

Warszawa, 20.07.2023 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

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 161 stron maszynopisu. Całość podzielona jest na osiem numerowanych rozdziałów: Wstęp, Przegląd literatury, Cel i zakres pracy, Budowa stanowiska pomiarowego, Materiały i metody, Wyniki, Podsumowanie wyników, Wnioski oraz cztery nienumerowane: Streszczenie – Abstract, Spis rysunków, Spis tabel, Bibliografia. W tekście pracy zamieszczono 6 tabel oraz 70 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 81 pozycji, w tym 7 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 metody 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*). 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. Jednak, pewnym niedociągnięciem tej części rozprawy jest brak w wielu miejscach źródeł literatury. Przykładowo od strony 7. do 21. nie powołano się na żadną pozycję. Oczywiście fragment ten zawiera informacje z zakresu podstawowej wiedzy (m.in. reologiczna klasyfikacja płynów, w tym modelowanie właściwości płynów nienewtonowskich, reologia żywności, pomiary właściwości reologicznych płynów), ale tytuł rozdziału „Przegląd literatury” i ogólnie przyjęte zasady zobowiązują do wskazywania źródeł, z których się korzysta. Podobna sytuacja (braku pozycji piśmiennictwa) jest na stronach 23-36, a także w przypadku opisu pochodzenia i otrzymywania oraz właściwości i zastosowania karboksymetylocelulozy. Należy również żałować, że Autor nie wykorzystał, zarówno w tej części dysertacji, jak i w omówieniu wyników, większej liczby aktualnych pozycji literatury - jedynie około 9% bibliografii to opracowania z ostatnich pięciu lat.

W rozdziale 3. przedstawiono cel i zakres pracy. Celem głównym pracy było „przeprowadzenie badań 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, ale mam zastrzeżenie do jego sformułowania. W mojej opinii nie samo „przeprowadzenie badań” powinno być celem, ale na przykład wykazanie możliwości analizy właściwości reologicznych na podstawie przeprowadzonych badań ... itd. Autor sformułował także cele szczegółowe, które polegały na budowie stanowiska pomiarowego, stworzeniu oprogramowania sterującego stanowiskiem oraz do akwizycji i przetwarzania danych dopplerowskich, walidacji stanowiska przy wykorzystaniu reologii rotacyjnej oraz próbie modelowania właściwości reologicznych płynów.

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 obszerne 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 opis materiałów (gliceryna, karboksymetyloceluloza - CMC, guma guar - GG, guma ksantanowa - XG) oraz stosowanych metod badawczych (pomiar: prędkości rozchodzenia się dźwięku w roztworze, gęstości, właściwości reologicznych z wykorzystaniem prototypowego reometru kapilarno-rurowego, właściwości reologicznych z wykorzystaniem reometru rotacyjnego, charakterystyki molekularnej hydrokoloidów). Należy stwierdzić, że zastosowane techniki i metody pomiarowe wymagały dobrego merytorycznego przygotowania Doktoranta. Jednak, w mojej opinii byłoby wskazane zamieszczenie w tym rozdziale części obliczeniowej, prezentującej stosowane w opracowaniu wyników równania matematyczne. Co prawda, w rozdziale „Przegląd literatury” Autor je omawia, ale wśród wielu innych. Rozprawa byłaby bardziej przejrzysta, gdyby zostały one powtórzone również w części metodycznej. Do sposobu opisu metodyki badań mam dodatkowo szczegółowe uwagi, które przedstawiam w dalszej części recenzji.

Zasadniczą część pracy stanowi rozdział 6. – Wyniki. Wyniki zaprezentowano na 43 rysunkach (zamieszczonych na 43 stronach!) i w 6 tabelach, które zajęły łącznie 70% tego rozdziału. W etapie początkowym przeprowadzono badania prędkości rozchodzenia się fal ultradźwiękowych (PRF), gęstości badanych ośrodków oraz wyznaczono wartości PRF w zależności od strumienia przepływu płynu (szybkości ścinania). Następnie zrealizowano badania gliceryny jako płynu newtonowskiego, których wyniki 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 Błasiusa (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, guma guar oraz gumy ksantanowej o stężeniach 0,25; 0,5; 0,75 oraz 1%. W większości przypadków stwierdzono odchylenia wartości teoretycznych od zmierzonych techniką ultradźwiękową prędkości, uzależnione od rodzaju roztworu i jego stężenia,

a prędkości rzeczywiste przyjmowały najczęściej wyższe wartości, gdy pomiary prowadzono przy wzrastającym strumieniu płynu.

W rozdziale 7., na 2,5 stronach maszynopisu, Autor podsumował uzyskane wyniki. Stwierdził, że możliwa jest analiza właściwości reologicznych wybranych modelowych roztworów w warunkach *in situ*. Na potwierdzenie przedstawiono wykres, stanowiący porównanie wyników pomiarów lepkości reometrem kapilarno-rurowym oraz klasycznym reometrem rotacyjnym. Jednocześnie Doktorant wymienił ograniczenia, mające wpływ na uzyskiwane rezultaty, a mianowicie ograniczona możliwość utrzymywania stałej temperatury, stosowanie czujników o małej precyzji, budowa zastosowanej pompy oraz występowanie zjawiska rezonansu dla pewnego zakresu parametrów pracy pompy. Część z tych ograniczeń będzie występować także podczas pomiarów w warunkach rzeczywistych na liniach produkcyjnych. Autor podkreślił także znaczenie objętości próbki podczas pomiarów właściwości reologicznych.

Odnosząc się do zaprezentowanej analizy wyników, mam ogólną uwagę, dotyczącą braku potwierdzenia metodami statystycznymi zbieżności wyników rzeczywistych i teoretycznych. Według mojej opinii, 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 (uwaga dotyczy danych przedstawionych na rysunkach 6.6., 6.9., 6.12., 6.15. a, b, ... itd.). 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 wnioskowania zawartego w dysertacji.

Otrzymane wyniki badań pozwoliły Autorowi na sformułowanie siedmiu 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 roztworów, uzyskanych z wykorzystaniem metod ultradźwiękowych, reometru kapilarno-

rurowego 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. Metodyka badań - nie podano liczby powtórzeń wykonywanych doświadczeń zarówno „technologicznych”, jak i analitycznych (prędkość rozchodzenia się dźwięku, gęstość roztworów, charakterystyka molekularna hydrokoloidów).
2. Wyniki
 - Autor omawia rysunki (począwszy od 6.2., 6.9, 6.12., 6.15. itd.), powołując się na oznaczenia literowe od a) do d). Tymczasem brak jest tych oznaczeń na przedstawionych rysunkach;
 - podobnie jak w przypadku przeglądu literatury, również w tej części znalazły się fragmenty, których treść bazuje na źródłach naukowych, które nie zostały wymienione (przykładowo str. 81, 100 i inne).
3. Na wspomnianych w punkcie 2. rysunkach zaprezentowano także wykresy Blasiusa $\lambda = f(Re)$. Dlaczego zdecydowano się na taki sposób potwierdzenia laminarnego charakteru przepływu? Czy nie wystarczyłaby wartość liczby Reynoldsa?
4. W ramach badań określono charakterystykę molekularną hydrokoloidów. Poza stwierdzeniem w części metodycznej, że wyniki tej charakterystyki przedstawiono w tabeli 6.1., 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?
5. Proszę Autora o uzasadnienie doboru wielkości stężeń hydrokoloidów (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%.
6. Założono, że instalacja miała odzwierciedlać warunki rzeczywiste przepływu w liniach technologicznych. W większości takie przepływy mają charakter burzliwy, a nie laminarny, jak przyjęto w badaniach. W związku z tym w jaki sposób może Autor uzasadnić prawidłowość swojego wnioskowania (np. wniosek szczegółowy nr 1)?
7. W pracy można znaleźć sformułowania, z którymi można by dyskutować lub są uchybieniami językowymi, przykładowo:
 - „kolor” - lepiej „barwa”;
 - „odchyłka” - wskazane byłoby określenie „odchylenie” lub „różnicowanie”;
 - „piekarnictwo” zamiast „piekarstwo”;
 - warunek spełniony „z dużym zapasem” (str. 52);
 - nie zawsze poprawne użycie przysłówka „gdzie”, a także błędy interpunkcyjne i błędy korekty.

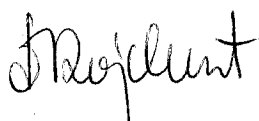
Podsumowanie

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.

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