

ВІДГУК

офіційного опонента на дисертацію Левчук Ірини Володимирівни
**«Науково-методологічні основи удосконалення технохімічного контролю
сировини і готової продукції олійножирових виробництв»**,

представленої до захисту на здобуття наукового ступеня доктора
технічних наук за спеціальністю 05.18.06 - Технологія жирів, ефірних масел і
парфумерно-косметичних продуктів

На відгук представлено рукопис дисертації, викладеної на 294 сторінках, у
тому числі 72 рисунки за текстом, 46 таблиць за текстом, список використаних
джерел із 342 найменувань на 33 сторінках, додатки оформлено у вигляді
окремого тому на 269 сторінках.

Актуальність роботи.

Метою дисертаційної роботи є створення системи науково
обґрунтованих інструментальних методів визначення показників складу, якості
та безпеки сировини і готової продукції олійножирових підприємств. Обраний
дисертантом напрям наукового дослідження є актуальними внаслідок
постійного розширення контрольованих забруднювачів олій, жирів та
жировмісних продуктів, яке вимагає суттєвого удосконалення та розробки
нових методів визначення сторонніх сполук. З кожним роком створення
ефективної системи технологічного моніторингу показників складу, якості та
безпеки для олійножирових виробництв стає все більш складною і
багатоплановою науково-технічною задачею. Саме дисертаційна Левчук І.В. і
вирішує вказану, надзвичайно важливу науково-прикладну проблему шляхом
розроблення нових сучасних науково-обґрунтованих схем технохімічного
контролю сировини та олійножирової продукції.

Про актуальність наукового дослідження свідчить і його широка апробація
на міжнародних конференціях і семінарах. Актуальність роботи також

підтверджується активною участю дисертанта у виконанні держбюджетних науково-дослідних тематик.

Наукова новизна отриманих результатів.

Дисертаційна робота відповідає існуючим вимогам за критерієм наукової новизни отриманих результатів та полягає у застосуванні системного підходу для створення науково-методологічних основ удосконалення сучасних схем технохімічного контролю сировини і готової продукції з врахуванням міжнародних вимог до якості і безпеки харчових продуктів.

Дисертантом вперше:

- застосовано системний підхід для рішення наукових задач з розробки методів контролю складу, якості та безпеки жирової сировини і продуктів її переробки впродовж технологічного циклу виробництва на підприємствах галузі;

- створено систему ідентифікації та виявлення фальсифікації олій на основі комплексного визначення жирнокислотного, ацилгліцерольного та стеролового складу купажів соняшникової олії з домішкою курячого жиру;

- виявлено ступінь забрудненості олії пестицидами залежно від їх полярності та олійності сировини, удосконалено метод визначення пестицидів за умови сумісної присутності металаксилу та імідаклоприду;

- на основі встановлення вмісту канцерогенного бенз(а)пірену в нерафінованій олії як тестової речовини по відношенню до суми чотирьох поліароматичних вуглеводнів (бенз(а)нтрацен, бенз(а)флуорантрен, хризен, бенз(а)пірен) виявлено суттєвий вплив технологічних режимів сушіння і активного вентилявання насіння соняшнику на адсорбцію поліциклічних ароматичних вуглеводнів;

- визначено ефективні технологічні умови твердофазної екстракції та можливість визначення фталатів методом газорідинної хромато-маспектроскопії для виявлення закономірностей процесу міграції фталатів з

пакувального матеріалу в соняшникову олію, встановлено ефективні технологічні параметри твердофазної екстракції та хроматографічного розділення цих сполук.

Дістало подальшого розвитку:

- удосконалення стандартизованого методу визначення воскоподібних речовин в оліях;
- удосконалення методів дослідження багатокomпонентної суміші пестицидів різних хімічних груп;
- обґрунтування методу кількісного визначення антрацену, хризену, флуарантену і бенз(а)пірену та його гармонізація з міжнародними вимогами;
- удосконалення та гармонізація з міжнародними стандартами методу визначення мінеральних олив у соняшниковій олії;
- обґрунтування придатності методів високоефективної рідинної хроматографії та капілярного електрофорезу для визначення харчових добавок в емульсійних жирових продуктах.

Новизну теоретичних і технічних рішень дисертаційної роботи захищено 6-ма патентами України, із них 2-ма патентами України на винахід.

Ступінь обґрунтованості наукових положень та рекомендації, їх достовірність сформульовано в дисертаційній роботі.

Наукові положення висновки та рекомендації, що сформульовані у дисертаційній роботі, базуються на експериментальному матеріалі, одержаному за допомогою фізико-хімічних методів дослідження. Автором використано статистичні методи і сучасну обчислювальну техніку з пакетами прикладних програм при створенні математичних моделей та обробці експериментального матеріалу. Достовірність положень дисертаційної роботи перевірено практикою їх використання, в тому числі в умовах діючого виробництва, що підтверджено відповідними актами впровадження. Все це дає підставу стверджувати, що нові

результати досліджень, які автор виносить на захист, є надійними, достовірними і не носять випадкового характеру.

Практичне значення одержаних результатів:

- створено комплекс сучасних методів визначення показників складу, якості і безпеки сировини та готової продукції для розробки схем технохімічного контролю, які супроводжують технологічний процес;

- впроваджено програми міжлабораторних порівнянь результатів вимірювань як елементів загальної системи контролю показників якості і безпеки сировини і готової продукції;

- розроблено метод вимірювання масової частки хлорорганічних пестицидів у маргарині та жирах методом газорідинної хроматографії;

- розроблено три національні стандарти ДСТУ 4689 «Продукти харчові. Методи визначення масової частки бенз(а)пірену», ДСТУ4602 «Олії. Методи визначення воскоподібних речовин», ДСТУ 7187-1 «Олії. Визначання вмісту олив. Частина 1. Метод готування проб, Частина 2. Аналізування»;

- результати дисертаційної роботи впроваджено на підприємстві ТОВ ТДВ «Укроліяпродукт» (м. Зіньків);

- результати досліджень використовуються в навчальному процесі для підготовки студентів та в науково-дослідній роботі аспірантів в технічних університетах України за спеціальністю «Харчові технології» спеціалізацією «Технологія жирів та жирозамінників» та під час стажування фахівців підприємств ТОВ «Терафут» (м. Тульчин), ТОВ ТДВ «Укроліяпродукт», (м. Зіньків) і спеціалістів олійножирової галузі на базі науково-методичної лабораторії хроматографічних досліджень ДП «Укрметртестстандарт».

Таким чином, практична значимість результатів, викладених у дисертації Левчук І.В., є достатньою для робіт такого роду.

Основний зміст роботи і аналіз змісту дисертації.

У вступі обґрунтовано вибір напрямку дослідження та його актуальність, сформульовано завдання, наведено наукову новизну і практичну значущість отриманих результатів, зазначено особистий внесок здобувача, відомості про апробацію та реалізацію результатів роботи, кількість публікацій.

В першому розділі – аналітичному огляді сучасного стану питання за темою дисертаційної роботи, наведено загальну характеристику харчових добавок, олій, жирів і жировмісних продуктів та методи їх кількісного та якісного визначення, класифікацію засобів захисту рослин хімічного походження (пестицидів), які є забруднювачами харчових продуктів (поліхлорованих біфенілів (ПХБ), поліциклічних ароматичних вуглеводнів (ПАВ), фталатів), розглянуто основні шляхи потрапляння пестицидів їх в олії, жири, жировмісні продукти та висвітлено проблему щодо визначення їх залишкової кількості. Наведено основні технологічні аспекти запровадження «Системи управління безпекою харчових продуктів» на олійножирових підприємствах як гарантії безпеки сировини і готової продукції, доведено необхідність удосконалення методів визначення мінеральних олів у соняшниковій олії та дослідження багатокомпонентної суміші пестицидів різних хімічних груп в частині підготовки проб методом твердофазного екстрагування та ін. Гармонізовано з міжнародними вимогами спосіб визначення поліароматичних вуглеводнів (ПАВ). Доведено необхідність створення науково обґрунтованих сучасних схем технохімконтролю сировини і готової продукції олійножирових виробництв.

В другому розділі показано, що розроблення сучасних нормативних матеріалів щодо методів визначення показників складу якості та безпеки олійножирової сировини та готової продукції, а також гармонізація національних стандартів з міжнародними потребують наукових досліджень на основі моніторингу виробничих та скринінгу експериментальних даних з використанням сучасних інструментальних методів. Наведено стандартизовані

методи та методики досліджень, описано експериментальні установки та їх технологічні параметри. Описано удосконалені здобувачем методи і методики. Обробку результатів експериментів здійснено методами математичної статистики із застосуванням сучасних програмних засобів.

Експериментальні дослідження виконано за допомогою сучасних інструментальних методів досліджень.

В третьому розділі висвітлено технологічні аспекти ідентифікації соняшникової олії на основі визначення жирнокислотного, ацилгліцеринового і стеролового складу, а також вмісту харчових добавок і воскоподібних речовин у жирових субстратах. Доведено можливість використання методів визначення жирнокислотного, ацилгліцеринового і складу стеринової фракції для виявлення фальсифікації соняшникової олії курячим жиром. Встановлено, що для встановлення факту фальсифікації основним є метод визначення складу стеринової фракції, а додатковим – метод визначення індивідуального ацилгліцеринового складу. Доведено, що метод визначення стеролового складу є також дієвим для ідентифікації амарантової олії. Удосконалений метод визначення мінеральних олив у рослинних оліях відповідає міжнародним вимогам, а його застосування гарантує якість експортної соняшникової олії за умови контролювання цього показника під час техноіміконтролю готової продукції. Експериментальним шляхом підібрано адсорбент та умови елюювання восків скрізь колонку, властивості якого не залежать від дії прямих сонячних променів. Показано, що удосконалений метод визначення воскоподібних речовин є достовірним і може бути рекомендованим для техноіміконтролю сировини і готової продукції у виробництві рафінованих олій. Встановлено, що застосування методу ВЕРХ для визначення консервантів у олійножировмісних продуктах потребує складної пробопідготовки, але він є достовірним і має широкий діапазон вимірювання бензойної та сорбінової кислот, тому може бути рекомендованим для застосування у схемах техноіміконтролю маргаринів, спредів, майонезів.

В четвертому розділі наведено результати експериментальних досліджень багатокомпонентних сумішей пестицидів різних класів та процесу розподілу неонікотиноїдів і феніламідів в насінні соняшнику та продуктах його переробки. Розроблено метод визначення пестицидів за їх сумісної присутності. Удосконалено методику вимірювання масової частки хлорорганічних, фосфорорганічних пестицидів, синтетичних пиретроїдів, симм-треазині у харчових продуктах та сировині за їх спільної присутності методом газорідинної хроматографії.

Підтверджено технологічні умови хроматографічного розділення металаксилу. Доведено необхідність здійснення моніторингу пестицидів методом скринінгу з використанням газорідинної хроматографії з мас-селективним детектуванням з подальшою ідентифікацією компонентного складу та кількісного визначення пестицидів. Встановлено відповідність розробленої методики вимірювання масової частки пестицидів в маргаринах та жирах методом газорідинної хроматографії для хроматографа Agilent 7890 з електронно-захватним детектором діючій законодавчій базі.

Вперше запропоновано спосіб очищення екстрактів матриць при хроматографічному визначенні пестицидів, а саме твердофазне очищення екстрактів матриць на колонці з адсорбентом Florisil, який забезпечує поетапне елюювання сумішшю органічних розчинників.

В п'ятому розділі наведено результати теоретичного та експериментального узагальнення результатів технологічного моніторингу вмісту бенз(а)пірену та суми 4-х ПАВ у насінні та олії соняшнику.

Встановлено, що використання аналізатора Agilent 1200 за допомогою донорно-акцепторної хроматографії підвищує точність і достовірність результатів досліджень. За допомогою методу, гармонізованого з міжнародним стандартом, досліджено основні джерела накопичення бенз(а)пірену.

Підтверджено потрапляння канцерогенних ПАВ в насіння соняшника, рослинну олію та в харчові продукти через асфальтоване покриття підлоги,

використання неякісного палива, вирощування соняшника вздовж доріг, що доводить необхідність вивчення впливу умов вирощування, сушки, підсушування та переробки насіння соняшника з метою виявлення критичних точок, що надасть можливість зменшити вміст бенз(а)пірену в оліях та олійножировмісних продуктах.

В шостому розділі представлено результати досліджень з використанням методу газорідинної хроматомас-спектроскопії процесу міграції фталатів з ПЕТ-упаковки у фасовану соняшникову олію. За результатами дослідження встановлено фізичні небезпечні чинники та контрольні критичні точки за показниками безпеки з врахуванням хімічних чинників щодо конкретного олієжирового виробництва. Підібрано абсорбент та умови твердофазної екстракції для ефективного вилучення фталатів з рослинної олії. Доведено необхідність здійснення моніторингу вмісту фталатів в рослинних оліях під час техноімпортолізу.

В сьомому розділі сформульовано практичні рекомендації щодо використання результатів дисертаційного дослідження. Зокрема, доведено доцільність ідентифікації олій на основі визначення жирнокислотного, ацилгліцерольного та складу стерольної фракції, підтверджено можливість використання удосконаленого способу визначення мінеральних олив у соняшниковій олії під час контролювання вмісту олив у критичних точках контролю; обґрунтовано достовірність і доцільність застосування способу визначення харчових добавок (бензойної та сорбінової кислот) у жировмісних продуктах із залученням методу ВЕРХ з використанням його як підґрунтя для розробки відповідного національного стандарту.

Також доведено доцільність використання способів визначення пестицидів (імідаклоприду, металаксилу, поліхлорованих біфенілів) та поліароматичних вуглеводнів і фталатів з використанням методів ВЕРХ, ГРХ, ГРХ-МС, КЕ під час запровадження «Системи управління безпекою харчових продуктів» (НАССР) для одержання оперативної інформації в критичних точках контролю

щодо вмісту зазначених екоотоксикантів у насінні соняшнику, олії, корисних відходах (макусі, шроті), маргарині, майонезі та ін. олієжировмісних продуктах, в т.ч. фасованих в полімерну тару. Рекомендовано застосовувати способи визначення екоотоксикантів як наукову та методологічну складову майбутніх національних стандартів, гармонізованих з європейським законодавством, а розроблені методи аналізу (ВЕРХ, ГРХ, ГРХ-МС та ін.) – для оновлення нормативної бази олійножирової промисловості за напрямом «Методи визначення, правила приймання та відбору проб», а також для підвищення рівня гармонізації національних стандартів України;

Отже, у дисертаційній роботі вирішено важливу науково-прикладну проблему – створено науково обґрунтовані схеми технохімічного контролю показників складу, якості та безпеки сировини і готової продукції олійножирових виробництв та методологічні основи для удосконалення наявних та розробки нових ефективних методів з використанням виключно інструментальних способів дослідження.

Висновки до розділів та за результатами роботи логічно впливають з описаних результатів та відповідають змісту дисертаційної роботи.

Автореферат у повній мірі відображає зміст дисертації, містить необхідні дані про актуальність, характер роботи, її мету, наукову новизну, практичне значення, зв'язок роботи з науковими темами, апробацію, публікації та особистий внесок здобувача.

Повнота викладення результатів дисертації в опублікованих роботах.

Основні положення дисертаційної роботи повною мірою відображені в 45-ти наукових працях, у тому числі: 25-ти статтях у наукових виданнях України, 1 статті у закордонному періодичному науковому виданні, 2-х патентах України, 4-х патентах на корисну модель, 13-ти тезах матеріалів конференцій.

Зауваження та дискусійні положення.

1. З метою підсилення технологічної складової дисертаційної роботи, вважаю, що розроблені дисертантом та надзвичайно цінні для технологів олійножирових виробництв «Практичні рекомендації щодо удосконалення схем технохімічного контролю виробництва соняшникової олії, купажованих олій, маргаринів, спредів, майонезів та майонезних соусів», схему ідентифікації олій та жирів у ТХК початкової сировини, жиропереробного виробництва, схему хімічних небезпек олієжирових виробництв, забруднення шкідливими хімічними речовинами навколишнього та внутрішнього середовища сировини та готової продукції олієжирових виробництв, та інші технологічно вагомі схеми варто було б з відповідним обговоренням перенести із додатків в розділ 7 як кінцевий результат виконаних досліджень.

2. В обґрунтуванні актуальності роботи бажано було б навести посилання на прізвища науковців, які вже займалися розробкою або удосконаленням схем та методів технохімічного контролю сировини і готової продукції у харчовій, зокрема олійножировій промисловості.

3. Мету наукового дослідження, яка має окреслювати стратегію в одержанні нових знань про об'єкт та предмет дослідження, сформульовано не зовсім коректно.

4. У дисертаційній роботі не чітко формулювання наукової концепції та робочих гіпотез удосконалення технохімічного контролю сировини і готової продукції олійножирових підприємств.

5. Перелік умовних позначень наведено без врахування послідовності за алфавітом та мови оригінала.

6. У розділі 1 наведено доволі детальну характеристику окремих контамінантів суцільним текстом, без акцентування на окремі змістові фрагменти, що ускладнює сприйняття та аналіз наведеної інформації.

7. У підрозділі 1.2. обсягом 31 стор. наведено не тільки характеристику контамінантів, але й специфіку пробовідбору та застосування методів

визначення цих сполук, у той же час, технологічно важливі підрозділи 1.3, 1.4 та 1.5 викладено лише на 2-х стор. кожний. Також відсутні висновки за підрозділами 1.2, 1.3, 1.4.

8. У розділі 2 (стор. 99) слід було б зробити посилання на джерела інформації, де описано застосовані методи дослідження, у тому числі на відповідні нормативні документи. Там же, на стор. 104, відсутні посилання на класифікацію жирів.

9. Підрозділ 2.1 «Характеристика рослинних олій, тваринних і модифікованих жирів, жировмісних продуктів, що підлягали технологічному моніторингу» за сутністю наведеної інформації мав би бути наведений у розділі 1, оскільки містить порівняльний аналіз хімічного складу та особливостей застосування олій і жирів у харчовій промисловості і до методології проведення досліджень не має відношення.

10. У розділі 2 не виокремлено підрозділ щодо математичного моделювання та математико-статистичного оброблення результатів досліджень.

11. У розділі 2 відсутні посилання на виробників сировини та продукції олійножирових виробництв (як предмету дослідження) та на нормативні документи, відповідно до яких їх вироблено.

12. У розділі 3, табл. 3.1-3.4 результати дослідження наведено без математико-статистичного оброблення. Відсутній моніторинг щодо жирнокислотного, індивідуального ацилгліцеринового і стеринового курячого жиру різних виробників України.

13. На стор. 171 йдеться про одержані розрахункові формули сумарного ацилгліцеринового складу для всіх досліджених сумішей на основі пакетів прикладних програм Microsoft Office Excel, які дозволяють розрахувати ацилгліцериновий склад сумішей молочного жиру з іншими жирами. але ці формули відсутні.

14. У розділі 4 на рис. 5-9...5-16 (4,5 стор.) наведено малоінформативні діаграми, що ілюструють вміст бенз(а)пірену в насінні соняшника впродовж зберігання. Ці дані можна було б скомпонувати в невеликій за обсягом таблиці.

15. У розділі 7 табл. 7.1 не зрозуміло, чому як тестовий матеріал для визначення вмісту хлорорганічних пестицидів обрано борошно пшеничне, а не олієвмісна сировина?

16. Є зауваження щодо термінології. Наприклад, дисертантом застосовані словосполучення «не вельми замінні ПНЖК» (незамінні?) та «зміст» (вміст) (стор. 49), «чужорідні жири» (сторонні жири) (стор. 97). За текстом також зустрічаються неточності, механічні і стилістичні помилки, механічні повтори тексту (наприклад, в анотації повтор абзацу на стор. 3 та 4, на стор. 47 продубльовано цілий абзац).

Але, не зважаючи на вказане вище, загальний методичний та науковий рівень дисертації є високим, а висловлені зауваження не знижують наукової цінності роботи в цілому. Дисертаційна робота Левчук І.В. виконана на належному науковому рівні, з наведеними фактичними даними, їх узагальненням та висновками.

Загальні висновки про роботу.

Дисертаційна робота Левчук Ірини Володимирівни «Науково-методологічні основи удосконалення технохімічного контролю сировини і готової продукції олійножирових виробництв» є завершеною працею, в якій отримані нові, науково підтверджені результати, що за сукупністю вирішують важливу науково-прикладну задачу у сфері олійножирової промисловості.

Автореферат і публікації автора відображають зміст дисертаційної роботи. Зміст автореферату дисертації є ідентичним основному змісту роботи. В опублікованих працях автора повною мірою відображені основні положення дисертаційної роботи.

У зв'язку з вищенаведеним вважаю, що дисертація за актуальністю, обсягом та високим рівнем проведених наукових досліджень, науковою новизною, практичним значенням отриманих результатів, обґрунтованістю основних положень та висновків, оформленням відповідає вимогам до дисертацій на здобуття наукового ступеня доктора технічних наук, а саме п.п. 9, 10, 12 «Порядку присудження наукових ступенів», затвердженого постановою Кабінету Міністрів України від 24.07.2013 № 567, а її автор, Левчук Ірина Володимирівна, заслуговує присудження наукового ступеня доктора технічних наук за спеціальністю 05.18.06 – технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-косметичних продуктів.

Офіційний опонент:

доктор технічних наук, професор,
завідувач кафедри технології молока
і молочних продуктів
Національного університету
харчових технологій

Г.Є. Поліщук

