

ВІДГУК

офіційного опонента Луценко Марини Василівни
на дисертаційну роботу Лабейко Марини Анатоліївни
**«Технологія одержання і використання природних антиоксидантів із
вторинних продуктів олієжирових виробництв»,**
представлену на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук
за спеціальністю 05.18.06 – технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-
косметичних продуктів.

Актуальність теми. Олійножирова галузь – одна з найбільш розвинених в нашій країні. Проблеми окиснювального псування олій та жирів і раціонального використання вторинної сировини олійножирового виробництва відносять до числа пріоритетних в галузі. Враховуючи сумнівну безпеку синтетичних антиоксидантів, все більше науковців спрямовують свої дослідження у бік природних інгібіторів окиснення і на пошук нових джерел цих цінних сполук.

До переліку основних груп природних антиоксидантів можна віднести фосфоліпіди, токофероли,убіхінон, вітаміни групи А (ретиноли) і провітаміни групи А (α -, β -, γ -каротини), фенольні сполуки, а також кверцетин, аскорбінову кислоту та інші. Деякі з них, можна отримувати безпосередньо з їжею. Однак є сировина, яка містить велику кількість антиоксидантів, проте не є їстівною для людини. Тоді виникає потреба виділяти антиоксиданти з такої сировини, та додавати до харчових продуктів, або до складу ліків та біологічно активних добавок. Важливо враховувати економічну складову, тобто доцільність вилучення певного антиоксиданту з певного виду сировини.

В даній роботі науковий та практичний інтерес представляє вторинний продукт олійножирових виробництв – соняшниковий шрот, що є джерелом потужного антиоксиданту – хлорогенової кислоти (ХК), яка до того ж володіє широким спектром біологічної активності в організмі людини.

Україна належить до числа найбільших виробників та експортерів соняшnikової олії та шроту, але ХК в нашій країні не виробляють. Антиоксидантний потенціал шроту насіння соняшника визначається, головним

чином, вмістом фенольних сполук, таких як ХК (до 4 %). Перспективі використання соняшникового шроту як сировини для виробництва ХК сприяє його низька собівартість і відсутність у ньому токсичних і антипоживних речовин.

Отримання ХК із соняшникового шроту дозволяє вирішити одразу три задачі:

- виділення цінної природної сполуки з «вторинної» сировини;
- очищення соняшникового шроту від ХК, яка заважає використанню іншої цінної речовини шроту – соняшникового білку;
- раціоналізацію використання вторинних продуктів олійножирового виробництва, тобто наближення до безвідходного виробництва.

Наведені вище аспекти вказують на актуальність проведення досліджень стосовно отримання ХК із соняшникового шроту та розробки раціонального способу одержання нових природних антиоксидантів на основі вторинних продуктів олійножирової промисловості, що дозволить підвищити якість олійножирової продукції, терміни зберігання, і як наслідок її конкурентоспроможність на внутрішньому та світовому ринках.

Актуальність теми та вагомість результатів дисертаційної роботи підтверджується тим, що її виконували згідно плану проведення науково-дослідних робіт Українського науково-дослідного інституту олій та жирів (м. Харків) у рамках держбюджетних науково-дослідних робіт НААН України: «Фундаментальні засади одержання цінних природних речовин із вторинних продуктів олійножирової промисловості» (ДР № 0116U000092), в якій здобувач був відповідальним виконавцем усіх етапів, та «Дослідження процесів отримання білкових продуктів на підставі дослідження хімічного складу насіння соняшнику вітчизняної селекції та розробка теоретичних основ технології одержання різноманітних форм білкових продуктів» (ДР № 0111U005035), в якій здобувач був відповідальним виконавцем окремих етапів роботи.

Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих в дисертаційній роботі Лабейко Марини Анатоліївни є аргументовано високим й базується на достатньому аналізі науково-технічних джерел інформації за проблемою одержання нових природних антиоксидантів на основі вторинних продуктів олійножирової промисловості; аналізі, оцінці та порівнянні отриманих наукових результатів з результатами інших дослідників і якісному формулюванні отриманих висновків. Наукові дослідження виконано з використанням комплексу сучасних органолептичних, фізико-хімічних та математичних методів досліджень, відповідно підібраного програмного забезпечення.

Отримані результати підтверджують обґрунтованість наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих в дисертаційній роботі. Результати експериментальних і теоретичних досліджень доповідались та обговорювались на науково-технічних конференціях та опубліковані в наукових фахових виданнях.

Про достовірність результатів досліджень свідчить їх взаємоузгодженість, відповідність літературним даним, кореляція теоретичних розрахунків з результатами експериментальних досліджень і позитивні результати дослідно-промислових випробувань.

На ХК, отриману із соняшникового шроту за розробленою технологією, підготовлено та узгоджено відповідний проект технічних умов ТУ У 20.14.33-00334882:001-2020 «Кислота хлорогенова. Технічні умови».

До основних нових наукових результатів дисертації слід віднести наступне:

– вперше науково обґрунтовано технологічні прийоми щодо вибору екстрагента ХК (60%-вого етилового спирту), способу екстрагування, а також очищення спиртових екстрактів від жирових домішок за допомогою промивання хлороформом, що дозволило підвищити вихід, збільшити вміст основної речовини – ХК та знизити собівартість цільового продукту;

– вперше експериментально та шляхом апроксимаційного моделювання обґрунтовано удосконалення методики кількісного визначення ХК, яка

відрізняється умовами пробопідготовки і титрування, що дозволило скоротити тривалість та підвищити якість проведення аналізу;

- вперше визначено раціональні параметри екстрагування ХК із соняшникового шроту 60%-вим етиловим спиртом з використанням апроксимаційного поліному, що дозволило підвищити ступінь вилучення ХК;

- вперше з використанням методу диференційної скануючої калориметрії встановлено закономірності плавлення кристалічних форм ХК, що дозволило на основі фазових переходів визначити склад (вміст основної речовини – ХК) отриманого антиоксиданту;

- вперше виявлено антиоксидантну та антибактеріальну дію водного розчину ХК у складі емульсії щодо дисперсної неполярної фази (соняшnikової олії), що дозволило використовувати виявлені властивості ХК у складі комбінованих жирових продуктів емульсійного типу.

Значимість отриманих результатів для науки і практичного використання.

Наукове значення отриманих результатів полягає у систематизації та узагальненні наукових знань щодо технології отримання ХК із соняшникового шроту, а також розвитку наукового напрямку – одержання кристалічного продукту (ХК) і підтвердження його антиоксидантної та антибактеріальної дії. Дослідження за вказаним науковим напрямком виконано на кафедрі технології жирів та продуктів бродіння Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» Міністерства освіти і науки України, а також у відділі досліджень технології переробки олій та жирів Українського науково-дослідного інституту олій та жирів Національної академії аграрних наук України, м. Харків.

Практична значимість одержаних результатів для олійножирової галузі полягає в удосконаленні технології кваліфікованого використання вторинного продукту олійножирового виробництва – соняшникового шроту, яка передбачає вилучення із нього ефективного антиоксиданту (ХК), що дозволило наблизитися до безвідходної переробки насіння соняшнику.

Результати дисертаційної роботи апробовано в умовах ТОВ «Ново-Водолажський Масло-Жировий Комбінат». Отриманий зразок ХК використано під час випуску виробничої партії майонезу «Провансаль».

Крім того, результати дисертаційної роботи використовують в навчальному процесі кафедри технології жирів та продуктів бродіння НТУ «ХП».

Повнота викладення результатів досліджень в опублікованих працях.

Основні положення та результати дисертаційної роботи достатньо повно опубліковані в 15 наукових працях, з них: 6 статей у наукових фахових виданнях України, 1 – в іноземному періодичному виданні, 1 – у галузевому виданні України, 7 – у матеріалах конференцій. У цілому, рівень і кількість публікацій та апробації матеріалів дисертації на конференціях повністю відповідають вимогам МОН України.

Оцінка змісту дисертаційної роботи

Дисертаційна робота Лабейко Марини Анатоліївни складається з анотації та списку публікацій здобувача на двох мовах, вступу, шести розділів, висновків та 9 додатків.

У вступі обґрунтовано актуальність та доцільність обраної тематики дисертаційної роботи, сформульовано її мету і задачі, визначено об'єкт, предмет і методи дослідження, наукову новизну та практичне значення роботи. Наведено відомості щодо апробації роботи і публікацій, зазначений особистий внесок здобувача.

У першому розділі виконано аналіз науково-технічних та патентних джерел інформації щодо методів та технологій отримання ХК; надано класифікацію природних антиоксидантів та механізми їх дії в реакціях пероксидного окиснення; обґрунтовано можливість використання соняшникового шроту як сировини для вилучення природного антиоксиданту – ХК та виробництва соняшникового білку. Зазначено особливості існуючих способів отримання ХК з рослинної сировини та методів її визначення, виявлено їх недоліки. На основі аналізу науково-технічних та патентних джерел інформації визначено основні напрямки досліджень дисертаційної роботи.

У другому розділі розроблено загальну схему досліджень, наведено перелік та характеристики основних і допоміжних матеріалів, методики проведення експериментів та аналізів одержаних продуктів, а також алгоритми обробки отриманих даних із зазначенням використаного обладнання.

Третій розділ присвячено обґрунтуванню удосконаленого методу кількісного визначення ХК у соняшниковому шроті. Досліджено ефективність ряду розчинників (ацетамід 5% у 80 % етиловому спирті; етиловий спирт 80%; етилацетат; натрієва сіль гліцину 5% у 80% етиловому спирті; диметилформамід; цетиловий спирт 5% у диметилформаміді; цетиловий спирт, 100%) щодо можливості екстрагування ХК із соняшникового шроту. Досліджено кінетику екстрагування ХК із соняшникового шроту водним розчином етилового спирту з концентрацією 80 %.

У четвертому розділі наведено результати експериментальних досліджень технології отримання кристалічної ХК із шроту насіння соняшнику: розглянуто адаптування методу кількісного визначення ХК у соняшниковому шроті до методу вилучення ХК з вторинної олійної сировини. Визначено залежності між ступенем вилучення ХК із соняшникового шроту і технологічними параметрами екстрагування, а також вплив способу екстрагування на ефективність вилучення ХК. Досліджено вплив процесу очищення спиртового екстракту ХК від домішок на вихід кристалічного продукту, а також наведено результати досліджень щодо ідентифікації отриманих зразків ХК методами диференційної скануючої калориметрії, інфрачервоної спектроскопії та високоефективної рідинної хроматографії.

П'ятий розділ присвячено дослідженням антиокиснювальних та антибактеріальних властивостей ХК у складі модельної суміші «вода-олія соняшникова», а також можливості використання одержаного продукту, як консерванту в майонезі «Провансаль».

У шостому розділі представлено розроблену технологічну схему отримання ХК із соняшникового шроту та наведено економічне обґрунтування доцільності одержаного антиоксиданту.

Висновки до розділів та за результатами роботи сформульовані достатньо чітко та відповідають змісту дисертаційної роботи.

Список використаних джерел досить повний і охоплює сучасні вітчизняні та зарубіжні публікації із 227 найменувань, серед яких 88 – англomовні.

Ідентичність змісту автореферату основним положенням дисертації.

Зміст автореферату відображає основний зміст дисертації та достатньо повно розкриває внесок здобувача в наукові результати та практичну цінність роботи.

Дисертація являє собою одноособово створену кваліфікаційну наукову працю, що містить сукупність результатів наукових положень, виставлених автором для публічного захисту, має внутрішню єдність і свідчить про особистий внесок автора в науку.

Тематика досліджень відповідає паспорту спеціальності 05.18.06 – технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-косметичних продуктів. Наведені результати визначають технічне спрямування дисертаційної роботи.

Недоліки та зауваження до роботи та автореферату:

1. В анотації роботи (с. 3, 4) не вказано який саме екстрагент використано для процесу екстрагування хлорогенової кислоти із соняшникового шроту наважкою 100 г з метою отримання кристалічного продукту. Також не вказано який спиртовий розчин використано для експериментального доведення ефективності проведення процесу фільтрування шроту.

2. Здобувач використовує такі терміни як «дешевий вторинний продукт – шрот», а також «соняшниковий шрот, який в нашій країні виробляється у великій кількості» – бажано було б навести об'єми виробництва та ціну шроту на момент написання роботи.

3. У першому розділі дисертаційної роботи доцільно було б приділити більшу увагу методам визначення та виділення хлорогенової кислоти (с. 32-33), а також її властивостям як природного антиоксиданту для клітин організму людини і її використанню у складі біологічно-активних добавок.

4. В другому розділі не вказана назва методики визначення масової частки сирової клітковини в перерахунку на абсолютно суху речовину.

5. В третьому розділі (с. 67) наведено результати визначення ступеню вилучення хлорогенової кислоти із соняшникового шроту різними розчинниками – в таблиці 3.1 вказані значення «Ступінь вилучення ХК, %». Не зрозуміло цей відсоток від чого – загального вмісту хлорогенової кислоти у шроті? Тобто за даним методом можливо вилучити лише 0,68 – 2,93 % хлорогенової кислоти від 100 % її вмісту в соняшниковому шроті?

6. В таблиці 4.2 – Визначення значимості коефіцієнтів рівняння регресії залежності ступеня вилучення ХК із соняшникового шроту від параметрів процесу: не зрозумілий «коефіцієнт рівняння регресії ...» – *Intercept* (інші два – гідромодуль і час).

7. Дані залежностей ступеня вилучення ХК від кількості спиртового розчину для промивання, наведені в таблиці 4.4 (с.88) в повній мірі дублює гістограма, що зображена на рис. 4.3 (с. 89). Раціонально було б залишити або рисунок, або таблицю.

8. Здобувачем експериментально розроблено процес отримання кристалічної ХК із спиртового екстракту, схему якого наведено на с. 93. Не зрозуміло як саме було визначено ГМ=1:0,5 і які це рідини? Зазначено, що раціональна залишкова кількість розчинника після упарювання спиртового екстракту ХК складає 10% від вихідної кількості, однак у другому розділі немає відомостей щодо лабораторного обладнання, за допомогою якого здійснювали упарювання. Також функціональна схема ілюструє, що на стадії видалення жирових домішок здійснюється 3 промивання відповідним екстрагентом, однак в описанні цього методу на стор. 92 вказаної інформації немає і не зрозуміло, яким чином визначено раціональну кількість промивань.

9. Діаграми диференційної скануючої калориметрії (ДСК), наведені на рисунках 4.6-4.9 (с. 98-104) ілюструють процеси плавлення зразків фракцій отриманих продуктів з утворенням відповідних піків. Було б зручніше аналізувати діаграми, якщо б позначення ключових точок піків були наведені на усіх графіках, а не тільки на рис. 4.6.

10. Зазначено, що вилучення білкових домішок здійснювали за допомогою соляної кислоти концентрованої або розчину з масовою долею 10%, але не обгрунтовано вибір саме цієї концентрації розчину.

11. У п'ятому розділі наведено експериментальні дані щодо перевірки антиоксидантних властивостей отриманого зразку хлорогенової кислоти у складі основи майонезу – модельної суміші «вода-олія соняшникова». Дослідження проводили у порівнянні з контрольним зразком – модельною сумішшю без додавання хлорогенової кислоти (с. 116-117). Однак бажано було провести також дослідження щодо порівняння антиоксидантної здатності отриманого продукту та відомих промислових антиокислювачів у складі представленої модельної суміші.

12. Аналізуючи технологічну схему, зображену на рис. 6.1 (с. 123) слід зазначити, що назви та позначення апаратів наведено дуже дрібним шрифтом, що ускладнює аналіз технологічної схеми. Особливо це стосується автореферату. В описанні схеми (с. 124) вказано, що з ємності поз. Є2 подається концентрована соляна (або знову ж таки розчин соляної кислоти з концентрацією 10%) до утворення значення pH середовища 4,0-4,1 (або 1 в іншому змішувачі), але не пояснено як контролюють цей процес (можливо якимось приладом)?

13. Додаток В має назву «Хроматограми ВЕЖХ контрольного та зразків фракцій отриманих продуктів», а в самому додатку наведені рисунки з підписами: «Хроматограми ВЕРХ....(зразків)» – недолік перекладу.

В цілому, вказані зауваження не впливають на загальну позитивну оцінку виконаної роботи.

ВИСНОВОК

Дисертаційна робота Лабейко Марини Анатоліївни виконана на рівні вимог до кандидатських дисертацій у відповідності до п.п. 9, 11,12“Порядку присудження наукових ступенів”, затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24 липня 2013 року №567. Вона містить результати проведених автором досліджень та отримані науково обґрунтовані висновки, які в сукупності розв'язують конкретну науково-практичну задачу в галузі технічних наук – наукового обґрунтування технології одержання і використання природних антиоксидантів із вторинних продуктів олійножирових виробництв.

На основі вище зазначеного можна зробити висновок про те, що **Лабейко Марина Анатоліївна** заслуговує присудження їй наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.18.06 – технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-косметичних продуктів.

Офіційний опонент

кандидат технічних наук, доцент

інженер-технолог

ТОВ «ДЕСНАЛЕНД»

«09» квітня 2021р.

М.В. Луценко

особистий підпис к.т.н., доц. Луценко М.В.

засвідчую

директор ТОВ «ДЕСНАЛЕНД»



Кургалін С.М.