

REZUMATUL TEZEI DE DOCTORAT

cu titlul

" Cercetări privind optimizarea sistemelor de uscare prin congelare a alimentelor – analiza comportamentului a materialelor metalice și a alimentelor ",

elaborată de **ing. Gabriela – Victoria ANGHEL,**

sub conducerea științifică a **Prof.dr.ing. Ion SPOREA**

De-a lungul timpului omul a fost mereu preocupat de asigurarea necesarului de hrană. Interesul s-a manifestat atât pentru cantitatea cât și pentru calitatea alimentelor, acestea constituind principala sursă de energie și de materiale esențiale pentru refacerea continuă a țesuturilor organismului uman.

Uscarea prin congelare, denumită și **lioofilizare**, sau criodesicare, este un procedeu de conservare prin uscare, constând în eliminarea apei dintr-un produs , congelat în prealabil, prin sublimare. Lioofilizarea conferă produselor alimentare proprietăți superioare, comparativ cu alte procedee de uscare, printr-o mai bună conservare a proprietăților produsului și printr-o capacitate mare de rehidratare. Însușirile calitative ale produselor nu sunt afectate, astfel forma, volumul și structura acestora rămân practic neschimbate.

Optimizarea sistemului de lioofilizare a alimentelor trebuie să aibă inclusă în lista criteriilor siguranța alimentelor, care nu poate deveni un fapt real decât dacă ea constituie o responsabilitate a tuturor celor implicați în domeniul alimentar, de la profesioniști la consumatori. De-a lungul lanțului alimentar, sunt implementate diverse proceduri și mecanisme de control, prin care să se asigure faptul că alimentele care ajung pe masa consumatorului sunt comestibile și că riscul contaminării este redus la minim, în așa fel încât populația să fie mai sănătoasă în urma beneficiilor aduse de alimente sigure și sănătoase. Cel mai bun mod în care se poate pune în practică siguranța alimentelor este să existe o foarte bună informare, referitor la principiile de bază ale producerii alimentelor și a tratării lor, sigure pentru sănătatea umană.

Oportunitatea conservării prin uscare a produselor alimentare, ca modalitate de folosire, în condiții de siguranță a alimentelor pe o perioadă mai îndelungată, face necesară o abordare sistemică complexă a lioofilizării, luând în considerare toate elementele sistemului tehnic care concură la înfăptuirea acesteia.

Obiectivul principal este de a găsi metodologia după care poate fi determinată perechea optimă de aliment-material metalic suport pentru obținerea unor cât mai bune eficacități și eficiențe ale lioofilizării alimentelor, eventual de determinare a unui material de uz universal pentru construcția tăvilor suport pentru alimentele supuse lioofilizării.

În *primul capitol*, se motivează alegerea temei, din necesitatea optimizării sistemelor tehnice de lioofilizare, definindu-se încadrarea tehnologiei în rândul tehnologiilor neconvenționale de uscare a alimentelor. Realizarea tezei de doctorat a presupus integrarea cercetărilor actuale în programul național de modernizare a laboratoarelor universităților, program înfăptuit și la Catedra de Tehnologie Mecanică din cadrul Facultății de Mecanică, a Universității „POLITEHNICA” din Timișoara, locul

care poate fi considerat în prezent, la nivel național, de referință pentru cercetarea liofilizării, sau a unor medii biologice prin intermediul liofilizării.

Capitolul doi, cuprinde o sinteză asupra stadiului actual al cunoașterii principiilor de funcționare a liofilizării, precum și a tendințelor actuale în domeniul liofilizării produselor alimentare, performanțelor diferitelor echipamente existente, fabricate actualmente în lume. În lucrare se introduce și se analizează evoluția unor legături existente, prin proces, între caracteristicile de material metalic suport (tavă) și modificările care au loc în aliment (mediu biologic), dintr-o perspectivă mai apropiată de a doua, stabilind la sfârșitul capitolului, principalele aspecte originale de prelucrare a datelor din sursele bibliografice directe și conexe.

Se analizează mai multe tipuri de instalații de uscare prin congelare de capacitate mică, care sunt împărțite în mai multe categorii, de la instalații de uscare prin congelare împărțite în funcție de natura alimentului, până la instalații de uscare prin congelare împărțite în funcție de modul de construcție a acestora. Tot în acest capitol se face și o descriere a tipurilor de instalații de uscare prin congelare folosite în industrie pentru uscarea alimentelor în cantități foarte mari.

Capitolul trei tratează principalele direcții de optimizare pornind de la criterii, cum ar fi: reducerea costurilor, raportate la beneficiile aduse de produse, sporirea calității nutritive și de reconstituire a produselor alimentare liofilizate, minimizarea efectelor negative reciproce care pot apare la interfața aliment-material metalic din care este realizată tava suport, simplificarea constructivă a instalației. Acest capitol se poate considera un preambul cu un conținut amplu de argumente pentru întreg programul de cercetări experimentale care a fost ulterior derulat. S-au specificat anumite predicții asupra posibilelor rezultate ale cercetărilor, modalități prin care se poate aborda o strategie de optimizare a sistemelor tehnice de liofilizare a alimentelor.

Pornind de la alegerea indicatorilor de performanță ai sistemelor de liofilizare a alimentelor, grupați după câteva caracteristici (statice, dinamice, energetice, constructive, capacitatea de unificare, standardizare și caracteristici tehnico-economice), s-a conceput un sistem generalizat de liofilizare. Astfel, s-au stabilit funcțiile generalizate de optimizare și a restricțiilor aferente, rolurile factorilor esențiali în procesul de liofilizare, precum și direcțiile principale de cercetare experimentală, iar, în final, programul cercetărilor experimentale.

De asemenea, conținutul prezentului capitol se dorește a se considera un model de metodologie originală de abordare a problemei comportamentului perechii **aliment-metal**, care ordonează în mare măsură un sistem integrat, complex, cu multiple conotații interdisciplinare.

Programul de cercetări experimentale s-a realizat, în principal în laboratorul propriu al Catedrei de Tehnologie mecanică al facultății de mecanică din cadrul Universității POLITEHNICA din Timișoara, dar și cu ajutorul unor liofilizatoare de laborator din Budapesta și Nyíregyháza din Ungaria, respectiv Ceske Budejovice din Cehia.

Capitolul patru, cuprinde, un pachet de cercetări experimentale prin care s-a urmărit studiul asupra caracteristicilor tehnico economice ale materialelor metalice care sunt în contact cu alimentul pe perioada liofilizării, practic al tăvilor suport. Se prezintă cercetări experimentale vizând comportamentul a 5 tipuri de materiale metalice aflate în contact cu alimentele pe perioada liofilizării, simulându-se rolul de tavă, cu mai multor categorii de alimente. Studiul caracteristicilor tehnico-economice ale materialelor metalice folosite scoate în evidență complexitatea considerentelor care stau la baza selecționării materialelor optime, după mai multe criterii. Considerentele constructive au fixat

de fapt condițiile/restricțiile necesare pentru fabricația tăvilor. S-a întreprins un studiu al materialelor metalice care pot fi folosite pentru construcția tăvilor, majoritatea regăsindu-se deja în aplicații.

Un loc aparte a fost rezervat studiului asupra coroziunii tăvilor. Este interesant modul în care se aplică pentru acest studiu tehnica de microanaliză cu radiații X (*EDAX*), folosind radiațiile X generate de o probă bombardată cu electroni pentru a identifica componenții elementari din compoziția chimică a probei. Această tehnică permite obținerea unui spectru de emisie în domeniul radiațiilor X, în care maximele corespund energiilor caracteristice pentru fiecare element. Spectrometru folosit este cu dispersie după energii (EDS).

S-a realizat și o analiză metalografică a probelor metalice cu ajutorul microscopiei optice, în laboratoarele de Știința materialelor ale Facultății de Mecanică. Din studiul microscopic comparativ al tipurilor de materiale metalice probate, se confirmă rezistența la coroziune a oțelurilor inoxidabile austenitice, de tip crom-nichel, cu adaos de titan, AISI 321. Se remarcă o intensitate mai redusă a coroziunii, la suprafață, dar cu o dezvoltare în zonele care prezintă imperfecțiuni de suprafață. La aceste oțeluri și pelicula de oxid, se prezintă mai rezistentă, decât în cazul altor aliaje, prezintă o grosime foarte mică, cu un caracter pasiv și instabil, destul de vulnerabil la atacul biologic, dovedindu-se prin investigații microscopice și anumite limite. Și în urma acestor investigații rezultă pericolul folosirii tablelor de aluminiu în contact direct cu alimentul, la nivel intim al materialului, cu riscul efectelor de viciere a calității alimentului liofilizat.

Pe durata proceselor care însoțesc *liofilizarea*, alimentele vin în contact cu componente ale sistemului tehnic, în special cu tava în care este așezat alimentul. Fără îndoială că tava joacă un rol major în desfășurarea proceselor, cu efecte importante asupra calității produsului alimentar liofilizat. Progresele realizate în construcția echipamentelor industriale destinate liofilizării produselor alimentare, (cum ar fi varianta constructivă cu posibilitatea încălzirii mecanizate sau automatizate), au însemnat și conceperea, proiectarea și fabricarea unor tăvi cu forme, dimensiuni și materiale diferite.

Alegerea materialelor corespunzătoare pentru o utilizare cât mai eficientă și pentru un timp cât mai îndelungat se face, în primul rând, în funcție de proprietățile materialului ales, care trebuie să fie ales în concordanță cu natura materialului alimentar, considerat cu un potențial agresiv față de materialele alimentare cu care vine în contact. Astfel, trebuie luate în considerare toate caracteristicile materialelor, compoziția chimică, starea structurală, proprietățile tehnologice și, în general proprietățile de întrebuințare.

Un aspect general, care trebuie luat în considerare în exploatarea echipamentelor de liofilizare a alimentelor, este al fixării diferitelor particule biologice pe suprafața tăvii, mai ales în urmele provocate de coroziune, care rezistă la operațiile de igienizare, sau chiar particule sedimentate din substanța chimică cu care se face igienizarea. Aceste aglomerări, chiar minuscule, se pot dezvolta, constituind adevărate focare microbiene în evoluții nedorite. Desigur, la reutilizarea tăvilor, șocul termic al congelării ar putea reduce riscul, dar nu-l elimină definitiv. La o analiză mai detaliată, poate scoate în evidență elemente particulare de mai mare însemnătate pentru comportamentul perechii *aliment-metal*, investigat. Prezentul studiu a vizat doar dovedirea existenței fenomenului, nu atât manifestărilor și efectelor probabile, aspecte care pot face obiectul altor cercetări separate.

Capitolul cinci, tratează aspecte ale cercetărilor experimentale întreprinse asupra comportamentului alimentelor pe perioada procesului de liofilizare. Mai interesantă este prezentarea studiului efectelor metalelor asupra alimentelor cu care s-au aflat în contact pe durata liofilizării, precum și cel realizat privind efectele liofilizării alimentelor asupra mediului. Studiul variației de

temperatură în interiorul produselor alimentare lichide în timpul liofilizării, prezintă interes sub raport teoretic și aplicativ, fiind important în cunoașterea eficienței uscării prin această metodă.

Particularitățile liofilizării alimentelor lichide se manifestă și prin modul de deplasare a frontului de sublimare, în masa alimentului. Gheața din alimentul lichid congelat sublimă direct în vapori de apă, fără topirea acesteia. Materiale liofilizate se deteriorează puțin, devenind foarte poroase, prin porii superficiali eliminându-se până la finalizarea procesului vaporii de apă.

Pentru studiul structurii materialelor alimentare liofilizate s-au realizat mai multe determinări. Pentru investigarea probelor experimentale a fost folosită spectroscopia de emisie, ICP-AES („Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectroscopy” - Plasma Cuplată Inductiv – Spectroscopie cu Emisie Atomică). ICP-AES reprezintă un tip de spectroscopie de emisie în care utilizează o plasmă cuplată inductiv, pentru a produce o agitare a atomilor care emit radiații electromagnetice la o lungime de undă caracteristică de un element special. Intensitatea acestui indicativ de emisie este de concentrație a elementului din probă.

Progresul științei și tehnologiei nu trebuie să afecteze sănătatea oamenilor, ci să contribuie la creșterea calității vieții, a speranței de viață, a nivelului general al sănătății populațiilor.

Atenționările reieșite din determinările efectuate reprezintă dovezi ale existenței unor riscuri, în cazul folosirii unor materiale metalice, stabilite numai pe criterii tehnologice (mecanice), mai puțin luându-se în considerare reacțiile chimice care însoțesc procesul, efectele micro-biologice, care pot afecta caracteristica de performanță fundamentală a unui sistem tehnic destinat liofilizării alimentelor, calitatea finală a produsului liofilizat.

Necesitatea conservării alimentelor a determinat dezvoltarea unei adevărate industrii. Datorită nevoii de păstrare a alimentelor pe durate diferite, metodele și tehnicile de conservare s-au diversificat. De multe ori operația de conservare afectează negativ mediul și/sau alimentelor supuse conservării. Liofilizarea alimentelor aduce o serie de avantaje, eliminarea apei asigurând mai mari șanse de păstrare.

Scopul acestor determinări a fost pentru a sesiza utilizatorii tehnologiei de liofilizare, faptul că acest lichid rezidual nu este numai apă, ci are un conținut complex, în raport cu alimentele supuse liofilizării, precum și a metalelor cu care sunt în contact. Acest lichid, înainte de eliminare, trebuie analizat microbiologic, pentru a evita contaminarea mediul în care sunt deversate. Acest lichid poate conține și substanțe toxice, rezultate ca extract din alimente (mai ales legume, fructe), care să provină din substanțe chimice de tratare a acestora pentru stimularea creșterii, sau cu alte scopuri.

Atenționările reieșite din determinările efectuate reprezintă dovezi ale existenței unor riscuri, în cazul folosirii unor materiale metalice, stabilite numai pe criterii tehnologice (mecanice), mai puțin luându-se în considerare reacțiile chimice care însoțesc procesul, efectele micro-biologice, care pot afecta caracteristica de performanță fundamentală a unui sistem tehnic destinat liofilizării alimentelor, calitatea finală a produsului liofilizat.

În *capitolul șase*, autoarea abordează problematica optimizării sistemului de liofilizare, cu o prezentare a caracteristicilor materialului optim destinat fabricației tăvilor suport pentru alimentele supuse liofilizării. Varianta constructivă optimizată propusă asigură o reducere a ponderii dezavantajelor metodei, în favoarea multiplelor avantaje pe care le are, în raport cu nevoile de sănătate a populațiilor beneficiare de alimente liofilizate, interesul față de acestea fiind dovedit într-o semnificativă creștere. Este interesantă construcția tăvii dintr-un material compozit, obținut ca o combinație între două sau mai multe materiale diferite din punct de vedere chimic, cu o interfață între ele.

În urma cercetărilor experimentale efectuate, a interpretărilor și a considerentelor argumentate în capitolele anterioare, se stabilesc măsurile strategice privind optimizarea sistemului tehnic de liofilizare a alimentelor care să conducă perfecționarea tehnologiei de liofilizare a produselor alimentare, la creșterea eficienței folosirii acesteia, în condițiile impuse de siguranță și igienă a alimentelor liofilizate.

Teza prezintă în conținut mult mai multe detalii legate de construcția tăvii, respectiv de comportamentul fiecărui tip de aliment supus liofilizării, care pot sta la baza punerii în practică a măsurilor de optimizare.

Abordarea strategiei de optimizare se va face considerând sistemul tehnic de liofilizare în integritatea lui, cu efecte directe la nivelul ansamblului, subansamblelor, dar mai ales componentelor sistemului.

Indicatorii de optimizare considerați sunt foarte diferiți, ceea ce determină o destul de ridicat grad de dificultate într-o tentativă de cuantificare, a rolului și a importanței față de atingerea obiectivului principal al tezei, acela de a găsi metodologia după care poate fi determinată perechea optimă de aliment-material metalic suport pentru obținerea unor cât mai bune eficacități și eficiențe ale liofilizării alimentelor, de determinare a unui material de uz universal pentru construcția tăvilor suport pentru alimentele supuse liofilizării.

De asemenea analiza sistematică a domeniilor de influență a factorilor ierarhizați cu contribuția experților consultați, poate sta la baza unor reconsiderări ale principiilor constructive și funcționale ale instalațiilor, precum și a tehnologiei de liofilizare propriu-zisă a alimentelor.

Varianta constructivă optimizată a sistemului tehnic de liofilizare a alimentelor asigură o reducere a ponderii dezavantajelor metodei, în favoarea multiplelor avantaje pe care le are, în raport cu nevoile de sănătate a populațiilor beneficiare de alimente liofilizate, interesul față de acestea fiind dovedit într-o semnificativă creștere.

Pentru **fabricația tăvilor** suport pentru alimentele supuse liofilizării, ținând cont de toate restricțiile determinate în capitolele anterioare, **caracteristicile materialului** și a fabricației optime presupune construcția dintr-un material compozit, care să fie obținut ca o combinație între două sau mai multe materiale diferite din punct de vedere chimic, cu o interfață între ele. Matricea poate fi realizată dintr-o polietilenă, polipropilenă, eventual politetrafluoretilenă (ePTFE), sau alt material nou creat, iar armătura poate fi metalică, care să asigure o rezistență mecanică necesară construcției ;

Capitolul șapte, prezintă concluziile generale ale lucrării privind optimizarea sistemelor tehnice de liofilizare a produselor alimentare și contribuțiile originale aduse în domeniile cercetării teoretice, cercetării și prelucrării experimentale, precum și în implementarea industrială a rezultatelor cercetării

Cercetările privind optimizarea sistemelor de liofilizare (uscare prin congelare) a alimentelor s-au realizat și în scopul contribuției la consolidarea strategiilor de dezvoltare a utilizării acestui procedeu de conservare a produselor alimentare. Direcțiile de cercetare stabilite au fost transpuse în practică, mai ales după stabilirea legăturilor cu cele mai reprezentative cercuri de cercetători în domeniu, mulți membri ai Societății Internaționale de liofilizare – Uscare prin Congelare (ISL-FD - International Society of Lyophilization - Freeze Drying Inc.), precum și a celor specializați în știința materialelor.