

Prof. dr hab. inż. Marek Bryjak  
Katedra Inżynierii Procesowej i  
Technologii Materiałów Polimerowych i Węglowych  
Politechnika Wrocławskiej  
50-370 Wrocław  
[Marek.bryjak@pwr.edu.pl](mailto:Marek.bryjak@pwr.edu.pl)

Wrocław, 28.03.2022

## Recenzja

Rozprawy doktorskiej mgr Mariusza Babach zatytułowanej

Wykorzystanie i optymalizacja zaawansowanych technik rozdzielczych do pozyskiwania i zateżniania antocyjanów, jako składników żywności funkcjonalnej

Rozprawa doktorska Pana Mariusza Banacha dotyczy problematyki przeniesienia skali procesów separacyjnych z poziomu laboratoryjnego do wymiaru przemysłowego, w którym wykorzystuje się tonowe ilości substratów. Fakt, że doktoraty przemysłowe realizowane są w jednostkach uniwersyteckich cieszy mnie bardzo, gdyż skraca to drogę od badań podstawowy do ich wdrożenia. Jest to korzystne nie tylko dla uczelni, która zdobywa nowe kompetencje nie mówiąc dodatkowych środków finansowych, ale przede wszystkim dla jednostek przemysłowych zainteresowanych nowymi technologiami.

Przedstawiona do recenzji monografia zawiera 137 stron, z 6 stronicowymi streszczeniami (polskimi i angielskimi) na jej końcu. Opracowując tekst dysertacji jej Autor korzystał z informacji zawartych w 236 materiałach źródłowych. W aneksach kończących pracę Doktorant zamieścił specyfikacje jakościowe produktów firmy Greenvit Sp. Z o.o. Dzięki temu zabiegowi czytający rozprawę jest przekonany, że badania wykonane przez Pana Mariusza Banacha znalazły swój finał a jego macierzysta firma wykorzystuje je w produkcji preparatów antocyjanowych. Z zamieszczonych informacji o aktywności naukowej doktoranta, dowiadujemy się o sporym dorobku naukowym. Są to 4 publikacje w czasopismach z Listy Filadelfijskiej (łączny IF 12.361, IC 21), 1 patent, 2 zgłoszenia patentowe, udziały w projektach (w dwóch jako wykonawca w jednym jako kierownik) czy 4 udziały konferencyjne.

Recenzję pracy doktorskiej należy rozpocząć od przedstawienia istoty problemu, której praca jest poświęcona. Przedstawiona dysertacja dotyczy opracowania metod pozyskiwania przeciwutleniaczy ze źródeł naturalnych. Jest to istotny problem, gdyż wspomniane

przeciwutleniacze mogą ograniczyć rozwoju chorób cywilizacyjnych. Jako źródła antocyjanów, a te stanowią interesującą Doktoranta grupę polifenoli, Pan Mariusz Banach wybrał dostępne na rynku owoce aronii, bzu czarnego oraz jagody czarnej (czernicy). Pełna charakterystyka wspomnianych surowców przedstawiona we wstępie, zawierająca zestawienie rodzajów antocyjanów występujących w badanych owocach, daje pojęcie o złożoności problemu z jaki musiał się zmierzyć Autor doktoratu, by doprowadzić do opracowania metody pozyskiwania preparatów o cechach zalecanych w Farmakopei.

Omówienie części doświadczalnej doktoratu przeprowadzę biorąc pod uwagę operacje jednostkowe, które doktorant stosował w swoich badaniach.

**1. Ekstrakcja polifenoli z surowców dostępnych na rynku.** Autor starał się wykorzystać wszystkie formy dostępnych surowców. Były to owoce bzu czarnego, jagody czarnej lub aronii dostępne jako susz, mrożonki czy jako wytloki. Komponował mieszaniny ekstrakcyjne ekstrahentów dopuszczonych do kontaktu z żywnością, a były kwas fosforowy i kwas cytrynowy, ich ilości w stosunku do surowca, czas i temperaturę ekstrakcji oraz określał efektywność wielokrotnej ekstrakcji zmieniając rodzaj ekstrahenta. Jest to bardzo żmudna procedura, gdy stosuje się metodę prób i błędów. Można ją uprościć wykorzystując metodę planowania doświadczeń. **Dlatego mam pierwsze pytanie do Doktoranta – dlaczego nie próbował tej metody do optymalizacji procesu ekstrakcji.** Autor we wstępie pisze, że zawartość antocyjanów w owocach jest zależna od wielu czynników. Sądzę, że firma GreenVit zgromadziła już bogatą kolekcję danych wiążących zawartość polifenoli w przetwarzanych owocach od sezonowych warunków klimatycznych, od dostawców oraz od formy przetwarzanego surowca. Jeżeli mogę zaproponować rozwiązanie dla procesu ekstrakcja antocyjanów to wygodna jest optymalizować z wykorzystaniem sieci neuronowe.

**2. Oczyszczanie ekstraktów.** W tym rozdziale doktorant porównał efektywność separacji dla dwóch metod: chromatograficznej i membranowej. W pierwszym przypadku wykorzystał komercyjne sorbenty polimerowe (styrenowe i akrylowe) natomiast w drugim membrany ceramiczne i polimerowe. W obu typach separacji określał efektywność odzysku antocyjanów z przetwarzanych surowców. Na szczególną uwagę zasługują badania wykorzystujące procesy membranowe. Doktorant stosował mikrofiltrację, ultrafiltrację i nanofiltrację. Nie wnikając w szczegóły techniczne stosowanych modułów membranowych należy zauważyć, że każda z tych technik posiada swoje zalety. Mikrofiltracja usuwa z nadawy aglomeraty o wymiarach

submikronowych natomiast nie powoduje znacznego ubytku antocyjanów. Doktorant to zauważył. Ultrafiltracja co prawda prowadzi do strat antocyjanów, ale zastosowanie diafiltracji umożliwia usunięcie z roztworu cukrów i innych związków małocząsteczkowych, których obecność powoduje spore komplikacje w dalszych operacjach jednostkowych. Na korzyść Doktoranta przemawia fakt poszukiwania membran ultrafiltracyjnych, które ograniczają straty antocyjanów w badanej operacji oraz doboru warunków procesowych. W końcu Autor zastosował nanofiltrację i zagęszczał wydzielane polifenole, co jest ważnym elementem przed suszeniem - kolejną operacją technologiczną. **W tym miejscu mam drugie pytanie do Doktoranta, czy nie uważa za korzystne zastosowanie kaskadowych operacji: mikrofiltracji, diafiltracji i nanofiltracji.** Nie trafia mi do przekonania uwaga Doktoranta, który pisze że *'za pomocą separacji MF i NF nie uzyskano wydajnej separacji antocyjanów zawartych w ekstraktach'*. Właśnie te metody mogą być pomocne w poprawie efektywności ciągu technologicznego: z jednej strony zatrzymując cząstki o wymiarach submikronowych a z drugiej – zatężając roztwór przed jego suszeniem rozpyłowym.

**3. Zagęszczanie i suszenie pozyskanych preparatów.** Mimo, że te operacje nie są przedmiotem pracy doktorskiej, której temat brzmi *'Wykorzystanie i optymalizacja zaawansowanych technik rozdzielczych do pozyskiwania i zatężania antocyjanów, jako składnika żywności funkcjonalne'*, to w pracy znajdują się informacje o nich. I tak, zastosowano zagęszczanie metodą wyparną przez próżniowe usunięcie wody ze wzbogaconego ekstraktu (45°C, 50 mbar) do otrzymania roztworu zawierającego 35% suchej masy, a następnie jego suszenie w suszarce rozpyłowej (165-170 °C, z szybkością 150-200 L/h). Jak opisał Doktorant, zastosowanie diafiltrowanego retentatu po ultrafiltracji znacznie polepsza warunki suszenia rozpyłowego. Produkt nie przykleja się do tacek suszarki i nie jest konieczne ich czyszczenie.

Tak jak już pisałem, wykorzystanie wyników pracy doktorskiej w jednostce produkcyjnej stanowi jej największą wartość. Nie zawsze mamy do czynienia z tak szybkim wdrożeniem opracowanych metod. Pan Mariusz Banach pisze o kilku protokołach produkcyjnych, które powstały w wyniku jego prac. Są to:

1. protokół ekstrakcji mrożonych owoców lub wytlóków z aronii,
2. protokół ekstrakcji mrożonych owoców lub suszonych wytlóków z bzu czarnego,

3. protokół ekstrakcji mrożonych owoców borówki czarnej

4. protokół separacji chromatograficznej ekstraktorów z owoców jagodowych

Wydaje mi się, iż protokół dotyczący pozyskiwania zagęszczonego ekstraktu z wykorzystaniem technik membranowych pojawi się wkrótce, gdy dopracowany zostanie pomysł kaskady filtracyjnej.

Z obowiązku recenzenta chciałbym nadmienić, że opracowane w pracy preparaty antocyjanowe z powodzeniem przeszły testy cytotoksyczności w stosunku to linii komórek nowotworowych płuc, jajnika, sutka i jelita grubego. Wykazały również stymulacje proliferacji komórek krwi obwodowej. Wskazuje to, że opracowane metody pozyskiwania antocyjanów nie tylko usprawniają produkcję preparatów ale podtrzymują ich aktywność biologiczną.

#### **Wnioski końcowe**

Po zapoznaniu się z rozporową doktorską oraz z publikacjami, które powstały w trakcie jej realizacji, stwierdzam, że rozprawa doktorska mgr Mariusza Banach zatytułowana *'Wykorzystanie i optymalizacja zaawansowanych technik rozdzielczych do pozyskiwania i zateżania antocyjanów, jako składników żywności funkcjonalne'* spełnia wymagania stawiane przez Ustawę o Tytule i Stopniach Naukowych z dnia 14 marca 2003 (z późniejszymi jej zmianami) a także zwyczajowe kryteria stawiane rozprawą doktorskim. Wnioskuje zatem o jej przyjęcie i dopuszczenie Doktoranta do dalszych etapów postępowania przed Radą Dyscypliny Nauk Chemicznych Uniwersytetu Mikołaja Kopernika w Toruniu.

