

Prof. dr hab. Stanisław Mleko

Lublin, 22 kwietnia 2016 r.

Kierownik Zakładu Technologii Mleka i Hydrokoloidów

Katedra Biotechnologii, Żywienia Człowieka i Towaroznawstwa Żywności



Wydział Nauk o Żywności i Biotechnologii

Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie

### Recenzja rozprawy doktorskiej

pt.: "Modelowanie zmian przechowalniczych sera topionego Gouda"

Autor: mgr inż. Dorota Weiss

Promotor: dr hab. inż. Jerzy Stangierski

Katedra Zarządzania Jakością Żywności, Wydział Nauk o Żywności i Żywieniu, Uniwersytet Przyrodniczy w Poznaniu

Autorka w rozprawie doktorskiej porusza zagadnienie modelowania zmian przechowalniczych sera topionego Gouda. Pod względem formalnym forma rozprawy i układ są prawidłowe i charakterystyczne dla rozpraw doktorskich pisanych w naukach przyrodniczych. Pod względem merytorycznym, w takim ujęciu, zagadnienie to nie zostało do tej pory przedstawione w literaturze. Do tej pory opublikowano wiele prac dotyczących zmian w składzie i wyróżnikach jakości serów topionych podczas ich przechowywania. Niektórzy naukowcy skupiali się na wyjaśnieniu mechanizmów zmian zachodzących w matrycy kazeinowej, w tłuszczu mlecznym czy też na interakcjach pomiędzy składnikami sera a solami używanymi jako emulgatory. Część z nich stosowała modelowanie do predykcji składu lub kwasowości sera. Najczęściej przy użyciu równania Arrheniusa. Już w 1992 roku użyto sztucznych sieci neuronowych do modelowania zawartości wody w serze. W celu wykorzystania przez Autorkę podaję dane bibliograficzne: Bos i inni. ARTIFICIAL NEURAL NETWORKS AS A TOOL FOR SOFT-MODELING IN QUANTITATIVE ANALYTICAL-CHEMISTRY - THE PREDICTION OF THE WATER-CONTENT OF CHEESE. ANALYTICA CHIMICA ACTA, 1992, 256(1), 133-144. DOI: 10.1016/0003-2670(92)85338-7. Model trójwarstwowej sieci neuronowej był później stosowany przez Jimenez-Marquez i innych w Impact of modeling parameters on the prediction of cheese

moisture using neural networks. COMPUTERS & CHEMICAL ENGINEERING, 2003, 27(5), 631-646. DOI: 10.1016/S0098-1354(02)00263-6. Paquet i inni w Modeling of pH and acidity for industrial cheese production. JOURNAL OF DAIRY SCIENCE, 2000, 83(11), 393-2409, użyli podobnego modelu do predykcji pH otrzymywanego sera. Jednakże w literaturze nie ma żadnych doniesień na temat zastosowania sztucznych sieci neuronowych do modelowania ogólnej pożądalności serów. Dobrze znane jest szacowanie ilości mikroorganizmów w produktach spożywczych przez zastosowanie modeli Baranyi'ego i Roberts'a oraz Gompertz'a, jednakże w niniejszej pracy zostało ono zastosowane po raz pierwszy do badań serów topionych.

Generalnie w literaturze nie ma prac dotyczących zastosowania różnych metod do modelowania zmian przechowalniczych w serze topionym. Praca jest o tyle istotna, że została wykonana przez Autorkę pracującą w zakładach produkujących badany ser i na potrzeby tego zakładu. Być może z tego względu nie ustrzegła się ona szeregu błędów i niedociągnięć podczas pisania dysertacji. Można stwierdzić, że przedstawiona hipoteza badawcza, otrzymane wyniki i ich analiza są zdecydowanie lepsze niż sposób w jaki one zostały przedstawione w rozprawie. Generalnie rozprawa powinna być nieco obszerniejsza, lepiej dopracowany powinien być zarówno przegląd literatury, jak i przede wszystkim metodyka. Wyniki przedstawiają bardzo ciekawe modelowanie zmian przechowalniczych sera topionego, jednakże przeskokami pomiędzy prezentacją poszczególnych metod modelowania są tak duże, że może za nimi nadążać tylko osoba, która takie modelowania wykonuje na co dzień. Dyskusja przedstawiona na około 6-ciu stronach również zawiera szereg niedomówień oraz braków w cytowaniu literatury.

Poniżej przedstawiam szczegółowe omówienie najważniejszych według mnie niedociągnięć i błędów w tekście rozprawy. Niektóre z nich mogą być dyskusyjne i dlatego oczekuję ustosunkowania się do nich Doktorantki.

### Przegląd literatury

Zawarty jest on na około 14-tu stronach tekstu, z czego tylko na czterech Autorka opisuje zmiany zachodzące podczas przechowywania sera topionego. Praca doktorska wymaga jednak głębszego wglądu w zachodzące procesy z uwzględnieniem przemian fizykochemicznych zachodzących w badanych produkcie. Więcej miejsca Autorka poświęca metodom modelowania, co jest zrozumiałe biorąc pod uwagę temat pracy.

### Cel pracy

W celu pracy Autorka pisze iż: „w literaturze brak jest szczegółowych danych odnośnie prognozowania zmian przechowalniczych sera topionego w łańcuchu dystrybucyjnym przy użyciu równania Arrheniusa”. Tymczasem praca nie dotyczy zmian przechowalniczych w łańcuchu dystrybucyjnym, gdyż to wymagałoby pobierania próbek w zakładzie produkcyjnym, podczas transportu (zwłaszcza na duże odległości) oraz w sklepie.

## Metodyka

Opis metodyki badań posiada pewne braki. Opisując materiał badawczy Autorka nie podaje liczebności prób. Nie wiadomo ile próbek było analizowanych i w jaki sposób były one pobierane. Czy za każdym razem pobierano próbkę z nowego, nieotwartego opakowania, czy też pobierano próbkę z tego samego opakowania? Ma to znaczenie, gdyż po otwarciu i kontakcie z zanieczyszczonym powietrzem w badanym serze będą zachodzić inne procesy niż bez otwarcia opakowania. Na stronie 33 zamieszczono schemat pobierania prób do analiz. Dlaczego w przypadku temperatury 8 i 20 °C pobierano próbki w początkowym okresie bardzo rzadko? Autorka następnie opisuje metodykę oznaczeń fizyko-chemicznych. W opisie badań właściwości reologicznych znalazło się kilka nieścisłości nomenklaturowych. W reologii dynamicznej moduły oznacza się jako  $G'$  i jest to moduł zachowawczy (a nie sprężystości) oraz  $G''$  jako moduł stratności (a nie strat). Autorka używa nieprawidłowych oznaczeń  $G_1$  i  $G_2$ . Podawana nazwa „tangens kąta strat” to nieprawidłowe tłumaczenie wyrażenia angielskiego „loss tangent”, czyli „kąta stratności”. Prawidłowo powinna ta wielkość nosić nazwę „tangens kąta przesunięcia fazowego”. Autorka pisze, iż „Tangens kąta strat opisuje ilość energii rozproszonej w materiale w trakcie procesu deformowania sera”. Nie jest to prawdą, gdyż tangens kąta jest wielkością bezwymiarową a ilość energii byłaby wyrażona w niutonach. Pewne niedociągnięcia widoczne są również w opisie oznaczeń wyróżników tekstury. Po pierwsze nie ma takiego wyróżnika tekstury jak lepkość. Dodatkowo w Załączniku 2 na stronie 109 Autorka podaje, iż lepkość była mierzona w newtonach, podczas gdy jednostką lepkości jest Pa•s. Przystawka do oznaczenia smarowności jest układem współosiowych stożków i wyrażenie, że jest to sonda złożona z części „męskiej” i „żeńskej” jest niepotrzebnym kolokwializmem. Bardzo lakonicznie opisana jest analiza statystyczna. Nie podano jakie testy statystyczne stosowano. Większość analiz nie uwzględnia podania odchylenia standardowego a wyniki podane na rysunkach 18-25 wymagają omówienia, gdyż przedstawione oznaczenia są trudne do interpretacji. Co oznaczają na przykład na rysunku 20 gwiazdki, kwadraty, prostokątne słupki i linie? Zwłaszcza, że na stronie 54 Autorka opisując ten bardzo skomplikowany wykres lakonicznie stwierdza, iż

„zmiany barwy sera nie zostały odnotowane przez oceniających”. Zasadniczym celem przedstawionej pracy doktorskiej jest zastosowanie różnorodnego modelowania zmian przechowalniczych sera. Celem badań nie jest dogłębne przebadanie zmian przechowalniczych sera, gdyż po pierwsze takie badania były wykonywane a po drugie Autorka nie używa metod badawczych, które pozwoliłyby na wgląd w przemiany zachodzące w składnikach sera i pomiędzy nimi. Autorka musiałaby użyć takich metod jak: elektroforeza, chromatografia wykluczania, chromatografia gazowa, mikroskopia konfokalna połączona z analizą obrazu czy mikroskopie elektronowe. Autorka analizuje próbki sera przy użyciu stosunkowo prostych metod (z wyjątkiem magnetycznego rezonansu jądrowego). Celem pracy jest zatem modelowanie zmian przechowalniczych sera topionego, co jest niewątpliwą nowością tej pracy, natomiast Autorka w ogóle nie opisuje w metodyce zastosowanych metod modelowania oraz samych modeli. Przekłada się to później na nagłe, niezrozumiałe przeskoki w prezentacji wyników badań. Na przykład na stronie 68 Autorka stwierdza, iż „na podstawie rzędowości reakcji oraz uzyskanych wartości energii aktywacji i stałej szybkości reakcji wyznaczono modele kinetyczne ...”. Autorka nie opisuje w metodyce w jaki sposób dokonała takiego modelowania. Modele te następnie są przedstawione w Tabeli 6 bez określenia co oznaczają poszczególne symbole. Przy okazji należy wspomnieć, iż w tekście brak jest równania 6 (str. 24).

#### Omówienie wyników badań

Autorka stosuje równanie Arrheniusa używając wartości wielkości odczytywanych w trzech różnych temperaturach. Trzy punkty odpowiadające trzem temperaturom przechowywania mogą wyznaczać na płaszczyźnie maksymalnie dwie przecinające się proste. Równanie Arrheniusa wyraża się w postaci krzywej wykładniczej, a więc modelowanie oparte na trzech punktach będzie obarczone dużym błędem. Równanie Arrheniusa stosuje się na przykład w badaniach reologicznych wówczas, gdy przeprowadza się tzw. przemiatanie temperaturą danych wielkości reologicznych (modułów, lepkości czy innych). Leach i inni. Rheological characterization of process cheese using tube viscometry. INTERNATIONAL JOURNAL OF FOOD PROPERTIES, 2003, 6(2), 259-267 DOI: 10.1081/JFP-120017847, przeprowadzili badania lepkości sera topionego tylko w czterech różnych temperaturach, jednakże do modelowania użyli oni zmodyfikowanego równania Arrheniusa łączącego w sobie wpływ temperatury i szybkości ścinania. W ten sposób liczba punktów pomiarowych zwiększyła się z czterech do dwudziestu.

## Dyskusja

Autorka pisze, iż „w temperaturze 8 °C odnotowano najmniejsze zmiany analizowanych wyróżników jakościowych. Potwierdza to test Tukeya...” (str. 90). Autorka nie odnosi się do konkretnych wykresów i nie wiadomo gdzie takowa analiza statystyczna jest pokazana. Tak jak wspomniałem, nie jest to również opisane w metodyce. Autorka następnie stwierdza, iż zmiany obserwowane w 30 °C charakteryzowały się największą dynamiką (str. 91). Na podstawie jakich wyznaczników można określić, że dynamika tych zmian była największa w tej temperaturze? Autorka określa dalej „przybliżony dopuszczalny okres przechowywania sera”. Na podstawie którego wykresu dokonuje takiego oszacowania? Co rozumie Autorka pisząc, że zmiany w serze zachodziły pod wpływem „hydrolizy polifosforanów”? Należało raczej skupić się na zmianach w matrycy kazeinowej opisywanych na przykład przez Kawasaki i innych w *Changes in properties and casein structure in stored processed cheese* MILCHWISSENSCHAFT-MILK SCIENCE INTERNATIONAL, 2008, 63(3), 282-286. Zasadniczo jednak dyskusja nie powinna dotyczyć poszukiwania przyczyn zmian przechowalniczych sera, gdyż nie było to celem pracy. Należałoby wówczas zastosować, tak jak wspomniałem, inne metody badawcze np. w przypadku przemiany kazeiny elektroforezę i chromatografię wykluczenia. Autorka w tym akapicie powinna zacytować również pracę Bubelova i inni. *The effect of long-term storage on the quality of sterilized processed cheese*. JOURNAL OF FOOD SCIENCE AND TECHNOLOGY-MYSORE, 2015, 52, 8, 4985-4993. DOI: 10.1007/s13197-014-1530-4. Analizując wartości energii aktywacji otrzymane przy użyciu równania Arrheniusa dla badań reologicznych Autorka powinna porównać swoje wyniki z wynikami otrzymanymi przez Tunick i inni. *Activation energy measurements in rheological analysis of cheese*. INTERNATIONAL DAIRY JOURNAL, 2010, 20(10), 680-685. DOI: 10.1016/j.idairyj.2010.03.010. Dyskutując zmiany barwy Autorka powinna przytoczyć pracę Awad i inni. *Physical and sensory properties of block processed cheese with formulated emulsifying salt mixtures*. INTERNATIONAL JOURNAL OF FOOD PROPERTIES, 2004, 7(3), 429-448. DOI: 10.1081/JFP-120040199. Autorzy ci również stwierdzili ciemnienie sera topionego podczas przechowywania.

Na stronie 92/93 Autorka tłumaczy czym jest równanie liniowe a w nim zmienna „y” i „x”. Są to trywialne rozważania i należałoby je usunąć z tekstu.

## Podsumowanie

Błędy zawarte w pracy nie zmieniają całkowitego obrazu przedstawionej do recenzji rozprawy. Opisane wyniki są ciekawe i tak jak zaznaczyłem wcześniej, w tym ujęciu nie były do tej pory prezentowane w literaturze. Po poprawieniu metodyki i dopracowaniu sposobu prezentacji wyników i dyskusji mogą one być opublikowane w impaktowanym czasopiśmie. Badania wymagały dość dużego nakładu pracy laboratoryjnej, która została wykonana solidnie. W trakcie wykonywania tej pracy Autorka zapoznała się z różnorodną metodyką badawczą. Zaprezentowana rozprawa wzbogaciła stan naszej wiedzy na temat przydatności różnych metod modelowania do określania zmian przechowalniczych w serze topionym. Otrzymane wyniki można wykorzystać w praktyce produkcyjnej. Przebadanie zagadnienie naukowe posiadając elementy nowości może być uznane za podstawę rozprawy doktorskiej. Tak więc przedstawiona do oceny rozprawa doktorska stanowiąc rozwiązanie oryginalnego problemu naukowego oraz wykazując ogólną wiedzę teoretyczną Kandydatki, jak również umiejętność prowadzenia pracy naukowej, spełnia tym samym wymagania stawiane rozprawom doktorskim określone w art. 13. p.1 ustawy o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki z dnia 14 marca 2003 roku (Dz. U. Nr 65, poz. 595). Wnoszę zatem o dopuszczenie mgr inż. Doroty Weiss do dalszych etapów publicznej obrony tez swojej pracy.

Kierownik Zakładu  
Prof. dr hab. Stanisław Mleko  
Stanisław Mleko