

Warszawa, 30.08.2024 r.

Prof. dr hab. Dorota Witrowa-Rajchert, czł. koresp. PAN
Katedra Inżynierii Żywności i Organizacji Produkcji
Instytut Nauk o Żywności SGGW w Warszawie

R e c e n z j a (p o n o w n a)

pracy doktorskiej mgr inż. Kacpra Kaczmarczyka

pt. „**Analiza właściwości reologicznych wybranych strukturalnych płynów spożywczych
w warunkach *in situ***”

wykonanej w Katedrze Inżynierii i Aparatury Przemysłu Spożywczego
na Wydziale Technologii Żywności
Uniwersytetu Rolniczego im. Hugona Kołłątaja w Krakowie
pod kierunkiem Dr hab. inż. Pawła Ptaszka, prof. URK

Przedstawiona do recenzji praca doktorska dotyczy oceny możliwości monitorowania stanu płynu w rurociągu, uwzględniając jego właściwości reologiczne oraz pomiar rozkładu prędkości przepływu w przekroju rurociągu z wykorzystaniem zjawiska Dopplera. Aby zrealizować część badawczą dysertacji, zaprojektowano i zbudowano prototypową instalację, ale tego typu pomiary mogą być także prowadzone bezpośrednio w trakcie procesu technologicznego. Obecnie coraz częściej wykorzystywane są w warunkach przemysłowych urządzenia, umożliwiające pomiar właściwości reologicznych płynów bezpośrednio w liniach technologicznych. Jednak za uzasadnione i ważne z punktu widzenia naukowego, a szczególnie aplikacyjnego, należy uznać połączenie tych analiz z ultradźwiękowym pomiarem profilu prędkości. Trzeba również podkreślić perspektywy wykorzystania technik ultradźwiękowych w przemyśle spożywczym, dzięki możliwości higienicznego, niestwarzającego zagrożenia mikrobiologicznego pomiaru.

Recenzowana praca obejmuje 158 numerowanych stron maszynopisu. Całość podzielona jest na osiem rozdziałów: Wstęp, Przegląd literatury, Cel i zakres pracy, Budowa stanowiska pomiarowego, Materiały i metody, Wyniki, Podsumowanie wyników i Wnioski. Praca zawiera również, niemieszczone w Spisie treści, następujące części: Wykaz ważniejszych oznaczeń oraz skrótów użytych w pracy, Streszczenie – Abstract, Spis rysunków, Spis tabel, Bibliografię. W tekście pracy zamieszczono 9 tabel oraz 55 rysunków, w tym 23 w przeglądzie literatury. Bogata ilustracja graficzna ułatwia wyjaśnienie podstawowych zagadnień związanych z tematyką rozprawy oraz stanowi rzetelne udokumentowanie uzyskanych wyników. Pod względem formalnym praca nie budzi zastrzeżeń. W pracy cytowanych jest 115 pozycji, w tym 11 z ostatnich pięciu lat. Prezentacja wyników, a także ich dyskusja są przedstawione w sposób prosty i logiczny.

We wstępie (rozdział 1.) Autor uzasadnia celowość podjęcia badań, których wyniki zostały zawarte w recenzowanej dysertacji. W przeglądzie literatury (rozdział 2.) zwrócono uwagę na

najważniejsze zagadnienia, dotyczące problematyki rozprawy, analizując stan wiedzy w zakresie reologii (podrozdział 2.1.) oraz reologicznej klasyfikacji płynów (podrozdział 2.2.). Wśród metod pomiarowych właściwości reologicznych płynów (podrozdział 2.3.) Autor scharakteryzował reometry kapilarne i kapilarno-rurowe oraz rotacyjne. W podrozdziale 2.4. zostały omówione podstawy metod pomiaru profilu prędkości (prędkość obiektów w przestrzeni), ze szczególnym uwzględnieniem metod dopplerowskich (PTV - *Particle Tracking Velocimetry*, PIV - *Particle Image Velocimetry*, LIF - *Laser Induced Fluorescence*, PDA - *Phase Doppler Anemometry*, UDV - *Ultrasound Doppler Velocimetry*). Autor scharakteryzował także zastosowanie metod dopplerowskich do analizy właściwości reologicznych płynów, pomiary reologiczne z wykorzystaniem metod łączonych (UVP-PD), czyli ultradźwiękowego profilowania prędkości z jednoczesnym pomiarem spadku ciśnienia statycznego, oraz komercyjne rozwiązania UVP. W tym przypadku Autor podkreślił, że komercyjnie dostępnych urządzeń, umożliwiających wizualizację dystrybucji prędkości płynu w przewodzie, jest niewiele, a ich komercjalizacja nastąpiła w ostatnich latach. Ten fakt dodatkowo potwierdza zasadność podjętej tematyki badań. Ostatni podrozdział (2.5.) tej części Autor poświęcił charakterystyce stosowanych w żywności wybranych związków strukturotwórczych, które stanowiły materiał badawczy w pracy doktorskiej - karboksymetylocelulozy, gumy guar oraz gumy ksantanowej.

Sposób przedstawienia przeglądu piśmiennictwa oraz jego merytoryczny charakter świadczą, że Doktorant dobrze orientuje się w problematyce szczegółowej, będącej przedmiotem rozprawy. Tak jak w przypadku pierwszej recenzji należy jednak zwrócić uwagę na małą liczbę wykorzystanych zarówno w tej części dysertacji, jak i w omówieniu wyników aktualnych pozycji literatury - jedynie około 10% pozycji bibliografii to opracowania z ostatnich pięciu lat. Oczywiście za bardzo cenne uznaję uwzględnienie przez Autora materiałów źródłowych do omówienia podstaw merytorycznych analizowanych procesów, jednak aktualny stan wiedzy w zakresie tematyki rozprawy nie został omówiony w satysfakcjonujący sposób.

W rozdziale 3. przedstawiono cel i zakres pracy. Celem głównym pracy była „analiza właściwości reologicznych wybranych płynów modelowych w warunkach *in situ* z wykorzystaniem reometru kapilarno-rurowego w skali przemysłowej, wspomaganego ultradźwiękowym pomiarem profilu prędkości”. Stwierdzam, że cel pracy koreluje z dalszą częścią rozprawy. Autor sformułował cel, uwzględniając moją uwagę, zawartą w pierwszej recenzji. Jednak wobec analizy dodatkowych badań w obecnej wersji dysertacji, a mianowicie właściwości reologicznych ketchupu, w celu pracy zamiast „płynów modelowych” powinno się znaleźć sformułowanie „płynów spożywczych” lub szczegółowo „płynów modelowych oraz ketchupu”. Autor sformułował także 6 celów szczegółowych, które polegały na: budowie stanowiska pomiarowego (i), stworzeniu oprogramowania sterującego stanowiskiem oraz do akwizycji i przetwarzania zebranych danych (ii), walidacji stanowiska za pomocą płynu modelowego oraz porównaniu z danymi literaturowymi (iii), zestawieniu profili prędkości płynu w przewodzie, uzyskanych z wykorzystaniem metody bazującej na spadku ciśnienia oraz metody ultradźwiękowej (iv), próbie modelowania właściwości reologicznych płynów

spożywczych na podstawie otrzymanych danych pomiarowych (v) oraz porównaniu krzywych płynięcia tych samych cieczy, uzyskanych w różnych warunkach przepływu (reometr kapilarno-rurowy oraz reometr rotacyjny) (vi).

W kolejnym rozdziale (4.) opisano proces projektowania i budowę stanowiska pomiarowego. Tę część rozprawy oceniam bardzo wysoko. Zawiera ona szczegółowy opis postępowania, wykaz i wyczerpującą charakterystykę zastosowanych elementów konstrukcyjnych i pomiarowych, a także obszernie uzasadnienie doboru sprzętu i konstrukcji stanowiska. Należy podkreślić, że Doktorant wykorzystał autorskie oprogramowanie sterujące i rejestrujące dane, które zostało napisane w oparciu o środowisko programistyczne LabView (National Instruments) oraz moduły dodatkowe. Pierwszy z nich umożliwił utworzenie wirtualnego serwera Modbus, pracującego w czasie rzeczywistym. Drugi moduł umożliwił akwizycję i kondycjonowanie sygnałów, pochodzących z czujników ciśnienia statycznego, a trzeci - integrację oprogramowania z warstwą sprzętową oraz wymianę danych pomiędzy oprogramowaniem sterującym instalacją a oprogramowaniem dokonującym akwizycji danych z ultradźwiękowych pomiarów przepływu. W tej części Autor również szczegółowo scharakteryzował procedurę działania oprogramowania sterująco-rejestrującego oraz sposób kalibracji reometru kapilarno-rurowego.

W rozdziale 5. przedstawiono charakterystykę materiałów badawczych (gliceryna, karboksymetyloceluloza - CMC, guma guar - GG, guma ksantanowa - XG, ketchup łagodny) oraz sposób ich przygotowania. Następnie opisano stosowane metody badawcze (pomiar: prędkości rozchodzenia się dźwięku w roztworze, gęstości, właściwości reologicznych z wykorzystaniem prototypowego reometru kapilarno-rurowego, właściwości reologicznych z wykorzystaniem reometru rotacyjnego, charakterystyki molekularnej hydrokolidów). W ostatnim podrozdziale Doktorant zaprezentował algorytm analizy danych pomiarowych, uwzględniając tym samym sugestię zawartą w mojej poprzedniej recenzji, dotyczącą zwiększenia przejrzystości opisu matematycznych procedur. Należy stwierdzić, że zastosowane techniki i metody pomiarowe wymagały dobrego merytorycznego przygotowania Autora rozprawy.

Zasadniczą część pracy stanowi rozdział 6. – Wyniki. W części wstępnej do tego rozdziału przedstawiono wprowadzenie, charakteryzujące wyniki dodatkowych badań właściwości fizycznych analizowanych płynów oraz dokonane założenia dotyczące parametrów pomiarów, a także miejsce i sposób ich prezentacji. Dotyczy ono: średniej wagowej i średniej liczbowo masy cząsteczkowej hydrokolidów, prędkości rozchodzenia się fal ultradźwiękowych, gęstości ośrodków, parametru PRF, parametrów k i n równania Ostwalda-de Waele, wartości spadku ciśnienia statycznego, krzywych płynięcia, krzywych lepkości, wykresów Blasiusa, teoretycznych profili prędkości, profili prędkości uzyskanych z wykorzystaniem metody ultradźwiękowej oraz pomiarów porównawczych z wykorzystaniem reometru rotacyjnego. W tej części Autor skomentował także, posiłkując się źródłami literaturowymi, zjawisko rezonansu hydraulicznego, które pojawiało się w pewnym zakresie

objętościowego natężenia przepływu badanych ośrodków. Obecność tego zjawiska była przyczyną nieuwzględniania niektórych punktów pomiarowych w analizie wyników.

Jako płyn wzorcowy Doktorant wybrał glicerynę, płyn newtonowski o dużej lepkości i prostej budowie cząsteczkowej. Wyniki badań potwierdziły założenia, że w instalacji uzyskiwano wiarygodne dane pomiarowe. Analizie poddano - przy zwiększającej i zmniejszającej się szybkości ścinania - krzywe płynięcia (zależności naprężenia ścinającego oraz lepkości od szybkości ścinania), wykres Blasiusa (zależność współczynnika oporów tarcia lepkiego od liczby Reynoldsa), teoretyczne profile prędkości wyliczone na podstawie współczynników k i n w równaniu Ostwalda-de Waele oraz różnice ciśnienia statycznego pomiędzy początkiem a końcem odcinka pomiarowego. Zaprezentowano również dane na temat prędkości poruszania się cząstek, uzyskane techniką ultradźwiękową, a także porównano profile teoretyczne i rzeczywiste, które w przypadku gliceryny świadczyły o dobrej zgodności danych pomiarowych (technika ultradźwiękowa) z teoretycznym profilem prędkości, wyznaczonym na podstawie modelu Ostwalda-de Waele.

W opisany powyżej sposób zaprezentowano wyniki pomiarów właściwości reologicznych modelowych roztworów karboksymetylocelulozy, gumy guar oraz gumy ksantanowej o stężeniach 0,25; 0,5; 0,75 oraz 1%, a także ketchupu jako rzeczywistego płynu spożywczego. W większości przypadków, zestawiając teoretyczne profile prędkości płynu w przewodzie z rezultatami uzyskanymi z wykorzystaniem techniki ultradźwiękowej obserwowano znaczące podobieństwo kształtu profilu oraz wartości prędkości w osi profilu. Na tej podstawie Autor przypuszcza, że wyznaczone wartości wskaźników płynięcia n były poprawne. Wyjątek stanowił roztwór gumy ksantanowej o stężeniu 1%, płyn nienewtonowski rozrzedzany ścinaniem, w przypadku którego wskazano na potencjalną możliwość wystąpienia przepływu tłokowego, obserwowanego przy małych prędkościach ścinania podczas badań prowadzonych przy zwiększającej się prędkości ścinania. Natomiast roztwory karboksymetylocelulzy o stężeniach 0,5; 0,75 i 1% charakteryzowały się dobrym dopasowaniem prędkości w osi przewodu, ale widoczne były różnice w kształcie profilu, co według Autora sugeruje inną rzeczywistą wartość wskaźnika płynięcia n . W przypadku roztworu gumy guar o stężeniu 0,25% stwierdzono występowanie zmian strukturalnych podczas przepływu i odstąpiono od dopasowania modelu, skutkiem czego nie obliczono skorygowanej szybkości ścinania, uogólnionej liczby Reynoldsa i nie wyznaczono teoretycznych profili prędkości.

Uzyskane rezultaty pomiarów z wykorzystaniem reometru kapilarno-rurowego Doktorant porównał z wynikami uzyskanymi podczas badań z użyciem klasycznego reometru rotacyjnego, urządzenia o innej konstrukcji. W przypadku wszystkich badanych ośrodków wartości naprężeń ścinających, wyznaczone przy użyciu reometru rotacyjnego, były większe, a największe różnice w zakresie całej skorygowanej szybkości ścinania wystąpiły podczas analizy ketchupu. W konsekwencji, wartości parametru k w modelu Ostwalda-de Waele, wyznaczone podczas badań prowadzonych za pomocą reometru rotacyjnego, były większe, a parametru n nieznacznie mniejsze od obliczonych na podstawie wyników otrzymanych z zastosowaniem reometru kapilarno-rurowego. Jako przyczyny

zróznicowania Autor wskazał warunki przepływu w reometrach, dużą różnicę objętości badanej próbki, a także brak występowania zjawiska rezonansu hydraulicznego w przypadku reometru rotacyjnego.

W rozdziale 7. Autor zwięźle podsumował uzyskane wyniki. Stwierdził, że możliwa jest analiza właściwości reologicznych wybranych strukturalnych płynów spożywczych w warunkach *in situ*. Jednocześnie Doktorant wymienił ograniczenia, mające wpływ na uzyskiwane rezultaty, a mianowicie: ograniczona możliwość utrzymywania stałej temperatury cieczy, wynikająca z dużej objętości próbki i bezwładności cieplnej, stosowanie czujników o małej precyzji, użycie przepływomierza elektromagnetycznego, którego błąd pomiarowy rośnie przy małych wartościach strumienia płynu, budowa zastosowanej pompy śrubowej oraz występowanie zjawiska rezonansu hydraulicznego dla pewnego zakresu parametrów pracy pompy. Część z tych ograniczeń będzie występować także podczas pomiarów w warunkach rzeczywistych na liniach produkcyjnych.

Odnosząc się do zaprezentowanej analizy wyników, podtrzymuję swoją ogólną uwagę zawartą w pierwszej recenzji, dotyczącą braku odpowiedniego potwierdzenia metodami statystycznymi zbieżności wyników rzeczywistych i teoretycznych. Według mojej opinii, współczynnik determinacji R^2 jest niewystarczającym wskaźnikiem takiej zbieżności. W celu oceny dopasowania równań modelowych do eksperymentalnych wartości można było na przykład obliczyć RMSE – średnią kwadratową błędów (*Root Mean Square Error*) czy współczynnik wariancji resztowej V_e . Generalnie zakłada się, że jeżeli wartość RMSE jest niższa niż 5%, to model bardzo dobrze opisuje zmienne, a w przypadku gdy wartość współczynnika wariancji resztowej mieści się w zakresie 0-20%, to równanie modelowe może być wykorzystywane do opisu obserwowanych zależności. Odpowiednie wartości tych statystycznych parametrów stanowiłoby jednoznaczne potwierdzenie wniosku zawartego w dysertacji.

Otrzymane wyniki badań pozwoliły Autorowi na sformułowanie pięciu ogólnych i pięciu szczegółowych wniosków (rozdział 8.), mających przede wszystkim wartość aplikacyjną, ale także zawierających elementy, wskazujące na ich znaczenie poznawcze.

W końcowej części pracy zamieszczono streszczenie w języku polskim oraz angielskim. Należy żałować, że nie znalazły się w nim informacje podsumowujące badania i wynikające ze sformułowanych wniosków.

Biorąc pod uwagę cel i zakres pracy, zaprojektowanie i budowę stanowiska badawczego, stosowane metody, sposób przedstawienia i interpretacji wyników oraz wnioski uważam, że praca pt. „Analiza właściwości reologicznych wybranych strukturalnych płynów spożywczych w warunkach *in situ*” została wykonana zgodnie z zasadami realizacji pracy naukowej i pod względem merytorycznym nie budzi zastrzeżeń.

Podsumowując stwierdzam, że zaprojektowanie i budowa stanowiska pomiarowego, wyposażonego w autorskie oprogramowanie sterujące i rejestrujące dane, oraz konsekwentnie zrealizowane eksperymenty pozwoliły na dokładną analizę i ocenę właściwości reologicznych

wybranych płynów, uzyskanych z wykorzystaniem metod ultradźwiękowych, reometru kapilarnorowego oraz reometru rotacyjnego. Praca ma charakter nowatorski, dotyczy zagadnienia istotnego, szczególnie w aspekcie możliwości oceny właściwości reologicznych płynów, uwzględniając również ich profile prędkości, bezpośrednio podczas jego transportu w przewodach. Napisana jest rzetelnie, poprawnym, fachowym językiem, chociaż można dyskutować w niektórych miejscach ze stosowanymi sformułowaniami.

W czasie czytania pracy nasunęły mi się pewne uwagi szczegółowe i pytania, które wymieniam poniżej:

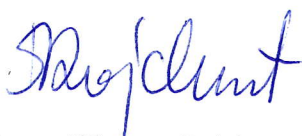
1. W ramach badań określono charakterystykę molekularną hydrokolidów. W pracy nie skomentowano tych wyników. W związku z tym nasuwa się pytanie, czy można znaleźć zależności pomiędzy wynikami wspomnianych oznaczeń a analizowanymi właściwościami reologicznymi roztworów?
2. Proszę Autora o uzasadnienie doboru wielkości stężeń hydrokolidów (nie znalazło się w dysertacji). Można uznać, że w przypadku funkcji strukturotwórczych karboksymetylocelulozy oraz gumy guar analizowano stężenia w zakresie najczęściej stosowanym w przemyśle spożywczym. Jednak gumę ksantanową stosuje się najczęściej na poziomie 0,025-0,3%.

Podsumowanie

Recenzowana praca Mgr inż. Kacpra Kaczmarczyka pt. „Analiza właściwości reologicznych wybranych strukturalnych płynów spożywczych w warunkach *in situ*” stanowi samodzielne rozwiązanie problemu badawczego. Dzięki zaprojektowaniu i wykonaniu stanowiska, odpowiednio zaplanowanym badaniom i wykonanym analizom cel pracy został zrealizowany. Zarówno rezultaty doświadczeń, jak i wynikające z nich wnioski są wartościowe, zasługują na upowszechnienie i mają duże znaczenie praktyczne. W świetle ocenianej dysertacji, Mgr inż. Kacper Kaczmarczyk wykazał się umiejętnością podjęcia zadania badawczego wychodzącego naprzeciw aktualnym zapotrzebowaniom, przeprowadzenia eksperymentów, dokonania analizy otrzymanych danych liczbowych, przeprowadzenia dyskusji naukowej i merytorycznie poprawnego wnioskowania.

Zgłoszone do pracy uwagi mają charakter dyskusyjny, służą uporządkowaniu pewnych zagadnień i zasygnalizowaniu aspektów wartych rozważenia. Jednocześnie, w recenzowanej wersji dysertacji Autor uwzględnił większość moich uwag, zawartych w poprzedniej recenzji.

Stwierdzam, że treść rozprawy kwalifikuje Kandydata do ubiegania się o stopień doktora w dyscyplinie technologia żywności i żywienia i przedkładam Wysokiej Radzie wniosek o jej przyjęcie i dopuszczenie Autora do publicznej obrony.



Dorota Witrowa-Rajchert