



Politechnika Łódzka

Wydział Inżynierii Procesowej i Ochrony Środowiska

Profesor dr habil. Ireneusz Zbiciński

Łódź, 21-12-2015

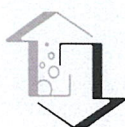
RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Jana Cenkierra pt. "Wybrane właściwości suszonych emulsji stabilizowanych skrobią typu OSA w aspekcie mikroenkapsułkowania oleju lnianego"

Proces mikroenkapsulacji jest stosowany w przemyśle od około 1950 r. początkowo głównie w przemyśle spożywczym a później również w przemysłach: farmaceutycznym, kosmetycznym, biotechnologicznym, agrochemicznym. Kapsułkowanie stosowane jest w celu ochrony wybranych właściwości substancji enkapsulowanej podczas przechowywania, transportu a do także kontrolowanego uwalniania zamkniętej substancji aktywnej. Wśród najważniejszych zalet mikroenkapsulacji wyróżnić należy: ochronę substancji enkapsulowanej przed wpływem otoczenia (temperaturą, promieniowaniem UV, oddziaływaniem innych materiałów); zmniejszenie odparowania; uzyskanie produktu o nowej postaci, np. przejście cieczy do postaci sypkich proszków; maskowanie niepożądanych właściwości aktywnych komponentów np. smaku lub zapachu czy maskowanie aktywności katalitycznej.

W przemyśle spożywczym zalety mikroenkapsulacji przyczyniły się do opracowania licznych nowych technologii. Mikroenkapsulacja umożliwia przedłużenie przydatności produktu do spożycia, uzyskanie nowych kompozycji smakowych i zapachowych oraz polepszenie wartości odżywczej produktów spożywczych. Technika suszenia rozpryskowego jest produkowana duża gama enkapsulowanych dodatków do żywności, np. przyprawy, tłuszcze i olejki eteryczne, witaminy i minerały, bioaktywatory (bakterie probiotyczne, enzymy) oraz żywe mikroorganizmy (bakterie zakwaszające, drożdże).

Wybór materiału nośnikowego dla mikroenkapsulacji w procesie suszenia rozpryskowego jest kluczowy z punktu widzenia efektywności mikroenkapsulacji oraz stabilności uzyskanego produktu. Kryteria wyboru nośnika oparte są głównie na jego własnościach fizykochemicznych (takich jak: rozpuszczalność, masa cząsteczkowa, temperatura



szklenia/topnienie, krystalizacja, zdolności tworzenia cienkiej nieprzepuszczalnej powłoki - film forming oraz zdolność tworzenia emulsji).

Jak dotąd, niemal wszystkie technologie mikroenkapsulacji w przemyśle spożywczym oparte są na roztworach wodnych. Z tego powodu wymaganą cechą materiału nośnikowego jest odpowiednia rozpuszczalność w wodzie oraz dobre zdolności emulsyfikacji i zdolności do „film forming”.

Mimo obszernej literatury tematu, w dalszym ciągu brak jest zależności pomiędzy składem emulsji i parametrami suszenia, a właściwościami i strukturą cząstek otrzymanego proszku.

Tak więc, podjęcie badań mikroenkapsulacji w celu uzyskania stabilnych, rozpuszczalnych preparatów tłuszczowych technikami suszenia jest uzasadnione i aktualne.

Praca doktorska mgr inż. Jana Cenkiery jest rozprawą z zakresu inżynierii chemicznej i technologii żywności i dotyczy analizy mechanizmu procesu mikroenkapsulacji oleju lnianego z emulsji stabilizowanych skrobią typu OSA uzyskiwanych w procesie suszenia rozpryskowego i liofilizacyjnego. Praca jest obszerna, liczy ponad 170 stron i ma charakter eksperymentalny.

Opis aktualnego stanu literaturowego zamieszczony w części teoretycznej jest ciekawy i przejrzysty, część ta zawiera elementy analizy zjawisk związanych właściwościami, trwałością i utrwalaniem materiałów biologicznych metodą mikroenkapsulacji a parametrami procesu suszenia. W tej części nie zamieszczono jednak choćby schematu suszarki rozpryskowej czy liofilizacyjnej, który poprawiłby przejrzystość opisu obu procesów. Także stwierdzenie, główną zaletą przeciuprądowego suszenia rozpryskowego jest niższe zużycie energii (w porównaniu z układem współprądowym) jest ryzykowne, raczej głosowałbym za możliwością suszenia i jednoczesnej aglomeracji produktu.

Część teoretyczna zawiera szczegółowy opis skrobi i jej pochodnych jako materiału nośnikowego stosowanego w procesie mikroenkapsułkowania, trehalozy jako materiału poprawiającego stabilność mikrokapsułek i oleju lnianego jako produktu enkapsułowanego.

Przegląd literatury dokonany w pracy jest obszerny, zawiera przejrzysty opis zjawisk związanych z własnościami mikroenkapsułowanych produktów i świadczy o dużej wiedzy Autora z zakresu wykonywanej pracy.

W następnym etapie pracy, starannie opisano metodykę badań, techniki suszenia i zastosowane metody analityczne. Należy podkreślić, iż wszelkie przeprowadzone w pracy badania i analizy wykonano starannie i zgodnie z zasadami sztuki. W badaniach zastosowano



nowoczesne techniki i wysokiej klasy sprzęt pomiarowy.

Omówienie i dyskusja wyników zajmuje ponad 100 stron i stanowi o głównej wartości pracy. Z wielkim uznaniem chcę podkreślić, że wszystkie uzyskane przez Autora wyniki są omawiane i krytycznie analizowane w kontekście literaturowym.

W pracy dokonano starannej analizy właściwości emulsji w formie proszków: rozkłady średnic, gęstość pozorna cząstek, gęstość nasypowa złoża, porowatość złoża, sypkowość etc., łącznie z analizą wpływu czynników wpływających na te wartości.

W pracy porównano także efektywność mikroenkapsułkowania oleju w matrycy: skrobia OSA z dodatkiem trehalozy dla własnych badań z wynikami literaturowymi wykazując zbliżone wartości. Wykazano przy tym, iż efektywność mikroenkapsulacji jest wyższą w proszkach z dodatkiem trehalozy.

Porównując efektywność mikroenkapsulacji po procesach suszenia rozpryskowego i liofilizacyjnego, pokazano, że przy suszeniu sublimacyjnym efektywność mikroenkapsulacji zależy od składu surowcowego emulsji i zmienia się w granicach 60-95% zaś przy suszeniu rozpryskowym, dla ustalonych parametrów procesu suszenia jest praktycznie stała (95-99%) niezależnie od składu surowcowego emulsji.

W rozprawie analizowano także właściwości rekonstrycyjne i stabilność emulsji rekonstruowanych z proszków, właściwości sorpcyjne emulsji w formie proszku oraz stabilność oksydacyjną mikroenkapsułkowanego oleju.

Badania stabilności emulsji rekonstruowanych przeprowadzono dla składu analogicznego jak emulsji pierwotnych poddawanych suszeniu rozpryskowemu. Stwierdzono, że badane emulsje, zarówno przed, jak i po suszeniu, są układami stabilnymi niezależnie od metody suszenia, jak i udziału oleju co potwierdza, że w rekonstruowanych emulsjach nie występowało zjawisko flokulacji i koalescencji.

Ważnym elementem pracy było badanie właściwości sorpcyjnych emulsji w formie proszku. W rozprawie wykazano, iż izotermy sorpcji dla proszków uzyskanych po procesie suszenia rozpryskowego i liofilizacji są zbliżone niezależnie od zawartości oleju w proszku. Pokazano, iż wyższy udział oleju w sproszkowanych emulsjach wpływa na obniżenie poziomu zaadsorbowanej wody dla średnich i wysokich wilgotności względnej powietrza, nie ma natomiast różnic w zakresie niskiej wilgotności względnej gazu. Efekt ten wyjaśniono wpływem struktury otrzymanych cząstek i własnościami skrobiowo-trehalozowej matrycy.

Niewielkie zastrzeżenia w tej części pracy mam do formy prezentacji wyników; mało czytelne zdjęcia (np. Rys. 2.1, str. 59), wystarczyłoby je powiększyć.



Nie mam żadnych poważniejszych zastrzeżeń do przedstawionej pracy, jednakże po uważnej analizie części eksperymentalnej rozprawy chciałbym postawić kilka pytań, na które nie znalazłem odpowiedzi w recenzowanej rozprawie:

- Na jakiej podstawie dobrano parametry procesów suszenia rozpryskowego i sublimacyjnego? Badania suszenia rozpryskowego wykonano tylko dla jednej początkowej temperatury powietrza i stałych parametrów suszenia sublimacyjnego. Jak wynika z doniesień literaturowych efektywność mikroenkapsulacji przy suszeniu rozpyłowym zależy od temperatury początkowej powietrza suszącego, czasu przebywania oraz zawartości materiału enkapsulowanego w stosunku do ilości nośnika. Im wyższa temperatura początkowa powietrza suszącego tym lepsza efektywność enkapsulacji (przy tym samym czasie przebywania materiału w suszarce co ma miejsce w niniejszej pracy), gdyż wyższa temperatura powietrza suszącego zwiększa szybkość tworzenia powłoki ochronnej i zabezpiecza przed wydostaniem się oleju na powierzchnie mikrokapsulek. Czy zastosowanie więc wyższej początkowej temperatury gazu, 170-200 °C zmieniłoby wnioski dotyczące efektywności enkapsulacji?
- Wiele publikacji dotyczy problemu właściwego dobrania składu emulsji w celu otrzymywania wysokiej jakości produktu enkapsulacji o wysokiej zawartości materiału rdzenia w uzyskiwanym produkcie końcowym. W wielu pracach literaturowych zaobserwowano istnienie optymalnego stężenia materiału nośnika dla uzyskania najlepszego stopnia zatrzymania materiału rdzenia, np. Beristain i inni, 2001. Jeżeli stężenie oleju w emulsji jest zbyt wysokie to następuje wzrost ilości olejku nie zamkniętego w mikrokapsułce a straty materiału enkapsulowanego potęgowane są podczas suszenia przez wewnętrzną cyrkulację cieczy wewnątrz cząstki i ekspansję materiału rdzenia przez powstałe pęknięcia w wysuszonej powłoce matrycowej. Z kolei zbyt mała ilość materiału enkapsulowanego w relacji do nośnika także może powodować obniżenie stopnia zatrzymania spowodowane ukształtowaniem i rozmieszczeniem materiału rdzenia w materiale matrycowym. W pracy wykonano badania tylko dla dwóch stężeń oleju lnianego (zawartość w wysuszonym proszku to: 40 i 55 %). Czy jesteśmy tu w pobliżu punktu optymalnego? Czy jeszcze można zwiększać efektywność enkapsulacji w analizowanym przypadku?
- Jak określano udziały objętościowe frakcji cząstek po liofilizacji (Tabela 1, str. 43), produkt przecież jest nieregularny i nie ma formy sferycznej, co więc znaczy D_{408} -



568 mikrometrów (str. 46)? Nie można także twierdzić, że „wielkość cząstek emulsji suszonych rozpyłowo była istotnie mniejsza niż emulsji suszonych sublimacyjnie”, gdyż zależała od stopnia rozdrobnienia materiału wysuszonego sublimacyjnie; dlatego materiał rozdrabniano tylko do cząstek o średnicy ok 500 mikrometrów? Głębsze rozdrobnienie zmieniałoby niektóre z badanych parametrów materiału np. gęstość nasypową i umożliwiłoby lepsze porównanie własności materiałów wysuszonych sublimacyjnie i rozpryskowo.

- W pracy nie podano niektórych ważnych parametrów suszenia sublimacyjnego, np. grubość warstwy materiału na szalce czy szybkości zamrażania (podano wprawdzie, że była to zamrażarka szokowa Irinox HC), które często decydują o jakości produktu po procesie liofilizacji.

W pracy znalazłem drobne niezręczności językowe, np. „większe (mniejsze) niekorzystne zmiany”, str. 146 co nie zmienia faktu, iż rozprawa napisana jest świetnym, profesjonalnym językiem. Opracowanie edytorskie i forma graficzna pracy jest wzorowa.

Powyższe uwagi nie umniejszają wartości pracy. Praca imponuje zakresem przeprowadzonych badań, konsekwencją w realizacji założonych celów i dojrzałą interpretacją uzyskanych wyników.

WNIOSEK

Rozprawa doktorska mgr inż. Jana Cenkiera stanowi samodzielne rozwiązanie problemu badawczego z dziedziny inżynierii chemicznej i technologii żywności. W pracy zrealizowano założony cel; zbadano i opisano mechanizm procesu mikroenkapsulacji oleju lnianego z emulsji stabilizowanych skrobią typu OSA uzyskiwanych w procesie suszenia rozpryskowego i liofilizacyjnego. Rozprawa wnosi istotne elementy nowości zwłaszcza w obszarze analizy własności mikroenkapsulowanych produktów spożywczych i wyjaśnia wiele skomplikowanych zjawisk dotyczących struktury i własności fizycznych suchych emulsji.

Rozprawa stanowi udaną próbę wyznaczenia rzeczywistego miejsca i perspektyw stosowania mikroenkapsulacji do suszenia produktów spożywczych.

Uważam, że praca mgr inż. Jana Cenkiera odpowiada wymaganiom stawianym pracom doktorskim i przedstawiam wniosek o dopuszczenie jej do publicznej obrony.

Wm. Wsiada

