

## **WALIDACJA METOD BADAWCZYCH JAKO JEDEN Z ELEMENTÓW ZAPEWNIENIA JAKOŚCI PRODUKTÓW LIOFILIZOWANYCH W SEKTORZE B2B**

### **Streszczenie**

W pracy przedstawiono praktyczną aplikację dwóch metod wykorzystywanych w sektorze B2B podczas badań zawartości wody produktów liofilizowanych takich jak truskawka, aronia, malina oraz kukurydza. Dla metody suszenia konwekcyjnego zastosowano temperaturę analizy 85°C, czas 3 godziny. Wynik uzyskany w tej metodzie został przyjęty, jako punkt odniesienia dla procesu walidacji metody wagosuszarkowej bazującej na promieniowaniu podczerwonym. Istotą podjętych badań było uzyskanie zbieżności wyników zawartości wody, jakie uzyskano w metodzie wykorzystującej promieniowanie podczerwone względem wyników zawartości wody, jakie uzyskano metodą suszenia konwekcyjnego. W efekcie przeprowadzenia procesu walidacji stwierdzono, że optymalne parametry metody wykorzystującej promieniowanie podczerwone to: temperatura analizy 70°C – 80°C, masa produktu powinna się zawierać w przedziale 1.30 g ÷ 2.50 g, kryterium zakończenia analizy powinno być zdefiniowane, jako stabilność masy produktu w zakresie 1 mg w czasie 25 sekund. Dla takich parametrów prowadzenia analizy, zawartość wody w truskawce liofilizowanej wyniosła 2.79 %, aronii 1.45 %, kukurydzy 4.59 %, malinie 4.01 %. Maksymalny błąd wyznaczenia zawartości wody w produktach liofilizowanych wyniósł 0.14 % a całkowity czas badania nie przekroczył 7 minut. Wykazano, że zaniedbania w obszarze walidacji metod badawczych prowadzą do błędnych wniosków dotyczących zawartości wody w produktach liofilizowanych, co może być przyczyną kwestii spornych podmiotów gospodarczych współpracujących w sektorze B2B.

**Słowa kluczowe:** walidacja, jakość produktu, zawartość wody, wagosuszarka

---

<sup>1</sup> Wydział Nauk Ekonomicznych i Prawnych, Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny w Radomiu

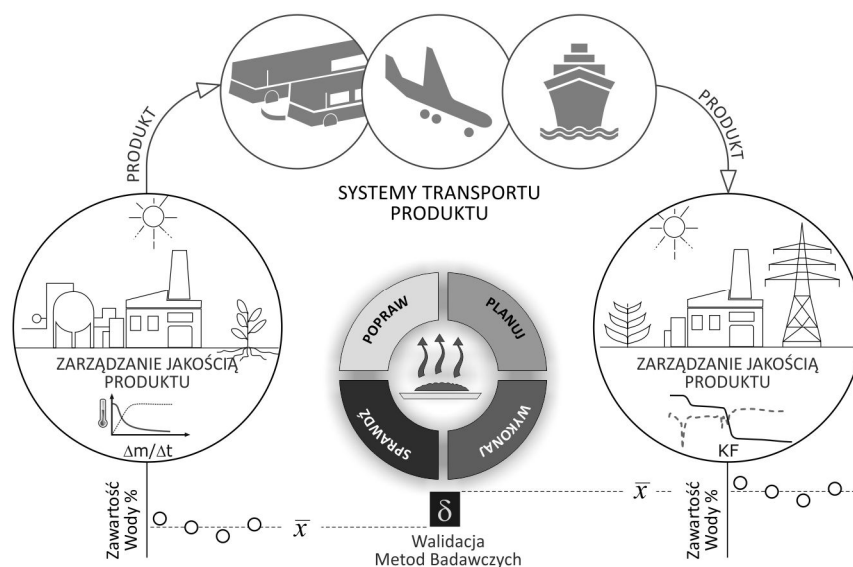
<sup>2</sup> Radwag Wagi Elektroniczne Laboratorium Badawcze

<sup>3</sup> Katedra Chemii, Wydziału Materiałoznawstwa Technologii i Wzornictwa, Uniwersytet Technologiczno-Humanistyczny w Radomiu

## Wprowadzenie

Kluczem do sukcesu rynkowego w sektorze B2B jest elastyczność przedsiębiorstwa rozumiana, jako zdolność do szybkiej reakcji na zmiany, jakie zachodzą w strukturze rynku jak i w potrzebach konsumentów. Ciągłe pojawiające się innowacje w obszarach takich jak opakowania interaktywne, inteligentne [Kruijff i in., 2002; Chen i in., 2018; Restuccia i in. 2010] oraz w sferze struktury produktu [Kicińska 2009] zmuszają producentów do budowania własnych prężnych działów R&D lub poszukiwania odpowiedzialnych partnerów biznesowych. Własne działy badawczo-rozwojowe pozwalają na prowadzenie nowatorskich badań, co podnosi prestiż firmy, ale z drugiej strony struktury R&D wymagają znacznych nakładów finansowych związanych głównie z wyposażeniem. Wszelkie podejmowane działania zmierzają oczywiście do uzyskania produktu o akceptowalnej przez odbiorcę jakości przy uwzględnieniu realiów rynkowych i potencjalnego zysku producenta. Należy zauważyć, że jakość produktu spożywczego uzyskuje się poprzez łączenie ze sobą kilku lub kilkunastu składników w odpowiedniej kolejności i proporcji. Finalna jakość produktu jest zatem zależna od jakości użytych komponentów, co wymusza na producencie przeprowadzenie oceny jakości półproduktów przed ich zastosowaniem. Jest to tożsame z ideą podejścia procesowego, jakie prezentuje ISO 9001: 2015 oraz analizą ryzyka, jakie przedstawiono w normie PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02. Obecnie w przemyśle spożywczym widoczna jest specjalizacja w zakresie produkcji, zatem to, co jednego przedsiębiorstwa jest produktem finalnym, dla drugiego przedsiębiorstwa może być półproduktem w jego systemie wytwarzania. Konsekwencją takiej zależności jest konieczność oceny, jakości produktu / półproduktu przez kooperujące przedsiębiorstwa takimi samymi metodami lub metodami, które poddano walidacji. Graficzną interpretację tych zależności przedstawiono na rysunku 1. Zrozumienie tych zależności wydaje się kluczowym elementem zwłaszcza w przypadku spraw spornych, gdy odbiorca kwestionuje parametry jakościowe dostarczonego produktu.

---



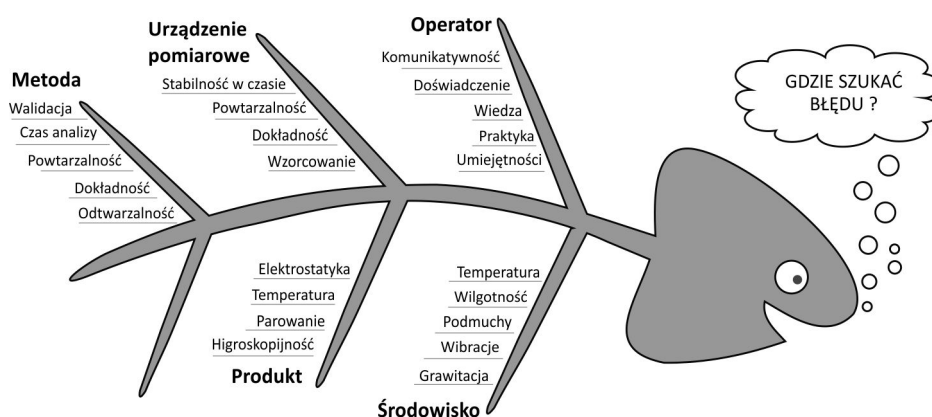
Rysunek 1. Metody badania zawartości wody w przemyśle spożywczym

Źródło: opracowanie własne.

Problem posługiwania się zweryfikowanymi metodami badania zawartości wody w produkcji nie jest nowy, jednakże obecnie priorytetem poza „dokładnym” wynikiem oceny jest czas badania oraz prostota i ergonomia tego procesu. Z tego względu bardzo rzadko zastosowanie mają tzw. metody normalizacyjne podawane w normach PN-ISO, głównie ze względu na długi czas analizy. W miejsce tych metod stosuje się wagosuszarki, w których źródłem ciepła jest promiennik podczerwieni. Potencjalne podobieństwo obydwu metod w zakresie analizy zmian masy produktu wilgotnego oraz zmian masy po procesie jego wygrzewania jest przesłanką dla wielu działów KJ oraz R&D do stosowania takiej samej metody prowadzenia analizy niezależnie od znaczących różnic konstrukcyjnych urządzeń stosowanych w tych metodach: piec – wagosuszarka. Finalnie prowadzi to zazwyczaj do uzyskania wyniku zawartości wody w produkcie, który jest obciążony dość znacznym błędem. Wielkość tego błędu jest zależna od struktury analizowanego produktu oraz jego podatności na wzrost temperatury np. efekt powierzchniowego spalania produktu. Należy zauważyć, że problem ten wymaga wnikliwej analizy zwłaszcza w przypadku produktów liofilizowanych, których strukturę według autorów [Eshtiaghi i in., 1994; Pisano i in., 2011] tworzy „pusty” przestrzenny szkielet powstały w procesie sublimacyjnego usuwania wody.

Zastosowanie sublimacyjnej metody odwadniania pozwala na uzyskanie produktu o bardzo wysokiej, jakości [Genin, Rene 1996; Ciurzyńska, Lenart 2011; Stawczyk i in., 2004], czego nie można uzyskać w procesach suszenia konwekcyjnego, które jest procesem destrukcyjnym [Stępień 2007; Alibas 2007; Ratti 2001]. Zawartość wody w strukturze produktu po procesie liofilizacji wynosi kilka procent, co przy wysokiej podatności na absorpcję wilgoci wymaga odpowiedniego opakowania, w którym produkty te powinny być przechowywane [Franks 1996].

Zaniedbania w tym obszarze prowadzą do istotnych zmian zawartości wody, jakie rejestruje odbiorca produktu względem zawartości wody, jaką uzyskano w procesie produkcji. Zwiększona zawartość wody w produkcie liofilizowanym to krótszy czas jego przydatności do spożycia oraz często brak akceptacji przez konsumenta. Poszukiwanie przyczyn znacznej gorszej, jakości produktu może być dość skomplikowane. Analiza przyczynowo skutkowa tego problemu powinna obejmować kilka obszarów, co zaprezentowano na rysunku 2.



Rysunek 2. Analiza przyczynowo skutkowa dla oceny, jakości produktu

Źródło: opracowanie własne.

Problem jest zatem dość istotny, dlatego też w pracy podjęto próbę opracowania szybkiej metody badania zawartości wody w produktach liofilizowanych, która może być zastosowana przez działy R&D czy też KJ w sektorze B2B niezależnie od wielkości czy potencjału ekonomicznego przedsiębiorstwa.

## 1. Materiał badawczy

Analiza zawartości wody dotyczyła produktów liofilizowanych takich, jak truskawka, aronia, kukurydza, malina. Wszystkie produkty otrzymano bezpośrednio od producenta owoców liofilizowanych firmy Awima.

## 2. Metody badawcze

Analizę zawartości wody w produktach liofilizowanych przeprowadzono metodą suszenia konwekcyjnego oraz metodą z wykorzystaniem wagosuszarki, która posiadała źródło ciepła promiennik podczerwieni.

### 2.1. Metoda suszenia konwekcyjnego

Dla każdego produktu przygotowano po 3 szklane naczynia, które wstępnie wysuszono i ochłodzono do temperatury otoczenia. Następnie określono masy szklanych naczyń, do których odważono produkty w ilości około 3 g każdego produktu. Tak przygotowane próbki umieszczono w piecu grzewczym z wymuszonym obiegu powietrza w temperaturze 105°C a w następnym cyklu badania w temperaturze 85°C. Po 3 godzinach suszenia produkty wyjęto z pieca i umieszczono w eksykatorze z żelazem osuszającym celem doprowadzenia temperatury produktów do temperatury otoczenia. Następnie określono masę produktów po suszeniu a na podstawie masy produktów wilgotnych oraz po suszeniu wyliczono procentową zawartość wody w produktach według zależności:

$$\% W = 100 \cdot (m_{pw} - m_{ps}) / m_{pw} \quad (1)$$

gdzie: %W – zawartość procentowa wody w produkcie

$m_{pw}$  – masa produktu wilgotnego

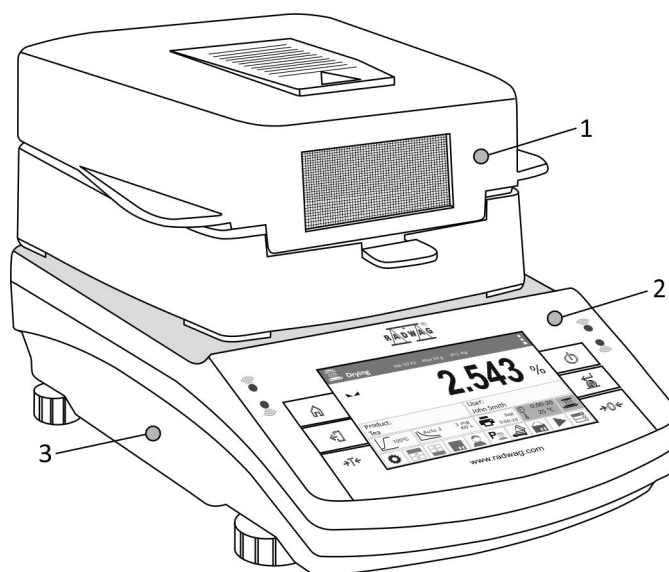
$m_{ps}$  – masa produktu suchego

### 2.2. Analiza z wykorzystaniem wagosuszarki – promieniowanie podczerwone

Walidację metody bazującej na promieniowaniu podczerwonym wykonano w zakresie temperatury oraz masy produktu. Celem prowadzonych badań było wskazanie takich parametrów analizy, przy których uzyskuje się dokładność i precyzję pomiarów. Analizę prowadzono w zakresie temperatur 70°C ÷ 80°C przy masach produktu od 1.12 g do 6.20 g zależnie od typu produktu. Kryterium określające stabilność produktu suchego określono, jako stabilność jego masy w zakresie 1 mg utrzymywaną w czasie 25 sekund. W

---

każdym przypadku produkt przed rozpoczęciem analizy był rozmieszczany równomierną warstwą na całej powierzchni szalki. Masa produktu wilgotnego była rejestrowana automatycznie przez wagosuszarkę. Następnie komora suszenia była ogrzewana do zadanej temperatury w efekcie, czego następowała desorpcja wody ze struktury produktu. W trybie ciągłym wagosuszarka rejestrowała dynamikę zmian masy produktu, która była wykorzystywana do prezentacji aktualnego wyniku zawartości wody. W badaniach zastosowano wagosuszarkę model MA 50.X2 produkcji Radwag Wagi Elektroniczne, której schemat ideowy zaprezentowano na rysunku 3.



Rysunek 3. Schemat ideowy wagosuszarki MA 50.X2

Źródło: opracowanie własne

Legenda:

- 1 – komora suszenia (pomiar temperatury)
- 2 – panel operatora z wyświetlaczem wagosuszarki
- 3 – moduł wagowy (pomiar masy produktu)

Analiza zawartości wody była prowadzona automatycznie do momentu, gdy uzyskano stabilność masy produktu suchego dla ustalonego kryterium zakończenia analizy. Końcowy wynik zawartości wody był prezentowany na wyświetlaczu wagosuszarki a jego wartość były wyliczana automatycznie według zależności (1).

### 3. Wyniki i dyskusja

Pierwszym etapem badań była analiza zawartości wody produktów liofilizowanych metodą suszenia konwekcyjnego. W związku z tym, że brak jest odniesień normatywnych dla metodyki tego procesu, zastosowano temperaturę analizy, jako 105°C. Jest to temperatura, w której z większości produktów spożywczych usuwana jest woda wolna [Bradley, Vanderwarn, 2001]. Dla tak prowadzonego procesu uzyskano zawartość wody produktów liofilizowanych w zakresie 7 % ÷ 9 %, co było wartością niezgodną ze specyfikacją producenta. Ponadto stwierdzono zmianę kolorystyki produktów po zakończeniu analizy. W związku z tym ponownie wykonano badanie zawartości wody prowadząc badanie w temperaturze 85°C. Wyniki zawartości wody oraz precyzję badania, jaką uzyskano dla tego procesu przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Zawartość wody oraz precyzja badania zawartości wody produktów liofilizowanych – metoda suszenia konwekcyjnego

Nazwa produktu	Średnia zawartość wody [%] (n=3)
Truskawka	2.81 ± 0.09
Aronia	1.42 ± 0.24
Kukurydza	4.69 ± 0.12
Malina	3.88 ± 0.10

Źródło: opracowanie własne.

Po zakończeniu analizy nie stwierdzono zmian kolorystyki produktów, co świadczyło o prawidłowym doborze temperatury, w której ogrzewano produkty. Zawartość wody w produktach liofilizowanych zawierała się w zakresie 1.42 % ÷ 4.69 % przy maksymalnym odchyleniu standardowym 0.24 %, które uzyskano dla aronii. Była to wartość, co najmniej dwukrotnie większa niż odchylenie standardowe serii pomiarów dla truskawki (0.09 %), kukurydzy (0.12 %) czy maliny (0.10 %). Gorsza precyzja pomiarów dla aronii wynikała ze struktury tego produktu, który po procesie liofilizacji miał twardą, nieco zapadniętą strukturę. Wyniki zawartości wody, jakie otrzymano prowadząc analizę w 85°C przyjęto, jako punkt odniesienia w procesie oceny i walidacji metody wykorzystującej promieniowanie podczerwone.

Pierwszym etapem walidacji metody bazującej na promieniowaniu podczerwonym była analiza zawartości wody produktów przy zmiennej temperaturze. Celem tego badania było wskazanie takiej temperatury, przy której uzyskuje się najlepszą zbieżność wyniku zawartości wody względem wyniku zawartości wody, jaki otrzymano metodą suszenia konwekcyjnego.

Wyniki zawartości wody, jakie uzyskano w tym etapie walidacji zaprezentowano w tabeli 2.

Tabela 2. Zawartość wody i precyzja pomiaru zawartości wody produktów liofilizowanych zależnie od temperatury analizy – metoda z wykorzystaniem promieniowania podczerwonego (wagosuszarka MA 50.X2)

<b>Truskawka</b>			
Temperatura analizy [°C]	60	70	80
Zawartość wody [%]	2.49 ± 0.07	2.79 ± 0.13	(*)
Dokładność pomiaru [%]	0.32	0.02	(*)
<b>Aronia</b>			
Temperatura analizy [°C]	70	80	90
Zawartość wody [%]	1.51 ± 0.12	1.45 ± 0.14	2.15 ± 0.13
Dokładność pomiaru [%]	0.09	0.03	0.73
<b>Kukurydza</b>			
Temperatura analizy [°C]	70	80	90
Zawartość wody [%]	4.04 ± 0.07	4.59 ± 0.22	4.94 ± 0.01
Dokładność pomiaru [%]	-0.65	0.10	0.25
<b>Malina</b>			
Temperatura analizy [°C]	65	75	85
Zawartość wody [%]	3.49 ± 0.10	4.01 ± 0.08	4.61 ± 0.22
Dokładność pomiaru [%]	-0.39	0.13	0.73

Źródło: opracowanie własne.

Stwierdzono, że dla truskawki liofilizowanej najlepszą dokładność zawartości wody (0.02 %) uzyskano, gdy analizy była prowadzona w temperaturze 70°C. Przy zastosowaniu nieco niższej temperatury tj. 60°C uzyskano efekt niedosuszenia produktu w którego strukturze pozostała niewielka ilość wody, stąd nieco gorsza dokładność tego procesu (0.32 %). Zwiększając temperaturę analizy do 80°C osiągnięto większą dynamikę procesu, jednakże była to temperatura, w której zaobserwowano powierzchniowe spalanie produktu, oznaczenie (\*) w tabeli 2. Analiza zawartości wody w przypadku aronii liofilizowanej może być realizowana w temperaturze 70°C lub 80°C. Dla tych temperatur uzyskano niewielkie zróżnicowanie wyników zawartości wody w zakresie 1.45 % ÷ 1.51 %, przy dokładności pomiaru odpowiednio 0.03 % i 0.09 %. Zwiększając temperaturę badania do 90°C uzyskano gorszą dokładność analizy – odchylenie 0.73 %.



Stwierdzono, że niezależnie od temperatury suszenia precyzja pomiarów zawierała się w zakresie 0.12 % ÷ 0.14 %. Najlepszą dokładność pomiaru zawartości wody kukurydzy liofilizowanej uzyskano, gdy analiza była prowadzona w temperaturze 80°C. Dokładność tego procesu wyniosła 0.10 %. Natomiast badając ten sam produkt w temperaturze 70°C uzyskano znaczny błąd dokładności (- 0.65 %), co było jednoznaczne z niedosuszeniem produktu. Zwiększając temperaturę analizy do 90°C uzyskano odchylenie dokładności 0.25 %, co było wartością ponad dwukrotnie większą względem analizy zrealizowanej w temperaturze 80 °C. Optymalną temperaturą analizy dla maliny liofilizowanej była temperatura 75°C w której uzyskano dokładność procesu 0.13 % przy precyzji 0.08 %. Znaczne błędy dokładności pomiaru zaobserwowano, gdy badanie zawartości wody było prowadzone w temperaturze 65°C (odchylenie - 0.39 %, niedosuszenie produktu) oraz 85°C (odchylenie 0.73 %, częściowe spalanie produktu).

Drugim etapem walidacji była analiza tego jak wielkość masy produktu wpływa na dokładność i czas analizy. Badanie było prowadzone przy stałej temperaturze, którą określono w pierwszym etapie walidacji. Wyniki zawartości wody, dokładność i precyzję pomiaru oraz czas analizy zaprezentowano w tabeli 3.

Tabela 3. Dokładność metody wykorzystującej promieniowanie podczerwone zależnie od wielkości masy analizowanego produktu (n=5)

Nazwa produktu	Masa produktu [g]	Zawartość wody [%]	Błąd pomiaru [%]	Precyzja pomiaru (SD) [%]	Czas analizy [min:s]
	1.58 ± 0.17	2.79	0.02	0.13	05:18
Truskawka	3.59 ± 0.18	3.14	0.33	0.04	08:02
	6.20 ± 0.08	3.47	0.66	0.07	16:56
	1.24 ± 0.10	1.45	0.03	0.14	01:37
Aronia	3.11 ± 0.16	1.93	0.51	0.09	04:18
	5.93 ± 0.34	1.87	0.45	0.11	07:19
	1.12 ± 0.05	4.40	0.29	0.05	03:08
Kukurydza	2.28 ± 0.17	4.59	0.10	0.10	04:24
	3.92 ± 0.22	4.73	0.04	0.14	10:00
	1.78 ± 0.25	4.01	0.13	0.08	06:53
Malina	3.08 ± 0.07	4.18	0.40	0.04	13:18

---

3.94 ± 0.13	4.46	0.58	0.09	16:49
-------------	------	------	------	-------

---

Źródło: opracowanie własne.

Stwierdzono, że najlepszą dokładność analizy uzyskano, gdy masa truskawki liofilizowanej wynosiła 1.58 g (odchylenie 0.02 %). Po zwiększeniu masy analizowanego produktu do 3.59 g oraz 6.20 g otrzymano znacznie większy błąd pomiaru odpowiednio 0.33 % oraz 0.66 %. Zaobserwowano, że dla produktu o zbyt grubej warstwie transmisja ciepła odbywała się od warstwy wierzchniej do warstw głębszych produktu. Konsekwencją tego procesu było kumulowanie znacznych ilości ciepła w warstwie wierzchniej produktu, co prowadziło na niewielkiego powierzchniowego spalania produktu. Najkrótszy czas analizy ponad 5 minut uzyskano, gdy masa produktu wynosiła 1.58 g, a najdłuższy przy masie 6.20 g, prawie 17 minut. Wpływ zmienności masy aronii liofilizowanej badano przy stałej temperaturze wynoszącej 80°C. Najlepszą zbieżność wyniku zawartości wody z wynikiem jaki uzyskano metodą suszenia konwekcyjnego stwierdzono, gdy masa produktu wynosiła 1.24 g (odchylenie 0.03 %). Zaobserwowano, że zwiększając masę produktu do ponad 3 g znacznie pogarsza się dokładność wyznaczenia zawartości wody. Błąd pomiaru dla zwiększonej masy produktu wynosił ponad 30 % wartości referencyjnej. Czas prowadzenia analizy dla aronii przy masie produktu 1.24 g wyniósł 1 minutę i 37 sekund, co pozwalało na szybką ocenę reprezentatywnej ilości produktu. Zwiększając masę kukurydzy liofilizowanej w zakresie od 1.12 g do 3.92 g nie stwierdzono istotnych odchyżeń w dokładności prowadzonego procesu. Maksymalny błąd dokładności wyniósł 0.29 %, gdy masa produktu wynosiła 1.12 g, a najmniejsze odchylenie (0.04 %) zarejestrowano dla masy kukurydzy 3.92 g. Zwiększając ilość materiału poddanego badaniu uzyskano wprawdzie najlepszą zbieżność wyników zawartości wody z obydwu metod, ale zarazem najdłuższy czas badania wynoszący 10 minut. Optymalizując proces walidacji stwierdzono, że zasadne jest zmniejszenie masy produktu do ok. 2.28 g poprzez co uzyskano skrócenie czasu badania do 4 minut i 24 sekund przy zachowaniu dokładności procesu (odchylenie 0.10 %). Dokładność procesu wyznaczania zawartości wody w malinie liofilizowanej badano dla zmienności mas w zakresie 1.78 g ÷ 3.94 g. Podobnie jak w przypadku truskawki, stwierdzono, że wraz ze zwiększeniem masy produktu pogarsza się dokładność pomiaru, a maksymalny błąd oznaczenia zawartości wody stanowi ok. 15 % wartości wyznaczonej metodą suszenia konwekcyjnego. Najlepszą dokładność badania (0.13 %) osiągnięto, gdy masa maliny wynosiła 1.78 g przy czasie analizy około 7 minut. Stwierdzono, że zwiększenie masy produktu jest niekorzystne również ze względu na znacznie dłuższy czas potrzebny do zakończenia badania, który dla maliny o masie 3.94 g wyniósł 16 minut i 49 sekund.

## Wnioski

W pracy przedstawiono proces walidacji metody badawczej bazującej na promieniowaniu podczerwonym, która może być stosowana do oznaczeń zawartości wody w produktach liofilizowanych. Na podstawie badań wykazano, że kluczowym parametrem metody jest temperatura prowadzenia analizy, jednakże na dokładność procesu wpływ ma również masa analizowanego produktu. Celem uzyskania dokładności proces badawczy należy prowadzić w temperaturze  $70^{\circ}\text{C} \div 80^{\circ}\text{C}$  zależnie od rodzaju badanego produktu. Masa produktu w każdym przypadku powinna zawierać się w przedziale od ok. 1.30 g do 2.50 g, co jest ilością wystarczającą do tego, żeby produkt pokrył całą powierzchnię szalki wagosuszarki równomierną warstwą.

## Literatura

- Alibas I., 2007, Energy consumption and colour characteristics of nettle leaves during microwave, vacuum and convective drying, *Biosystems Engineering* 96 (4), 495-502
- Bradley R. L., Jr., Vanderwarn M., A., 2001, Determination of Moisture in Cheese and Cheese Products, *Journal Of AOAC International* 84 (2), 570-592.
- Chen C.W., Xie J., Yang F. X., Zhan H. L., Xu Z. W., Liu J. L., & Chen, Y. J., 2018, Development of moisture-absorbing and antioxidant active packaging film based on poly (vinyl alcohol) incorporated with green tea extract and its effect on the quality of dried eel., *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(1), e13374.
- Ciurzyńska A., Lenart A., 2011, Freeze-Drying – Application in Food Processing and Biotechnology – A Review. *Pol. J. Food Nutr. Sci.*, 61 (3), 165-171.
- Eshtiaghi M.N., Stute R., Knorr D, 1994, High-pressure and freezing pretreatment effects on drying, rehydration, texture and color of green beans, carrots and potatoes, *Journal of Food Science* 59, 1168-1170.
- Franks F., 1998, Freeze-drying of bioproducts: putting principles into practice: a review. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics* 45, 221–229.
- Genin N., Rene F., 1996, Influence of freezing rate and the ripeness state of fresh courgette on the quality of freeze-dried products and freeze-drying time, *Journal of Food Engineering* 29 (2), 201-209.
- ISO 9001:2015, Systemy zarządzania jakością – Wymagania.
- Kicińska J., 2009, Psychologiczno-społeczne determinanty zachowań młodych nabywców na rynku dóbr konsumpcyjnych, *Journal of Agribusiness and Rural Development* 4(14), 85-94.
- Pisano R., Fissore D., Barresi A., A., 2011, Heat Transfer in Freeze-Drying Apparatus. Chapter 8 in *Developments in Heat Transfer* ed. dr Marco Aurelio Dos Santos Bernardes, Intech. ISBN 978-953-307-569-3.
- Kruijf N., D., Beest M. V., Rijk R., Sipiläinen-Malm, T., Losada, P. P., Meulenaer, B. D., 2002, Active and intelligent packaging: applications and regulatory aspects, *Food Additives & Contaminants* 19 (S1): 144-162.
- PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02 Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- Ratti C., 2001, Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review, *Journal of Food Engineering* 49, 311-319.
- Restuccia D.U., Spizzirri G., Parisi O., Cirillo G., Curcio M., Iemma F., Picci N., 2010, New EU regulation aspects and global market of active and intelligent packaging for food industry applications, *Food Control* 21(11), 1425-1435.
-

- Stawczyk J., Li S., Żyła R., 2004, Freeze drying of food products in a closed system, *Drying 2004*  
– Proceedings of the 14th International Drying Symposium (IDS 2004), vol. B, 949-953
- Stępień B., 2007, Wpływ metody suszenia na rehydrację selera, *Inżynieria Rolnicza* 8 (96), 255-263.