ANALIZA KINETYKI SUBLIMACYJNEGO SUSZENIA LIŚCI LUBCZYKU OGRODOWEGO (LEVISTICUM OFFICNALE KOCH.)

Renata Polak, Andrzej Krzykowski, Stanisław Rudy, Beata Biernacka, Dariusz Dziki[⊠]

UP w Lublinie, Wydział Inżynierii Produkcji

Streszczenie. Celem przeprowadzonych badań była ocena wpływu temperatury i ciśnienia podczas sublimacyjnego suszenia liści lubczyku ogrodowego na kinetykę procesu. Zamrożone w całości liście lubczyku suszono sublimacyjnie w temperaturach: 20°C, 45°C, 70°C oraz pod ciśnieniem 30 Pa i 198 Pa. Proces suszenia przeprowadzono w suszarce sublimacyjnej Alpha 1-4 firmy Christ o jednostronnym, kontaktowym sposobie dostarczania ciepła. Kinetykę suszenia oznaczono na podstawie ubytku masy próbek, a następnie opisano modelami matematycznymi. Stwierdzono, że czas sublimacyjnego suszenia liści lubczyka ogrodowego zmieniał się w zależności od wartości parametrów procesu. Wzrost temperatury liofilizacji z 20°C do 70°C powodował ponad dwukrotne skrócenie czasu suszenia, niezależnie od zastosowanego ciśnienia. Ponadto stwierdzono, że w całym zakresie zmienności temperatury, czas suszenia ulegał skróceniu wraz ze wzrostem ciśnienia w komorze liofilizatora. Kinetykę sublimacyjnego suszenia liści lubczyku najdokładniej opisuje model Page, z wyjątkiem procesu suszenia w temperaturze 45°C, przy ciśnieniu 198 Pa, który najlepiej odwzorowuje model logarytmiczny.

Słowa kluczowe: liofilizacja, roślina przyprawowa, kinetyka suszenia

WSTĘP

Lubczyk ogrodowy (*Levisticum officinale* Koch.) z rodziny Apiaceae jest rośliną przyprawową i leczniczą pochodzącą prawdopodobnie z Persji. W środowisku naturalnym występuje na górzystych terenach południowo-zachodniej Azji, na południu Europy, szczególnie w rejonie Apenin Liguryjskich, stąd pochodzi łacińska nazwa rośliny. Obecnie uprawiany jest w całej Europie, w Ameryce Północnej oraz w wielu krajach Azji. Lubczyk

[™]dariusz.dziki@up.lublin.pl

[©] Copyright by Wydawnictwo SGGW

jest jedną z najbardziej wartościowych roślin leczniczych, zawierającą związki czynne o potwierdzonym działaniu fizjologicznym [Zalewska i Nurzyńska-Wierdak 2016]. Ze względu na silny aromat oraz właściwości pobudzające trawienie, świeże i suszone liście stosowane są w wielu krajach jako przyprawa do zup, sosów, flaków, gulaszu, farszów mięsnych, masła ziołowego, do potraw z baraniny i wołowiny, a także do pieczenia drobiu i ryb [Andruszczak 2010]. Na skalę przemysłową lubczyk wykorzystywany jest do produkcji kostek bulionowych i sosów, a także przyprawy Maggi [Andruszczak 2004].

Najważniejszym składnikiem lubczyku nadającym mu cech sensorycznych jest olejek eteryczny. Wszystkie organy rośliny zawierają znaczne jego ilości [Najda i Wolski 2003]. Zawartość olejku w liściach wynosi od 0,14 do 0,45%, a jego głównymi komponentami są octan terpinylu, ß-felandren, mircen, limonen i sabinen. Optymalnym terminem zbioru liści, ze względu na zawartość olejku, jest faza kwitnienia rośliny, przypadająca na połowę sierpnia [Siedler-Łożykowska i Kaźmierczuk 1998]. Ponadto liście lubczyku są bogatym źródłem kwasu askorbinowego, którego zawartość przekracza 100 mg% [Andruszczak 2010].

Odwadnianie roślin przyprawowych może być przeprowadzane różnymi metodami. Jednak ze względu na zawartość substancji termolabilnych, takich jak witaminy czy olejki eteryczne, zasadny jest wybór takiej metody, która zapewni w najwyższym stopniu zachowanie naturalnego składu chemicznego oraz cech organoleptycznych.

Za jedną z najlepszych metod utrwalania żywności uznaje się suszenie sublimacyjne określane także terminem liofilizacja. Wielu autorów wykazało zachowawczy charakter liofilizacji ze względu na retencję związków lotnych i witamin w roślinach przyprawowych, w odniesieniu do innych metod suszenia [Huopalahti 1985, Yousif 2000, Di Cesare 2003, Polak i in. 2009, Śledź i Witrowa-Rajchert 2012].

Suszenie, w tym liofilizacja, jest jednym z najbardziej energochłonnych procesów technologicznych. Ograniczenie energochłonności można osiągnąć, stosując przede wszystkim odpowiednią metodę suszenia, a także poprzez optymalizację czasu suszenia z wykorzystaniem modeli matematycznych [Wiktor i in. 2012].

Za cel pracy przyjęto ocenę wpływu temperatury i ciśnienia w komorze liofilizatora na kinetykę procesu oraz wybór modelu matematycznego opisującego sublimacyjne suszenie liści lubczyku ogrodowego.

MATERIAŁ I METODY BADAŃ

Materiał do badań stanowiły świeże liście lubczyku pochodzące z zagłębia zielarskiego Fajsławice z okolic Lublina. W czasie nie dłuższym niż dwie godziny od zbioru materiał dostarczony przez plantatora przesortowano, odrzucając liście zmienione chorobowo i uszkodzone mechanicznie. Zdrowe liście o jednakowym stopniu dojrzałości wegetacyjnej zamrażano w całości przez 24 h w komorze chłodniczej zamrażarki skrzyniowej (Liebherr GTL-4905, Germany) w temperaturze –30°C, w warunkach konwekcji swobodnej, zgodnie z zaleceniami Grudy i Postolskiego [1999] dotyczącymi zamrażania i chłodniczego przechowywania warzyw i ziół aromatycznych. Proces sublimacyjnego suszenia przeprowadzano w liofilizatorze ALPHA 1-4 firmy Martin Christ o jednostronnym, kontaktowym sposobie dostarczania ciepła. Liofilizator ALPHA 1-4 jest zintegrowanym urządzeniem składającym się z komory suszenia, układu ogrzewania i układu chłodzenia oraz systemu kontrolno-pomiarowego z interfejsem (rys. 1). Układ grzejny stanowi pięć płyt ogrzewanych elektrycznie o łącznej powierzchni 0,157 m² umieszczonych na stelażu. Ciepło niezbędne do sublimacji lodu dostarczane jest do materiału znajdującego się na płytach w procesie przewodzenia. Podstawowy element układu wymrażania – kondensator lodu – ma postać spiralnego przewodu parownika. Kondensator umieszczony jest wewnątrz komory suszenia. Praca układu wymrażania sterowana jest automatycznie, a temperatura kondensatora lodu (pary) jest stała i wynosi około –55°C. Na układ próżniowy składa się jednofazowy silnik elektryczny o mocy 160 W i rotacyjna pompa próżniowa DUO 004 pracująca w stanie nagrzanym.

Ułożone na płytach grzejnych próbki (o masie 80 g) wstępnie zamrożonego materiału (obciążenie płyt wynosiło 2,5 kg/m²) suszono sublimacyjnie w temperaturze: 20°C, 45°C, 70°C oraz pod ciśnieniem 30 Pa i 198 Pa. Wartości ciśnień zaczerpnięto z pracy Kapłona i innych [1998], w której to autorzy przedstawili badania dotyczące wpływu ciśnienia na przebieg sublimacyjnego suszenia produktów spożywczych na czterech poziomach ciśnienia z zakresu 13,3–200 Pa. Monitorowanie i pomiar masy suszonych próbek odbywały się za pomocą wagi elektronicznej WPT 5 z dokładnością $\pm 0,1$ g, przystosowanej



- Rys. 1. Instalacja doświadczalna do suszenia sublimacyjnego: 1 zawór napowietrzania, 2 – suszarka sublimacyjna, 3 – pokrywa, 4 – stelaż z płytami grzejnymi, 5 – próbka materiału suszonego, 6 – płyta grzejna, 7 – komputer, 8 – kondensator lodu, 9 – waga, 10 – układ ogrzewający, 11 – panel sterowania, 12 – układ ochładzania, 13 – elektrozawór, 14 – pompa próżniowa
- Fig. 1. Experimental stand for freeze-drying: 1 aeration valve, 2 freeze-dryer, 3 cover, 4 – frame with heating plates, 5 – sample of the dried material, 6 – heating plate, 7 – computer, 8 – ice condenser, 9 – weight balance, 10 – heating system, 11 – control panel, 12 – cooling system, 13 – solenoid valve, 14 – vacuum pump

do ciągłej pracy w próżni (każdorazowo przed procesem liofilizacji, wagę poddawano standardowej kalibracji). Rejestracji odczytów wskazań wagi połączonej z komputerem dokonywano za pomocą programu WagaWin v.2.05 w 60-sekundowych odstępach czasu. Średnia zawartość wody w świeżych liściach lubczyku była równa 78,9%, co odpowiada początkowej zawartości wody $u_0 = 3,739$ kg H₂O·(kg s.s)⁻¹. Za Huopalahti i inni [1985], Jałoszyńskim i inni [2008] oraz Witrową-Rajchert i inni [2009] proces suszenia prowadzono do uzyskania końcowej zawartości wody w suszu, wynoszącej około 5%. Zawartość suchej substancji oznaczono zgodnie z Association of Official Analytical Chemists (AOAC), metoda 934.06 [AOAC 1990], poprzez suszenie materiału badanego w temperaturze 70 ±0,1°C, w ciągu 12 godzin [Figiel 2013]. Proces liofilizacji próbek przeprowadzono w trzech powtórzeniach.

W celu przedstawienia kinetyki procesu suszenia obliczono zredukowaną zawartość wody (MR) z następującego wzoru [Wiktor i in. 2013]:

$$MR = \frac{u_{\tau}}{u_0} \tag{1}$$

gdzie:

MR – zredukowana zawartość wody [–], u_0 – początkowa zawartość wody [g H₂O·(g s.s)⁻¹.], u_{τ} – zawartość wody po czasie τ [g H₂O·(g s.s)⁻¹.].

W celu doboru najlepszego modelu matematycznego, opisującego sublimacyjne suszenie liści lubczyku, dokonano analizy sześciu równań powszechnie cytowanych w literaturze (tab. 1).

Tabela 1. Modele matematyczne wykorzystywane o	do opisu	przebiegu	suszenia
--	----------	-----------	----------

Table 1. Ec	quations	applied	to d	rying	curves
-------------	----------	---------	------	-------	--------

Nazwa modelu Model name	Formuła matematyczna Model equation	Literatura References
Henderson i Pabis	$MR = a \cdot exp (-k \cdot \tau)$	Henderson i Pabis 1961
Logarithmic	$MR = a \cdot \exp(-k \cdot \tau) + b$	Sarimeseli 2011
Newton	$MR = \exp(-k \cdot \tau)$	El-Beltagy i in. 2007
Page	$MR = \exp\left(-\mathbf{k} \cdot \tau^{\mathbf{n}}\right)$	Ghazanfari i in. 2006
Two term	$MR = a \cdot exp (-k \cdot \tau) + b \cdot exp (-k_i \cdot \tau)$	Henderson 1974
Wang and Singh	$MR = 1 + a \cdot \tau + b \cdot \tau^2$	Wang i Singh 1978

k, k_i – współczynnik suszarniczy [min⁻¹], a, b – współczynniki równań, n – wykladnik potęgowy, τ – czas [min]. *k*, k_i – drying coefficients [min⁻¹], a, b – coefficients of the equations, n – exponent; τ – time [min].

Wyniki badań dotyczące procesu sublimacyjnego suszenia przedstawiono jako średnie z trzech powtórzeń. Dane eksperymentalne poddano dwuczynnikowej analizie wariancji (ANOVA) na poziomie istotności $\alpha = 0,05$, przy użyciu programu Statistica 10.0 firmy Statsoft. W celu określenia istotności różnic między średnimi wykorzystano test Tukeya. Podczas analizy regresji wyznaczono współczynnik determinacji (R^2), błąd średniokwadratowy (*RMSE*) i wartości zredukowanego testu (χ^2). Błąd średniokwadratowy (*RMSE*) i wartości zredukowanego testu (χ^2) zostały wyznaczone z zależności:

$$RMSE = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N} \left(MR_{i,p} - MR_{i,e}\right)^{2}}{N - n}}$$
(2)

$$\chi^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{N} \left(MR_{i,p} - MR_{i,e} \right)^{2}}{N - n}$$
(3)

gdzie:

 $MR_{i, p}$ jest przewidywaną wartością zredukowanej zawartości wody, $MR_{i, e}$ eksperymentalną wartością zredukowanej zawartości wody, N jest liczbą pomiarów, n jest ilością parametrów w równaniu danego modelu.

WYNIKI BADAŃ I DYSKUSJA

Krzywe sublimacyjnego suszenia liści lubczyku ogrodowego, określone jako zmiana zredukowanej zawartości wody *MR* w funkcji czasu suszenia, zostały przedstawione na rysunkach 2–3. Otrzymane krzywe suszenia charakteryzują się regularnym przebiegiem, typowym dla materiałów koloidalno-kapilarno-porowatych, do których można zaliczyć liście lubczyku. Na przebieg krzywych suszenia znaczny wpływ ma temperatura płyt grzejnych, która determinuje czas procesu liofilizacji, a także ciśnienie w komorze liofilizatora, przy którym prowadzony jest proces suszenia, co zostało udowodnione przez Kompany i Rene [1995] na przykładzie pieczarek.

Wyniki analizy regresji wykorzystanej do opisania kinetyki sublimacyjnego suszenia liści lubczyku zestawiono w tabelach 2–3. Wszystkie analizowane modele w bardzo dobry sposób opisują uzyskane dane eksperymentalne. W całym zakresie pomiarowym wartość współczynników determinacji (R^2) zawiera się w granicach 0,982953–0,999642, pierwiastek z błędu średniokwadratowego (*RMSE*) wynosił od 0,012273 do 0,000219, a wartość



Rys. 2. Kinetyka sublimacyjnego suszenia liści lubczyku przy ciśnieniu 30 Pa

Fig. 2. Drying curves of freeze-dried lovage leaves at pressure 30 Pa



Rys. 3. Kinetyka sublimacyjnego suszenia liści lubczyku przy ciśnieniu 198 Pa

Fig. 3. Drying curves of freeze-dried lovage leaves at pressure 198 Pa

zredukowanego testu (χ^2) nie przekraczała 0,000155. Kinetykę sublimacyjnego suszenia liści lubczyku najlepiej opisuje model Page (z wyjątkiem procesu suszenia w temperaturze 45°C, przy ciśnieniu 198 Pa, który najlepiej odwzorowuje model logarytmiczny). Współczynniki równania w zależności od parametrów procesu podano w tabeli 4.

Czas sublimacyjnego suszenia liści lubczyku ogrodowego zmieniał się w zależności od wartości parametrów procesu suszenia i zawierał się w przedziale od około 220 do około 700 min. Najdłuższy czas procesu odnotowano przy ciśnieniu 30 Pa i temperaturze 20°C, a najkrótszy dla parametrów prowadzenia procesu: ciśnienie 198 Pa, temperatura 70°C. Średnie wartości czasów suszenia przedstawiono w tabeli 5.

Na podstawie analizy otrzymanych krzywych sublimacyjnego suszenia stwierdzono, że wzrost temperatury płyt grzejnych powoduje skrócenie czasu trwania sublimacyjnego suszenia. Zmiana temperatury z 20°C na 70°C przyczynia się do ponaddwukrotnego skrócenia procesu na obu badanych poziomach ciśnienia. Analogiczny wpływ temperatury sublimacyjnego suszenia w warunkach kontaktowego, jednostronnego ogrzewania na czas procesu wykazali Depta [2003] oraz Krzykowski i Rudy [2010].

Stwierdzono ponadto, że w całym zakresie zmienności temperatury, czas suszenia ulega skróceniu wraz ze wzrostem ciśnienia w komorze liofilizatora. W temperaturze 70°C wzrost ciśnienia w zakresie od 30 Pa do 198 Pa powoduje skrócenie czasu suszenia o około 31%. Podobną zależność wykazali Sadikoglu i inni [1998] oraz Tambunan i inni [2001]. Z kolei Hammami i inni [1997], analizując proces sublimacyjnego suszenia truskawek, nie stwierdzili istotnego wpływu ciśnienia na czas procesu, przy czym wykazali wpływ temperatury na tę badaną zmienną.

Skrócenie czasu suszenia przy wzroście temperatury w zakresie 20°C, 45°C, 70°C można tłumaczyć zwiększeniem jednostkowej ilości dostarczanego ciepła intensyfikującego proces sublimacji, natomiast powodem skrócenia czasu suszenia (w danej temperaturze) przy wzroście ciśnienia od 30 do 198 Pa jest większy gradient prężności pary wodnej (ciśnienie nad materiałem suszonym i kondensatorem lodu) oraz polepszenie warunków wymiany ciepła. Można to tłumaczyć, za Kapłonem i innymi [1998], zwiękTabela 2. Analiza statystyczna dopasowania modelu kinetyki sublimacyjnego suszenia liści lubczyku przy ciśnieniu 30 Pa Table 2. Statistical analysis of models describing kinetics of freeze drying of lovage leaves at 30 Pa

				Temp	eratura – Tempei	ature			
Nazwa modelu 🦳 🗌 Model name		20°C			45°C			70°C	
	R^2	RMSE	×22	R^2	RMSE	χ^2	R^2	RMSE	χ^{2}
Henderson and Pabis	0,993845	0,0044319	$2,02058 \ 10^{-5}$	0,995288	0,002711	$7,66661 \ 10^{-6}$	0,993928	0,003065	$9,94884 \ 10^{-6}$
Logarithmic	0,995161	0,003484	$1,26748 10^{-5}$	0,996647	0,001929	$3,9693 \ 10^{-6}$	0,997215	0,001406	$2,1574 10^{-6}$
Newton	0,984360	0,011256	0,000128	0,990981	0,005188	$2,7491 \ 10^{-5}$	0,99125	0,004417	$2,00704 \ 10^{-5}$
Page	0,998805	0,000860	$7,61855 \ 10^{-7}$	0,999082	0,000528	$2,90709 \ 10^{-7}$	0,99919	0,000409	$1,76978 \ 10^{-7}$
Two-factor	0,993845	0,004431	$2,08089 \ 10^{-5}$	0,995288	0,002711	$8,01509 \ 10^{-6}$	0,993928	0,003065	$1,53755 \ 10^{-5}$
Wang and Singh	0,982953	0,012273	0,000155	0,987658	0,007099	$5,25952 \ 10^{-5}$	0,993229	0,003418	$1,23712 \ 10^{-5}$

Tabela 3. Analiza statystyczna dopasowania modelu kinetyki sublimacyjnego suszenia liści lubczyku przy ciśnieniu 198 Pa Table 3. Statistical analysis of models describing kinetics of freeze drying of lovage leaves at 198 Pa

				Temp	eratura – Tempe	rature			
Nazwa modelu [–] Model name		20°C			45°C			70°C	
	R^2	RMSE	X ²	R^{2}	RMSE	X ²	R^{2}	RMSE	×2
Henderson and Pabis	0,994970	0,003079	$9,84228 \ 10^{-6}$	0,997020	0,001391	$2,05022 \ 10^{-6}$	0,989592	0,004330	$2,06233 \ 10^{-5}$
Logarithmic	0,998163	0,001124	$1,33808 \ 10^{-6}$	0,999457	0,000253	$7,00453 10^{-8}$	0,995915	0,001699	$3,34422 \ 10^{-6}$
Newton	0,990950	0,005539	$3,12601 \ 10^{-5}$	0,996711	0,001536	$2,42589 \ 10^{-6}$	0,988067	0,004964	$2,58165 \ 10^{-5}$
Page	0,999642	0,000219	$4,99782 \ 10^{-8}$	0,998466	0,000716	$5,42989 10^{-7}$	0,996399	0,001498	$2,46867 \ 10^{-6}$
Two-factor	0,994970	0,003079	$1,0236 \ 10^{-5}$	0,997020	0,001391	$2,17836 \ 10^{-6}$	0,989592	0,004330	$2,29147 \ 10^{-5}$
Wang and Singh	0,992581	0,004540	$2,14088 \ 10^{-5}$	0,987020	0,006061	$3,88957 \ 10^{-5}$	0,995378	0,001923	$4,06697 \ 10^{-6}$

Temperatura suszenia [°C]	Ciśnienie [Pa]	Współczynnik równania – Coeffic		ents of the equations
Drying temperature [°C]	Pressure [Pa]	k		n
Page model 20		0,001352		1,268719
45	30	0,002965		1,182669
70		0,004091		1,181658
20	109	0,002396		1,184659
70	190	0,006820		1,192752
Logarithmic model		а	b	с
45	198	1,041634	0,008464	-0,045596

Tabela 4. Współczynniki równań modeli opisujących sublimacyjne suszenie liści lubczyku Table 4. Coefficient values in the models describing the freeze drying of lovage leaves

Tabela 5. Czas sublimacyjnego suszenia liści lubczyku

Table 5. Freeze drying time of lovage leaves

Próba – Sample	Czas suszenia – Drying time [min.]
30 Pa	
20°C	$700,2 \pm 2,31^{e}$
45°C	$470,5 \pm 1,64^{\circ}$
70°C	$350,0 \pm 1,41^{a}$
198 Pa	
20°C	$529,8 \pm 3,76^{d}$
45°C	$350,1 \pm 2,04^{a}$
70°C	$219,7 \pm 1,36^{b}$

szeniem wartości współczynnika przewodzenia ciepła suchej warstwy wraz z podniesieniem ciśnienia w komorze suszenia i jednoczesnym zwiększeniem udziału gazu inertnego w transporcie ciepła przez suchą warstwę.

WNIOSKI

- 1. Na przebieg procesu liofilizacji miały wpływ warunki prowadzenia procesu, przy czym wykazano, że wzrost temperatury płyt grzejnych w większym stopniu przyśpiesza proces suszenia niż wzrost ciśnienia w komorze liofilizatora.
- Stwierdzono, że modele matematyczne zaproponowane do opisu kinetyki sublimacyjnego suszenia liści lubczyku były dobrze dopasowane do uzyskanych danych empirycznych, przy czym ze względu na dopasowanie współczynników równania kinetykę procesu sublimacyjnego suszenia tego materiału najlepiej opisuje model Page.
- 3. Wykazano, że zaproponowane stanowisko badawcze jest odpowiednie do analizy kinetyki sublimacyjnego suszenia.

LITERATURA

- Andruszczak S., 2004. Wpływ sposobu założenia plantacji i terminu zbioru liści na plonowanie lubczyku ogrodowego (*Levisticum Officnale* Koch.). Annales UMCS, Sec. E. 59, 3, 1049–1056.
- Andruszczak S., 2010. Lubczyk ogrodowy cenna przyprawa i roślina lecznicza. Panacea 3(32), 5–7.
- AOAC International, 1990. Method 934.06 moisture in dried fruits. In Official methods of the association of analytical chemists (15th ed.). Virginia, USA: AOAC.
- Depta M., 2003. Wpływ temperatury i ciśnienia liofilizacji czosnku na cechy jakościowe, czas procesu i zużycie energii. Praca doktorska, WTR, AR Lublin.
- Di Cesare L.F., Forni E., Viscardi D, Nani R.C., 2003. Changes in the chemical composition of basil caused by different drying procedures. Journal of Agricultural and Food Chemistry 51, 3575–3581.
- El-Beltagy A., Gamea G.R., Amer Essa A.H., 2007. Solar drying characteristics of strawberry. Journal of Food Engineering 78, 456–464.
- Figiel A., 2013. Kinetyka odwadniania osmotycznego plastrów dyni w zagęszczonym soku z owoców pigwowca. ZPPNR 572, 13–21.
- Ghazanfari A., Emami S., Tabil L.G., Panigrahi S., 2006. Thin-layer drying of flax fiber: II. Modeling drying process using semi-theoretical and empirical models. Dry. Technol. 24, 1637–1642.
- Gruda Z., Postolski J., 1999. Zamrażanie żywności. WNT, Warszawa.
- Hammami Ch., Rene F., 1997. Determination of freeze-drying process variables for strawberries. Journal of Food Engineering 32, 133–154.
- Henderson S.M., 1974. Progress in developing the thin layer drying equation. Trans ASAE, 1167– -1172.
- Henderson S.M., Pabis S., 1961. Grain drying theory. II. Temperature effects on drying coefficients. Journal of Agricultural Engineering Research 6, 169–174.
- Huopalahti R., Kesalahti E., Linko R., 1985. Effect of hot air and freeze drying on the volatile compounds of dill (*Anethum graveolens* L.) herb. Journal of Agricultural Science in Finland 57, 133–138.
- Jałoszyński K., Figiel A., Wojdyło A., 2008. Drying kinetics and antioxidant activity of oregano. Acta Agrophysica 11(1), 81–90.
- Kapłon J., Kramkowski R., Berdzik M., 1998. Wyznaczanie własności cieplno-dyfuzyjnych liofilizowanych produktów spożywczych. ZPPNR 454, 477–484.
- Kompany E., Rene F., 1995. A note on the freeze-drying conditions for improved aroma retention in cultivated mushrooms (*Agaricus Biosporus*). Lebensm.-Wiss. U.-Technol. 28, 238–240.
- Krzykowski A., Rudy S., 2010. Analiza wybranych cech jakościowych suszu z marchwi w zależności od temperatury płyt grzejnych liofilizatora oraz energochłonność procesu. ZPPNR 546, 193–199.
- Najda A., Wolski T., 2003. Skład chemiczny korzeni i owoców lubczyka ogrodowego (*Levisticum officinale* Koch.) oraz analiza chromatograficzna olejków występujących w badanych surowcach. Annales UMCS, Sec. EEE 12, 45–52.
- Polak R., Krzykowski A., Kluza F., 2009. Retencja olejków eterycznych w poddawanych liofilizacji liściach selera zwyczajnego (*Apium graveolens* L.). Chłodnictwo (3), s. 40–44.
- Sadikoglu H., Liapis A.I., Crosser O.K., 1998. Optimal control of the primary and secondary drying stages of bulk solution freeze-drying in trays. Drying Tech. 16(3–5), 399–431.
- Sarimeseli A., 2011. Microwave drying characteristics of coriander (*Coriandrum sativum* L.) leaves. Energy Conversion and Management 52, 1449–1453.

- Siedler-Łożykowska K., Kaźmierczuk K., 1998. Zawartość olejku eterycznego w organach roślinnych oraz struktura plonu w wybranych fazach rozwojowych lubczyka ogrodowego. Herba Polonica, tom XLIV, 1, 11–15.
- Śledź M., Witrowa-Rajchert D., 2012. Składniki biologicznie czynne w suszonych ziołach czy ciągle aktywne? Kosmos. Problemy Nauk Biologicznych, 2(61), 319–329.
- Tambunan A.H., Yudistira, Kisdiyani and Hernani, 2001. Freeze drying characteristics of medicinal herbs. Drying technology 19(2), 325–331.
- Wang C.Y., Singh, R.P., 1978. Use of variable equilibrium moisture content in modeling rice drying. Transactions of the ASAE 11, 668–672.
- Wiktor A., Łuczywek K., Witrowa-Rajchert D., 2012. Modelowanie matematyczne kinetyki suszenia mikrofalowo-konwekcyjnego liści bazylii. ZPPNR 570, 127–141.
- Wiktor A., Łuczywek K., Witrowa-Rajchert D., Hankus M., Królikowski K., 2013. Aproksymacja krzywych kinetycznych suszenia mikrofalowo-konwekcyjnego liści oregano wybranymi równaniami. ZPPNR 573, 61–73.
- Witrowa-Rajchert D., Hankus M., Pawlak E., 2009. Wpływ metody suszenia na zawartość chlorofilu i barwę oregano oraz bazylii. Inżynieria i Aparatura Chemiczna 1, 70–71.
- Zalewska E., Nurzyńska-Wierdak R., 2016. Rośliny z rodziny Apiaceae źródłem surowca farmakopealnego. Annales UMCS, Sectio EEE Horticultura, vol. XXVI (2), 47–60.
- Yousif A.N., Durance T.D., Scaman C.H., Girard B., 2000. Headspace volatiles and physical characteristics of vacuum-microwave, air and freeze-dried oregano (*Lippia berlandieri* Schauer). Food Chemistry and Toxicology, vol. 65, No. 6, 926–930.

KINETICS ANALYSIS OF FREEZE DRYING LOVAGE GARDEN LEAVES (LEVISTICUM OFFICNALE KOCH.)

Summary. The traditional use of lovage (Levisticum officinale Koch.) in different diseases has been thoroughly documented in several publications. It is a well-known aromatic plant that has been commonly used in foods, flavorings, and medicinal preparations. The aim of the work was the evaluation of drying temperature and pressure in the freeze-drying chamber on the lyophilization kinetics of loveage garden leaves. The material for the study were fresh lovage leaves from an industrial plantation. Whole healthy leaves with the same degree of vegetative maturity were frozen for 24 hours at a temperature of -30° C, in convection-free conditions. The freeze-drying process was performed in ALPHA 1-4 freeze-dryer (Martin Chrits Company) equipped with one-sided contact heat supply system. The frozen samples of leaves were put on the heating plates and freeze-dried at 20°C, 45°C, 70°C, and with a pressure 30 Pa and 198 Pa. During the process the changes of leaves mass were recorded after each 60 seconds using weight balance with the accuracy 0.01 g. The drying process was stopped when the moisture of sample reach about 5% (wb.). The experiment was performed in triplicate. Based on the measurements of mass loss taken in the course of the experiment, drying curves were charted as functions of water ratio (MR) versus time. During the determination of MR, the value of equilibrium water content was omitted. With a view to selecting the most appropriate mathematical equation for the description of the freeze-drying of lovage leaves, six potential equations commonly mentioned in literature were examined. Measurement scores were subjected to an analysis of variance. When significant differences in were detected, the means were compared using Tukeys test. Statistical analysis was performed at a significance level of significance level of $\alpha = 0.05$ using Statistica 10.0 by Statsoft. A regression analysis was also performed. The coefficient of determination R², root mean square error (RMSE), and the reduced χ^2 values were calculated. The results of regression analyses for the six considered models showed that each of the was characterized by a good fit for the experimental data. Specifically, all the calculated R² values fell in the 0.983–0.999 interval, whereas the RMSE changed from 0.0123 to 0.0002, and the value of reduced χ^2 not exceed 0,00016. The Page model provided in the most cases the best fit to the experimental data. Besides, the results revealed that an increase of heating plates temperature and the pressure in the drying chamber significantly decreased the time of freeze-drying.

Key words: freeze drying, spice plant, drying kinetics