

Rzeszów, dn. 02.01.2023

Dr hab. Ireneusz Kapusta, prof. UR
Zakład Ogólnej Technologii Żywności i Żywienia Człowieka
Instytut Technologii Żywności i Żywienia
Kolegium Nauk Przyrodniczych
Uniwersytet Rzeszowski

RECENZJA ROZPRAWY DOKTORSKIEJ

Mgr inż. Leszka Tomasza Pawlickiego

pt. „Nowe metody badania długoczasowych przemian fazowych w wybranych olejach roślinnych” wykonanej pod kierunkiem:

Promotora: dr hab. Ryszarda Macieja Siegoczyńskiego

Promotora pomocniczego: dr inż. Cezariusza Jastrzębskiego

Podstawa prawna: Ustawa z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. 2003, Nr 65, poz. 595, z późn. zm.) w nawiązaniu do art. 179 ust. 1 Ustawy z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2018 poz. 1669, z późn. zm.).

Podstawą opinii jest pismo prof. dr hab. inż. Tomasza Wolińskiego Przewodniczącego Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Fizyczne Politechniki Warszawskiej z dnia 2 listopada 2022 r.

Informacje ogólne – uzasadnienie podjęcia tematyki badawczej

Zastosowanie ciśnienia do tłoczenia i konserwacji cieczy o dużej lepkości wymusza konieczność dokładnej kontroli procesów w nich zachodzących. Niestety, dane dotyczące wysokociśnieniowych parametrów fizykochemicznych cieczy są niekompletne i trudno dostępne w literaturze naukowej. Jest to spowodowane tym, że klasyczne metody pomiarowe takie jak: pomiary właściwości optycznych, lepkości czy kalorymetria zawodzą w

zakresie dużych ciśnień. Zastosowanie tych metod klasycznych w zakresie dużych ciśnień prowadzi do olbrzymich trudności pomiarowych. W warunkach wysokiego ciśnienia w acyloglicerolach mogą zachodzić przemiany fazowe radykalnie zmieniające wartości parametrów fizykochemicznych, dlatego też badania własności fizykochemicznych acylogliceroli pod wysokim ciśnieniem mają duże znaczenie teoretyczne i praktyczne. Coraz większe ciśnienia stosowane w ich przetwórstwie i konserwacji wymagają znajomości zmian parametrów fizykochemicznych wywołanych wysokim ciśnieniem. Przedstawione wyniki w niniejszej pracy dotyczące badania właściwości fizykochemicznych oraz zachodzących przemian fazowych są oryginalne i wnoszą nową wiedzę w zakresie badań ciśnieniowych dotyczących zmian właściwości olejów, a w dalszej perspektywie mogą mieć istotny wpływ na rozwój nowych rodzajów sensorów elektrycznych.

Ocena formalna pracy

Podstawę rozprawy doktorskiej Pana mgr inż. L. Pawlickiego pt. „Nowe metody badania długoczasowych przemian fazowych w wybranych olejach roślinnych”, stanowi cykl 6 oryginalnych prac naukowych opublikowanych w latach 2021-2022 w czasopismach o zasięgu międzynarodowym z otwartym dostępem (open access).

Publikacja 1: L. T. Pawlicki, R. M. Siegoczyński, S. Ptasznik, K. Marszałek, Compressibility Studies of Olive Oil, *Journal of Biotechnology and Biomedicine* 4, 187-195 (2021).

Publikacja 2: L. T. Pawlicki, M. K. Urbariski, D. Tefelski, R. M. Siegoczyński, Viscosity Measurement of Olive Oil under Pressure, *Food Science & Nutrition Technology* 6 issue 5 (2021).

Publikacja 3: L. T. Pawlicki, R. M. Siegoczyński, S. Ptasznik, K. Marszałek, Electric Properties of Olive Oil under Pressure, *European Food Research and Technology*, 247(8), 1933-1937 (2021).

Publikacja 4: L. T. Pawlicki, A. J. Rostocki, D. B. Tefelski, R. M. Siegoczyński and S. Ptasznik, Mechanical Properties of Sunflower Oil under Pressure, *European Food Research and Technology* 248 p. 283-287, (2022).

Publikacja 5: L. T. Pawlicki. A. J. Rostocki, D. B. Tefelski, R. M. Siegoczyński and S. Ptasznik, Electric Properties of Sunflower Oil under Pressure, International Journal of Scientific Engineering and Applied Science v. 8, issue 4, 214-227 (2022).

Publikacja 6: L. T. Pawlicki. Pressure-induced Long-time Phase Transitions in Selected Chosen Vegetable Oils, Materials Science. Non-Equilibrium Phase Transformations." Vol. 8, Issue 1 (2022).

W dorobku publikacyjnym związanym z tematem pracy doktorskiej, dwie spośród wykazanych prac znajduje się w czasopismach z listy JCR. Całkowita punktacja publikacji wchodzących w skład dysertacji wynosi 140 punktów wg wykazu czasopism Ministerstwa Edukacji i Nauki, zaś sumaryczny IF (*impact factor*) – 6,99. Dorobek naukowy jest wystarczający, chociaż publikacyjnie niezbyt imponujący. Spełnia kryteria minimum ustalone przez Radę Naukową Dyscypliny Nauki Fizyczne Wydziału Fizyki Politechniki Warszawskiej.

We wszystkich publikacjach wchodzących w skład dysertacji Pan mgr inż. L. Pawlicki jest pierwszym autorem jak również autorem korespondencyjnym. Udział kandydata w ich powstawaniu, mimo iż w dokumentacji brak jest stosownych oświadczeń współautorów uważam, że jest kluczowy i polegał na opracowaniu koncepcji pracy, przeglądu literatury, wykonaniu eksperymentu, analizie wyników, dyskusji wyników oraz sformułowaniu wniosków.

Przedstawione do oceny opracowanie do cyklu publikacji stanowi 115 stronicowy komentarz w języku polskim zbudowany z kilku części przygotowanych w uporządkowany i przemyślany sposób. Pierwszą część stanowi swojego rodzaju wprowadzenie do podjętego problemu badawczego. Część ta obejmuje *Streszczenie* w języku polskim i angielskim, *Spis treści* oraz *Spis rysunków*, *Wstęp*, *Potrzeby przemysłu*, *stan wiedzy oraz cel i teza pracy*, które wprowadzają w tematykę oraz potwierdzają ogólną wiedzę teoretyczną kandydata w danej dyscyplinie naukowej. Pan mgr inż. L. Pawlicki jasno przedstawił cel pracy trafnie argumentując jego praktyczne znaczenie. Pewne wątpliwości budzi zbyt zwięzłe sformułowanie hipotezy badawczej, która nie oddaje w pełni szerokiego zakresu przeprowadzonych badań. Kolejne rozdziały opracowania dotyczą sposobu podejścia metodycznego do przeprowadzenia poszczególnych doświadczeń i obejmują następujące

rozdziały: *Termodynamika przemian fazowych, Długoczasowe przemiany fazowe, Charakterystyka badanych substancji, Wpływ ciśnienia na oleje. Układ pomiarowy, Pomiar wielkości fizycznych*. Omawiając uzyskane wyniki pogrupowano je według następujących zagadnień: *Analiza danych, Termodynamiczne wielkości fizyczne, Badania przenikalności elektrycznej olejów, Badania rezystancji właściwej olejów, Impedancja olejów*. Ostatni rozdział obejmuje *Podsumowanie i wnioski*, które odnoszą się do założonych celów szczegółowych. W przedłożonym omówieniu cyklu publikacji skorzystano z 74 pozycji literatury. Są to głównie oryginalne prace twórcze, dobrane trafnie i wykorzystane odpowiednio.

Podsumowując ocenę formalną przedłożonej rozprawy należy podkreślić, iż przygotowana została w uporządkowany i przemyślany sposób, dzięki czemu dobrze się ją czyta. Można zauważyć dużą wiedzę i swobodę Doktoranta w obszarze poruszanych zagadnień naukowo-badawczych.

Ocena merytoryczna pracy

We Wstępie Autor przedstawia tło badań, dokonując szczegółowej analizy potrzeb przemysłowych w zakresie stosowania technologii wysokich ciśnień. Na tle danych literaturowych wskazuje na potencjalne możliwości aplikacyjne tej techniki w produkcji tłuszczów spożywczych identyfikując jednocześnie czynniki ograniczające związane głównie z identyfikacją i kontrolą zachodzących w nich procesów fazowych. Już na tym etapie konfrontuje swoje wyniki z danymi literaturowymi wskazując na potrzebę dalszych szczegółowych badań nad zachodzącymi przemianami fazowymi o charakterze długoczasowym. Uzasadnia również zastosowanie analizy zjawisk elektrycznych zachodzących w olejach roślinnych. Treści zostały przedstawione w sposób jasny i konsekwentny.

Głównym celem rozprawy mgr inż. L. Pawlickiego było przebadanie oliwy z oliwek oraz oleju słonecznikowego, poddanych działaniu wysokiego ciśnienia, pod względem zachodzących długoczasowych przemian fazowych. W szczególności doktorant badał zjawisko przemiany fazowej z fazy ciekłej w formy krystaliczne alfa, double oraz triple trójglicerydów. Powyższy cel zrealizowano w oparciu o analizę zjawisk elektrycznych zachodzących w tych olejach w trakcie przemian fazowych w czasie rzeczywistym,

stanowiących istotę każdej z publikacji stanowiącej osiągnięcie. Powyższe względy skłoniły doktoranta do sformułowania głównej hipotezy badawczej zakładającej, że możliwe jest zbudowanie prostych i tanich czujników elektrycznych, które przy zastosowaniu czułych na zachodzące w olejach roślinnych zmiany fizycznych wielkości elektrycznych, pozwolą, na monitorowanie przemian fazowych. Udowodnienie możliwości zastosowania tych metod do detekcji przemian fazowych w stanie rzeczywistym posiada niewątpliwy cel o znaczeniu praktycznym, bowiem pozwoli zabezpieczyć pracujące maszyny wykorzystywane przy ciśnieniowej produkcji i konserwacji olejów przed uszkodzeniami mechanicznymi.

Omówienie i dyskusja wyników opublikowanych w 6 publikacjach stanowiło nie lada wyzwanie, muszę stwierdzić, że Pan mgr inż. L. Pawlicki dokonał tego w sposób konsekwentny, a opracowanie oddaje zakres badań. Chciałbym zaznaczyć, że z uwagi na fakt, iż w czasopismach naukowych obowiązuje rygorystyczny system recenzowania w swojej recenzji nie odnoszę się bezpośrednio do załączonych manuskryptów. Przedstawiona rozprawa zawiera szczegółowy opis przeprowadzonych prac eksperymentalnych dotyczących samoorganizacji form krystalicznych trójglicerydów oraz ich analizę.

Pierwszy etap badań obejmował analizę składu chemicznego w odniesieniu do wykorzystanych w pracy olejów roślinnych. Mgr inż. L. Pawlicki, posługując się techniką chromatografii gazowej dokonał identyfikacji kwasów tłuszczowych wchodzących w skład trójglicerydów: kwasu oleinowego (18:1), kwasu linolowego (18:2) oraz palmitynowego (16:0). Doktorant wykazał, iż proporcje tych glicerydów w składzie oleju w istotny sposób zmieniają czas zachodzenia przemian fazowych. W oleju słonecznikowym, w którego składzie dominowały trójglicerydy kwasu linolowego (57%), zachodziły przemiany fazowe trwające wielokrotnie dłużej niż w oliwie z oliwek, w której składzie dominowały trójglicerydy kwasu oleinowego (76,8%). Mimo różnic w długościach czasu, przemiany fazowe w obydwu tych olejach wykazywały duże podobieństwo, a parametry materiałowe ulegały podobnym zmianom w ich trakcie.

W kolejnym etapie badań mgr inż. L. Pawlicki dokonał badania oliwy z oliwek i oleju słonecznikowego pod kątem szybkiej detekcji zachodzących w olejach długoczasowych przemian fazowych w tym celu wybrał trzy metody badawcze oparte na monitorowaniu:

przenikalności elektrycznej, rezystancji właściwej i impedancji. W eksperymentach tych był wykorzystywany samodzielnie zaprojektowany oprogramowany i zbudowany układ pomiarowy. Układ ten skonstruowany został z komory ciśnieniowej wraz z wytwarzającą w niej ciśnienie prasą, zestaw mierników oraz prosty w konstrukcji i tani, znajdujący się wewnątrz komory układ pomiarowy, złożony z kondensatora cylindrycznego, cewki manganinowej i termopary. Na uwagę zasługuje fakt, iż wielkości fizyczne wybrane przez doktoranta do analizy przemian fazowych, w większości przypadków nie były mierzone, lecz musiały zostać wyliczone. Wymiernym efektem ocenianej rozprawy jest wykorzystanie po raz pierwszy metody badania długoczasowych przemian fazowych z wykorzystaniem rezystancji właściwej oraz przenikalności elektrycznej. Pozwoliło to na wykazanie przez Doktoranta, iż parametry te zmieniają swoje wartości w trakcie zachodzących przemian fazowych i są niezależne od czynników zewnętrznych. Dodatkowo, mimo różnych długości czasów zachodzenia przemian fazowych dla oliwy oraz oleju słonecznikowego, wartości tych współczynników zmieniały się w ten sam sposób w trakcie danej przemiany fazowej. Wszystko to powoduje, iż zarówno rezystancja właściwa jak i względna przenikalność elektryczna dobrze obrazują długoczasowe przemiany fazowe zachodzące w badanych olejach roślinnych. Dobrym parametrem charakteryzującym właściwości oliwy z oliwek i oleju słonecznikowego podczas długotrwałych przemian fazowych okazała się impedancja. Impedancyjne wykresy fazowe wykonane dla obydwu olejów podczas całego procesu badawczego przyjmowały ten sam obraz. Mimo tego, że ze względu na zróżnicowany skład obydwu olejów, wykazują one różne wartości rezystancji i reaktancji pojemnościowej to ogólne tendencje zmian wartości tych wielkości fizycznych wywołanych przemianami fazowymi są takie same dla oliwy z oliwek i oleju słonecznikowego. Zmiany tych wielkości są także niezależne od czynników zewnętrznych. Czyni to impedancję skutecznym parametrem służącym do opisu długoczasowych przemian fazowych.

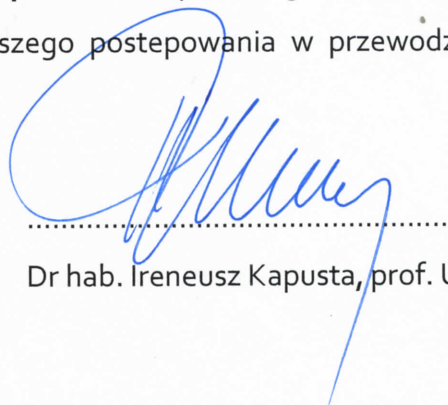
Ostatni rozdział dysertacji zawiera podsumowanie i wnioski, które mają pełne odniesienie do uzyskanych wyników badań. W pracy brakuje jednak krótkich i zwięzłych wniosków, będących wsparciem dowodzącym prawdziwości założonej hipotezy badawczej.

W odniesieniu do całości opracowania nie wnoszę uwag krytycznych, proszę jednak Doktoranta o ustosunkowanie się względem poniższych kwestii:

1. Jakie są możliwości zastosowania zaprezentowanych metod badania przemian fazowych w innych tłuszczach roślinnych pochodzących z mniej popularnych surowców oleistych?
2. Jakie są prognozowane potencjalne zastosowania czujników elektrycznych, czy opracowane metody zawierają ograniczenia?
3. Jaki byłby koszt produkcji i implementacji do technologii produkcji tłuszczów roślinnych czujników elektrycznych monitorujących przemiany fazowe?

Wniosek końcowy

Stwierdzam, że przedstawiona do recenzji rozprawa doktorska mgr inż. Leszka Tomasza Pawlickiego pt. „Nowe metody badania długoczasowych przemian fazowych w wybranych olejach roślinnych” obejmuje wyniki wartościowe pod względem poznawczym i aplikacyjnym. Uzyskane wyniki badań przedstawione w cyklu publikacyjnym stanowiącym podstawę dysertacji pozwoliły na pozytywne zweryfikowanie hipotezy badawczej. Doktorant posiada wiedzę w dyscyplinie naukowej będącej przedmiotem jego zainteresowań, a także umiejętność realizacji badań laboratoryjnych w aspekcie ich planowania, wykorzystania aparatury, interpretacji wyników, jak i publikacji w czasopismach naukowych, potwierdzając tym samym predyspozycje do pracy naukowej. Uważam, że oceniana rozprawa doktorska **spełnia warunki** określone w Ustawie z dnia 14 marca 2003 r. o stopniach naukowych i tytule naukowym oraz o stopniach i tytule w zakresie sztuki (Dz. U. 2003, Nr 65, poz. 595, z późn. zm.) w nawiązaniu do art. 179 ust. 1 Ustawy z dnia 3 lipca 2018 r. Przepisy wprowadzające ustawę – Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (Dz. U. 2018 poz. 1669, z późn. zm.). Wnoszę zatem do Rady Naukowej Dyscypliny Nauki Fizyczne Wydziału Fizyki Politechniki Warszawskiej o **przyjęcie rozprawy doktorskiej i dopuszczeniu** pana mgr inż. Leszka Tomasza Pawlickeigo do publicznej obrony oraz dalszego postępowania w przewodzie doktorskim.



Dr hab. Ireneusz Kapusta, prof. UR