

PRINCIPES PHYSIQUES FONDAMENTAUX DE LA
CONSERVATIONS AUX BASSES TEMPÉRATURES*D. SIMATOS (DIJON)*

SCHEMA TECHNOLOGIQUE

La lyophilisation peut être définie comme une méthode de concentration à basse température, par laquelle les produits sont amenés à un degré de déshydratation très poussé, tel qu'ils peuvent être conservés pendant de longues durées aux températures ordinaires.

L'opération de lyophilisation comprend plusieurs phases successives qui sont rappelées par deux schémas dûs à Rey¹ montrant, d'une part l'évolution de la température du produit en cours de lyophilisation, et d'autre part les changements d'état subis par l'eau qu'il contient. Le produit, d'abord refroidi jusqu'à congélation totale, est soumis à la déshydratation par sublimation de la glace. L'élimination plus ou moins complète de l'eau liée, non congelable, est effectuée dans une phase de désorption ultérieure, où la température du produit est ramenée à une valeur supérieure à 0°C. Dans la plupart des installations actuelles, le produit est, pour ces deux phases de dessiccation, placé dans une enceinte à pression réduite. Le produit lyophilisé est conservé à la température ambiante, dans une atmosphère plus ou moins dépourvue de vapeur d'eau et d'oxygène selon les cas. Avant utilisation, on procède le plus souvent à la reconstitution du produit par addition d'eau.

INFLUENCE DE LA LYOPHILISATION SUR LA VALEUR
NUTRITIVE ET DIÉTÉTIQUE DES ALIMENTS

Par lyophilisation il est possible de réaliser la déshydratation de produits biologiques sans leur faire perdre leurs propriétés physico-chimiques particulières. La déshydratation très poussée qui est obtenue

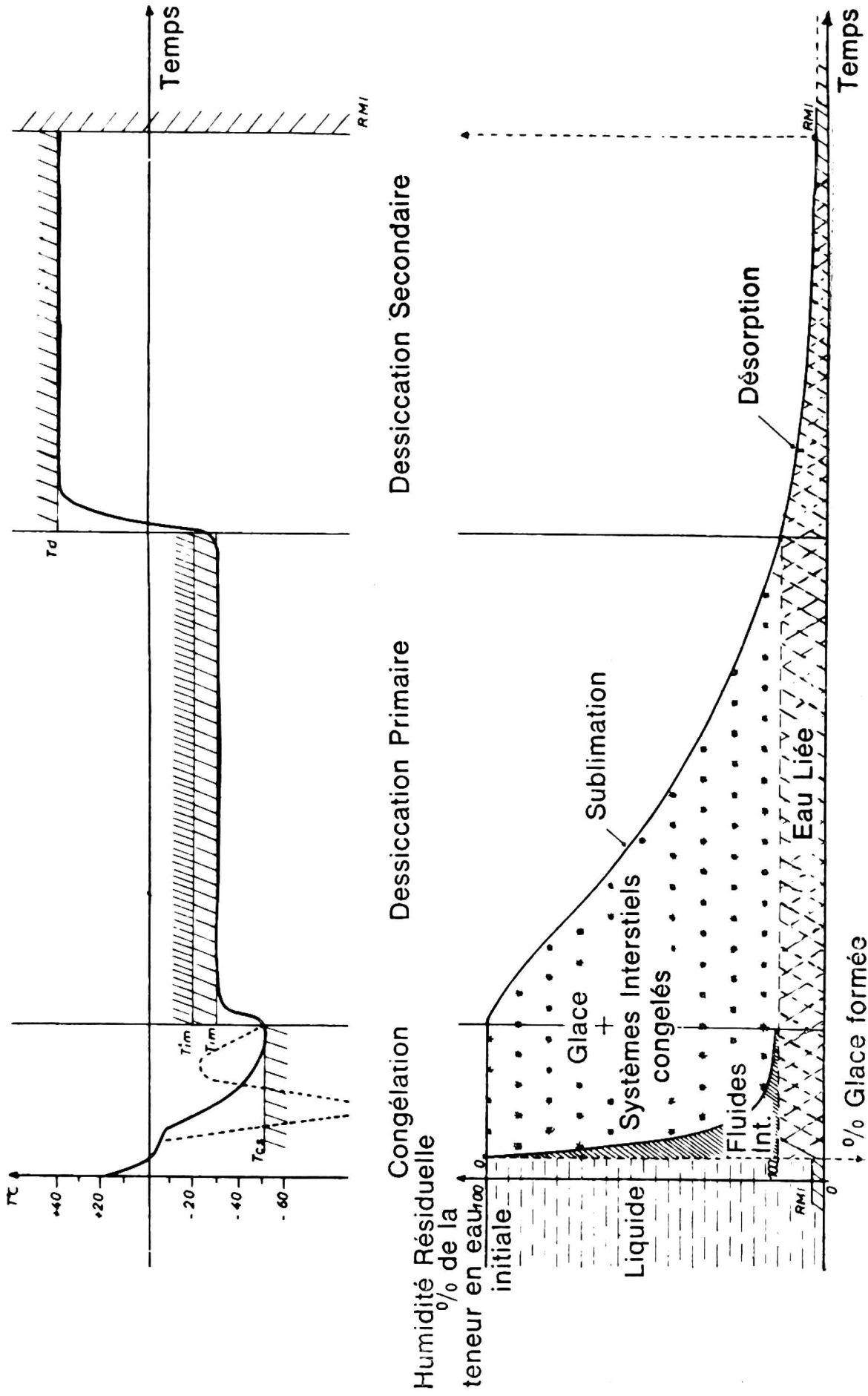


Fig. 1. Schéma de lyophilisation

permet la stabilisation de ces propriétés pendant de très longues périodes de stockage aux températures ordinaires.

Dans la recherche biochimique la lyophilisation est très fréquemment utilisée dans le cours de l'extraction des substances étudiées. Cette technique est également appliquée depuis plusieurs dizaines d'années à la conservation à l'échelle industrielle de produits pharmaceutiques ou biologique très divers: sérums, vaccins vivants ou atténués, préparations à base d'hormones ou de vitamines, conservation des standards, etc... La lyophilisation est donc reconnue comme étant capable de traiter une grande variété de produits parmi les produits biologiques les plus sensibles.

La conservation des propriétés nutritives et diététiques des denrées alimentaires n'est qu'un cas particulier. Si la lyophilisation était appliquée aux denrées alimentaires selon les conditions techniques optimales, ces propriétés ne subirait aucune altération, ni au cours du traitement lui-même, ni au cours d'un stockage de longue durée. Cependant, dans le but de diminuer le coût du traitement, la lyophilisation est souvent appliquée aux denrées alimentaires dans des conditions opératoires assez éloignées de l'optimum. Il apparaît donc nécessaire d'effectuer un contrôle de la valeur nutritive et diététique des denrées ayant subi une lyophilisation de type industriel. D'après les résultats actuellement publiés, il semble que même dans ces conditions, les denrées lyophilisées ont une qualité satisfaisante.

Des travaux dans ce domaine ont été effectués en particulier aux U.S.A. pour le Département de l'Agriculture ou l'Armée. De Groot², pour le Département de l'Agriculture, a étudié la valeur biologique et la digestibilité de quelques denrées alimentaires, en particulier poulet, viande de boeuf, haddock. Selon ces travaux, digestibilité et valeur biologique sont les mêmes pour les produits cuits, qu'ils soient consommés directement, ou après lyophilisation. Une compagnie privée² a comparé la valeur biologique du poulet, du crabe, de la crevette après congélation et après lyophilisation. Les résultats montrent que la dessiccation n'apporte pas d'altération de ce point de vue; tous ces produits ont la même valeur biologique que la caséine.

La conservation des vitamines dans quelques produits lyophilisés a été étudiée par Thomas & Calloway². Ils ont en particulier mesuré la teneur en thiamine, pyridoxine, riboflavine dans un certain nombre de denrées alimentaires ayant subi la lyophilisation ou d'autres traitements de conservation. Une certaine proportion de ces substances, variable selon le produit et la vitamine considérés, disparaît au cours de la lyophilisa-

tion, mais dans l'ensemble les pertes semblent moins importantes dans les produits lyophilisés que dans les mêmes produits appertisés. La conclusion des auteurs était que la lyophilisation était le procédé assurant la conservation la plus efficace, du point de vue nutritionnel³.

En Grande-Bretagne, le „Ministry of Agriculture, Fisheries and Food” a fait procéder à des études analogues, en particulier sur des petits pois⁴. Après cuisson, la teneur en thiamine et vitamine C dans les pois lyophilisés est presque égale à celle des pois frais.

Teneur en vitamine C:

- des pois frais: 95,5 mg/100 g de poids sec
- des pois lyophilisés: 85 mg/100 g de poids sec

(moyennes calculées à partir des résultats des auteurs pour différents calibres et variétés).

INFLUENCE DE LA LYOPHILISATION SUR LA CONSERVATION DES COMPOSÉS AROMATIQUES VOLATILES

La lyophilisation comportant le plus souvent un séjour sous vide prolongé, il est logique de se demander si ce traitement n'entraîne pas une perte en composés volatiles, qui serait responsable d'une altération de la saveur ou du parfum originels des aliments.

Si l'on en réfère tout d'abord à des *expériences subjectives de dégustation* on peut dire que des produits où la présence de composés aromatiques volatiles joue un rôle primordial, par exemple des jus de fruits ou du café, conservent après lyophilisation leur arôme caractéristique.

D'autre part Rey⁵ a étudié d'une façon quantitative la conservation au cours de la lyophilisation d'une substance très volatile: l'*acétone*. De l'acétone est ajoutée en faible quantité (2%) à une solution de composition connue qui peut être considérée comme représentative d'un système biologique plus complexe:

- solution saline équilibrée d'Earle
- glucose 10%
- glycolle 10%

La dessiccation primaire (durée: 16 heures) était suivie d'une dessiccation secondaire particulièrement sévère: produit maintenu à + 40°C., sous un vide inférieur à 10⁻³ mm mercure, pendant 30 heures. Après ce traitement, la quantité d'acétone conservée dans le produit représentait encore 30% de la teneur initiale.

INFLUENCE DES CONDITIONS OPÉRATOIRES

Le maintien des qualités tant aromatiques que nutritives et diététiques dans les denrées traitées par lyophilisation dépend des conditions opératoires. On soulignera ici l'influence de celles-ci certains domaines particulièrement critiques.

Congélation

Le premier point essentiel, pour que les qualités nutritives et aromatiques soient conservées, est que la congélation soit suffisante pour amener le produit dans un état de rigidité totale.

Pour comprendre l'importance de ce point, il faut se rappeler que la congélation d'un système aqueux se fait en deux temps. Lorsqu'un produit alimentaire est refroidi, la congélation commence par la formation de cristaux de glace pure, entre lesquels subsiste le reste de l'eau qui contient toutes les substances dissoutes ou en suspension. A mesure que s'accroissent les cristaux de glace, ce système interstitiel est donc de plus en plus concentré. Ce n'est qu'à une température assez basse que les solutions interstitielles finissent par se congeler.

Si le produit congelé est réchauffé, c'est le réseau interstitiel qui commence d'abord à fondre. Il apparaît donc des solutions à concentrations très supérieures aux concentrations biologiques normales.

Il est bien connu que les solutions interstitielles présentes dans un produit biologique incomplètement congelé sont responsables, par suite de leur forte concentration en sels minéraux, de l'altération des substances organiques qui se trouvent à leur contact. Elles provoquent en particulier la dénaturation des protéines. Si le produit doit être conservé quelque temps avant la lyophilisation proprement dite, il doit être stocké à une température suffisamment basse pour éviter les altérations de cet ordre.

D'autre part si l'on met sous viole un produit imparfaitement congelé, un autre type d'altération peut intervenir. L'eau des zones liquides s'évapore, cette évaporation peut même se faire, si la fusion interstitielle est importante, sous la forme d'une véritable ébullition malgré la basse température. Même si l'évaporation reste discrète, la dessiccation qui est réalisée dans ces conditions a des caractères bien différents de la sublimation qui est le phénomène normal dans la lyophilisation.

En effet la déshydratation par évaporation qui a lieu dans un cas de fusion partielle augmente encore la concentration des solutions interstitielles, ce qui accélère les dénaturations physico-chimiques précédentes. L'évaporation s'accompagne également d'une migration des substances

dissoutes vers la surface libre du produit. Mais surtout elle entraîne le départ des substances volatiles. Au contraire, si la dessiccation se fait seulement par sublimation, le résultat est très différent parce que la sublimation de la glace laisse en place les substances sèches qui se trouvaient en solution ou en suspension dans le réseau interstitiel. La sublimation commençant sur toute la surface libre gagne progressivement le centre du produit; celui-ci est ainsi très rapidement enveloppé par une couche poreuse constituant un filtre qui retient par adsorption les substances volatiles ayant pu s'échapper au niveau du front de sublimation.

Si donc l'on désire conserver au mieux l'intégrité biochimique du produit ainsi que les composés volatiles qu'il peut éventuellement contenir, il est nécessaire d'éviter l'apparition de zones de fusion partielle au cours du stockage à l'état congelé et de la phase de sublimation; le produit doit être maintenu pendant ces deux étapes à une température inférieure à sa *température de fusion commençante*. (T_{im} , fig. 1).

Cette température, caractéristique du produit, doit être déterminée expérimentalement, par exemple par la méthode d'Analyse Thermique Différentielle (A. T. D. — Rey ⁶⁻⁷). Pour certaines denrées, les valeurs trouvées sont relativement basses:

- jus de pêche: — 21°C.
- jus d'abricot: — 29°C.
- jus d'orange: — 43°C.
- jus de muscat: — 45°C.¹

Pour la congélation il ne suffit pas d'abaisser la température du produit jusqu'au point de fusion commençante. En effet le plus souvent les systèmes aqueux manifestent le phénomène de sous-refroidissement (surfusion). Leur solidification totale n'est obtenue que s'ils sont portés à une température beaucoup plus basse que la température de fusion commençante. Cette *température de congélation totale* (T_{cs}) qui varie également avec le produit mais dépend également des circonstances opératoires doit être aussi déterminée expérimentalement.

Pour certains produits il peut être indiqué de ne pas se contenter d'une congélation simple mais de faire un *traitement thermique*. Souvent en effet les systèmes aqueux (notamment certains jus de fruits) ne sont pas, à l'état congelé, complètement cristallisés. Les solutions interstitielles se sont solidifiées sous forme partiellement ou totalement vitreuse. Ces systèmes amorphes ont une température de fusion assez basse; il est possible de les amener à un état cristallin en leur faisant subir un traitement thermique (Rey ^{5, 7}), processus comportant:

1) un refroidissement rapide à une basse température, ce qui solidifie le produit sous une forme largement vitreuse et métastable;

2) un réchauffement jusqu'à une certaine température (déterminée par ATD) où les systèmes vitreux cristallisent;

3) un nouveau refroidissement.

A la suite de ce traitement, le produit peut être porté pour la sublimation à une température plus élevée, sans dommage. On observe en outre que la lyophilisation se fait plus rapidement et aboutit à une humidité résiduelle plus faible.

Sublimation

La période de sublimation peut également être critique pour la qualité nutritionnelle et organoleptique des denrées alimentaires lyophilisées, par suite de la nécessité de fournir de la chaleur au produit en cours de sublimation. La sublimation est en effet un phénomène fortement endothermique (environ 500 calories par gramme de glace sublimée); si l'on veut éviter un abaissement de température du produit, qui entraînerait le ralentissement puis l'arrêt de la sublimation, il est nécessaire de compenser cette absorption de chaleur par un apport d'énergie externe.

A) Lorsqu'un liquide est soumis à la sublimation dans le récipient même où il a été congelé, la chaleur peut être transmise par contact à partir d'une plaque chauffante supportant le récipient. Elle parvient au front de sublimation, où elle est utilisée, par conduction à travers la zone encore congelée du produit. Par suite de la conductivité médiocre des corps aqueux congelés, la couche congelée est le siège d'un gradient thermique important. Le désir d'obtenir au front de sublimation une température suffisamment élevée pour une sublimation rapide peut provoquer une fusion partielle de la partie inférieure du produit. On a vu le danger de cette fusion pour les qualités nutritionnelles ou aromatiques du produit.

B) Si la sublimation est effectuée sur un produit se présentant en fragments (morceaux de fruits ou de viande, liquide granulé après congélation), la chaleur fournie par des plaques radiantes est transmise à la surface du produit par rayonnement infra-rouge et par conduction gazeuse et convection, l'importance relative de ces deux processus dépendant de la pression dans la chambre de lyophilisation. Le transfert jusqu'au front de sublimation, au travers de la couche „sèche”, se fait par conduction solide et par conduction gazeuse et convection.

Ici encore, étant donné la grande porosité de la couche sèche et les basses pressions régnant en général dans la chambre de lyophilisation, les transferts de chaleur sont peu efficaces et une très grande différence de température s'établit entre le front de sublimation et la surface du

produit. Les risques de fusion du noyau congelé ne sont pas à négliger dans ce cas mais, en outre, d'autres types d'altérations peuvent se manifester si le chauffage est mal adapté, au niveau de la couche „sèche” cette fois. Cette zone se trouve en effet portée à des températures positives, et comme la teneur en eau y est encore élevée, des réactions diverses peuvent s'y produire, en particulier dénaturation des protéines et brunissement non-enzymatique.

De nombreux travaux ont mis en évidence la relation entre l'intensité du chauffage pendant la phase de sublimation et la conservation des vitamines, la consistance, la qualité aromatique, le goût, la facilité de réhydratation (Goldblith, Spiess).

Conditionnement et stockage

Les produits biologiques lyophilisés, lorsqu'ils ont une humidité résiduelle très basse et sont conditionnés dans une atmosphère inerte, peuvent être conservés pendant des durées extrêmement longues. Ainsi, les standards internationaux, gardant leur activité initiale pendant des années, démontrent la stabilité dont peuvent faire preuve les produits lyophilisés. Pourtant ces produits, ayant une très grande surface interne, sont doués d'une réactivité importante vis-à-vis de l'atmosphère ambiante, et si le conditionnement n'a pas été effectué de manière suffisamment rigoureuse, ils peuvent être le siège d'une évolution au cours d'un stockage prolongé.

Parmi les facteurs de cette évolution, les plus importants sont la teneur en eau résiduelle et la présence d'oxygène, puisque la température de stockage désirée est en général la température ambiante. Leur influence sera démontrée par un exemple: la teneur en vitamine C de pois était, immédiatement après lyophilisation, de 66 mg par 100 g. Après 6 mois de stockage sous azote en boîte métallique scellée, 37 mg/100 g; cette baisse étant due à ce que l'humidité résiduelle du produit était relativement élevée (2%). Mais après le même temps de stockage, en présence d'air et dans un emballage plastique, la teneur en vitamine C n'était plus que de 19 mg/100 g alors que l'humidité était passée à 4,5%.

Il a été montré⁸ que si l'on désirait protéger les produits sensibles contre l'oxydation ils devaient être maintenus dans une atmosphère contenant moins de 1% d'oxygène. Le conditionnement doit donc être réalisé sous vide, ou avec un gaz inerte, de l'azote par exemple, très pur. L'emballage donnant actuellement la plus grande satisfaction du point de vue de l'étanchéité à l'oxygène est la boîte métallique scellée, bien que certains complexes plastiques soient aussi probablement acceptables. Un détail technique important est que, en fin de dessiccation,

le vide dans la chambre de lyophilisation devrait toujours être cassé avec de l'azote et non pas avec de l'air. En effet, si le vide est cassé sur de l'air, de l'oxygène est adsorbé très fortement sur toute la surface interne du produit; même si ensuite les emballages sont évacués avant d'être scellés sous vide ou sous azote, la teneur en oxygène de l'atmosphère reste importante².

L'humidité résiduelle peut être abaissée dans les machines à lyophiliser industrielles à des valeurs assez basses, de l'ordre de 1%. Cependant les produits lyophilisés sont très hygroscopiques, et si l'on désire leur conserver leur faible teneur en eau, il est indispensable dans beaucoup de cas de casser le vide en fin de dessiccation, puis d'effectuer toutes les manipulations de conditionnement, en présence d'air ou de gaz inerte secs; c'est le cas des jus de fruits notamment.

Il n'est pas toujours indiqué cependant de pousser dessiccation au maximum; certains produits sensibles à l'oxydation peuvent en effet être conservés dans l'air, à condition d'avoir une teneur en eau déterminée. Cette humidité semble correspondre à la saturation de la surface interne du produit par une couche monomoléculaire d'eau¹.

Ainsi des carottes lyophilisées se décolorent moins rapidement si leur teneur en eau est supérieure à 1,8%. D'un autre côté l'élévation d'humidité favorise le brunissement non enzymatique, accompagné d'une perte en vitamine C. Il existe donc une humidité résiduelle optimum pour la conservation dans l'air. Il est probable évidemment que la durée de stockage dans ces conditions sera plus courte que si l'on effectuait un stockage en l'absence d'oxygène et avec une très basse teneur en eau; mais par contre le prix de revient de la dessiccation et du conditionnement est notablement diminué.

Salwin¹ a ainsi déterminé pour de nombreux produits une teneur en eau optimum: pour des côtes de porc crues, une teneur en eau supérieure à 9,5% provoque des phénomènes d'hydrolyse accentués, alors qu'avec une teneur en eau inférieure à 9,5% le rancissement est très rapide. Pour du lait écrémé la teneur en eau optimum est de 3,5%. Pour des jus de fruits, elle doit être aussi basse que possible, inférieure à 1% si l'on veut que la vitamine C soit conservée.

La lyophilisation, effectuée dans les conditions techniques optimales, est capable de préserver à un très haut degré la valeur nutritive et diététique, ainsi que la qualité aromatique des denrées alimentaires.

Cependant la qualité finale du produit est largement influencée par les conditions opératoires effectives, qu'il s'agisse des circonstances physiques de la lyophilisation elle-même ou des modalités du conditionnement du produit lyophilisé. Il apparaît nécessaire, pour chaque produit devant subir la lyophilisation, de définir la qualité finale utile: par

exemple le produit sera-t-il consommé cru ou après cuisson, la durée probable du stockage est-elle de quelques semaines seulement, ou de plusieurs mois, etc... Les conditions technologiques optimum pour le traitement de ce produit pourront ensuite être déterminées de façon à concilier au mieux ces exigences qualitatives et les impératifs économiques.

LITTÉRATURE

1. *L. Rey*: Aspects Théoriques et Industriels de la Lyophilisation. Rey L., Édité. Hermann 1964, 23, 43
2. Cité par *S. A. Goldblith*: Aspects Théoriques et Industriels de la Lyophilisation. Rey L., Édité. Hermann 1964, 527, 572
3. *D. H. Calloway*: Food Technol. 1962, 16 (10) 102, 106
4. Cité par *D. F. Hollingsworth*: Freeze-Drying of Foodstuffs. S. Cotson and D. B. Smith, Edit. Columbine Press, 1963
5. *L. Rey, M. C. Bastien*: Freeze-Drying of Foods, Nat. Acad. Sc., Nat. Res. Council 1962; 25, 42
6. *L. Rey*: Consérvation de la Vie par le Froid. Hermann 1959, 167
7. *L. Rey*: Freezing and Drying of Biological Materials. Meryman H. Édité. New-York Acad. Sci. 1960; 510, 534
8. *S. A. Goldblith, M. Karel, G. Lusk*: Aspects Théoriques et Industriels de la Lyophilisation. L. Rey, Édité. Hermann 1964, 527, 572
9. *W. Spiess*: Kältetechnik 1964, 16 (11) 349, 358
10. *H. Salwin*: Freeze-Drying of Foods, Nat. Acad. Sc., Nat. Res. Council 1962, 58, 73.

Streszczenie

PODSTAWOWE ZASADY FIZYCZNE KONSERWACJI W NISKICH TEMPERATURACH

D. SIMATOS (DIJON)

Liofilizacja, czyli technika suszenia w stanie zamrożonym, pozwala na koncentrację nietrwałych systemów biologicznych. Uzyskane odwodnienie jest tego rzędu, że liofilizowane produkty można przechowywać bardzo długo w normalnej temperaturze.

Technika ta stosowana jest już od szeregu lat do obróbki różnych substancji farmaceutycznych: serum, hormonów, witamin itd., a w szczególności do standar-

dów międzynarodowych. Zdolność stabilizacji jaką wykazuje ta metoda w odniesieniu do wrażliwych produktów biologicznych jest obecnie dobrze znana. Badania środków żywności poddanych przemysłowej liofilizacji wykazały również dobry poziom zachowania strawności białek oraz zawartości witamin. Ponieważ liofilizacja obejmuje najczęściej przedłużone przetrzymanie produktu pod próżnią, można się było obawiać, że pociągnie to za sobą poważne obniżenie właściwości organoleptycznych. Na podstawie licznych przykładów stwierdzono jednak, że zachowanie się produktów jest odwrotne, że w artykułach liofilizowanych charakterystyczny aromat utrzymuje się w sposób zadowalający. Jeżeli do soku owocowego dodać przed liofilizacją substancję wyjątkowo lotną, np. aceton, odnajduje się ją w bardzo znacznym procencie w produkcie końcowym.

Takie możliwości konserwacji zawdzięcza liofilizacja suszeniu, które następuje w efekcie sublimacji lodu. W celu najlepszego zachowania właściwości odżywczych i organoleptycznych środków żywności zachodzi jednak konieczność wykonania liofilizacji zgodnie z zasadami konserwacji systemów biologicznych w niskich temperaturach.

Résumé

PRINCIPES PHYSIQUES FONDAMENTAUX DE LA CONSERVATION AUX BASSES TEMPÉRATURES

D. SIMATOS (DIJON)

La lyophilisation, technique de dessiccation à partir de l'état congelé, permet la concentration de systèmes biologiques fragiles. La déshydratation obtenue est telle que les produits lyophilisés peuvent être conservés pour de très longues périodes aux températures ordinaires.

Cette technique étant appliquée depuis plusieurs années au traitement de diverses substances pharmaceutiques: sérums, hormones, vitamines, etc..., et en particulier des standards internationaux, son pouvoir de stabilisation des produits biologiques sensibles est maintenant bien connu. Des dosages effectués dans des denrées alimentaires ayant subi une lyophilisation de type industriel ont également montré la bonne conservation de la digestibilité des protéines et de la teneur en vitamines.

La lyophilisation comportant le plus souvent un séjour sous vide prolongé, on pouvait craindre que cela entraîne une perte importante de la qualité organoleptique. Il a été constaté au contraire, sur de nombreux exemples, que l'arôme caractéristique subsiste de façon satisfaisante dans les produits lyophilisés. Si une substance extrêmement volatile, comme de l'acétone, est ajoutée à un jus de fruit avant sa lyophilisation, elle se retrouve dans le produit final en très forte proportion.

Ces possibilités de conservation, la lyophilisation les doit au fait que la dessiccation est obtenue par sublimation de la glace. Cependant, pour que les qualités

nutritives et organoleptiques des aliments soient maintenues au mieux, il est nécessaire que l'opération de lyophilisation soit effectuée conformément aux principes de la conservation aux basses températures des systèmes biologiques.

La congélation préalable et la sublimation doivent être conduites de telle sorte que le produit soit dans un état de solidification totale, sans aucune phase liquide. Les substances sensibles sont ainsi préservées de l'action néfaste des solutions hyperconcentrées dans un système incomplètement congelé. D'autre part, la dessiccation se fait bien par sublimation de la glace et non par évaporation, ce qui favorise la rétention des composés volatiles.

Summary

THE BASIC PHYSICAL PRINCIPLES OF LOW TEMPERATURE PRESERVATION

D. SIMATOS (DIJON)

Lyophilisation, a technique of drying in the frozen state, allows concentration of fragile biological systems. The dehydration thus obtained is such that the lyophilized products may be stored for very long periods at normal temperatures.

Since this technique has already been applied for several years to the processing of various pharmaceutical substances: serums, hormones, vitamins, etc., particularly in order to make them consistent with international standards, its stabilization effects on fragile biological products is now well known. Analyses carried out on foodstuffs industrially lyophilized have shown a good preservation of digestibility and of vitamin content.

As lyophilization requires very often a prolonged stay under vacuum, it might be feared that this would lead to an important loss of organoleptic quality. Quite to the contrary however it was possible to see on numerous examples that the characteristic aroma persists in a satisfactory way in lyophilized products. If a very volatile substance, such as acetone, is added to a fruit juice before lyophilization, it remains to a very great proportion in the final product.

These preserving properties of lyophilization are due to the fact that the drying is obtained by the sublimation of ice. However, to ensure the best possible preservation of the nutritive and organoleptic qualities of foods, it is necessary that the process of lyophilization be effected in accordance with the principles of low temperature preservation of biological systems.

The preliminary freezing and the sublimation must be conducted in such a way that the product be in a state of total solidification, without any liquid phase. Sensitive substances are thus protected against the harmful effect of hyperconcentrated solutions present in an uncompletely frozen system. On the other hand, as the dehydration is accomplished by sublimation of ice and not by evaporation, this favours the retention of volatile compounds.

Zusammenfassung

PHYSIKALISCHE GRUNDLAGEN DER TIEFTEMPERATUR-
-LAGERUNG

D. SIMATOS (DIJON)

Die Lyophilisation ist eine vom Gefrierzustand ausgehende Trocknungstechnik. Sie ermöglicht die Konzentration biologisch fragiler Systeme. Die so erhaltene Dehydrierung erlaubt die Aufbewahrung der lyophilisierten Produkte für sehr lange Zeit bei gewöhnlichen Temperaturen.

Seit mehreren Jahren wird diese Technik für die Behandlung pharmazeutischer Produkte angewandt: Vitamine, Hormone, Serum, ferner für internationale Standards (Normen) dank der Stabilisierungsfähigkeit von empfindlichen biologischen Produkten. Untersuchungen an Lebensmitteln nach industriell erfolgter Lyophilisation ergaben einwandfreies Verhalten der Protein-Verdaulichkeit und des Vitamingehaltes.

Der Einfluss der längeren Aufbewahrung im Vakuum liess eine Senkung der organoleptischen Qualitäten befürchten. Auf Grund zahlreicher Versuche wurde jedoch festgestellt, dass das charakteristische Aroma im lyophilisierten Produkt erhalten bleibt. Sehr flüchtige Stoffe, wie z. B. Azeton, wurden Fruchtsäften vor der Lyophilisation zugegeben; sie befanden sich in sehr starkem Verhältnis im Endprodukt. Diese Konservierungseigenschaften beruhen auf der Tatsache, dass die Gefriertrocknung durch Sublimation des Eises erfolgt. Trotzdem ist es notwendig, wenn man Nährwert und organoleptische Qualitäten der Lebensmittel bewahren will, den Prozess der Gefriertrocknung gemäss den Grundsätzen der Tieftemperaturlagerung biologischer Systeme durchzuführen.

Das Gefrieren und die Sublimation müssen so geleitet werden, damit sich das Produkt in einem Zustand vollkommener Erstarrung befindet, also ohne flüssige Phase. Die empfindlichen Stoffe werden hierbei einem schädlichen Einfluss überkonzentrierter Lösungen in unvollständig gefrorenen Systemen entzogen. Andererseits erhält man eine gute Trocknung durch Sublimation des Eises, also nicht Verdampfung, wodurch das Erhalten flüchtiger Verbindungen begünstigt wird.

Резюме

ОСНОВНЫЕ ФИЗИЧЕСКИЕ ПРИНЦИПЫ КОНСЕРВАЦИИ
ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Д. СИМАТОС (ДИЖОН)

Лиофилизация, т. е. техника сушки в замороженном состоянии, обеспечивает концентрацию малостабильных биологических систем. Достигается обезвоживание такой степени, что лиофилизованные продукты сохраняются продолжительное время при нормальной температуре.

Эта техника применяется уже на протяжении ряда лет при обработке разного рода фармацевтических субстанций: сыворотки, гормонов, витаминов и т. п., а в особенности для международных стандартов; способность стабилизации, которая достигается путем применения этого метода по отношению к нестойким биологическим продуктам, хорошо известна. Исследования продуктов, подвергнутых промышленной лиофилизации, выявили также высокий уровень сохранения перевариваемости белков и содержащегося количества витаминов.

Ввиду того, что лиофилизация чаще всего охватывает продолжительное содержание продуктов в вакууме, можно было опасаться, что это повлечет за собой значительное снижение органолептических свойств. Однако на основе многочисленных примеров было установлено, что как раз наоборот, в продуктах, подвергнутых лиофилизации, специфический аромат сохраняется хорошо. Если перед лиофилизацией фруктового сока добавить к нему быстро улетучивающуюся субстанцию, например, ацетон, то в финальном продукте он обнаруживается в значительном количестве.

Такие результаты концентрации лиофилизация дает благодаря сушке, которая следует в результате сублимации льда. В целях лучшего сохранения питательных и органолептических свойств продуктов питания возникает, однако, необходимость осуществления лиофилизации в соответствии с принципами консервации биологических систем при низких температурах.

Предварительное замораживание и сублимацию следует производить таким образом, чтобы продукт в целом находился в твердом состоянии, чтобы не было никакой жидкой фазы. Таким образом нестойкие субстанции предохраняются от пагубного действия гиперконцентрированных растворов, образующихся в системе неполного замораживания. Кроме того, сушка происходит в результате сублимации льда, а не посредством испарения, что способствует задержке летучих соединений.