

Agnieszka LESZCZUK-PIANKOWSKA<sup>1)</sup>, Bogusław PAWLIKOWSKI<sup>2)</sup>, Piotr J. BYKOWSKI<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup>Dział Kontroli Jakości, GRAAL S.A.

<sup>2)</sup>Zakład Ekonomiki, Technologii i Wdrożeń, Morski Instytut Rybacki-Państwowy Instytut Badawczy

<sup>3)</sup>Katedra Towaroznawstwa i Zarządzania Jakością, Akademia Morska

## Ocena skuteczności procesu cieplnej sterylizacji konserw rybnych na podstawie testów penetracji ciepła

### Streszczenie

Ocenę skuteczności procesu sterylizacji cieplnej konserw rybnych przeprowadza się m.in. poprzez wykonanie testów dystrybucji ciepła a następnie testów penetracji ciepła. Procesy sterylizacyjne uważa się za skuteczne, jeśli zapewniają one wytworzenie produktu sterylnego handlowo, tzn. wolnego od bakterii zdolnych do rozwoju w normalnych niechłodniczych warunkach magazynowania i dystrybucji określanych powszechnie, jako „warunki otoczenia”. W pracy zbadano skuteczność procesu sterylizacji prowadzonego w warunkach przemysłowych. Uzyskane wyniki wartości sterylizacyjnej  $F_0 > 6$  min. potwierdziły zapewnienie bezpieczeństwa zdrowotnego produktu a jednocześnie wykazały potrzebę przeprowadzania takich badań przez producentów żywności sterylizowanej cieplnie.

**Słowa kluczowe:** konserwy rybne, sterylizacja cieplna, test penetracji ciepła, wartość sterylizacyjna  $F_0$

## Effectiveness of thermal processing of canned fish products based on temperature penetration studies

### Summary

Effectiveness of thermal processing of canned fish products is conducted for example by: heat distribution tests and then by heat penetration tests. Thermal processes are considered to be sufficient if they are able to produce commercially sterile products, which means products free of microorganism capable to grow in normal non refrigerated conditions during handle and storage. This study investigates effectiveness of sterilization process during commercial production condition. Revealed results of  $F_0$  value  $> 6$  min. conform production of safe food products and studies revealed the need to the further investigation needed to be conducted by canned food industry.

**Key words:** canned fish, thermal sterilization, heat penetration test (HPT),  $F_0$  value

### Wprowadzenie

Proces cieplnego utrwalania żywności po raz pierwszy przeprowadził Nicolas Appert, francuski cukiernik, który w 1809 roku został nagrodzony przez rząd francuski a warunkiem uzyskania nagrody było opublikowanie w 1810 roku książki, która miała ujawnić tajniki tego procesu. Od tamtego czasu rozpoczęły się poszukiwania odpowiedzi, dlaczego żywność zamknięta szczelnie w butelce z szerokim otworem poddana obróbce cieplnej we wrzącej wodzie nie ulega psuciu się podczas przechowywania w warunkach temperatur otoczenia. Odpowiedź została udzielona przez amerykańskich naukowców, którzy najpierw w 1913 roku odkryli zależność między psuciem się kukurydzy w puszcze a bakteriami termofilnymi, a następnie w latach 1910-1920 odkryli biologiczne i toksykologiczne właściwości *Clostridium botulinum*. W 1920 roku Bigelow i Ball po raz pierwszy zastosowali obliczenia matematyczne do ustalenia bezpiecznych procesów sterylizacyjnych zwanych metodami graficznymi. Dalszy rozwój metod i obliczeń opartych na równaniach matematycznych dał podstawy do opracowania urządzeń kontrolno - pomiarowych służących w obecnych czasach do badań skuteczności procesów sterylizacji cieplnej (Downing, 1996; Pawlikowski i Kołodziejski, 2005; Ziemia, 1993).

Sterylizacja cieplna żywności to jeden z najważniejszych procesów utrwalania produktów w hermetycznie zamkniętym opakowaniu. Kluczowym elementem dla zapewnienia bezpieczeństwa produktu jest w tym wypadku właściwy nadzór i monitoring tego procesu. Konstrukcja drzewka decyzyjnego w ustalaniu krytycznych punktów kontroli w ramach wdrażanych procedur opartych na systemie HACCP nie pozostawia wątpliwości, że sterylizacja cieplna stanowi krytyczny punkt kontroli (KPK) (Dz.U. 139, 2004; FAO/WHO, 1969; FAO/WHO, 2003).

O znaczeniu właściwe prowadzonego i nadzorowanego procesu sterylizacji cieplnej świadczy fakt, że uwarunkowania jego przebiegu i nadzoru są przedmiotem uregulowań prawnych w Unii Europejskiej a uznanym standardem na skalę światową są przepisy prawa amerykańskiego (Code of Federal Regulation, 2014; Dz.U. 139, 2004).

Skuteczność procesów sterylizacji cieplnej określa się m.in. na podstawie: (Department of Health, 2000; Kołodziejski i Pawlikowski, 2005; Wedding, 2007):

- 1) badań mikrobiologicznych;
- 2) inkubacji laboratoryjnych (ang. laboratory incubation) i inkubacji masowych (ang. bulk incubation);
- 3) badań na określonych szczepach bakterii (ang. inoculated pack studies)

4) testów dystrybucji temperatury (ang. temperature distribution studies) i testów penetracji ciepła (ang. heat penetration studies).

Testy dystrybucji temperatury (TDT) prowadzi się w celu ustalenia rozkładu temperatur w przestrzeni zbiornika roboczego autoklawu. Na podstawie tych testów ustala się najwolniej ogrzewające się punkty (strefy autoklawu) w trakcie procesu sterylizacji cieplnej. Testy te służą także potwierdzeniu tego czy różnice temperatur medium grzejącego w zbiorniku autoklawu są zgodne z przyjętymi założeniami technicznymi (Institute for Thermal Processing Specialists, 2014; Department of Health, 2000; Kołodziejski i Pawlikowski 2005; Tesco requirements for suppliers, 2013).

Testy penetracji ciepła (HPT) prowadzi się w celu wyznaczenia zmian temperatury w funkcji czasu w najwolniej ogrzewającej się strefie produktu (nie zawsze jest to centrum geometryczne produktu). Na tej podstawie wyliczana jest wartość sterylizacyjna  $F_0$ , która jest wyznacznikiem sterylności handlowej produktu poddanego działaniu zadanej temperatury w określonym czasie przy danym ciśnieniu. Konserwy pomiarowe użyte w teście penetracji ciepła znajdują się w najzimniejszych strefach autoklawu wyznaczonych na podstawie testów dystrybucji ciepła (Institute for Thermal Processing Specialists, 2014; Department of Health, 2000; Kołodziejski i Pawlikowski 2005; Tesco requirements for suppliers, 2013).

Wskaźnikiem określającym skuteczność inaktywacji mikroorganizmów w procesie cieplnej sterylizacji jest tzw. wartość sterylizacyjna. Wartość sterylizacyjną procesu cieplnej sterylizacji w temperaturze referencyjnej  $T_r = 121,1^\circ\text{C}$  ( $250^\circ\text{F}$ ), oznacza się symbolem  $F_0$ , jako jednostkę  $F_0=1$ , przyjęto działanie temperatury referencyjnej  $T_r = 121,1^\circ\text{C}$  ( $250^\circ\text{F}$ ) w czasie 1 minuty (Ziembra, 1993).

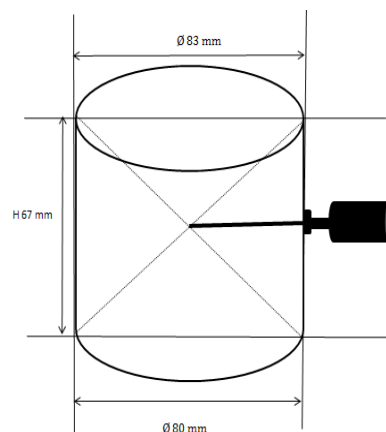
## Cel badań

Celem przeprowadzonych badań była ocena przebiegu procesu cieplnej sterylizacji konserw rybnych typu sałatka. Testy penetracji ciepła posłużyły do wyznaczenia krzywych zmian temperatur w centrum geometrycznym produktu i zbadania wpływu lokalizacji produktu w koszu sterylizacyjnym na końcową wartość sterylizacyjną  $F_0$ .

## Materiał i metoda

Materiałem badawczym były konserwy o charakterze rozdrobnionych mas: paprykarz szczeciński i sałatka rybna, zamknięte hermetycznie w cylindrycznych, stalowych, puszkach o pojemności 330 ml. Kształt i wymiary opakowania oraz lokalizację czujnika pomiarowego w produkcie przedstawia rysunek 1. Procedura wprowadzania czujnika do puszki była następująca: (1) wykonanie otworu w połowie wysokości pobocznic puszki, średnica otworu odpowiednia do zamontowania przepustu otwartego pozwalającego na szczelne wprowadzenie czujnika pomiarowego do wnętrza opakowania; (2) dobór elementu dystansującego długość czujnika pomiarowego wprowadzonego do wnętrza opakowania, tak, aby długość ta była równa połowie średnicy opakowania; (3) umieszczenie elementu dystansującego na czujniku pomiarowym; (4) wprowadzenie czujnika do wnętrza opakowania poprzez przepust otwarty

i szczelne dokręcenie gwintu czujnika pomiarowego oraz elementu dystansującego z przepustem otwartym uszczelnionym uszczelką silikonową.



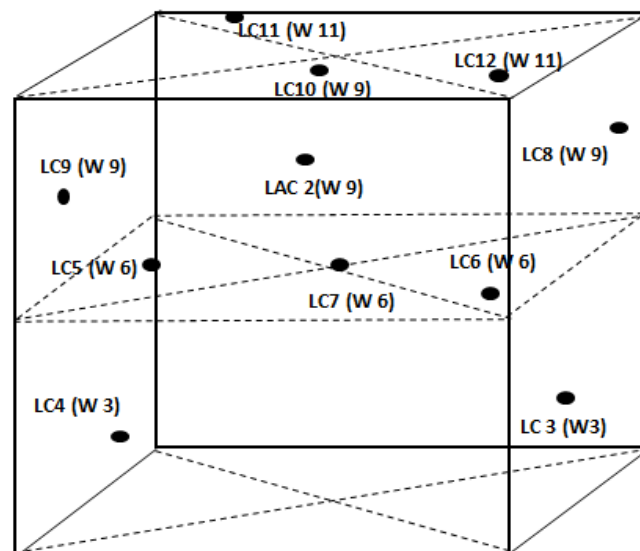
Rys. 1. Kształt i wymiar opakowania oraz lokalizacja czujnika pomiarowego w produkcie

Fig. 1. Can shape and dimensions and data loggers localization in the product

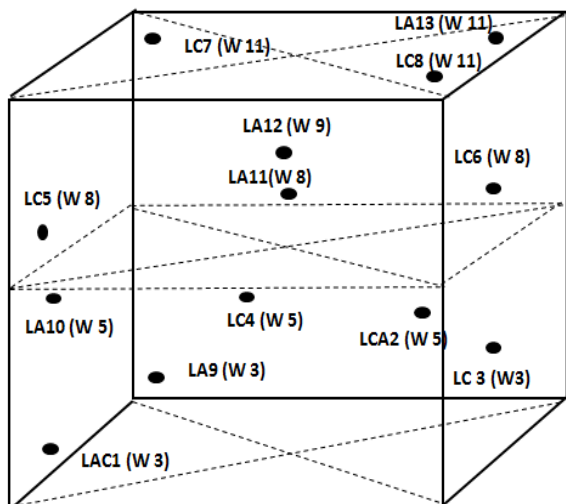
Badanie penetracji ciepła w warunkach przemysłowych przeprowadzono w jednym ze skrajnych autoklawów wodno – natryskowych (ang. water spray retorts) w baterii składającej się z czterech autoklawów. Takie usytuowanie autoklawu powoduje najmniej korzystne warunki dostawy energii cieplnej służącej do ogrzewania wody obiegowej w autoklawie (pary).

Rysunek 2 wskazuje lokalizację testowych konserw z czujnikami w koszu sterylizacyjnym w teście nr 1 i nr 2. Puszki z produktem ułożone były na perforowanych przekładkach. W koszu sterylizacyjnym znajdowało się 12 warstw puszek z produktem przedzielonych perforowanymi przekładkami. Na każdej przekładce perforowanej ułożone były 144 puszki z badanym produktem. Na podstawie testu dystrybucji temperatury ustalono, że najwolniej ogrzewająca się strefa znajduje się w przedniej części zbiornika autoklawu. Rysunek 3 wskazuje lokalizację kosza sterylizacyjnego z czujnikami w czasie testowanego procesu cieplnego.

## TEST NR 1 - Paprykarz szczeciński

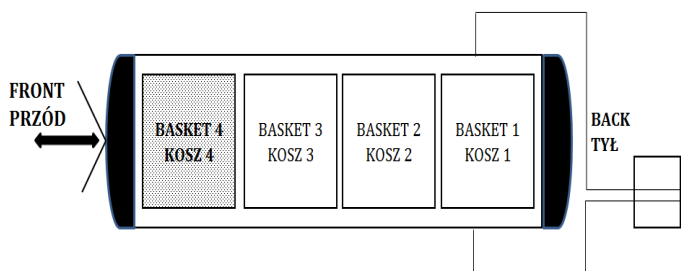


**TEST NR 2 - Sałatka rybna**



Rys. 2. Usytuowanie konserw pomiarowych w poszczególnych warstwach od dna kosza sterylizacyjnego

Fig. 2. Product with data loggers localization on each dividers from the bottom to the top of the basket



Rys. 3. Lokalizacja kosza z testowanymi konserwami z czujnikami

Fig. 3. Basket with cans and data loggers localization

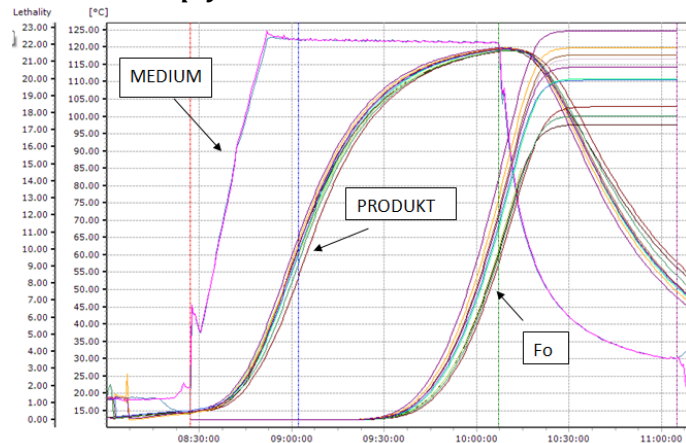
Badanie procesu sterylizacji cieplej dla konserw rybnych prowadzono w temperaturze sterylizacji właściwej 121°C w czasie 65 minut.

Przyrządem pomiarowym był mikroprocesorowy miernik temperatury firmy ELLAB A/S w skład którego wchodziło: 13 czujników pomiarowych (PT 1000) w tym dwa z podwójnymi punktami pomiaru, stacja odczytu i zapisu danych TrackSense Pro Multi VAL oraz oprogramowanie ValSuite ver. 3.1, umożliwiające archiwizację danych pomiarowych (data logger) oraz automatyczne naliczanie narastających wartości sterylizacyjnych,  $F_0$  (ang.  $F_0$ -value integrator) według metody ogólnej (ang. General Method).

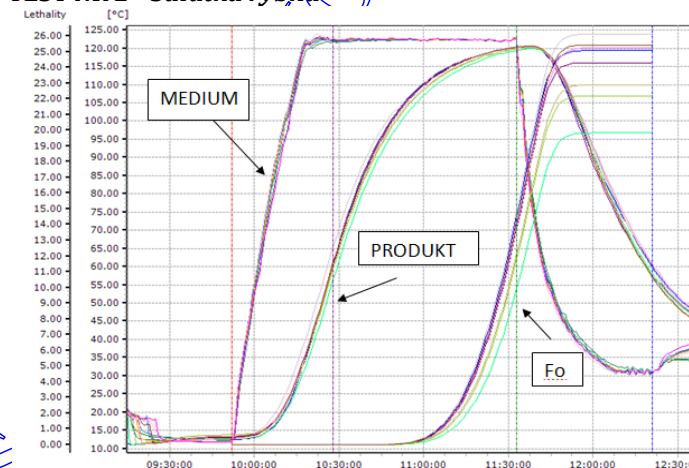
**Wyniki**

Rysunek 4 prezentuje przebiegi krzywych zmian temperatury i wartości sterylizacyjnej  $F_0$  w badanych konserwach usytuowanych w określonych warstwach kosza sterylizacyjnego oraz zmian temperatury wody obiegowej w teście nr 1 i nr 2.

**TEST NR 1 - Paprykarz szczeciński**



**TEST NR 2 - Sałatka rybna**



Rys. 4. Krzywe zmian temperatury w konserwie w czasie

Fig. 4. Time and temperature profile of canned food

Tabela 1 prezentuje zestawienie zmierzonych wartości sterylizacyjnych dla konserw w teście nr 1 i nr 2.

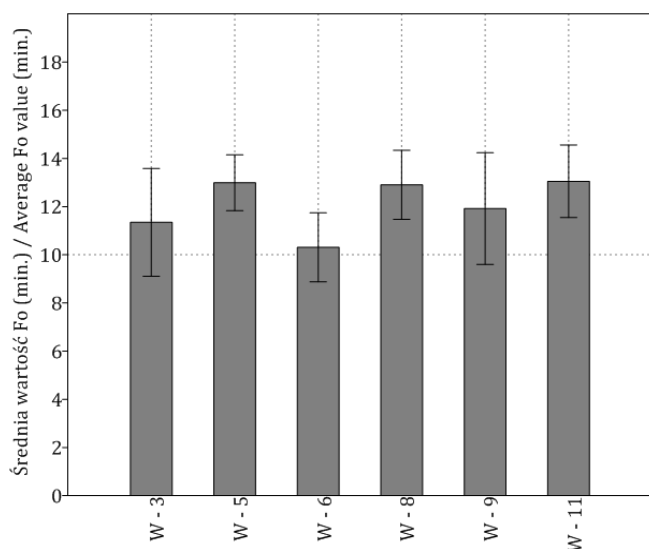
Tabela 1. Wartości sterylizacyjne  $F_0$  dla testu nr 1 i 2

Table 1.  $F_0$  value for run 1 and 2

Kolejna warstwa w koszu sterylizacyjnym	Wartość sterylizacyjna $F_0$ (min.)		
	TEST NR 1	TEST NR 2	$F_{0\text{sr}}$
3	11,12	9,98	11,35
	9,71	14,58	
5	---	12,17	12,99
	---	13,81	
6	9,91	---	10,31
	11,9	---	
8	9,12	---	12,91
	---	13,92	
9	---	11,89	11,92
	9,51	---	
11	14,13	---	13,05
	12,12	---	
	12,9	14,98	
	11,38	14,13	
	11,87	---	
$R (F_{0\text{max}} - F_{0\text{min}})$	5,01	5,00	2,74
$F_{0\text{sr}}$	11,24	13,18	12,09
Odchylenie standardowe	1,56	1,69	1,11
Współczynnik zmienności	13,90%	12,80%	9,18%

Badania wykazały, że średnie wartości sterylizacyjne  $F_0$  dla konserw pomiarowych z czujnikami usytuowanych w poszczególnych warstwach konserw w koszu sterylizacyjnym były zróżnicowane. Rozstęp między średnią najwyższą a średnią najniższą wartością sterylizacyjną  $F_0$  konserw pomiarowych dla sumy dwóch testów wyniósł 2,74 min (rys. 5).

Najniższą wartość sterylizacyjną  $F_0$  9,12 min. na koniec etapu sterylizacji właściwej w teście nr 1 odnotowano dla jednej z 3 badanych konserw rybnych w warstwie 6. W teście nr 2 na koniec etapu sterylizacji właściwej najniższą wartość sterylizacyjną  $F_0$  9,98 min. odnotowano w jednej z 2 badanych konserw w warstwie 3. Analizując średnie wartości sterylizacyjne  $F_0$  na koniec etapu sterylizacji właściwej konserw usytuowanych w kolejnych warstwach w koszu można zauważyć, że jej średnia wartość dla konserw z warstw 3, 5 i 6 ( $F_0 = 11,55$  min.) jest niższa niż jej średnia dla konserw z warstw 8, 9 i 11 ( $F_0 = 12,63$  min.). Oznacza to, iż w dolnej połowie kosza sterylizacyjnego były gorsze warunki wymiany ciepła niż w górnej połowie.



Rys. 5. Średnia wartość sterylizacyjna  $F_0$  dla konserw pomiarowych w poszczególnych warstwach w koszu sterylizacyjnym

Fig. 5. Average  $F_0$  value for cans on each dividers in sterilization basket

Zmierzone wartości sterylizacyjne  $F_0$  na koniec etapu sterylizacji właściwej spełniają warunek tzw. sterylności handlowej,  $F_0 > 6$  min. ustalony dla konserw rybnych sterylizowanych w warunkach przemysłowych (Kołodziejcki i Pawlikowski 2005; Tesco requirements for suppliers, 2013; Guidelines for the safe production (...), 1994.)

## Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań penetracji ciepła w procesach cieplnej sterylizacji konserw w warunkach przemysłowych sformułowane zostały następujące wnioski:

1) Testy penetracji ciepła pozwalają wyznaczyć wartość sterylizacyjną  $F_0$  w konserwach rybnych podczas sterylizacji

cieplnej i ustalić czy zadany proces obróbki cieplnej (ang. schedule process) jest wystarczający do uzyskania sterylności handlowej produktu.

2) Badanie procesu sterylizacji cieplnej w temperaturze 121°C i w czasie 65 min. wykonane dla dwóch rodzajów konserw rybnych potwierdziły, że proces ten jest wystarczający do uzyskania sterylności handlowej produktów w opakowaniu o pojemności 330 ml.

3) Wykazano, że wartość sterylizacyjna  $F_0$  zależy od lokalizacji produktu w koszu sterylizacyjnym, a rozstęp między najwyższą i najniższą wartością sterylizacyjną  $F_0$  w teście 1 wyniósł 5,01 minut a w teście 2 - 5,0 min. Uzyskane wyniki są potwierdzeniem, że oba procesy przebiegające w przemysłowych warunkach były powtarzalne.

## Bibliografia

- Code of Federal Regulation Title 21 Food and Drug Part 113. (2014). *Thermally processed low - acid foods packaged in hermetically sealed containers*. Revised as of April, 1.
- Downing, D.L. (1996). *A complete course in canning. Book I Fundamental information on canning*. Maryland: Publication of CTI Publications Inc., ISBN 0-930027-25-6.
- FAO/WHO, (2003). *General principles of food hygiene*. CAC/RCP 1-1969, Rev. 2., Rome.
- FAO/WHO, 1993. *Recommended international code of hygienic practice for low and acidified low acid canned foods*. CAC/RCP 23-1979, Rev. 2. Rome.
- Institute for Thermal Processing Specialists. (2014). *Guidelines for conducting thermal process studies*. Guelph.
- Department of Health. (2000). *Guidelines for the safe production of heat preserved foods*. London: HMSO, ISBN 0-11-321801-X.
- Kołodziejcki, W., Pawlikowski, B. (2005). *Przemysłowa sterylizacja konserw rybnych*. Gdynia: Morski Instytut Rybacki, ISBN 83-917532-7-1.
- Dz.U. 139. (2004). Rozporządzenie (WE) nr 852/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie higieny środków spożywczych.
- Dz.U. 139. (2004). Rozporządzenie (WE) nr 853/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. ustanawiające szczególne przepisy dotyczące higieny w odniesieniu do żywności pochodzenia zwierzęcego.
- Tesco requirements for suppliers. (2013). *Thermal (In Pack) Process*. No 82. Version 1. October.
- Wedding, L.M., Balestrini, C.G., Shafer, B.D. (2007). *Canned Food. Principles of Thermal Process Control, Acidification and Container Closure Evaluation*. Washington: GMA Science and Education Foundation, ISBN 978-0-937774-58-8.
- Ziemia, Z. (1993). *Podstawy cieplnego utrwalania żywności*. Warszawa: Wydawnictwo Naukowo - Techniczne, ISBN 83-204-1559-4.

**Agnieszka Leszczuk - Piankowska**  
GRAAL S.A., Dział Kontroli Jakości  
ul. Zachodnia 22, 84-200 Wejherowo  
e-mail: [a.leszczuk-piankowska@wp.pl](mailto:a.leszczuk-piankowska@wp.pl)