

dr hab. inż. Piotr Owczarz, prof. uczelni

Wydział Inżynierii Procesowej i Ochrony Środowiska
Politechnika Łódzka

RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Kacpra Kaczmarczyka pt. „Analiza właściwości reologicznych wybranych strukturalnych płynów spożywczych w warunkach *in situ*”

Promotor pracy: dr hab. inż. Paweł Ptaszek, prof. uczelni

Uniwersytet Rolniczy im. Hugona Kołłątaja w Krakowie Wydział Technologii Żywności

Podstawą prawną sporządzenia niniejszej recenzji jest pismo dr hab. inż. Marcina Łukasiewicza, prof. UKR, Przewodniczącego Rady Dyscypliny Technologia Żywności i Żywienia Uniwersytetu Rolniczego im. Hugona Kołłątaja w Krakowie z dnia 31.07.2024 roku. Do pisma dołączona została druga, poprawiona wersja pracy doktorskiej mgr inż. Kacpra Kaczmarczyka o wyżej wymienionym tytule. Negatywna recenzja poprzedniej wersji pracy Doktoranta została wysłana przeze mnie w dniu 24 lipca 2023 roku.

1. Wybór tematyki badawczej

Wybór tematyki badawczej realizowanej w pracy Pana mgr. inż. Kacpra Kaczmarczyka uważam za w pełni uzasadniony i podtrzymuję opinię zawartą w pierwszej recenzji. Moim zdaniem tematyka pracy jest bardzo interesująca i bardzo dobrze wpisuje się w zagadnienia kontroli i sterowania procesami przemysłowymi w celu maksymalnego wykorzystania surowców przy minimalizacji nakładów energetycznych. Jednym z ważniejszych parametrów procesowych podczas przetwarzania surowców i otrzymywania produktów płynnych są ich właściwości reologicznych. Wpływają one na zachowania hydrodynamiczne przepływających cieczy charakteryzujących się często dużą lepkością oraz nienewtonowskimi właściwościami. Znajomość charakterystyki reologicznej oraz zmian tych właściwości w trakcie procesu może być czułym wskaźnikiem stanu procesu a jednocześnie kluczowe ze względu na efektywność, energochłonność i wydajność procesu technologicznego. Obecnie obserwuje się duże zainteresowanie badaniami reologicznymi zarówno na poziomie naukowym jak i na poziomie ich zastosowań w warunkach przemysłowych.

2. Przedmiot i zakres pracy

Rozwój przemysłu i nowoczesnych technologii stosowanych w procesach przetwórczych wpływa na maksymalne wykorzystanie surowców przy minimalizacji nakładów energetycznych. Takie postawienie problemu wiąże się z kilkoma problemami m.in.: konieczna jest dokładna wiedza o właściwościach fizykochemicznych surowców, półproduktów oraz produktów, konieczne w przypadku kontroli procesu i jego automatyzacji monitorowanie przemian zachodzących w surowcach i produktach podczas procesu produkcyjnego oraz opracowanie procedur, dobór czujników i układów pomiarowych niezbędnych do optymalnego sterowania procesami przetwórczymi.

Coraz większa liczba producentów inwestuje w zaplecze do badań reologicznych, zarówno na poziomie kontroli jakości, rozwoju i innowacji oraz na poziomie samego procesu wytwórczego i wykorzystania takich pomiarów w układach sterowania procesami. Powszechnie stosowane są metody monitorowania właściwości reologicznych cieczy z wykorzystaniem przyrządów i układów zainstalowanych w linii produkcyjnej (*on-line*) lub wykorzystuje się parametry procesowe (*in-line*) np.: moc mieszania, spadek ciśnienia w instalacji, bezpośrednio w warunkach procesu technologicznego. Najprostszą i najczęściej wykorzystywaną jest metoda związana z pomiarem spadku ciśnienia podczas przepływu przez prostoliniowy odcinek rurociągu – reometrię rurową, która umożliwia kontrolę lepkości płynu bezpośrednio w przewodzie, w którym płyn się porusza lub wyznaczeniu pełnej krzywej płynięcia jeżeli istnieje możliwość zmian objętościowego natężenia przepływu. Innym sposobem monitorowania stanu płynu może być metoda pomiaru rozkładu prędkości przepływu w przekroju poprzecznym rurociągu z wykorzystaniem zjawiska Dopplera. Pomiary takie mogą być realizowane w warunkach *in-line*, czyli bezpośrednio podczas procesu technologicznego, w miejscu w którym jest on przeprowadzany. Znajomość właściwości reologicznych lub ich zmian, uzyskana bezpośrednio w linii technologicznej, może stanowić fundament do optymalizacji sterowania procesem oraz przyspieszy proces podejmowania decyzji bez opóźnień, wywołanych pobraniem próbki i przeanalizowaniem jej w laboratorium na zewnętrznym przyrządzie pomiarowym (metoda *off-line*).

Głównym celem przedłożonej do recenzji pracy było przeprowadzenie badań właściwości reologicznych wybranych spożywczych płynów modelowych w warunkach *in situ* z wykorzystaniem prototypowego reometru kapilarno-rurowego w skali przemysłowej, wspomaganego ultradźwiękowym układem pomiaru profilu prędkości.

3. Struktura i treść doktorskiej

Przedłożona do ponownej oceny rozprawa doktorska została ujęta redakcyjnie w osiem rozdziałów różniących się objętością. Praca liczy wraz z dodatkami 158 stron z czego właściwa rozprawa liczy 139 strony wraz ze streszczeniami w językach polskim i angielskim, a reszta stanowi spis rysunków, tabel i cytowanych pozycji literaturowych.

We wstępie Doktorant scharakteryzował ogólnie problem badawczy czyli zagadnienie istoty zastosowania pomiarów reologicznych w procesach przemysłu spożywczego. Następnie w rozdziale drugim, zajmującym czterdzieści trzy strony, przedstawił podstawowe definicje obejmujące zagadnienia reologii, właściwości reologicznych płynów, metod pomiarów reometrycznych oraz zaprezentował metody pomiarów lokalnych wartości prędkości

przepływu, wyznaczenia profilu prędkości za pomocą metod wykorzystujących zjawisko Dopplera. Rozdział drugi zakończono charakterystyką wybranych substancji strukturotwórczych oraz omówiono ich zastosowanie w przemyśle spożywczym. Doktorant scharakteryzował powszechnie stosowane w przemyśle media, które stanowiły płyny modelowe wykorzystywane podczas badań eksperymentalnych: karboksymetylocelulozy, gumy guar i gumy ksantanowej. Ponieważ przedmiotem pracy jest analiza właściwości reologicznych Autor w rozdziale 2.3 przedstawił najczęściej stosowane, podstawowe metody wyznaczania tych właściwości oraz krótko opisał niepożądane zjawiska występujące podczas pomiarów z wykorzystaniem reometrów kapilarnych i ich wpływ na poprawność pomiarów: poślizg przy ścianie kapilary/rury, wpływ temperatury oraz wpływ odcinka wlotowego i wylotowego na poprawność wyników. W rozdziale tym Doktorant zaprezentował podstawowe wyprowadzenie równania opisującego profil prędkości jaki występuje w przewodzie o przekroju kołowym płynu, którego właściwości reologiczne można opisać modelem potęgowym. Równanie 2.34 wyprowadzono wychodząc od równania Hagen-Poiseuille'a, opisującego zależność pomiędzy objętościowym natężeniem przepływu Q , a spadkiem ciśnienia dla przepływu laminarnego, płynu newtonowskiego oraz uwzględniając poprawkę Rabinowitscha-Mooneya. Równanie to wyprowadzono przyjmując następujące założenia: przepływ jest ustalony w czasie, izotermiczny i laminarny, płyn nie wykazuje anomalii czasowych (jest reologicznie stabilny) oraz nie występuje poślizg na ścianie przewodu. Jednocześnie praca została uzupełniona o wyprowadzenie równania pozwalającego obliczyć uogólnioną liczbę Reynoldsa (2.29) istotną w przypadku opisu zjawisk dotyczących płynów nienewtonowskich reologicznie stabilnych. W rozdziale trzecim Doktorant sprecyzował dokładnie główny cel pracy oraz zaprezentował szereg celów szczegółowych wyznaczających kolejne kroki realizacji pracy.

Po przedstawieniu celu pracy w rozdziale trzecim Autor przedstawił stanowisko pomiarowe z uwzględnieniem jego budowy mechanicznej, wyposażenia w urządzenia oraz aparaturę pomiarową, oprogramowania sterującego i rejestrującego dane pomiarowe ze szczególnym uwzględnieniem procedury działania oprogramowania sterującego – rejestrującego LabView - Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench (National Instruments). Rozdział czwarty kończy się opisaniem metody kalibracji zbudowanego reometru rurowego. Kalibracji dokonano wykorzystując jako ciecz modelową glicerynę bezwodną, której właściwości są bardzo dobrze opisane w literaturze, a jednocześnie posiadającą na tyle dużą lepkość, że do jej przetłaczania można wykorzystać pompę śrubową.

Rozdział piąty Pan Kacper Kaczmarczyk poświęcił na przedstawienie używanych materiałów badawczych (płynów modelowych) oraz opisał metody pomiarowe służące do ich charakterystyki uwzględniając m.in. rozpuszczalność stosowanych polisacharydów, pomiary prędkości rozchodzenia się dźwięku, charakterystykę molekularną polisacharydów, pomiary gęstości oraz metodę pomiarów właściwości reologicznych za pomocą reometrów: rurowego i rotacyjnego. W porównaniu do pierwszej wersji pracy Autor rozszerzył zakres prowadzonych badań dla rzeczywistego przemysłowego medium – keczupu łagodnego. Rozdział ten został także uzupełniony o punkt 5.3.6, w którym został szczegółowo opisany algorytm analizy wyników pomiarowych z uwzględnieniem rachunku błędów.

W najobszerniejszym rozdziale szóstym Doktorant przedstawił w postaci czytelnych tabel i wykresów wyniki kolejnych pomiarów dotyczących wyznaczenia właściwości fizykochemicznych gliceryny, wodnych roztworów trzech modelowych dodatków spożywczych o różnych stężeniach oraz keczupu łagodnego. Następnie zostały zaprezentowane w postaci czytelnych wykresów wyniki pomiarów spadków ciśnień, łącznie z analizą wykresów Blasiusa i sprawdzeniem poprawności założeń przepływu laminarnego oraz otrzymane na podstawie tych doświadczeń wyniki pomiarów właściwości reologicznych wykorzystywanych mediów wyznaczonych za pomocą reometru rurowego. Następnie Autor zaprezentował porównanie wyznaczonych w oparciu o uzyskane wyniki pomiarów reologicznych, profili prędkości (równanie 2.34) z profilami otrzymanymi na drodze analizy fali dźwiękowej uzyskanymi na podstawie badań dopplerowskich. W przedłożonej, drugiej wersji pracy doktorskiej zastosowano monotoniczną, czytelną mapę kolorów – wzrost jasności proporcjonalny do wzrostu rejestrowanego sygnału. Pozwala to na dokładne śledzenie zmian prędkości lokalnych i porównanie z profilami wyznaczonymi na drodze teoretycznej w oparciu o zmierzone właściwości reologiczne. Analizę wyników uzyskanych przez Pana Kacpra Kaczmarczyka ułatwia także inna forma przedstawienia wyników – zestawienie na jednej karcie (jednym rysunku) wyników uzyskanych dla różnych stężeń tego samego medium. Pozwala to na dokładną analizę wpływu stężenia na zmianę wartości uzyskanych wyników m.in. spadków ciśnień. Jednocześnie w bardzo przejrzysty sposób pozwala obserwować wpływ zmian parametrów reologicznych, zależnych od stężenia, na kształt rejestrowanego i obliczonego profilu prędkości.

Rozdział szósty został uzupełniony o punkty 6.5 – wyniki uzyskane dla keczupu łagodnego oraz 6.6 – porównanie wyników pomiarów reologicznych uzyskanych za pomocą reometru kapilarno-rurowego z wartościami otrzymanymi z pomiarów wykonanych za pomocą komercyjnego reometru rotacyjnego. Szczególnie wprowadzenie oddzielnego rozdziału 6.6 jest istotne z punktu zdefiniowanego celu pracy: „analizy/wyznaczenia właściwości reologicznych wybranych spożywczych płynów modelowych w warunkach *in-situ* z wykorzystaniem prototypowego reometru kapilarno-rurowego wspomaganego układem pomiaru profilu prędkości”. Porównanie otrzymanych tą metodą wyników z wartościami uzyskanymi za pomocą komercyjnego, laboratoryjnego przyrządu pozwala na sformułowanie wniosków o poprawności zastosowanej własnej metody pomiarów i metodyki ich analizy.

Kolejne, końcowe dwa rozdziały poświęcone zostały podsumowaniu uzyskanych wyników połączonych (Rozdział 7) z ich dyskusją oraz wnioskami ogólnymi i szczególnymi wynikającymi z przeprowadzonych badań i ich analizy (Rozdział 8).

Całość pracy uzupełniona jest spisem rysunków, tabel oraz cytowanych pozycji literaturowych.

4. Ocena merytoryczna i formalna pracy

W pracy poruszony został bardzo interesujący i szeroko badany obecnie temat wykorzystania pomiarów reometrycznych do kontroli i sterowania procesów przemysłowych. Uważam, że przedmiot badań przedstawiony w rozprawie jest bardzo interesujący oraz w pełni spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim. Szczególnie interesujące jest wykorzystanie zjawiska Dopplera do wyznaczania profilu prędkości przepływającego medium

ciekłego w przewodach, a odpowiednia analiza zjawiska pod względem fizycznym i jego opisem matematycznym mogłaby stworzyć podstawy wyznaczania właściwości reologicznych bez ingerencji w sam przepływ np. poprzez montowanie przepływomierzy i mierników ciśnienia.

W aktualnej, poprawionej wersji pracy znajdują się 53 rysunki i 9 tabel. Cytowane piśmiennictwo zawiera 115 odpowiednio dobranych pozycji literaturowych. Szata graficzna pracy jest wykonana starannie i estetycznie. Przedłożona dysertacja została w znaczący sposób skorygowana pod względem stylistycznym i edytorskim. Prawie cały tekst pracy został przeredagowany, a większość błędów poprawiona lub usunięta. Jednak pomimo tego, Doktorant nie ustrzegł się błędów interpunkcyjnych i stylistycznych, które nadal występują w pracy. Wprowadzenie spisu oznaczeń znacznie poprawiło śledzenie równań, ale i tu nie wszystkie zastosowane oznaczenia są ujęte, a przy niektórych brak jest jednostek np. współczynnik konsystencji k . Niestety w dalszym ciągu w pracy nie udało mi się znaleźć jasno sformułowanej tezy badawczej.

W przedłożonej do oceny drugiej wersji pracy dodano spis oznaczeń, uzupełniono przegląd literatury dodając szereg pozycji z uwzględnieniem najnowszych publikacji oraz dokonano istotnych zmian w układzie Rozdziału 6 zarówno pod względem układu jak i sposobu prezentacji wyników. Na uwagę zasługuje zupełnie inny układ prezentowanych wyników pozwalający w łatwy sposób porównać wpływ stężenia substancji strukturotwórczej na właściwości reologiczne a co za tym idzie na profil prędkości. Najważniejsze zmiany poprawiające zarówno poprawność naukową prezentowanych wyników jak i ich przejrzystość ułatwiającą analizę uważam:

- uzupełnienie części teoretycznej o równania uwzględniające nienewtonowskich charakter badanych mediów – poprawkę Metznera Reeda oraz wykorzystanie równania na uogólnioną liczbę Reynoldsa, uwzględnienie skorygowanych wartości szybkości ścinania;
- zmianę sposobu prezentacji profili prędkości, zmianę mapy kolorów oraz zestawienie na jednym rysunku profili prędkości uzyskanych dla różnych stężeń tego samego medium otrzymanych na drodze pomiarów dopplerowskich i porównanie ich z uzyskanymi na drodze obliczeń teoretycznych – pozwala to na dokładną analizę wpływu właściwości reologicznych na rozkład prędkości przepływającego płynu;
- poprawienie opisów w sekcji materiały i metodyka dodając bardzo istotny punkt, w którym opisano metodykę analizy otrzymanych wyników doświadczalnych;
- wprowadzenie Rozdziału 6.6, w którym zestawiono wyniki pomiarów właściwości reologicznych uzyskanych z własnego reometru z wynikami uzyskanymi za pomocą komercyjnego, laboratoryjnego reometru rotacyjnego;
- zmianę treści Rozdziału 3 Cel i zakres pracy.

Za szczególne i kluczowe osiągnięcie pracy uważam zaprojektowanie i zbudowanie stanowiska doświadczalnego oraz opracowanie metodyki wyznaczania profilu prędkości na drodze analizy rozpraszania dopplerowskiego dla medium ciekłego przepływającego ruchem laminarnym w przewodzie o przekroju kołowym. Jednocześnie należy podkreślić, że Doktorant w Rozdziałach: 7. Podsumowanie wyników oraz 8. Wnioski dokonał starannej analizy

otrzymanych wyników, porównał je z wynikami prezentowanymi w cytowanych pozycjach literaturowych oraz wskazał przyczyny powstania rozbieżności i metody ich skorygowania.

W trakcie czytania pracy nasunęło mi się kilka uwag o charakterze polemicznym i prosiłbym Pana mgr inż. Kacpra Kaczmarczyka o wyjaśnienie następujących zagadnień:

1. Jak Doktorant rozumie pojęcia lepkość chwilowa i lepkość pozorna? Czy są to tożsame wielkości jak wynika z kontekstu pracy – stosowania tych pojęć zamiennie. Jak definiowana jest lepkość pozorna: czy jako nachylenie stycznej do krzywej płynięcia dla danej wartości szybkości ścinania czy jako iloraz odpowiadających sobie aktualnych wartości naprężenia stycznego i szybkości ścinania?
2. Jak Doktorant tłumaczy różnice pomiędzy przebiegiem krzywych płynięcia otrzymanych z pomiarów za pomocą reometru kapilarno-rurowego i rotacyjnego? Na wszystkich prezentowanych w Rozdziale 6.6 wykresach wartości otrzymane za pomocą reometru rotacyjnego są wyższe, a różnice te wzrastają wraz ze wzrostem stężenia środków strukturotwórczych w badanych mediach – spadkiem wartości wskaźnika charakterystycznego płynięcia n . Czy tylko niedoskonałość czujników ma wpływ na takie różnice?
3. Jak Doktorant rozumie pojęcie rezonans hydrauliczny? Czy jest to zmiana ciśnienia wywołana zmianą prędkości – udar hydrauliczny?
4. Z czego wynikają różnice w wartościach prędkości zmierzonych przy wzroście natężenia przepływu (wzroście szybkości ścinania) i przy spadku tych wielkości. Czy ma to związek ze zjawiskiem tiksotropii? Jak długi był czas stabilizacji przepływu podczas pomiarów prowadzonych w omawianych przypadkach?

Podsumowując stwierdzam, że przedstawiona przez Pana mgr inż. Kacpra Kaczmarczyka rozprawa doktorska pt.: „Analiza właściwości reologicznych wybranych strukturalnych płynów spożywczych w warunkach *in situ*” spełnia wymogi stawiane rozprawom doktorskim określone w ustawie z dnia 20 lipca 2018 roku Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce. W związku z powyższym wnioskuję do Rady Dyscypliny Technologia Żywności i Żywienia Uniwersytetu Rolniczego im. Hugona Kołłątaja w Krakowie o przyjęcie pracy oraz dopuszczenie Pana mgr inż. Kacpra Kaczmarczyka do dalszych etapów postępowania prowadzącego do uzyskania stopnia doktora.



.....
Piotr Owczarz