

Białystok, 15.03.2019

dr hab. Jolanta Piekut
Katedra Inżynierii Rolno-Spożywczej i Kształtowania Środowiska
Wydział Budownictwa i Inżynierii Środowiska
Politechnika Białostocka

RECENZJA

Pracy doktorskiej mgr Marty Krajewskiej pt.
„Kształtowanie cech jakościowych olejów roślinnych tłoczonych na zimno”

Wykonanej pod kierunkiem dr hab. inż. Beaty Ślaskiej-Grzywny
i dr hab. inż. Magdaleny Kachel jako promotora pomocniczego
w Katedrze Biologicznych Podstaw Technologii Żywności i Pasz
na Wydziale Inżynierii Produkcji Uniwersytetu Przyrodniczego w Lublinie

*Recenzja została przygotowana na podstawie pisma Dziekana Wydziału Inżynierii Produkcji
Uniwersytetu Przyrodniczego w Lublinie, prof. hab. inż. Andrzeja Marczuka,
z dnia 15 lutego 2019 roku.*

Przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska Pani mgr Marty Krajewskiej pt.
„**Kształtowanie cech jakościowych olejów roślinnych tłoczonych na zimno**” stanowi spójny
tematycznie cykl 6 publikacji, w skład którego włączono następujące pozycje:

- P1.** Krajewska M., Ślaska–Grzywna B., Andrejko D. 2015. Tłuszcz jako cenny surowiec energetyczny. *Logistyka*, 5, 227-232.
- P2.** Krajewska M., Ślaska–Grzywna B., Andrejko D. 2016. Physical Properties of Seeds of the Selected Oil Plants. *Agricultural Engineering*, 1(157), s. 69-77 (10 pkt. MNiSW).
- P3.** Krajewska M., Andrejko D., Ślaska–Grzywna B. 2015. Właściwości chemiczne ekologicznych olejów roślinnych tłoczonych na zimno. *Chemical Properties of Cold-pressed Vegetables Oils. Przemysł Chemiczny*, 94/10, 1714-1716, (15 pkt. MNiSW, IF 2015: 0,367).
- P4.** Krajewska M., Ślaska–Grzywna B., Andrejko D. 2018. Effect of Infrared Thermal Pre-treatment of Sesame Seeds (*Sesamum indicum* L.) on Oil Yield and Quality. *Italian Journal of Food Science* 30(3), 487-496, (15 pkt. MNiSW, IF 2017/2018: 0,615).
- P5.** Krajewska M., Ślaska-Grzywna B., Szmigielski M. 2017. Wpływ karnozolu oraz kwasów karnozolowego i rozmarynowego na właściwości chemiczne wybranych olejów tłoczonych na zimno. *Effect of Carnosol and Carnosis and Rosemary Acids on the Chemical Properties of Selected Cold-pressed Oils. Przemysł Chemiczny*, 96(10), s. 2060-2064, (15 pkt. MNiSW, IF 2017/2018: 0,399).

P6. Krajewska M., Ślaska-Grzywna B., Szmigielski M. 2018. Wpływ dodatku oregano na właściwości chemiczne oleju rzepakowego tłoczonego na zimno. The Effect of the Oregano Addition on the Chemical Properties of Cold-pressed Rapeseed Oil. *Przemysł Chemiczny*, 97(11), 1953-1956, (15 pkt. MNiSW, IF 2017/2018: 0,399).

Łączna punktacja osiągnięcia wynosi 70 pkt. zgodnie z MNiSW, a Impact Factor według Journal Citation Reports IF = 1,78. Jednocześnie należy zauważyć, że doktorantka we wszystkich publikacjach jest pierwszym autorem, jej udział jako współautora w każdej pracy wynosi 60%.

Przedstawiona do oceny praca jest napisana starannie, strona graficzna i edytorska nie budzą zastrzeżeń. Układ redakcyjny pracy jest klasyczny, zgodny z przyjętymi dla tego typu opracowań z podziałem na odpowiednie rozdziały. Praca obejmuje łącznie 52 strony znormalizowanego wydruku komputerowego i 59 pozycji literaturowych. Na uwagę zasługują schematy przedstawiające zakres badań (rys. 1-5), co w znacznym stopniu ułatwia prześledzenie i zrozumienie poszczególnych etapów części eksperymentalnej. Wyniki badań przedstawione są w formie opisowej, natomiast w załączonych pracach, stanowiących podstawę ocenianej rozprawy doktorskiej, można zapoznać się z ich zestawieniem tabelarycznym i graficznym.

Tytuł rozprawy znajduje odbicie w przeprowadzonych badaniach, celu i treści pracy. Jednoznacznie określa podjętą problematykę badawczą, a spójny tematycznie cykl publikacji przedstawiono w kolejności opisywanych tez pracy.

Wprowadzenie stanowi przegląd doniesień naukowych oraz zwięzłą analizę tematyki dotyczącej właściwości fizyko-chemicznych olejów roślinnych oraz metod ich pozyskiwania. Ze szczególną uwagą autorka odniosła się do tłoczenia na zimno tłuszczu pochodzenia roślinnego.

Oleje roślinne, wg Codex Alimentarius, pozyskane są na drodze mechanicznego tłoczenia, przy jednoczesnym wyeliminowaniu wysokich temperatur. Oleje tłoczone na zimno mogą być pozyskiwane z nasion (np. rzepaku, maku, lnu, rokitnika, sezamu), pestek (np. dyni, winogron, czarnej porzeczki) oraz owoców roślin oleistych (np. oliwek) jak również z orzechów (np. włoskich, laskowych, z drzewa arganowego) bądź kiełków roślinnych (np. pszenicy). Tłoczenie oleju na zimno wykonuje się poprzez wykorzystanie pras hydraulicznych bądź ślimakowych z układem chłodzącym. Proces pozyskiwania oleju za pomocą prasy ślimakowej składa się z kilku zasadniczych etapów: suszenia surowca, magazynowania surowca, czyszczenia nasion, obtuskiwania nasion, rozdrabniania, kondycjonowania, tłoczenia miazgi nasiennej, oczyszczenia oleju, rozlewania do opakowań jednostkowych oraz magazynowania gotowego produktu. Do popularyzacji olejów tłoczonych na zimno jak również metody i ich otrzymywania, przyczyniło się kilka ważnych aspektów. Technologia pozyskiwania tego typu olejów jest bardzo prosta, proekologiczna, energooszczędna oraz niewymagająca dużych nakładów inwestycyjnych. Jednym z ograniczeń jej stosowania jest niska wydajność procesu, ponieważ w wytlókach pozostaje duża ilość oleju. Trudno jest

również uzyskać produkt finalny o stałych i powtarzalnych parametrach jakościowych. W dużym stopniu jest to uwarunkowane jakością surowca, na którą składają się: czystość, jednorodność, brak uszkodzeń oraz odpowiednia dojrzałość. Wpływ mają także poszczególne etapy procesu tłoczenia i warunki przechowywania gotowego wyrobu. Oleje tłoczone na zimno zawierają w swoim składzie przede wszystkim triacyloglicerole (ok. 95%) oraz niewielką ilość diacylogliceroli, monoacylogliceroli i wolnych kwasów tłuszczowych. Pozostałą część stanowią: fosfolipidy, tokoferole, sterole, skwalen, alkohole triterpenowe, karotenoidy, chlorofile oraz inne związki odpowiedzialne za barwę, które są bardzo cennymi bioaktywnymi składnikami warunkującymi ich właściwości prozdrowotne. Szczególnie wartościowe pod względem odżywczym są jednonienasycone (JNKT) oraz wielonienasycone (WNKT) kwasy tłuszczowe, które w dużych ilościach występują w tłuszczach roślinnych, zwłaszcza tłoczonych na zimno. W skład WNKT wchodzi tzw. niezbędne nienasycone kwasy tłuszczowe (NNKT), do których zaliczane są: kwas α -linolenowy (ALA, n-3, omega-3), kwas linolowy (LA, n-6, omega-6) oraz kwas γ -linolenowy (GLA, n-6, omega-6). Kwasy te, są istotnymi składnikami żywności ponieważ nie są syntetyzowane przez organizm człowieka i muszą być dostarczane wraz z pożywieniem. Ważnym aspektem są również procesy chemiczne, którym ulegają tłuszcze roślinne, są to przede wszystkim hydroliza estrów kwasów tłuszczowych, utlenianie i polimeryzacja nienasyconych kwasów tłuszczowych. Wszystkie te przemiany katalizowane są przez podwyższoną temperaturę. Prowadzi to, do niepożądanych zmian chemicznych i organoleptycznych olejów, obniżenia ich wartości odżywczej oraz powstawania związków szkodliwych dla zdrowia konsumentów.

Jednym ze sposobów zapobiegania niekorzystnym zmianom zachodzącym w wyniku przechowywania i przetwarzania tłuszczów spożywczych, zwłaszcza olejów roślinnych, jest stosowanie przeciwutleniaczy. Nieufność konsumentów do związków syntetycznych determinuje coraz większe zainteresowanie substancjami pochodzenia naturalnego, które powszechnie są uznawane za bezpieczne. Doniesienia naukowe zaprezentowane przez Doktorantkę, jak i wszelkie dyskusje na temat toksycznego oddziaływania przeciwutleniaczy syntetycznych spowodowały pewne ograniczenia ich stosowania, mimo że są to preparaty łatwo dostępne i stosunkowo tanie. Taka sytuacja jest inspiracją dla naukowców do poszukiwania nowych preparatów na bazie naturalnych ekstraktów roślinnych jako alternatywy dla substancji syntetycznych oraz identycznych z naturalnymi. Z tego powodu należy poszukiwać nowych przeciwutleniaczy, które będą bezpieczniejsze niż obecnie stosowane. Wśród producentów żywności szczególną uwagę skupiają preparaty roślinne, które oprócz naturalnego pochodzenia, korzystnie oddziałują na organizm człowieka. Ziołowe i roślinne dodatki przeciwutleniające są znacznie lepiej akceptowane przez konsumentów w porównaniu do związków syntetycznych. Ich korzystny wpływ antyoksydacyjny jest połączony z sensorycznym wzbogaceniem żywności. Ze względu na duży potencjał przeciwutleniający oraz łatwą dostępność, szerokie zastosowanie znalazły rośliny zielarskie i przyprawowe, takie jak np. rozmaryn, oregano, tymianek, szalwia, melisa, mięta, imbir.

Biorąc powyższe pod uwagę, Doktorantka jako zasadniczy cel pracy przyjęła przeprowadzenie badań nad mechanicznym pozyskiwaniem olejów, przy użyciu prasy ślimakowej, z nasion wybranych roślin (tj.: rzepaku, lnu, konopi siewnych, maku niebieskiego, rzeżuchy ogrodowej oraz czarnuszki siewnej) oraz oznaczenie ich właściwości fizykochemicznych. Po przeprowadzeniu badań wstępnych i analizie uzyskanych wyników wykazała niską wydajność procesu tłoczenia oleju z objętych programem badawczym surowców oraz małą stabilność oksydacyjną pozyskanych olejów. Pozwoliło to jej, na sformułowanie dwóch głównych kierunków badań:

1. weryfikacji, czy wstępna krótkotrwała (od 30 do 150 s) obróbka cieplna nasion, z wykorzystaniem promieniowania podczerwonego, przyczyni się do zwiększenia wydajności procesu tłoczenia przy pozyskiwaniu z nich oleju?
2. określeniu, czy dodatek, wybranych naturalnych składników roślinnych, do pozyskanych olejów spowoduje znaczący wzrost ich stabilności oksydacyjnej oraz zmiany liczby kwasowej (LK) i nadtlenkowej (LN)?

Rozwiązanie wyznaczonych w pracy problemów badawczych Doktorantka osiągnęła poprzez realizację następujących celów szczegółowych:

- analizę podstawowych właściwości fizycznych i biologicznych nasion objętych programem badawczym;
- określenie jakości olejów uzyskanych z nasion badanych roślin, stosując metodę tłoczenia na zimno;
- określenie wpływu obróbki cieplnej promieniami podczerwonymi nasion sezamu indyjskiego (*Sesamum indicum* L.) na wydajność tłoczenia oraz jakość pozyskanego oleju;
- określenie wpływu różnych postaci rozmarynu na jakość olejów tłoczonych na zimno z nasion rzepaku ozimego, rzeżuchy ogrodowej i czarnuszki siewnej; badania parametrów fizykochemicznych powtórzono po 2, 4 i 8 tygodniach ich przechowywania w temperaturze $10 \pm 1^\circ\text{C}$;
- określenie wpływu suszonego oregano na właściwości chemiczne oleju tłoczonego na zimno z nasion rzepaku, badania parametrów fizykochemicznych powtórzono 7 i 14 dniach ich przechowywania w temperaturze $10 \pm 1^\circ\text{C}$.

Warunki badań, opisujące część eksperymentalną, zostały poprzedzone schematami przedstawiające zakres badań (rys. 1-5), co w znacznym stopniu ułatwia prześledzenie i zrozumienie poszczególnych etapów części badawczej. Materiał do badań stanowił olej wytłoczony na prasie ślimakowej z nasion rzepaku ozimego „Adriana”, sezamu indyjskiego, lnu zwyczajnego „Luna”, słonecznika łuskanego, konopi siewnych „Beniko”, maku niebieskiego „Major”, rzeżuchy ogrodowej, czarnuszki siewnej.

W materiale badawczym oznaczono: masę 1000 nasion (MTS), kąt zsypu i usypu nasion, gęstość utrzęsioną i usypową nasion oraz wytrzymałość pojedynczych nasion na ściskanie. W oparciu o otrzymane wartości kąta zsypu nasion oszacowano współczynnik tarcia zewnętrznego. W jednym z etapów części eksperymentalnej nasiona przed tłoczeniem

oleju poddano obróbce cieplnej promieniami podczerwonymi. Badania te pozwoliły na określenie parametrów jakościowych surowca mających istotny wpływ na efektywność oraz wydajność procesu tłoczenia.

Oleje tłoczono w prasie ślimakowej typu DUO firmy Farnet (Czechy) o wydajności 18-25 kg·h⁻¹, moc silnika 2,2 kW. Tłoczono różne partie nasion o masie 0,4-3 kg, przy użyciu dyszy o średnicy 10 mm. Przed rozpoczęciem procesu prasę nagrzewano do temperatury 50±1°C. Po tłoczeniu oleje odstawiono na okres 5-7 dni w celu naturalnej sedymentacji osadu, a następnie dekantowano olej z nad osadu.

Badania analityczne obejmowały:

- oznaczenie zawartości tłuszczu w nasionach roślin objętych częścią eksperymentalną przed i po procesie tłoczenia z nich oleju przy użyciu prasy ślimakowej; następnie obliczono wydajność procesu tłoczenia każdego z olejów;
- określenie liczby kwasowej (LK), tj. oznaczenie zawartości wolnych kwasów tłuszczowych;
- wyznaczenie liczby nadtlenkowej (LN). tj. oznaczenie pierwotnych produktów utlenienia kwasów tłuszczowych;
- określenie stabilności oksydacyjnej.

Badania wykonano w oleju świeżym, powtórzono po różnych okresach przechowywania, po dodaniu różnych postaci rozmarynu (suszonego, świeżego i ekstraktu) oraz po dodaniu różnych ilości (0,5%, 1%, 1,5%, 2%, 2,5% masowych) suszonego oregano.

Doktorantka poddała analizie wpływ procesu tłoczenia, prowadzonego różnymi metodami oraz warunków przechowywania na jakość wyrobu gotowego. Poszczególne etapy pozyskiwania tłuszczu jak również wyznaczniki jakościowe surowca wykazują wpływ na jego właściwości odżywcze i prozdrowotne. Parametry procesu tłoczenia olejów roślinnych na zimno determinowały właściwości fizykochemiczne produktu finalnego. We wszystkich pracach, stanowiących cykl jednotematycznych publikacji, badano przeważnie te same parametry jakościowe w różnych układach modelowych. Prace są ze sobą powiązane tematycznie i metodycznie, a wyniki jednoznacznie odpowiadają na pytania sformułowane w głównych kierunkach badań.

Uwagi do rozprawy.

1. Czas indukcji jest określany również jako indeks stabilności oksydacyjnej (oxidation stability index – OSI). Przy określaniu tego parametru mierzony jest czas, w którym następuje wzrost szybkości utleniania próbki. Poprzez wystawienie próbki na działanie podwyższonej temperatury i tlenu znajdującego się w powietrzu, następuje intensyfikacja powstawania produktów utleniania tłuszczów. Należą do nich przede wszystkim lotne kwasy tłuszczowe. Zastosowanie określenia „indeks stabilności oksydacyjnej” byłoby bardziej trafne i precyzyjne, ponieważ podkreśla ono istotę zachodzących zmian w czasie przechowywania tłuszczów, zwłaszcza roślinnych.

2. Zgodnie z normą PN-EN 728:1999 oznacza się czas indukcji utleniania (OTI – *Oxidation Induction Time*) w związku z tym powinno się używać sformułowania czas indukcji utleniania, a nie czas indukcji.
3. Powinno się używać sformułowania oksydacyjne a nie oksydatywne.
4. Zestawienie statystyczne wyników wszystkich prac dałoby interesujące podsumowanie pracy badawczej, jaką doktorantka wykonała przez ostatnich kilka lat. Pozwoliłoby to na jednoznaczne potwierdzenie postawionej tezy badawczej oraz podsumowanie pracy na podstawie wniosku statystycznego.
5. Na str. 10, pierwszy akapit: „Proces hydrolizy triacylogliceroli zachodzi podczas przechowywania oleju w warunkach zbliżonych do normalnych ...” należałoby sprecyzować jakie warunki Doktorantka uważa za „zbliżone do normalnych”.
6. Dlaczego tylko w trzecim etapie badań wykonano oznaczenie barwy produktu finalnego?
7. Doktorantka niekonsekwentnie używa nazw roślin których nasiona były przedmiotem badań. Len zwyczajny czy len włóknisty jest nazwą prawidłową?
8. Rozmaryn użyty do badań (w różnych postaciach) powinien pochodzić z tego samego źródła. Wskazane byłoby, przygotowanie suszu i ekstraktu z rozmarynu zakupionego np. w hipermarkecie.

Powyższe uwagi, w większości są dyskusyjne i nie umniejszają one wartości merytorycznej przedłożonej do oceny rozprawy doktorskiej. Problematyka, której dotyczy rozprawa doktorska Pani mgr Marty Krajewskiej jest interesująca, a przede wszystkim istotna pod względem naukowym i praktycznym. Jest również zgodna z aktualnymi kierunkami badań w zakresie przetwórstwa rolno-spożywczego, które odnoszą się do zagadnień dotyczących wykorzystania technologii proekologicznych w inżynierii rolniczej. Zaprezentowane w pracy wyniki badań mogą być podstawą do opracowania nowych rozwiązań technologicznych w pozyskiwaniu olejów roślinnych. Podstawą mogą być eksperymentalnie ustalone zależności między założeniami technologicznymi procesu, parametrami fizycznymi oraz właściwościami chemicznymi zarówno surowca jak i produktu finalnego. Tego typu kompleksowe badania są innowacyjne i wnoszą istotny wkład naukowy oraz praktyczny w obszarze wykorzystania materiałów roślinnych do pozyskiwania wysokiej jakości tłuszczów roślinnych oraz na cele energetyczne. Wykazano połączenie różnych metod badawczych do oceny nie tylko samego procesu, urządzenia czy surowca, ale potraktowano problem całościowo. Takie interdyscyplinarne i użyteczne podejście uważam za najważniejsze osiągnięcie Doktorantki. Uwzględniając jednocześnie dorobek publikacyjny mgr Marty Krajewskiej **wnioskuję o wyróżnienie rozprawy doktorskiej przedłożonej mi do recenzji.**

Pod względem merytorycznym pracę oceniam bardzo dobrze. Dysertacja napisana jest językiem poprawnym, typowym dla rozpraw o charakterze naukowym. Wspomniane wcześniej błędy językowe czy niefortunne sformułowania mają wyłącznie charakter redakcyjny i nie wpływają na wartość merytoryczną pracy.

Po zapoznaniu się z przedstawioną do oceny pracą doktorską mgr Marty Krajewskiej stwierdzam, że spełnia ona wymogi formalne stawiane tego typu opracowaniom zgodnie z

Ustawą z dnia 14.03.2003r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. z 2014r. poz. 1852 z późn. zmianami) oraz Rozporządzeniem Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego z dnia 30.10.2015r. w sprawie szczegółowego trybu przeprowadzania czynności w przewodach doktorskim i habilitacyjnym oraz w postępowaniu o nadaniu tytułu naukowego (Dz.U. z 2015r. poz. 1842).

W związku z powyższym wnoszę do Wysokiej Rady Wydziału Inżynierii Produkcji Uniwersytetu Przyrodniczego w Lublinie o dopuszczenie Pani mgr Marty Krajewskiej do dalszych etapów przewodu doktorskiego.

dr hab. Jolanta Piekut

