

Warszawa 15.05.2023 r.

Prof. dr hab. inż. Andrzej Lenart
Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego
Instytut Technologii Żywności
ul. Nowoursynowska 166
02-787 Warszawa

RECENZJA

pracy doktorskiej mgr inż. Pawła Banaszczyka, pt.:

**ZDOLNOŚĆ ODTWARZANIA SPOŻYWCZYCH STRUKTUR EMULSYJNYCH PO
ROZTWORZENIU W WODZIE PREPARATÓW SUSZONYCH ROZPRYSKOWO**

Promotor: prof. dr hab. inż. Lidia Zander

Mgr inż. Paweł Banaszczyk pracę doktorską wykonał w Katedrze Inżynierii, Aparatury Procesowej i Biotechnologii Żywności na Wydziale Nauki o Żywności Uniwersytetu Warmińsko-Mazurskiego w Olsztynie. Rozprawa została przygotowana w 2023 roku.

Ocena formalna

Rozprawa doktorska mgr inż. Pawła Banaszczyka liczy 119 stron, w tym 30 tabel, 47 rysunków oraz 11 stron wykazu literatury. Praca ma typowy (oczekiwany) dla rozpraw doktorskich oparty na eksperymencie, układ obejmujący następujące rozdziały: wstęp, przegląd literatury, cel oraz materiał i metody badawcze, wyniki eksperymentów i ich analiza, podsumowanie, wnioski i literatura. Proporcje udziału poszczególnych części pracy są prawidłowe. Autor umieszczając niezbędne informacje w poszczególnych rozdziałach najwięcej objętości pracy przeznaczył na omówienie i dyskusję wyników (39%), na przegląd literatury (19%) oraz na metodykę pracy (16%). W rozprawie doktorskiej zastosowano bogatą interpretację matematyczną oraz prezentację graficzną wyników.

Ocena merytoryczna

Preparaty spożywcze suszone rozpyłowo coraz częściej oferowane są jako produkty spożywcze i mają coraz większe znaczenie żywieniowe. Znaczną rolę odgrywają w projektowaniu i produkcji żywności funkcjonalnej. Jej skład jest tak projektowany, aby

wspomagała organizm człowieka w utrzymaniu prawidłowego stanu fizycznego i psychicznego, co ma zapobiegać chorobom cywilizacyjnym. Żywność funkcjonalna zawiera w swoim składzie substancje, które wpływają na jej aktywność biologiczną. Można wymienić tu między innymi: błonnik pokarmowy, oligosacharydy, wielonienasycone kwasy tłuszczowe, białka (w tym peptydy i aminokwasy), witaminy, składniki mineralne i probiotyki. Wzrasta znaczenie tłuszczu w tego typu żywności. Obecność tłuszczu w diecie jest ważna nie tylko jako źródło energii dla organizmu, czy sposób podania leku, ale również do regulacji odczucia sytości. W tym aspekcie istotne znaczenie mają tłuszcze w formie emulsyjnej. Układy emulsyjne mogą spełniać w szerokim zakresie cechy żywności lub składnika funkcjonalnego. Szczególne znaczenie mają odtwarzane z proszków emulsje. Proszki te, w postaci mikrokapsulek w kontakcie z wodą powinny odtwarzać pierwotną strukturę emulsji.

Procesy technologiczne często wpływają negatywnie na zawartość i jakość składników odżywczych, jak i właściwości odtworzeniowe w wodzie preparatów suszonych rozpryskowo, bogatych w tłuszcze. Odpowiednio dobierając parametry obróbki wstępnej oraz procesu suszenia, można osiągnąć pożądany efekt w postaci produktu o wysokiej jakości. Stosując dodatkowe procesy, przykładowo emulgowanie membranowe, można podwyższyć jego walory odżywcze, ale również modyfikować właściwości teksturalne, które w konsekwencji wpływają na lepszą ocenę konsumenta.

Podjęte badania zmierzają do poszerzenia wiedzy teoretycznej i praktycznej w zakresie poznania zmian strukturalnych, tekstualnych i fizycznych odtworzonych w wodzie mikrokapsulek oleju wiesiołkowego otrzymanych w efekcie suszenia rozpryskowego i wzajemnych zależności między nimi.

W przeglądzie literatury obejmującym 8 podrozdziałów, scharakteryzowano olej z nasion wiesiołka, omówiono metodę membranową wytwarzania emulsji typu o/w, wyjaśniono przebieg kapsułkowania w suszeniu rozpryskowym oraz morfologię otrzymanych mikrokapsulek, scharakteryzowano stosowane składniki fazy ciągłej emulsji typu o/w, oceniono efektywność kapsułkowania tłuszczu oraz odtwarzanie tych emulsji z proszków.

Mgr inż. Paweł Banaszczyk przedstawił charakterystykę wytwarzania emulsji typu o/w metodą membranową, kapsułkowania w suszeniu rozpryskowym oraz odtwarzania emulsji z proszków. Wybór jest trafny i uzasadniony w perspektywie efektywnego odtwarzania preparatów emulsji typu o/w otrzymanych w suszeniu rozpryskowym.

Najcenniejszą merytorycznie częścią przeglądu literatury są krytycznie omówione operacje wstępne stosowane przed suszeniem rozpryskowym emulsji typu o/w w celu uzyskania kapsułkowania tłuszczu, którego miarą jest efektywność odtwarzania. Obejmują one operacje nietermiczne (emulgowanie membranowe) oraz obróbkę termiczną (suszenie rozpryskowe).

Przegląd piśmiennictwa stanowi aktualne i bardzo dobre merytorycznie wprowadzenie do problematyki rozprawy doktorskiej mgr inż. Pawła Banaszczyka. Jednocześnie wykazano potrzebę dalszych badań, szczególnie wskazując znaczenie wyjaśnienia przemian fizycznych zachodzących w suszonych emulsjach typu o/w, głównie na przykładzie suszonych rozpryskowo emulsji. Należy bardzo wysoko ocenić merytoryczne przygotowanie przeglądu piśmiennictwa, który stanowi podstawę do sformułowania celu i zakresu pracy.

Cel i zakres pracy zostały poprawnie określone. Dla podkreślenia przejrzystości naukowej rozprawy wskazane byłoby ściślejsze skorelowanie celu i zakresu pracy z tytułem pracy, jak i z kolejnością omawiania wyników badań. Chociażby z zapisu celu pracy wnika, że zajmowano się roztwarzaniem proszku mikrokapsulek oleju wiesiołkowego, a w tytule pracy jest bardziej ogólny zapis obejmujący odtwarzanie struktur emulsyjnych w wodzie z preparatów suszonych rozpryskowo.

Materiał i metody badawcze są poprawnie merytorycznie dobrane. Metodyka dotycząca części technologicznej i analitycznej jest bardzo szczegółowo opisana, co stwarza warunki do powtórzenia badań i pomiarów. Na wyróżnienie zasługuje bardzo dokładny opis przebiegu części doświadczalnej. Jedyne budzi niedosyt brak pełnej informacji o sposobie postępowania z maltodekstryną niskoscukrzoną, która jest składnikiem fazy ciągłej układu emulsyjnego, w porównaniu z informacjami na temat postępowania z koncentratem białek serwatkowych. Również uszczegółowienia wymaga opis procesu roztwarzania mikrokapsulek otrzymanych w suszeniu rozpryskowym.

Omówienie i dyskusja wyników są zawarte w trzech głównych podrozdziałach (etapach) nawiązujących treścią do celu i zakresu pracy. Obejmują one: charakterystykę fazy ciągłej emulsji, ocenę emulsji otrzymanych metodą membranową i omówienie właściwości mikrokapsulek wytworzonych rozpryskowo wraz z oceną emulsji powstałych z ich roztworzenia.

Charakterystykę fazy ciągłej emulsji przeprowadzono z uwzględnieniem stężenia koncentratu białek serwatkowych i pH dyspersji.

Oceniano napięcie powierzchniowe, rozkład wielkości cząstek, pojemność emulgacyjną i stabilność emulsji. Wartości napięcia powierzchniowego cechowały się zmiennością w zależności od przyjętych parametrów dyspersji. Wykazano zmniejszanie się napięcia powierzchniowego układu ze wzrostem udziału białka serwatkowego (WPC) i wartości pH. Przeprowadzona obróbka mechaniczno-chemiczna miała korzystny wpływ na charakter rozkładu wielkości cząstek białka w wodnych dyspersjach WPC. Ustalono, że w przypadku dyspersji o pH=6,5 uwadnianych przez 15 minut, rozkład wielkości cząstek wyraźnie ulegał zawężeniu, a silnie zaznaczony przed homogenizacją udział cząstek gruboziarnistych niemal zanikał, zbliżając profil do rozkładu monomodalnego.

Przeprowadzone eksperymenty i analiza uzyskanych wyników wykazały, że przy użyciu ceramicznej membrany mikrofiltracyjnej o nominalnej wielkości porów 0,8 μ m możliwe jest uzyskiwanie stabilnych emulsji typu o/w oleju z wiesiołka (OLW) zawierających białka serwatkowe (WPC) w charakterze emulgatora. Wykazano, że proces emulgowania powinien być poprzedzony przygotowaniem koloidalnej dyspersji białek WPC odtwarzanej z proszku suszonego rozpryskowo, wymagającym regulacji pH do poziomu 8,0, C przez co najmniej 15 min i poddania homogenizacji uwadniania w temperaturze 20 $^{\circ}$ C ciśnieniowej przy 25 MPa. Najkorzystniejszy ze względu na stabilność układu okazał się skład emulsji, w którym zachowano proporcję między koncentracją oleju OLW i białka WPC w emulsji, jak 1:2. Wykazano, że zmniejszenie wielkości cząstek WPC w wyniku procesu homogenizacji zawiesiny o skorygowanym pH ma bezpośredni wpływ na łączną powierzchnię właściwą cząstek. Uzyskane dane liczbowe dowodzą, że pojemność emulgacyjna dyspersji zwiększała się ze wzrostem pH układu, przy czym w każdej serii doświadczeń układ nie poddawany homogenizacji wykazywał najmniejszą zdolność wiązania oleju. Jednocześnie, po zastosowaniu homogenizacji dyspersja wykazywała największą pojemność emulgacyjną w stosunku do OLW. Istotnymi czynnikami mającymi wpływ na wartość indeksu stabilności emulsji okazały się: proporcja OLW/WPC w dyspersji oraz temperatura prowadzenia procesu emulgacji.

Ocenę emulsji otrzymanych metodą membranową przeprowadzono na podstawie ich stabilności i struktury.

Wykazano, że prowadzenie procesu emulgacji za pomocą membrany ceramicznej wymaga poznania tzw. krytycznego ciśnienia wtłaczania oleju i uwzględnienia obniżenia ciśnienia w układzie podczas przepływu emulsji. Wielkość kropelek oleju w emulsji zależała od temperatury procesu i ciśnienia wtłaczania oleju. Wzrost obu tych wielkości okazał się niekorzystny, gdyż prowadził do powstawania dużych kropelek oleju. Struktura emulsji

otrzymanych metodą membranową była różna od oczekiwanego układu monodispersyjnego. W rozkładach wielkości kropeł w emulsjach można było wyodrębnić trzy frakcje cząstek o różnych zakresach wielkości częściowo zazębiających się.

Omówienie właściwości mikrokapsulek wytworzonych rozpryskowo wraz z oceną emulsji powstałych z ich roztworzenia przeprowadzono na podstawie ogólnej charakterystyki mikrokapsulek, rozkładu wielkości ich cząstek oraz ich struktury.

Emulsje powstałe z roztworzenia mikrokapsulek oceniono na podstawie ich mikrostruktury. Wykazano możliwość otrzymywania mikrokapsulek o dużej kapsulacji oleju OLW. Mikrokapsułki otrzymywane metodą suszenia rozpryskowego emulsji zawierały 55 – 65% oleju zamkniętego w strukturze cząstek proszku, przy czym efektywność kapsulacji OLW korelowała z indeksem stabilności suszonej emulsji. Na bimodalny rozkład wielkości cząstek emulsji w proszku składała się drobnoziarnista frakcja suszu substancji rozpuszczonych w fazie wodnej i dwie frakcje mikrokapsulek – średnio- i gruboziarnista. Natomiast emulsje odtwarzane z proszku mikrokapsulek posiadały strukturę zdecydowanie różniącą się od struktury emulsji poddawanej suszeniu. Stwierdzono większy udział frakcji o mniejszych rozmiarach i wyraźne przesunięcie całych krzywych rozkładu wielkości cząstek w kierunku mniejszych wielkości cząstek, których średnica przeciętna była prawie trzykrotnie mniejsza od odpowiadającej wielkości dla emulsji przed suszeniem. Wykazano, że niekontrolowane rozdrabnianie kropeł oleju emulsji podczas suszenia rozpryskowego było skutkiem procesów zachodzących podczas rozpryskiwania cieczy w komorze suszarni.

Stwierdzenia w posumowaniu pracy i wnioski jednoznacznie wynikają z omówienia i dyskusji wyników. Ze względu na szczegółowość zapisu wniosków 1 i 2 mogą być odbierane jako forma stwierdzenia. Nasuwa się sugestia o potrzebie przerehabrowania tych wniosków, które są potwierdzeniem bardzo dużych osiągnięć naukowych wynikających z recenzowanej pracy.

Uwagi szczegółowe:

s.26: tytuł podrozdziału 4.6. jest zbyt obszerny. Treść podrozdziału dotyczy tylko maltodekstryn i białek serwatkowych

s. 30: stosowane są określenia: odtwarzanie, rekonstrukcja, redyspergowana emulsja (s. 38) czy roztworzenie (w tytule). Na czym polegają różnice?

s. 32 Cel i zakres pracy – nie wspomniano jakie substancje wybrano przy doborze składu emulsji o/w

s.33: dlaczego wybrano membrany ceramiczne o średnicy porów 0,8 um ?

- s. 34: jak wykonywano pomiar przewodności elektrycznej próbki ?
- s. 36: jak obliczano naprężenia styczne w module ?
- s. 36: jak odgazowywano próbkę emulsji?
- s. 41: z czego wynikał czas przechowywania 24 h i w jakich warunkach przechowywano mikrokapsułki?
- s. 42: co oznacza WODA RO na rysunku 16, 17 i 18?
- s.51: czy były próby określenia zawartości białek denaturowanych termicznie w zastosowanym koncentracji białek serwatkowych?
- s.52: wskazane jest podanie w główce tabeli oznaczenia i jednostki napięcia powierzchniowego (uwaga dotyczy następnych tabel)
- s. 64: co oznacza skrót BSA?
- s. 71: oznaczenie N krotności ciśnienia krytycznego jest zbędne, ponadto w tabeli 17 jest zapis jako ciśnienie wtlaczania oleju, a na stronie 73 jest oznaczone jako p. Wymaga wyjaśnienia
- s. 91: dodatkowe określenie, jako rozpylanej nadawy może być pominięte
- s.100: należy skorygować numery tabeli 28 ze strony 100 i ze strony 102

W spisie literatury wymagane jest uściślenie niektórych zapisów, przykładowo:

- pozycja 15 i 55: różny sposób podania nazwy czasopisma
- pozycja 13: podano skrót nazwy czasopisma, a w całym spisie literatury konsekwentnie podawano pełne nazwy czasopism.

Przedstawione uwagi i pytania mają charakter dyskusyjny. Dominująca większość, to uwagi redakcyjne nie wpływające na zmianę bardzo wysokiej oceny wartości merytorycznej pracy. Podkreślają tylko obszerność, złożoność i kompleksowość podjętej tematyki badawczej i wskazują na potrzebę dalszych badań.

Recenzowana praca doktorska stanowi oryginalne i w dużym stopniu nowatorskie opracowanie naukowe z zakresu nauk o żywności. Ponadto przejrzysty opis wybranych zagadnień, związanych z tematem pracy, zamieszczonych w przeglądzie literatury oraz w analizie uzyskanych wyników wskazuje, że mgr inż. Paweł Banaszczyk doskonale orientuje się w problematyce szczegółowej, będącej przedmiotem rozprawy. Zadania, nakreślone w celu pracy, zostały przez Autora zrealizowane. Zarówno rezultaty doświadczeń, jak i wynikające z nich wnioski są innowacyjne i mają bardzo duże znaczenie i praktyczne.

Praca mgr inż. Pawła Banaszczyka stanowi nowy, oryginalny wkład do wiedzy i praktyki o kapsułkowaniu hydrofobowych składników żywności, na przykładzie oleju z

nasion wiesiołka, w wyniku suszenia rozpryskowego. Na podkreślenie zasługuje bogata merytorycznie ocena wpływu parametrów analizowanych procesów na jakość roztworzonych z mikrokapsulek emulsji. Przeprowadzono w pełni udaną próbę oceny przydatności i doboru różnorodnej obróbki wstępnej i metod technologicznych w poszczególnych etapach procesu utrwalania emulsji typu o/w, w celu optymalizacji procesu kapsulacji i roztwarzania.

Uzyskane zależności zmian wskaźników jakości otrzymanych emulsji, mikrokapsulek i roztworzonych emulsji od parametrów poszczególnych etapów utrwalania metodą suszenia rozpryskowego z obróbką wstępną są oryginalnym osiągnięciem Autora rozprawy doktorskiej. Mgr inż. Paweł Banaszczyk w pełni wykazał, że suszenie rozpryskowe jest najwyższym ocenianym sposobem kapsułkowania emulsji typu o/w, z zastosowania metody membranowej.

Na wyróżnienie zasługuje bardzo obszerny, ale trafny dobór parametrów wytwarzania emulsji metodą membranową, obejmujący parametry procesowe, jak i dobór proporcji składników emulsji. Całość pracy świadczy o kompleksowym podejściu do rozwiązywanego problemu oraz o dużej systematyczności i inwencji badawczej Autora. Część technologiczna, jak i analityczna zostały zaplanowane wyróżniająco, a metody badawcze właściwie dobrane. Bogata merytorycznie dyskusja wyników została odniesiona w sposób krytyczny do wyników, stwierdzeń i wniosków opublikowanych w innych opracowaniach. Wnioskowanie jest jednoznacznie związane z celem i zakresem pracy. Pełna ocena wskazuje na bardzo wysoką merytoryczną wartość opracowania. Uzyskane wyniki i zależności stanowią duży wkład w rozwój nauk podstawowych w dyscyplinie technologia żywności i żywienia. Jednocześnie mają aktualny aspekt praktyczny dla przemysłu spożywczego, wynikający z opracowania technologii utrwalania emulsji typu o/w.

Niniejszym stwierdzam, że praca doktorska mgr inż. Pawła Banaszczyka stanowi samodzielne i oryginalne rozwiązanie problemu naukowego i w pełni odpowiada wymaganiom stawianym pracom na stopień naukowy doktora w dziedzinie nauk rolniczych, dyscyplinie technologia żywności i żywienia. W związku z powyższym stwierdzeniem na podstawie ustawy z dnia 14 marca 2003 r. "O stopniach i tytule naukowym oraz stopniach i tytule w zakresie sztuki" (Dz. U. z 2017 r., poz. 1789 ze zm.) oraz art 179 ust 1. ustawy Przepisy wprowadzające ustawę - Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. z 2018 r., poz. 1669) przedkładam Radzie Naukowej Dyscypliny technologia żywności i żywienia Uniwersytetu Warmińsko-Mazurskiego w Olsztynie

wniosek o przyjęcie pracy doktorskiej i dopuszczenie jej Autora mgr inż. Pawła Banaszczyka do publicznej obrony.

A. Jenat