

Warszawa, 09.09.2019 r.

dr hab. Ewa Gondek
Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji
Wydział Nauk o Żywności
SGGW w Warszawie

Recenzja

**Pracy doktorskiej mgr Sylwii Zimny
„Wpływ wybranych parametrów procesowych sterylizacji UHT na ograniczenie
foulingu w produkcji żywności specjalnego przeznaczenia medycznego”
wykonanej pod kierunkiem promotora dr hab. inż. Małgorzaty Krzywonos, Prof. UE
na Wydziale Inżynieryjno-Ekonomicznym Uniwersytetu Ekonomicznego we Wrocławiu**

Ocena tematyki rozprawy

Przedłożona do recenzji praca doktorska obejmuje szeroki zakres badań właściwości fizycznych i chemicznych preparatów przeznaczonych do żywienia dojelitowego. klasyfikowanych, jako żywność specjalnego przeznaczenia medycznego.

Celem, który postawiła sobie Doktorantka była modyfikacja parametrów sterylizacji prowadząca do ograniczenia zjawiska foulingu, zwanego również zarastaniem, polegającego na gromadzeniu się materiału, głównie, na powierzchniach wymiany ciepła. Zjawisko to jest poważnym problemem w wielu gałęziach przemysłu, jednak w przemyśle spożywczym stwarza szczególne problemy zagrażając bezpieczeństwu żywności i ograniczając termin jej przydatności do spożycia.

Podjęty temat badawczy jest niezmiernie istotny z kilku powodów. Najczęściej przywoływanym w literaturze jest aspekt ekonomiczny. Gromadzenie się osadów powoduje niebezpieczny wzrost ciśnienia w instalacji, a także radykalnie pogarsza warunki wymiany ciepła. W efekcie skraca możliwy czas wykorzystania strategicznych aparatów, wymusza kosztochłonny i skomplikowany proces mycia instalacji. Nie mniej ważnym aspektem sprawy jest troska o środowisko naturalne, która we współczesnym świecie staje się obowiązkiem. Zwiększenie częstotliwości mycia powoduje wzrost produkcji ścieków, a także dodatkowe

zużycie energii elektrycznej. Trzeci niezmiernie istotny aspekt sprawy dotyczy bezpieczeństwa produkowanej żywności. Gromadzenie się osadów zwiększa ryzyko zakażenia mikrobiologicznego, jak również zanieczyszczenia produktu gotowego odrywającymi się przypalonymi cząstkami osadu. Zapewnienie konsumentowi dotkniętemu problemami zdrowotnymi żywności dostosowanej do jego specyficznych potrzeb, tj. zbilansowanej pod względem składników odżywczych i uwzględniającej możliwości ich trawienia i wchłaniania przez zmieniony chorobą organizm jest ważnym elementem leczenia. W takich przypadkach bezpieczeństwo produkowanej żywności nabiera szczególnego znaczenia.

Biorąc pod uwagę powyższe podjęcie przez mgr Sylwię Zimny badań na ograniczeniu foulingu podczas produkcji żywności specjalnego przeznaczenia medycznego zarówno z naukowego, jak i praktycznego punktu widzenia jest uzasadnione.

Ocena merytoryczna

Przedstawiona do oceny monografia obejmuje 164 strony maszynopisu wraz z aneksem. Układ pracy jest typowy dla prac o charakterze eksperymentalnym posiada wyraźnie oddzieloną część literaturową oraz część eksperymentalną. W dysertacji zawarto 33 wykresy, 39 rysunków oraz 14 tabel, przedstawiono również wykaz stosowanych w pracy skrótów i symboli.

We wstępie, zawartym na 4 stronach maszynopisu Autorka nakreśliła problem i w bezdyskusyjny sposób uzasadniła celowość podjętego tematu badawczego wskazując na istotę problemu gromadzenia się osadów i skalę strat, jakie to zjawisko generuje. Dane na temat skutków zjawiska zaczerpnięte z literatury potwierdziła krótką analizą sytuacji w zakładzie produkcyjnym, w którym realizowano część eksperymentalną pracy.

Przegląd wiadomości literaturowych przedstawiono na 51 stronach maszynopisu. Podzielony on został na 9 rozdziałów głównych. Opisano w nim podstawowe składniki badanych w pracy preparatów, takie jak mleko oraz koncentraty i izolaty białek mleka oraz izolaty białka sojowego. Scharakteryzowano technologię utrwalania UHT oraz szczegółowo opisano jej wpływ na wartość odżywczą wyrobu gotowego. Omówiono zmiany zachodzące w makroskładnikach żywności, w szczególności w frakcji białkowej oraz wpływ oddziaływania wysokiej temperatury na termolabilne składniki biologicznie czynne. W ostatnim podrozdziale dotyczącym technologii UHT Autorka w syntetyczny sposób opisała najnowsze

rozwiązania konstrukcyjne aparatów do wymiany ciepła, które pozwalają na ograniczenie foulingu oraz poprawę warunków sterylizacji UHT.

W kolejnym rozdziale Autorka przybliży czytelnikowi profil działalności przedsiębiorstwa Fresenius Kabi, w którym została zrealizowana część eksperymentalna pracy oraz w szczegółowy sposób mechanizm powstawania foulingu i czynniki wpływające na ten proces. Autorka sprawnie wprowadza czytelnika w zagadnienie, opisuje poszczególne etapy tworzenia się osadów posługując się zaczerpniętymi z literatury rysunkami i fotografiami. Rozdział ten zawiera liczne odwołania do literatury światowej, Doktorantka przywołuje zarówno pozycje z ubiegłego wieku, w których inicjowano badania nad zrozumieniem istoty zjawiska, jaki i najnowsze badania, co wskazuje na dobrą jej orientację w podejmowanej tematyce.

W kolejnym rozdziale Autorka jasno i zwięźle precyzuje cel i zakres prowadzonych badań, dodatkowo prezentując plan eksperymentu za pomocą schematu graficznego.

W rozdziale trzecim zatytułowanym „Cześć doświadczalna” Doktorantka opisuje materiał badawczy prezentując szczegółowy skład analizowanych mieszanek, charakteryzuje metody analityczne oraz sposób prowadzenia doświadczeń w stacji pilotażowej.

Kolejny podrozdział, zatytułowany „Wyniki badań i ich omówienie” zawiera tabelaryczne lub graficzne zestawienie rezultatów pracy wraz z krótkim komentarzem Doktorantki. Wyniki przeprowadzonych badań zostały zaprezentowane na 33 wykresach i zestawione w 8 tabelach.

Dyskusja uzyskanych wyników, w której Autorka konfrontuje wyniki badań własnych z uzyskanymi przez innych Autorów zawarta jest na 16 stronach maszynopisu kończy ją podrozdział „Podsumowanie i rekomendacje”.

Dysertacja zakończona jest trzema syntetycznymi wnioskami, które bezpośrednio wynikają z badań własnych Autorki i są zgodne z założonym celem pracy. W ocenianym opracowaniu zawarto również spis tabel rysunków, wykresów i tabel, oraz zamieszczono wykaz wykorzystanej do przygotowania monografii bibliografii. (który zawiera 153 opracowania naukowe, w większości anglojęzyczne oraz źródła internetowe i materiały dodatkowe).

Głównym celem rozprawy, jaki postawiła sobie Doktorantka było zbadanie czy istnieje możliwość zmniejszenia zjawiska gromadzenia się osadów podczas sterylizacji UHT

produktów klasyfikowanych jako żywność specjalnego przeznaczenia medycznego. Cel pracy realizowano w kilku etapach. Pierwszym z nich była szczegółowa analiza receptur wywarzanych w zakładzie produktów i wytypowanie tych, których skład czyni je podatnymi na tworzenie osadów podczas sterylizacji. Już ten pierwszy etap pracy wymagał od Doktorantki dobrej znajomości tematu i rozeznania w literaturze fachowej. W kolejnym etapie analizie poddano dane pomiarowe pochodzące z zakładu produkcyjnego. Analizowano systemowe wykresy różnicy temperatur (dT) wody i produktu. Ten etap badań pozwolił Doktorantce na wytypowanie receptury najbardziej problematycznej, na której realizowano kolejne etapy badań.

Zakres badań był bardzo szeroki i obejmował:

1. Szczegółową analizę receptur produktów wytwarzanych w Zakładzie Fresenius Kabi, pod kątem zawartości składników, które potencjalnie mogą zwiększać zjawisko tworzenia osadu.
2. Analizę zbiorczych systemowych wykresów różnicy temperatur (dT) z okresu ostatnich 12 miesięcy
3. Badania laboratoryjne:
 - Badanie stabilności cieplnej (HCT) wytypowanej do badań receptury według metody własnej opracowanej przez firmę Fresenius Kabi, polegającej na pomiarach lepkości produktu podczas dwustopniowego ogrzewania do temperatury 90 i 140°C
 - Badanie wpływu ogrzewania na zmiany pH produktu
 - Analizę wielkości i dystrybucji cząstek za pomocą urządzenia Mastersizer (Malvern) produktu ogrzewanego w temp. 85, 88 i 92 °C oraz mieszanki niepoddanej ogrzewaniu.
 - Badanie lepkości pozornej za pomocą reometru HAAKE Mars
 - Pomiar wielkości frakcji tłuszczowej, środkowej i sedymentu próbek ogrzewanych w różnych temperaturach, po wirowaniu próbki w wirówce ThermoFisher (SL40).
4. Badania tworzenia i narastania osadu podczas sterylizacji UHT w stacji pilotażowej.
 - Badanie procesu sterylizacji w standardowych stosowanych w praktyce produkcyjnej warunkach sekcja podgrzewania wstępnego 90 °C, 4 minuty, sekcja właściwej sterylizacji 141°C
 - Podwyższenie temperatury do 92°C z czasem przetrzymania (HT) 4 minuty
 - Obniżenie temperatury do 88°C z czasem przetrzymania (HT) 4 minuty

- Obniżenie temperatury do 88°C z czasem przetrzymania (HT) 6 minut
- Obniżenie temperatury do 88°C z czasem przetrzymania (HT) 2 minuty
- Obniżenie temperatury do 85°C z czasem przetrzymania (HT) 4 minuty
- Obniżenie temperatury do 85°C z czasem przetrzymania (HT) 2 minuty
- Przy standardowych parametrach temperaturowo-czasowych procesu przeprowadzono eksperyment polegający na zwiększeniu zawartości powietrza w materiale poddawany sterylizacji

Uważam, że postawione w pracy cele są ambitne i zostały prawidłowo sformułowane, a zakres przeprowadzonych wystarczający i adekwatny do wymagań stawianych pracom doktorskim. Szczególnie wysoko oceniam fakt prowadzenia badań w skali półtechnicznej, co poza standardowymi pomiarami różnicy temperatur zapewniło możliwość obserwacji powstałego osadu. Mój niedosyt budzi jednak strona matematyczna pracy. Mając komplet danych dotyczących procesu wymiany ciepła można było pokusić się o proste choćby obliczenia np. współczynnika przenikania ciepła. Jednak za największy mankament pracy uważam całkowity brak statystycznej obróbki uzyskanych wyników. Uwaga ta dotyczy nie tylko wyników uzyskanych w stacji pilotażowej, ale również pomiarów lepkości, pH, gęstości czy stabilności cieplej. Wyniki takie powinny być porównane za pomocą adekwatnych narzędzi statystycznych, co wzmocniłoby wiarygodność wyciąganych przez Doktorantkę wniosków.

Po lekturze opracowania artykułów nasunęło mi się kilka drobnych krytycznych uwag i spostrzeżeń;

1. W przeglądzie literatury oraz w części badawczej Autorka posługuje się terminem mleko w odniesieniu do produktu roślinnego, co wydaje się być sprzeczne z obowiązującymi przepisami. Uważam również, że termin „olej rybny” powinien być zastąpiony terminem „tłuszcz rybny”. Nazwę olej przyjęto stosować w odniesieniu do tłuszczów pochodzenia roślinnego.
2. Brak jest w pracy dyskusji wyników lepkości, stabilności termicznej oraz rozkładu wielkości cząstek.
3. W metodyce brak jest informacji na temat liczby powtórzeń poszczególnych procedur analitycznych a informacje na temat metodologii pomiarów często są niepełne.

4. W pracy stwierdzono liczne niezbyt fortunne sformułowania, które wkradły się z języka potocznego np. „kolor”-zamiast barwa, „zabijanie pleśni” itp., jak również błędy stylistyczne.

Pojawiło się również kilka pytań, wątpliwości i niejasności. Uprzejmie proszę Doktorantkę o odpowiedź lub ustosunkowanie się do poniższych uwag podczas publicznej obrony pracy:

1. Zmniejszając temperaturę i czas przetrzymania materiału w sekcji wstępnego ogrzewania (w pracy: *holding time*) ograniczamy powstawanie osadu, ale również zmniejszamy dawkę ciepła aplikowaną do produktu. Jak wpływa to na pracę kolejnych sekcji urządzenia. Czy eksperymenty poprzedzone były obliczeniami, które by pozwalały określić wartość granicznych bezpiecznych parametrów ogrzewania wstępnego?
2. W jakim układzie pomiarowym mierzono lepkość dynamiczną. Pomiaru lepkości wykonywane były również podczas wyznaczania stabilności cieplnej receptury. Czy wykorzystywano reometr rotacyjny? Jaka była geometria układu pomiarowego? Jakie parametry pomiaru? W jaki sposób wyznaczono/obliczono stabilność cieplną materiału. W metodyce brak jest konkretów na temat zastosowanej procedury obliczeniowej.
3. Autorka informuje, że zawartość powietrza w materiale szacowana była metodą wykorzystującą ultradźwięki. Kto jest Autorem tej metody, czy jest ona wykorzystywana w badaniach naukowych? Jakie były parametry sonikacji i jakie urządzenie zastosowano?
4. Analiza wyników uzyskanych w urządzeniu Mastersizer wykazała, że niewielkie zmiany temperatury powodują dość znaczne zmiany rozkładu wielkości cząstek, w jaki sposób można wytłumaczyć to zjawisko?
5. Czy można, choć w przybliżeniu, oszacować potencjalny zysk dla zakładu wynikający z wdrożenia rekomendacji, które przedstawiła Autorka w końcowym rozdziale dyskusji wyników.

Podsumowanie i wnioski końcowe

Recenzowana rozprawa mgr Sylwii Zimny pt. „Wpływ wybranych parametrów procesowych sterylizacji UHT na ograniczenie foulingu w produkcji żywności specjalnego

przeznaczenia medycznego” stanowi samodzielne rozwiązanie problemu badawczego z zakresu technologii produkcji żywności. Podejmuje aktualny, i szczególnie ważny dla praktyki przemysłowej, problem, którego skala jest ogromna podobnie jak jego skutki ekonomiczne. Podejmowany problem jest również, co należy podkreślić, istotny z punktu widzenia ochrony środowiska naturalnego, oraz poprawy bezpieczeństwa produktu produkowanego dla konsumentów wymagających szczególnej troski.

Ważnym wnioskiem wynikającym z badań Autorki jest stwierdzenie, że problem tworzenia osadów w głównej mierze dotyczy tych receptur, które zawierają białko sojowe, przy czym nie zaobserwowano nasilenia się zjawiska ze wzrostem udziału białka sojowego w recepturze.

Autorka zidentyfikowała przyczyny nadmiernego tworzenia osadów w zakładzie produkcyjnym oraz dowiodła, że możliwe jest ograniczenie tego zjawiska poprzez modyfikację składu sterylizowanego materiału oraz parametrów procesu sterylizacji.

Produkty nie zawierające białka sojowego, których receptura oparta była na białkach pochodzenia mlecznego stwarzały mniejsze problemy podczas przetwarzania, a zjawisko zarastania nasilało się ze wzrostem zawartości kazeinianów w recepturze. W produktach niezawierających białek kazeinowych fosforany wydawały się promować gromadzenie osadów

Badania przeprowadzone na stacji pilotażowej wskazały kolejne potencjalne możliwości ograniczenia tworzenia się osadu w procesie sterylizacji UHT. W tym wypadku w drodze przeprowadzonych eksperymentów zaproponowano optymalne wartości temperatury i tzw. czasu przetrzymania (holding time), które powinny zostać zweryfikowane z skali przemysłowej.

Przedstawioną rozprawę doktorską oceniam wysoko. Przytoczone w recenzji krytyczne uwagi do poszczególnych elementów opracowania, uchybienia językowe nieścisłości i usterki nie umniejszają wartości naukowej oraz, co należy mocno podkreślić wartości praktycznej badań prowadzonych przez Doktorantkę. Moje uwagi i sugestie należy potraktować, jako propozycję pogłębienia interpretacji wyników i mają one na celu wyłącznie zwrócenie Autorce uwagi na możliwość bardziej precyzyjnego wnioskowania i innego podejścia do analizy i interpretacji wyników.

Ambitne zadania, jakie postawiła sobie Autorka zostały zrealizowane. Tak wyniki doświadczeń, jak i wynikające z nich wnioski są wartościowe i mają duże znaczenie praktyczne. Co niezmiernie istotne Autorka podjęła zadanie badawcze, wychodzące naprzeciw realnym i aktualnym potrzebom producentów żywności. Wykazała się umiejętnością, przeprowadzenia eksperymentów zarówno w laboratorium, jak i w warunkach przemysłowych i półtechnicznych, przeprowadzenia dyskusji naukowej i merytorycznie poprawnego wnioskowania.

Stwierdzam, że praca mgr Sylwii Zimny odpowiada wymaganiom stawianym rozprawom doktorskim na stopień naukowy doktora i przedkładam Wysokiej Radzie Wydziału Inżynieryjno-Ekonomicznemu Uniwersytetu Ekonomicznego we Wrocławiu wniosek o jej przyjęcie i dopuszczenie Autorki, mgr Sylwii Zimny do publicznej obrony.

Warszawa 09.09. 2019

Ewa Gondek

