورهـا لتدور بسرعة تتراوح بين (٧٥٠ ــ ١٠٠٠) دورة/دقيقة • وبهذه الطريقة يوزع السائل داخل الزجاجات بصورة متجانسة على السطح الداخلي لها تاركا مخروطا من الهواء داخل الزجاجة ، حيث يهبط هذا المخروط الى أسفـل الزجاجات • وبعد أن يبرد السائل ويتجمد بصورة فجائية وذلك بتطبيق التبريـد الاولي الشديد ، فان السائل المتجمد يأخذ هذه الوضعيـة على الجوانب ، بحيث يعطي عنـد تبخر الماء منه منتجـا ذا بلورات صغـيرة جـدا وسطح كبـير • تتم عملية التجفيف لهـذه الزجاجات في غرفـة الضغط المنخفض ، وبهذا يتم التبخير والحصول على المنتجات المصلية الخالية من الماء ، دون حصول الرغوة التي ترافق عملية التجفيف بالخـلاء • ولاستعمال هذه المنتجات يكفي أن نضيف كمية معينة من الماء المقطر والمعقم الى الزجاجة ، كيما نحصل بسرعة فائقة على المحلول الاصلي الذي قمنا بتجفيفه • فنظرا للسطح الكبير للمادة المجففة فان اعادة تكوين السائل Reconstitution تكون سريعة جدا • وينتبـه أثناء اعادة التكوين هـذه في عـدم حصول التلوث •

تطبيقات التجفيف بالتثليج

Applications of Freeze - Drying

تطبق هذه الطريقة للحصول على المنتجات الحساسة التالية :

١ ـ **منتجات الاغذية :** عصير الفواكه ، والخضار ، وعصير الثمار ، المحار والسمك بأنواعه ، خلاصات القهوة ، خلاصات الشاي ، خلاصة اللحوم ، الحليب ، وغيرها من المشتقات الغذائية .

٢ ـ **المنتجات الطبية :** وتشمل مصول الدم ، بلازما الدم ، بلازما المريض الناقه من المرض ، مصول الحيوانات ، بلازما الحيوانات ، والغلوبولين المركز ، المزارع الجرثومية ، مزارع الحمات الراشحة ، لقاحات الحمات الراشحة والجراثيم ، وغيرها من المنتجات العلاجية .

٣ ـ **مواد صيدلانية :** مثل الفيتامينات والمضادات الحيوية ، والهرمونات ، والحموض الآمينية .

٤ ـ **بعض الاغراض الاخرى :** مثل العظام ، والجلد ، والاغشية ، والاوعية الدموية ، نماذج الفحص المجهري للتشريح المرضي (الباتولوجيا) ، وعلم التشريح .

مراجع الوحدة الثالثة عشرة (التجفيف بالتثليج)

REFERENCES

1. McCafferty, D. F., and Woodside, W., J. Pharm. Pharmacol., 10P. (1977)
2. McCafferty , D. F., and Woodside , IBID , 29 , 11p (1977) .
3. « The Dryer for the Job » Manuf. Chemist , 48 , No. 2, 34 , (1976) .
4. De Luca., P., and Lachman, L., «Lyophilization of Pharmaceuticals I Effect of Certain Physical - Chemical properties » J. Pharm. Sci., 54 , 617 (1965) .
5. Lachman , L., De Luca , P. and Withnell , R., « Lyophilization of Pharmaceuticals II » J. Pharm. Sci., 54 , 1342 (1965).
6. De Luca, P., Lachman , L., and yost , W. « Lyophilization of Pharmaceuticals III : Programming of a Mathematical Expression for Estimating Eutectic Temperature from Melting Point and Solubility Parameters » J. Pharm. Sci., 54 , 1348 , (1965) .
7. De Luca, P., and Lachman, L., « Lyophilization of Pharmaceuticals IV . , Determination of Eutectic Temperatures of Inorganic Salts » J, Pharm. Sci., 54 , 1411 (1965) .
8. Boyd, Ian, and Bullok, Kenneth, J. Pharm. Pharmacol., 18, 28s (1966).
9. Gallelli, Joseph F., « Maintenance of Sterility in Freezedying of Drugs » , Amer. J. Hosp. Pharmacy , 25 , 671 (1968).
10. Badger, Walter L., and Banchero , Julius, T., « Introduction to chemical Engineering » McGraw-Hill (1955) .
11. McCabe, and Smith , J. C., « Unit Operations of Chemical Engineering » McGraw-Hill .
12. Caulson , J. M., and Richardson , J. F., « Chemical Engineering; Unit Operations » Vol. II, 2nd. Edit., pergamon Press (1968).
13. Perry « Chemical Engineers' Hand Book » 4th. Edit. McGraw-Hill.
14. Martin, N. Alfred , « Physical Pharmacy » Lea and Febiger .
15. Martin, Eric W., « Husa's Pharmaceutical Dispensing » 6th. Edit. Mack Publ . Co. (1966) .
16. Sprowls, Joseph B., Jr. , and Beal, Harold M., « American Pharmacy » 6th. Edit., Lippincott .