

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по научной работе
и инновациям ФГБОУ ВО

«Кубанский государственный
университет»



М.В. Шарафан

19 февраля 2021 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертационную работу Туртыгина Александра Владимировича на тему «Скрининг и определение состава триацилглицеринов в растительных маслах и животных жирах в условиях обращенно-фазовой ВЭЖХ», представленной на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Оценка актуальности темы диссертационной работы

Растительное масло — неотъемлемый продукт питания. Исследователи древних цивилизаций утверждают, что изобретение способа отжима масла из семян растений и появление растительных масел в рационе человека способствовало эволюционному скачку. Данная отрасль в своем развитии выросла более чем в пять раз за последние 20 лет и стремительно развивается. Состав растительных масел может существенно отличаться, с другой стороны возможны проявления их фальсификации. Возникает необходимость развития современных аналитических подходов для контроля качества данного продукта и оперативного выявления факта фальсификации.

Ценность растительного масла заключается в его биодоступности и биоценности, формируемыми высшими жирными кислотами (ВЖК). При установлении жирнокислотного состава масел методом газовой хроматографии, как предписывают существующие нормативные документы, теряется информация о распределении радикалов ВЖК в триацилглицерине, а имеющиеся научные разработки с применением ВЭЖХ далеко не универсальны. Поэтому диссертационное исследование Туртыгина А.В., посвященное разработке методологии определения состава триацилглицеринов (ТАГ) с применением инкрементного подхода и

индексов их относительного удерживания в условиях обращенно-фазовой ВЭЖХ представляется актуальным, имеющим большую научную и практическую значимость.

Объем и структура диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, аналитического обзора литературы, экспериментальной части, и главы с результатами и их обсуждением, включающей выводы, списка литературы из 258 ссылок на отечественные и зарубежные работы и 5 приложений. Работа изложена на 208 страницах машинописного текста, содержит 77 рисунков и 34 таблицы.

Введение содержит обоснование актуальности выбранной темы исследования, описание положений, составляющих научную новизну и практическую значимость, выносимых на защиту. Кратко охарактеризована методология проведенного исследования, структура диссертации, личный вклад автора в работу, апробация полученных результатов и публикации по теме диссертации.

В работе представлен критический *литературный обзор*, в первой части которого рассмотрены общие сведения и классификация липидов, их строение и биологическая ценность. Вторая часть посвящена основным методам и методикам определения показателей безопасности и состава масел и жиров, отмечены преимущества и недостатки подходов. В третьей части обзора литературы рассмотрено развитие приемов индексации анализов, эмпирические и полуэмпирические модели, которые применялись и используются в настоящее время.

В *экспериментальной части* представлены данные об объектах исследования, приводится описание методов, использованных в работе. Приводятся ВЭЖХ-условия определения триацилглицеринов, составы подвижной фазы и детектирования, методы экстракции, очистки, условия гидролиза.

Третья часть диссертационного исследования посвящена *результатам исследований и их обсуждению*. Соискателем установлены закономерности хроматографического поведения ТАГ в условиях ОФ ВЭЖХ при изменении условий хроматографирования. В работе приведены результаты определения ТАГ и жирнокислотного состава масел семян различных растений в условиях ОФ ВЭЖХ, которые сопоставлены с результатами ГЖХ определения. Обсуждаются преимущества предложенного двухпараметрического способа

индексации удерживания ТАГ, основанного на использовании метода относительного анализа удерживания и инкрементного подхода. Экспериментально определены параметры относительного удерживания ТАГ, необходимые для расчета удерживания компонентов многих растительных масел. Найденные параметры применимы в широких диапазонах состава подвижной фазы, не зависят от температуры и могут быть перенесены на неподвижные фазы различных производителей. По мнению автора, компьютерный способ расчета времен удерживания позволяет достоверно определять времена удерживания ТАГ с заданным жирнокислотным составом. Показано, что результаты компьютерного расчета совпадают с результатами определения жирнокислотного состава, полученные методом ГЖХ.

Важно то, что установлен состав для ряда растительных масел и животных жиров, полученные данные включены в базу SOFA (Германия). На основании широкого круга экспериментов автор обосновывает возможность применения подсолнечного масла, благодаря постоянству качественного состава, в качестве стандартной смеси для разработанной системы индексации.

Эффективность подхода по переносу инкрементных соотношений с «тренировочного ряда» на другие соединения с аналогичным изменением структуры продемонстрирована при расчетах параметров удерживания ТАГ с петрозелиновой и пальмитолеиновой ВЖК. Продемонстрирована также эффективность предложенной векторной модели, построенной по площадям характеристических пиков масла какао, при определении качества шоколадной продукции. Разработанный метод, по мнению соискателя, может использоваться для решения спорных вопросов, в которых метод «отпечатков пальцев» не может быть использован для однозначного решения.

В заключительном разделе автор обобщает результаты выполненных исследований, приводит основные выводы.

Научная новизна исследований и полученных результатов

Основные результаты, полученные автором и имеющие научную новизну, соответствуют современному развитию аналитической пищевой химии. Определены параметры уравнения относительного удерживания основных ТАГ, предложена схема компьютерного расчета времен удерживания 35 ТАГ

компонентов масел, а также рассмотрены возможности моделирования хроматограмм при статистическом распределении радикалов жирных кислот в ТАГ в условиях ОФ ВЭЖХ. Определен ТАГ состав большого числа растительных масел и животных жиров, некоторые из которых вошли в базу данных о жирнокислотном составе семян растений. Предложено использование подсолнечного масла в качестве доступной стандартной смеси. Показана значимость точек конвергенции на картах разделения для определения строения радикалов жирных кислот при определении числа двойных связей в составе ТАГ. Предложена многомерная векторная модель для оценки подлинности масел, возможность ее применения показана на примере продукции с маслом какао.

Перечисленные положения позволяют положительно оценить новизну проведенных исследований и полученных результатов.

Практическая значимость работы

Практическая значимость диссертационного исследования заключается в предложенном способе оценки качества и установления фальсификации растительных масел с использованием ОФ ВЭЖХ нативных ТАГ. Отрадно, что разработанные соискателем методики внедрены в практикумы для студентов, магистрантов и работу аспирантов, и при обучении студентов по программе «Криминалистические исследования» («Судебная медицина»), в курсах «Хроматографические и ионообменные методы», «Проблемы современной хроматографии», «Естественно-научные методы в судебно-криминалистическом исследовании». Разработанные методы анализа применяются в работе ООО «Флора-БАВ».

Достоверность результатов, обоснованность выводов и рекомендаций

Туртыгиным А.В. проведен большой по объему спланированный и тщательно выполненный эксперимент. Объем проведенных исследований в полной мере позволили соискателю обосновать выносимые на защиту положения. Использованное научное оборудование, реактивы и методы исследования адекватны намеченной цели и задачам.

Положения, выносимые соискателем на защиту, обоснованы, теоретически и экспериментально подтверждены. Выводы по работе

обоснованы и следуют из полученных теоретических и экспериментальных результатов. Работа Туртыгина А.В. имеет завершенный характер. Структура и объем диссертационной работы, выводы, опубликованные соискателем, научные статьи подтверждают достижения поставленных цели и задач, рассматриваемые в данной диссертации. Основные материалы диссертационной работы соискателя отражены в автореферате.

Основные результаты диссертационного исследования изложены в 25 публикациях, 8 из которых входят в Перечень ВАК. Представленные в диссертационной работе результаты широко обсуждались на профильных конференциях Всероссийского и международного уровня.

Значение результатов диссертации для науки и производства

Полученный в диссертационной работе Туртыгина А.В. материал представляет значительный интерес для исследователей, выполняющих научные разработки в области аналитической пищевой химии, анализа жиров, контроля качества растительных масел.

Научные и прикладные результаты диссертации могут представлять теоретический и практический интерес для исследовательских и производственных лабораторий, занимающихся анализом пищевой и косметической продукции. Результаты диссертационной работы могут найти применение в теоретических и лабораторных курсах при подготовке бакалавров, специалистов и магистров соответствующих направлений.

Характеризуя диссертацию Туртыгина А.В. можно отметить, что это законченная научно-квалификационная работа, которая отвечает специальности 02.00.02 – Аналитическая химия (химические науки).

Вместе с тем, к работе имеются замечания, требующие пояснений:

1. Вызывает определенное недоумение тот факт, что приведенный в тексте диссертации аналитический обзор охватывает, в основном, литературу до начала 2000 годов, кроме публикаций самого соискателя и его научного руководителя. Проведенный беглый анализ зарубежной литературы в период с 2010 по 2020 гг. показал, что по данной проблематике за этот период имеются публикации в журналах, цитируемых WoS, Scopus. По-видимому, это объясняется продолжительностью выполнения соискателем диссертационного исследования, которая, судя по публикациям, составила более 13 лет.

2. Вызывает недоумение, а в некотором роде восхищение список объектов исследований, приведенный соискателем на стр. 59 - 61 диссертации. Если

предположить проведение вскрытия и анализа каждого из этих объектов в трех повторностях, то количество анализов будет выглядеть весьма внушительно. Правда, результаты этих анализов в диссертационную работу почему-то не поместились.

3. Любая аналитическая работа при идентификации и определении аналитов требует наличия стандартных образцов или чистых соединений, которые позволят провести корректно процедуру анализа. Несмотря на внушительный объем диссертации, в ней отсутствует информация о стандартных образцах, примененных при идентификации компонентов и проведении количественных расчетов. В диссертации на стр. 95 приводится методика определения метиловых эфиров кислот методом ГЖХ с использованием масс-селективного детектора. В плане идентификации это снимает некоторые вопросы, но в плане количественных интерпретации вопрос остается открытым.

4. Одним из элементов научной новизны соискателя считается идея использования подсолнечного масла в качестве «недорогой стандартной смеси». Эта смесь – стандартный образец или что? Неужто подсолнечное масло, полученное по разным технологиям и выращенное на разных территориях имеет постоянный качественный и количественный компонентный состав? Использование термина «стандарт» накладывает на аналитика определенные ограничения и обязательства. Хотелось бы понять, что под этим термином подразумевает соискатель.

5. Не совсем понятным представляется предлагаемый соискателем способ оценки качества и установления фальсификации растительных масел. Если подразумевается анализ качественного состава масел, как быть с количественной оценкой содержания компонентов? Если предположить, что масло разбавленное, как это установить без стандартных веществ, ведь соотношения компонентов при разбавлении может оставаться постоянным?

6. Из содержания работы не в полной мере понятно, какие условия хроматографического разделения ТАГ оказались оптимальными, и как влияет температура колонки (в работе указаны - комнатная и 30 °С) на эффективность разделения изучаемых соединений.

7. В работе присутствуют также и некоторые замечания по оформлению работы. Например, имеются незначительные опечатки по тексту, а также присутствуют нестыковки при оформлении списка литературы – в тексте диссертации ссылки на работу [258] нет, а в списке литературы есть; из указанных 35 таблиц, приведены 34 и т.д.

Заключение

Резюмируя впечатления по работе можно ответить, что соискатель в работе затронул много аспектов в области пищевой аналитической химии. Попытка все это разместить в одну кандидатскую работу сослужили ему и позитивную, и негативную реакцию в процессе чтения работы. Но сделанные замечания не отражаются на общей положительной оценке исследования. Диссертационная работа Туртыгина Александра Владимировича на тему «Скрининг и определение состава триацилглицеринов в растительных маслах и животных жирах в условиях обращенно-фазовой ВЭЖХ», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – аналитическая химия производит благоприятное впечатление, является законченной научно-квалификационной работой на актуальную тему в области пищевой аналитической химии. Автором достигнуты цели и задачи, поставленные при выполнении диссертационного исследования.

Диссертация представляет законченное научно-квалификационное исследование. По объему, актуальности, уровню полученных результатов диссертационная работа Туртыгина А.В. «Скрининг и определение состава триацилглицеринов в растительных маслах и животных жирах в условиях обращенно-фазовой ВЭЖХ», соответствует требованиям п.9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г., № 842), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Туртыгин Александр Владимирович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

Отзыв заслушан и одобрен на совместном заседании кафедры аналитической химии и УНПК «Аналит» ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет» (протокол № 8 от 18 февраля 2021 г.).

Зав. кафедрой аналитической химии
ФГБОУ ВО «Кубанский государственный университет»,
профессор, доктор химических наук



З.А. Темердашев

Почтовый адрес:

350040, г. Краснодар, ул. Ставропольская, 149, КубГУ

тел.: (861)295 95 71 E-mail: temza@kubsu.ru

