

SVENSKA INSTITUTET FÖR KONSERVERINGSFORSKNING, GÖTEBORG
SIK - Rapport

1962

Nr 113

5:e frystorkningssymposiet i Köln 27 - 28 februari 1962

av

Nils Bengtsson

5:e frystorkningssymposiet i Köln 27 - 28 februari 1962

av

Nils Bengtsson

Svenska Institutet för Konserveringsforskning

I likhet med sina föregångare arrangerades även detta 5:e symposium av Leybold-Hochvakuum-Anlagen GMBH i Köln som ett led i deras naturliga strävan att främja utvecklingen på frystorkningsområdet. Ämnesområdet var denna gång helt koncentrerat till frystorkning av livsmedel. Mötet hade samlat uppskattningsvis ca 200 deltagare, de flesta från Tyskland, men även många från andra europeiska länder och från Amerika. 15 stycken föredrag hölls, bl.a. av sådana internationellt kända namn som professor Rey, Dijon, professor Grau och dr Hamm, Kulmbach, professor Greaves, Cambridge och professor von Sengbusch, Hamburg.

Som allmänt omdöme om dagarna kan sägas att flertalet föredrag var av intresse, genom att nya resultat av grundläggande eller praktisk karaktär presenterades eller genom att tidigare erfarenheter ställdes i ny belysning. Av särskilt intresse från de olika föredragen kan anföras följande:

1. För juicer och liknande produkter kunde väsentligt förbättrad kvalitet erhållas vid frystorkning genom att man efter infrysning på vanligt sätt gjorde en efterfrysning i flytande kväve (professor Rey).
2. Det har visat sig möjligt att pressa samman vissa frystorkade produkter till spec. vikt nära 1,0 (bl.a. morötter) utan att kvalitet och utseende efter rehydratisering försämrats (Ir. Mettavier Meijer).
3. En metod för kontinuerlig sprayfrystorkning av vätskor i laboratorieskala presenterades, varvid vätskan sprutas in genom en speciellt utformad anordning och fryses till ett kontinuerligt band, som efter torkningen lätt kan avskiljas från ångströmmen (professor Greaves).
4. Grundläggande mätningar och praktiska försök som gjorts av Leyboldt har visat att värmeledningsförmågan i ångfasen är betydande vid frystorkning. Vid värmeöverföring till livsmedlet från "strålningsytor" överföres enligt dessa mätningar mångdubbelt mera värme än det enligt strålningslagarna teoretiskt möjliga, p.g.a. denna värmeledning genom ångfasen (dr Ehlers).

5. Frystorkningsprocessen uppgavs kunna styras effektivt med ledning av el.motståndet i produkten (professor Rey).
6. Viss kvalitetsförlust vid frystorkning av kött angavs vara ofrånkomlig p.g.a. att själva dehydratiseringen åstadkommer en irreversibel strukturförändring (dr Hamm).
7. Värmedenaturerade proteiner är lättare att frystorka p.g.a. högre ångtryck än för icke denaturerade (dr Nemitz).
8. Frystorkning med strålningsytor uppgavs kunna ge lika snabb frystorkning som kontaktmetoderna (inklusive s.k. "accelerated freeze drying") och vara konstruktivt betydligt enklare (Thuse, FMC-Corporation).

Föredragen fördelade sig innehållsmässigt på följande sätt:

Problem sammanhängande med infrysningen (1 st.)

Förändringar av fysikalisk och kemisk natur vid frystorkning (4 st.)

Teori och data rörande värme- och masstransport vid frystorkning (5 st.)

Aromabsorption, sortval, processmetoder och bedömningsmetoder,

planering av anläggningar (sammanlagt 5 st. föredrag).

Det faktum att så många av föredragen behandlade teori och data rörande värme- och masstransport visar att man kommit ett gott stycke på väg med att sammanställa grundläggande data som underlag för optimering av frystorkningsförlopp och frystorkningsanläggningar, medan man förut i stor utsträckning arbetat empiriskt. Tyvärr var i dessa föredrag den muntliga framställningen osmältbar och fick betraktas som komprimerade smakprov på vad utskriften av föredragen kommer att innehålla. Utskrifter kommer att tillställas mötesdeltagarna av samtliga föredrag. SIK:s exemplar avses bli tillgängliga för stiftelsens medlemmar i SIK:s Service-Serie. I det följande redogörs därför endast i kort sammandrag för de olika föredragen, i den ordning de hölls.

Professor L.R. Rey (Faculté de Sciences de Dijon) redogjorde i sitt första föredrag "Influence of the preliminary freezing period on lyophilisation" för försök med frystorkning av apelsinjuice. Dessa försök visade att man vid konventionell infrysning (ca -50°C) får en underkyld metastabil glasstruktur, som vid frystorkningen leder till partiell smältning, strukturförsämring och förlust av aromämnen. Genom en efterfrysning till mycket låga temperaturer med hjälp av flytande kväve och gradvis återuppvärmning kunde man bryta den metastabila strukturen och åstadkomma fullständig utkristallisering med åtföljande starkt förbättrade frystorkningsegenskaper.

Vid frystorkningsförsöken användes elektrisk motståndsmätning för kontroll av torkningsförloppet (el.motståndet hålls konstant under sublimationsperioden genom reglering av tillförd värme).

Rey redogjorde även för alternativa metoder att bestämma restfukt i det frystorkade materialet. En standardiserad modifikation av Fischers metod har utarbetats och visat sig ge god reproducerbarhet. En ny metod är under utarbetande, som bygger på bestämning av daggpunkten över provet i en vakuumkammare med hjälp av en kyld spegel och en fotocell. För hygroskopiska material, som t.ex. apelsinjuice, kan restfukten bestämmas tillförlitligt endast med gravimetriska metoder, såvida man inte genomfört en efterfrysbehandling med flytande kväve före frystorkningen.

I sitt andra föredrag, "Adsorption phenomena in freeze-drying", redogjorde Rey för modellförsök med frystorkning av glykoslösning med aceton tillsatt som flyktig "aroms substans". Förlusten av aceton vid frystorkningen kunde kraftigt reduceras genom den tidigare nämnda efterfrysningstekniken.

I den följande diskussionen nämndes bl.a. (Leybold) att man genom tillsatsämnen (t.ex. $\frac{1}{2}$ % gelatin) starkt kan öka bindningen av aromämnen vid frystorkningen.

Dr G. Nemitz (Bundesforschungsanstalt für Lebensmittelfrischhaltung, Karlsruhe) behandlade "Physikalisch-chemische Grundlagen der Gefrier-trocknung von Proteinen". Bl.a. nämndes att värmedenaturerade proteiner är lättare att frystorka p.g.a. högre ångtryck än för icke denaturerade. (Detta bör kunna vara av viss betydelse beträffande frystorkning av färdiglagad mat.)

Gränsfuktigheten = restfukten vid sublimationsperiodens slut, ligger för proteinmaterial vid 10-20 %. Det maximalt utfrysbara vattnet är då avlägsnat, medan kvarvarande vatten är starkare bundet och fordrar kraftig värmetillförsel för att avlägsnas. Tack vare att denatureringstemperaturen för äggvita ligger betydligt högre vid låg vattenhalt (för äggalbumin upp till 100°C vid 10 % restfukt) kan man under efter-torkningsperioden använda mycket högre godstemperatur än under själva sublimationsperioden.

Professor H. Mohler (Physikalisch-Chemisches Institut der Universität Basel) talade om "Bewertung gefriergetrockneter Lebensmittel".

Föredraget behandlade översiktsmässigt icke önskvärda förändringar i samband med frystorkning av livsmedel samt behovet av bedömningsmetoder och normer för bl.a. enzymaktivitet, oxidativ härskning, färgreaktioner, sprödhet, rekonstitutionsförmåga, sorbtionsisotermer, organoleptik, bakteriologi. I förbigående nämndes att bakteriologiska normer

kan väntas komma upp till diskussion vid Bakteriologikongressen i Montreal i höst.

Beträffande härskning och brunfärgning nämnde Mohler att för frystorkade livsmedel maillardreaktionen avtar och den oxidativa härskningen tilltar med sjunkande restfuktighet.

En alternativ metod till vanlig frystorkning omnämndes. Man har i USA gjort försök med torkning med mycket kall, torr kvävgas av atmosfärtryck och torkning av gasen med silicagel. (Enligt muntlig uppgift från Thuse FMC kan denna metod knappast väntas bli ekonomisk, då enbart rundpumpningskostnaderna ställer sig högre än totala kostnaderna för frystorkning.)

Ir. J.C. Mettievier Meijer (Instituut voor Bewaring en Verwerking van Tuinbouwproducten, Wageningen) talade om "Wasseraufnahme gefriergetrockneter Gemise".

Meijer hade gjort en jämförelse beträffande utrymmesbehov, rehydratiseringsförmåga och utseende för morötter och några andra grönsaker efter lufttorkning, frystorkning samt frystorkning med efterföljande hoppresning vid 50-100 atm tryck. Vid sådan komprimering av frystorkade grönsaker är det nödvändigt att först fukta och värma produkten samt att efter kompressionen eftertorka. I försöken studerades de olika faktorer som inverkar på slutkvaliteten. Det visade sig möjligt att komprimera morotstärningar ända till spec. vikt 1,0 utan att rehydratiseringsförmåga eller utseende försämrades. (Metoden kan väntas bli av intresse bl.a. för det militära.)

Prof. Dr. R. Grau (Bundesanstalt für Fleischforschung, Kulmbach) presenterade i ett föredrag om "Veränderungen von Fleischinhaltstoffen durch eine Trocknung im Vakuum und bei geringen Temperaturen und durch Lagerung" en ny metod för vakuamtorkning av kött vid högst ca +35°C med vattenupptagning med hjälp av flytande torkmedel. På så sätt torkat kött skulle ha en hållbarhet på ca 1 år i skyddsförpackning och visa en relativt god rehydratiseringsförmåga (dock ej fullt jämförbart med frystorkat).

Dr R. Hamm (Bundesanstalt für Fleischforschung, Kulmbach) talade om "Chemische und physikalische Veränderungen bei der Gefriertrocknung von Fleisch".

Enligt föredragshållaren är det viktigt att man inte använder vattenresorptionsförmågan enbart som mått på frystorkat kötts kvalitet. Man måste även ta hänsyn till hur pass starkt vattnet bindes, t.ex. genom bestämning av pressförlust eller kokförlust. Frystorkat kött har

lägre vattenbindande förmåga än färskt kött, mätt med Grau-Hamms utpressningsmetod (34 % jämfört med 47 %) och visar också högre rigiditet (vilket bl.a. ger sig tillkänna i torrare smak). Vid frystorkningen inträffar enligt Hamm en förändring i köttvävnaden, kännetecknad bl.a. av att en tätare molekylstruktur med tvärbindingar bildas, samtidigt som kalcium och magnesium frigöres från karboxylgrupper. Förändringarna ansågs orsakade av själva dehydratiseringen och inte av koncentrationen av substans i cellvätskan i samband med infrysningen.

Dr H. Ehlers (Leybold, Köln) redogjorde för "Bestimmung optimaler Trocknungsbedingungen von Lebensmitteln durch Messung der Wärme- und Strömungsleitwerte".

Data presenterades från Leybolds mätningar av värme- och masstransport vid frystorkning av livsmedel med en redogörelse för hur sådana data kan användas för bestämning av optimala torkningsmetoder. Av speciellt intresse var att en betydande värmeöverföring genom ledning i gasfasen observerades vid det vakuum som normalt förekommer vid frystorkning. Enligt mätningarna skulle värmeledning svara för huvuddelen av värmeöverföringen vid frystorkningsanläggningar utrustade med "strålningsvärme" från värmda plattor, t.ex. Leybolds egna industriella frystorkar. Hur värmeledningen sker vid dessa låga tryck är inte fastställt.

Professor R.I.N. Greaves (Department of Pathology, Cambridge) lämnade en redogörelse för försök med "Vacuum spray freeze-drying".

Greaves har konstruerat en typ av munstycke som, utan risk för blockering genom frysning, tillåter insprutning i en vakuumkammare av så små vätskemängder per tidsenhet som var aktuella för arbete i försöksskala med kontinuerlig sprayfrystorkning (ner till 100 ml/tim.). Själva munstycket ligger snedställt mot en roterande skiva. Genom att välja låg rotationshastighet kunde man få materialet att matas fram i form av ett kontinuerligt fryst band som lätt kunde torkas och skiljas från den strömmande ångan i apparaturen. (Illustrativa bilder med ultrakort exponeringstid visades av förloppet.) För torkningen av bandet avser man att experimentera med dielektrisk värmeförsel, då man ej tror sig kunna få tillräckligt snabb värmeförsel med andra värmekällor.

Dr H.G. Kessler (Krauss-Maffei AG, München) talade "Ueber den Wärme- und Stofftransport im porigen Gut bei der Sublimationstrocknung".

I föredraget redogjordes för mätningar av värme- och masstransport i porösa material samt uppställning av enkla, generella samband för sublimationshastigheten bl.a. karakteriserade av en motståndsfaktor.

En del av mätningarna var gjorda med stålkulor och vatten, andra med mera "realistiska" substanser. Värmeledningsförmågan för porösa material befanns påverkas starkt av gastrycket när fria väglängden för gasmolekylerna var av samma storleksordning som porväggarnas diameter.

Dipl.-Ing. H.F.Th. Meffert (Institut van Bewaring en Verwerking van Tuinbouwproducten) talade om i stort sett samma ämne som Kessler, "Wärme- und Stofftransport im Trockengut".

Meffert bestämde värme- och masstransport vid frystorkningsförsök med bl.a. skivade morötter. Bl.a. befanns torktiden vara proportionell mot godstjockleken eller dess kvadrat (beroende på vilken metod för värmeförsel som användes). Under sublimationsperioden används allt tillfört värme för förångning.

E. Thuse (FMC-Corporation, Santa Clara, California) talade om "Radiant heating in freeze-drying".

Thuse redogjorde för principerna för FMC:s frystorkningsapparat som bygger på värmeöverföring från strålningselement värmda med en specialvätska (som tillåter temperaturer mellan ca -50 och +200°C å 300°C) och kondensering på kyltor i själva kammarutrymmet. Enligt Thuse har erfarenheten visat att denna värmeöverföringsmetod ger lika snabb frystorkning som s.k. "accelerated freeze drying" med kontaktplattor av "expanded metal" och anläggningstryck. fördelar är att man slipper ifrån kompressionsanordningar och hygieniska kontaktplåtar och att man får bättre förutsättningar att genomföra kontinuerliga förfaranden.

Strålningsplattorna behöver inte vara svartmålade, grå färgton ger lika god effekt. Elektrisk uppvärmning är inte tillfredsställande, då man har svårt att på så sätt få riktigt jämn värmning.

Kurvor visades över torkningshastighet som funktion av strålningsytans temperatur, godsets yttemperatur samt vattenhalten från praktiska försök med olika livsmedel.

Ir. C.P. Huysmans (N.V.H. Hartog's Fabrieken, Oss) talade om "Einfluss des Druckes auf die Geschwindigkeit beim Gefriertrocknen".

Inverkan av ångtrycket på torkningshastigheten studerades i försök med viskossvamp indränkt med dest.vatten eller med saltlösningar med olika salthalt. Man fann ett maximum för torkningshastigheten vid omkring 2-3 Torr.

Professor Dr. R. von Sengbusch (Max-Planck-Institut für Kulturpflanzenzüchtung, Hamburg-Volksdorf) berörde "Probleme der Gefriertrocknung in Verbindung mit der Züchtung von Beerenobst, Gemüse und Kartoffeln".

Med utgångspunkt från de framsteg som gjorts på djupfrysningområdet att via växtförädling få fram speciellt lämpliga sorter pekade föredragshållaren på de stora möjligheter man har att driva fram speciellt lämpade sorter även för frystorkning. Han ansåg att frystorkning i olikhet med andra konserveringsförfaranden ger unika möjligheter att få fram en vara som väl bevarar alla färskvarans egenskaper inklusive färg och arom.

Dr U. Hackenberg (Leybold, Köln) talade om "Gesichtspunkte für die Planung industrieller Gefriertrocknungsanlagen", med anknytning till Leybolds utveckling av kontinuerliga anläggningar enligt standard-byggelementprincipen. Som tumregel vid val mellan kylkondensator eller ångejektor angavs att ångejektorer i regel blir billigare om man har kylvatten med högst $+15^{\circ}\text{C}$ temperatur tillgängligt och om torkningstrycket får ligga vid eller över 2 Torr.

I programmet ingick även visning av Leybolds laboratorier, varvid mycket öppet redogjordes för den apparatur som används, från forsknings- och laboratorieutrustning via pilot-plant apparatur till en prototyp till deras kontinuerliga anläggning (inmatningssektionen). Den senare står till förfogande för firmor som önskar framställa tillräckliga kvantiteter frystorkade produkter för t.ex. marknadsundersökningar.

Under symposiet utdelades inbjudan och anmälningsblanketter till "Third International Course on Freeze-Drying" i Lyon den 17 + 28 juli 1962. Kursen organiseras av "Association des Cours Internationaux de Lyophilisation" med International Institute of Refrigeration och International Association of Microbiologic Societies som stödjande organisationer. Kursen, som kommer att bestå av föredrag, tekniska experiment, demonstrationer och visningar, vänder sig till både forskare (kemister, fysiker, farmaceuter, läkare, veterinärer) och tekniker. Den organiseras som ett internat vid Institut National des Sciences Appliquées. Deltagarkostnaden är 1300 NF.