



E46299



GENERALIZED MICROSTRUCTURAL CHANGE INDICATORS AND THEIR
RELATIONSHIPS WITH PHYSICAL CHANGES OF A FOOD PRODUCT
UNDERGOING DIFFERENT DRYING PROCESSES AND CONDITIONS

MISS SANSANEE SANSIRIBNAN

A DISSERTATION SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF DOCTOR OF PHILOSOPHY (ENERGY TECHNOLOGY)
SCHOOL OF ENERGY, ENVIRONMENT AND MATERIALS
KING MONCKUT'S UNIVERSITY OF TECHNOLOGY THONBURI

2011



Generalized Microstructural Change Indicators and Their Relationships with Physical
Changes of a Food Product Undergoing Different Drying Processes and Conditions

Miss Sansanee Sansiribhan M.Sc. (Energy Technology)

A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment
of the Requirements for
the Degree of Doctor of Philosophy (Energy Technology)
School of Energy, Environment and Materials
King Mongkut's University of Technology Thonburi
2011

Dissertation Committee

Sirikalaya Suvachittanont
.....
(Assoc. Prof. Sirikalaya Suvachittanont, D.Eng.)

Chairman of Dissertation Committee

S. Devahastin
.....
(Assoc. Prof. Sakamon Devahastin, Ph.D.)

Member and Dissertation Advisor

Somchart S.
.....
(Prof. Somchart Soponronnarit, Dr.Ing.)

Member and Dissertation Co-Advisor

Somkiat Prachayawarakorn
.....
(Assoc. Prof. Somkiat Prachayawarakorn, Ph.D.)

Member

Adisak Nathakarnakule
.....
(Assoc. Prof. Adisak Nathakarnakule, Ph.D.)

Member



Dissertation Title	Generalized Microstructural Change Indicators and Their Relationships with Physical Changes of a Food Product Undergoing Different Drying Processes and Conditions
Dissertation Credits	42
Candidate	Miss Sansanee Sansiribhan
Dissertation Advisors	Assoc. Prof. Dr. Sakamon Devahastin Prof. Dr. Somchart Soponronnarit
Program	Doctor of Philosophy
Field of Study	Energy Technology
Department	Energy Technology
Faculty	School of Energy, Environment and Materials
B.E.	2554

Abstract

E46299

It is well recognized that changes of many physical characteristics of a food product during drying are due to changes of the food product microstructure. Nevertheless, not much quantitative information, as opposed to abundant qualitative information, is available to describe in detail the relationships between microstructural and physical changes of food during drying. Moreover, since both the physical characteristic and microstructural changes depend on the drying methods and conditions, the relationships between the physical and microstructural changes are difficult to be generalized. The aim of this work was thus to develop a generalized indicator that could be used to monitor microstructural changes of a model food product (carrot cubes) undergoing three different drying methods, i.e., hot air drying, vacuum drying and low-pressure superheated steam drying at 60 and 80 °C. Two types of indicators, i.e., normalized change of the fractal dimension ($\Delta FD / FD_0$) of the sample microstructure images and normalized change of the average sample cell diameter ($\overline{\Delta D} / \overline{D_0}$), were tested. Further investigation was made to determine if the tested indicators could also be used to

E46299

correlate the microstructural changes to selected apparent physical characteristic changes (shrinkage and hardness) of the test material. It was found that both $\Delta FD/FD_0$ and $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$ increased with a decrease in the food product moisture content, corresponding to an increase in the irregularity of the cell walls and intercellular spaces as well as to a decrease in the sample cell volume; the relationships between the changes of these indicators and product moisture content were similar among all the tested drying methods and conditions. Therefore, either $\Delta FD/FD_0$ or $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$ can be used as a generalized microstructural change indicator. $\Delta FD/FD_0$ and $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$ were also found to correlate well with the observed apparent physical characteristic changes. $\Delta FD/FD_0$ as well as $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$ tended to increase with increasing physical changes, indicating that the changes in the irregularity of the cell walls, intercellular spaces and the cellular dimension significantly affect the shrinkage and hardness. Nevertheless, $\Delta FD/FD_0$ seemed to be a more generalized structure-quality indicator than $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$.

Keywords: Cell diameter/Fractal dimension/Hardness/Image analysis/Shrinkage/
Structure-quality indicator

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ตัวชี้วัด โดยทั่วไปของการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคและความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงลักษณะเชิงกายภาพของผลิตภัณฑ์อาหารที่ผ่านกระบวนการและสภาวะอบแห้งแบบต่างๆ
หน่วยกิต	42
ผู้เขียน	นางสาวศันสนีย์ แสนศิริพันธ์
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ. ดร. สักกมน เทพหัตถิน ณ อุรุทยา ศ. ดร. สมชาติ โสภณรณฤทธิ์
หลักสูตร	ปรัชญาดุษฎีบัณฑิต
สาขาวิชา	เทคโนโลยีพลังงาน
สายวิชา	เทคโนโลยีพลังงาน
คณะ	พลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ
พ.ศ.	2554

บทคัดย่อ

E46299

เป็นที่ทราบกันดีว่าการเปลี่ยนแปลงลักษณะเชิงกายภาพต่างๆ ของอาหารในระหว่างการอบแห้งเกิดขึ้นเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคของอาหารนั้น อย่างไรก็ตาม เมื่อเทียบกับข้อมูลการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคเชิงคุณภาพที่มีอยู่มากมาย พบว่าข้อมูลเชิงปริมาณกลับมีไม่มากพอที่จะใช้อธิบายความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคและเชิงกายภาพของอาหารที่ผ่านการอบแห้งได้ นอกจากนี้ ข้อมูลที่มีอยู่ยังไม่สามารถนำไปใช้อธิบายความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในกระบวนการอบแห้งแบบต่างๆ ได้โดยง่าย เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคและเชิงกายภาพที่เกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการอบแห้งนั้นขึ้นอยู่กับวิธีการและเงื่อนไขที่ใช้ในการอบแห้ง งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาตัวชี้วัดโดยทั่วไปที่สามารถใช้ในการตรวจติดตามการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคของอาหารตัวอย่าง (แครอทรูปลูกบาศก์) ระหว่างกระบวนการอบแห้งแบบต่างๆ ได้แก่ การอบแห้งแบบลมร้อน การอบแห้งแบบสุญญากาศ และการอบแห้งแบบไอน้ำร้อนขดขึงที่สภาวะความดันต่ำ ณ อุณหภูมิอบแห้ง 60 และ 80 องศาเซลเซียส โดยตัวชี้วัดที่ศึกษาแบ่งออกได้เป็นสองชนิด ได้แก่ อัตราการเปลี่ยนแปลงค่ามิติแฟร็กทัลไร้หน่วย ($\Delta FD/FD_0$) ของภาพโครงสร้างระดับจุลภาคของอาหารตัวอย่าง และอัตราการเปลี่ยนแปลงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเซลล์ไร้หน่วย ($\overline{\Delta D}/\overline{D}_0$) และจากนั้นจึงศึกษาต่อว่าตัวชี้วัดดังกล่าวนี้ สามารถใช้ในการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคและการเปลี่ยนแปลงเชิงกายภาพบางประการ (การหดตัวและความแข็ง) ของอาหารตัวอย่างที่ทำการทดสอบได้หรือไม่ จากการศึกษา พบว่าทั้งค่ามิติแฟร็กทัลและขนาดเส้นผ่าน

E46299

ศูนย์กลางเฉลี่ยของเซลล์ไร้หน่วยเพิ่มขึ้นตามการลดลงของความชื้นของอาหาร สอดคล้องกับลักษณะ ขรุขระหรือเสียรูปของผนังเซลล์และช่องว่างระหว่างเซลล์ที่เพิ่มมากขึ้น ตลอดจนการลดลงของขนาด เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเซลล์ระหว่างการอบแห้ง นอกจากนี้ พบว่าความสัมพันธ์ระหว่างตัวชี้วัด ทั้งสองและการเปลี่ยนแปลงความชื้นของแครอท มีลักษณะที่คล้ายคลึงกันในทุกกระบวนการอบแห้ง และเงื่อนไขที่ทำการทดสอบ ซึ่งแสดงว่า $\Delta FD/FD_0$ หรือ $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$ เป็นตัวชี้วัดที่สามารถใช้ในการ แสดงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างระดับจุลภาคของอาหารระหว่างการอบแห้งแบบต่างๆ ได้ ทั้งยัง พบว่า $\Delta FD/FD_0$ และ $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$ มีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงลักษณะเชิงกายภาพที่ศึกษาเป็น อย่างดีอีกด้วย โดย $\Delta FD/FD_0$ และ $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเปลี่ยนแปลงลักษณะเชิง กายภาพที่เพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าลักษณะขรุขระหรือการเสียรูปของผนังเซลล์และช่องว่างระหว่าง เซลล์ รวมทั้งการลดลงของขนาดเซลล์ ส่งผลต่อค่าการหดตัวและความแข็งของอาหารตัวอย่างอย่าง มีนัยสำคัญ อย่างไรก็ตาม พบว่า $\Delta FD/FD_0$ เป็นตัวชี้วัดความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างระดับจุลภาค และสมบัติทางกายภาพที่ดีกว่า $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$

คำสำคัญ: การวิเคราะห์ภาพ/การหดตัว/ความแข็ง/ตัวชี้วัดความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้างระดับ จุลภาคและสมบัติ/มิติแฟร็กทัล/เส้นผ่านศูนย์กลางเซลล์

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my deep and sincere appreciation to my advisors, Assoc. Prof. Dr. Sakamon Devahastin and Prof. Dr. Somchart Soponronnarit, for their kindness, support, suggestion, enthusiasm throughout the course of the study. I am also grateful to my committee members, Assoc. Prof. Dr. Somkiat Prachayawarakorn, Assoc. Prof. Dr. Adisak Nathakaranakule and Assoc. Prof. Dr. Sirikalaya Suvachittanont, for their valuable comments and for giving me many suggestions. I would like to thank my beloved friends for their support, encouragement and unending friendship. I also wish to thank my colleagues and staff for their friendly help.

My sincere appreciation also goes to the Commission on Higher Education, Thailand for supporting my doctoral study through a grant fund under the Strategic Scholarships for Frontier Research Network Program. Moreover, I am also grateful to the National Science and Technology Development Agency (NSTDA) for supporting the study financially.

Finally, and most importantly, I express my deepest gratitude and endless love to my late father, who was my role model and inspiration, to my mother and my brother, for their constant support, understanding and unconditional love. These encourage me to pass through everything.

CONTENTS

	PAGE
ENGLISH ABSTRACT	ii
THAI ABSTRACT	iv
ACKNOWLEDGEMENTS	vi
CONTENTS	vii
LIST OF TABLES	x
LIST OF FIGURES	xi
LIST OF SYMBOLS	xiii
LIST OF ABBREVIATIONS	xiv
CHAPTER	
1. INTRODUCTION	1
1.1 Research rationale	1
1.2 Objectives	3
1.3 Scopes	4
1.4 Expected benefits	5
 2. BACKGROUND	 6
2.1 Drying of foods	6
2.1.1 Hot air drying	7
2.1.2 Vacuum drying	9
2.1.3 Low-pressure superheated steam drying	10
2.2 Relationships between microstructural and physical changes of foods during drying	 12
2.2.1 Microstructural changes of foods during drying	13

2.3	Fractal analysis	15
2.3.1	Definition of fractals	15
2.3.2	Applications of fractal analysis in foods	17
3.	MATERIALS AND METHODS	20
3.1	Materials	20
3.2	Experimental set-up	21
3.2.1	Hot air dryer	21
3.2.2	Low-pressure superheated steam dryer	22
3.2.3	Vacuum dryer	23
3.3	Drying experiments	23
3.4	Measurement of volumetric shrinkage	24
3.5	Textural analysis	25
3.6	Quantification of sample microstructure	25
3.6.1	Quantification of fractal dimension	25
3.6.2	Quantification of cell diameter	26
3.7	Statistical analysis	28
4.	QUANTITATIVE EVALUATION OF MICROSTRUCTURAL CHANGES AND THEIR RELATIONS WITH SOME PHYSICAL CHARACTERISTICS OF FOOD DURING DRYING	29
4.1	Drying kinetics	29
4.2	Microstructural changes	30
4.3	Relationships between microstructural changes and physical characteristics	45

5. GENERALIZED MICROSTRUCTURAL CHANGE AND STRUCTURE-QUALITY INDICATORS OF A FOOD PRODUCT UNDERGOING DIFFERENT DRYING METHODS AND CONDITIONS	51
5.1 Drying kinetics	51
5.2 Generalized microstructural change indicators	52
5.2.1 Relationships between $\Delta FD / FD_0$ and X / X_0	52
5.2.2 Relationships between $\overline{\Delta D} / \overline{D_0}$ and X / X_0	55
5.3 Generalized structure-quality indicators	58
5.3.1 Relationships between $\Delta FD / FD_0$ and physical characteristic changes	58
5.3.2 Relationships between $\overline{\Delta D} / \overline{D_0}$ and physical characteristic changes	62
6. CONCLUSIONS AND RECOMMENDATION	65
6.1 Conclusions	65
6.2 Recommendation	66
REFERENCES	67
CURRICULUM VITAE	77

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
4.1 Pearson’s correlation coefficients of various parameters	50
5.1 Empirical constants in Equations (5.1)-(5.6)	54

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
3.1 A schematic diagram of a hot air dryer	21
3.2 A schematic diagram of low-pressure superheated steam dryer and associated units.	22
4.1 Hot air drying kinetics of carrot cubes	30
4.2 Relationships between $\overline{\Delta D}/\overline{D_0}$, $\Delta FD/FD_0$ and X/X_0 of carrot cubes undergoing hot air drying at (a) 60 °C; (b) 80 °C	32
4.3 SEM photographs showing cross section of carrot cube undergoing hot air drying at 60 °C	35
4.4 SEM photographs showing cross section of carrot cube undergoing hot air drying at 80 °C	40
4.5 Relationships between microstructural changes and shrinkage of carrot cubes undergoing hot air drying at 60 and 80 °C	46
4.6 Hardness of carrot cubes undergoing hot air drying	47
4.7 Relationships between microstructural changes and hardness of carrot cubes undergoing hot air drying at 60 and 80 °C	48
5.1 Drying curves of carrot cubes undergoing (a) HAD; (b) VD; (c) LPSSD	52
5.2 Relationships between $\Delta FD/FD_0$ and X/X_0 of carrot cubes undergoing HAD, VD and LPSSD at 60 and 80 °C. Insert (A) represents the results over $0.01 \leq X/X_0 \leq 0.2$.	53

- 5.3 Relationships between $\overline{\Delta D} / \overline{D_0}$ and X/X_0 of carrot cubes undergoing HAD, VD and LPSSD at 60 and 80 °C. Insert (A) represents the results over $0.01 \leq X/X_0 \leq 0.2$. 55
- 5.4 Microstructure of carrot cubes undergoing HAD, VD and LPSSD 57
- 5.5 Relationships between $\Delta FD / FD_0$ and shrinkage of carrot cubes undergoing HAD, VD and LPSSD at 60 and 80 °C. (A) and (B) represent the results over $X/X_0 \geq 0.1$ and $0.01 \leq X/X_0 < 0.1$, respectively. 59
- 5.6 Hardness of carrot cubes undergoing (a) HAD; (b) VD; (c) LPSSD. Insert (A) represents the results over $0.01 \leq X/X_0 \leq 0.2$. 60
- 5.7 Relationships between $\Delta FD / FD_0$ and hardness of carrot cubes undergoing HAD, VD and LPSSD at 60 and 80 °C. (A) and (B) represent the results over $X/X_0 \geq 0.1$ and $0.01 \leq X/X_0 < 0.1$, respectively. 61
- 5.8 Relationships between $\overline{\Delta D} / \overline{D_0}$ and shrinkage of carrot cubes undergoing HAD, VD and LPSSD at 60 and 80 °C. (A) and (B) represent the results over $X/X_0 \geq 0.1$ and $0.01 \leq X/X_0 < 0.1$, respectively. 63
- 5.9 Relationships between $\overline{\Delta D} / \overline{D_0}$ and hardness of carrot cubes undergoing HAD, VD and LPSSD at 60 and 80 °C. (A) and (B) represent the results over $X/X_0 \geq 0.1$ and $0.01 \leq X/X_0 < 0.1$, respectively. 64

LIST OF SYMBOLS

a	=	empirical constant
b	=	empirical constant
c	=	empirical constant
D	=	cell diameter at any time , μm
D_0	=	cell diameter at initial, μm
FD	=	fractal dimension at any time
FD_0	=	fractal dimension at initial
V	=	volumetric of carrot at any time, (m^3)
V_0	=	volumetric of carrot at initial, (m^3)
X	=	moisture content at any time, kg/kg (d.b.)
X_0	=	moisture content at initial , kg/kg (d.b.)

LIST OF ABBREVIATIONS

BCM	=	Box Counting Method
ESEM	=	Environmental Scanning Electron Microscopy
FBMM	=	Fractal Brownian Motion Method
FIR	=	Far-Infrared Radiation
FDM	=	Frequency Domain Method
HAD	=	Hot Air Drying
LM	=	Light Microscopy
LPSSD	=	Low-Pressure Superheated Steam Drying
SEM	=	Scanning Electron Microscopy
SSD	=	Superheated Steam Drying
VD	=	Vacuum Drying