

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Тищенко Екатерины Александровны «Оценка качества растворимого кофе по суммарным показателям и содержанию индивидуальных компонентов», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия

Актуальность исследований. Диссертационная работа Тищенко Е.А. посвящена проблеме оценке качества растворимого кофе, которая основана преимущественно на контроле показателей безопасности и органолептических характеристик продукта. Изучению изменений состава зеленого и жареного кофе от различных, в том числе и технологических, факторов, уделяется большое внимание, в то время как индивидуальный состав растворимого кофе (РК) изучен недостаточно. Актуальность диссертационного исследования подтверждается тем, что работа выполнена в рамках реализации проекта Госзадания Минобрнауки РФ (№ 4.2612.2017/ПЧ), и гранта РФФИ (№ 17-03-01254) с использованием научного оборудования ЦКП «Эколого-аналитический центр», уникальный идентификатор RFMEFI59317X0008.

Научная новизна.

Автором предложен подход по выявлению и отбору веществ-маркеров: кофеилхинные кислоты, кофеин, катехол и никотиновая кислота, характеризующих качество растворимого кофе, с учетом их физико-химических свойств и изменения компонентного состава продукта в ходе технологического процесса переработки исходного сырья. Предложена методика одновременного определения катехола и суммарного содержания кофеилхинных кислот в кофе методом капиллярного зонного электрофореза с УФ-детектированием. Разработана методика определения никотиновой кислоты в растворимом кофе методом КЗЭ-УФ с использованием стэкинга с большим объемом образца и обращением полярности.

Практическая значимость диссертационной работы. Разработана методика выполнения измерений массовой концентрации никотиновой кислоты в пробах растворимого кофе методом капиллярного зонного электрофореза с применением стэкинга с большим объемом образца (свидетельство № 08-47/411.01.00143-2013.2018 от 25.09.2018 г., выдано ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»).

Обоснованность и достоверность полученных диссертантом результатов и выводов не вызывают сомнений. Экспериментальные исследования проведены на высоком методическом уровне, с использованием методов математической статистики и привлечением компьютерных программ.

Структура диссертационного исследования. Диссертационная работа изложена на 162 страницах машинописного текста, содержит 25 таблиц и 23 рисунка, состоит из введения, литературного обзора, экспериментальной части, обсуждений полученных результатов, общих выводов, списка применяемых в работе сокращений и списка цитируемой литературы из 171 наименования.

Во введении дано обоснование актуальности темы, практической значимости работы, сформулированы цели и задачи исследования.

В первой главе (Обзор литературы) рассмотрены компонентный состав кофейных зерен, этапы производства растворимого кофе и изменения, происходящие с рядом соединений в процессе получения продукта. Обобщены имеющиеся в литературе данные о содержаниях основных компонентов в растворимом кофе. Особое внимание уделено рассмотрению свойств и природе происхождения биологически активных компонентов: кофеину, фенольным соединениям, в частности хлорогеновым кислотам, меланоидинам, никотиновой кислоте. Обсуждены методы их определения. Сделаны выводы к обзору и постановка задач диссертационного исследования.

Во второй главе (Экспериментальная часть) в разделе 2.1 обсуждены ресурсы, методы и объекты. При проведении исследований использована высококачественная хроматографическая аппаратура и вспомогательное оборудование ведущих зарубежных производителей, а также химические реактивы соответствующего уровня качества.

Третья глава, посвященная обсуждению результатов, состоит из 6 разделов.

В разделе 3.1 обсужден подход по выявлению и отбору веществ-маркеров, характеризующих качество растворимого кофе. На основе известных данных и собственных наработок предложен алгоритм выявления и отбора веществ-маркеров качества растворимого кофе; при этом актуальна разработка методик определения веществ-маркеров и установление взаимосвязей между ними.

В разделе 3.2 показаны результаты изучения химического состава и проведена

идентификация разделенных методом ВЭЖХ компонентов растворимого кофе, обобщены идентификационные параметры для основных мажорных компонентов растворимого кофе (кофеин, 3-О-КХК и 5-О-КХК) с использованием спектральных и масс-спектрометрических характеристик. Отнесение минорных компонентов к изомерам ХГК, их лактонам и конъюгатам производных коричной кислоты и триптофана осуществлено на основе установления соответствия найденных значений m/z депротонированных ионов литературным данным. С применением хемометрического подхода рассмотрено влияние географического происхождения кофейных зерен на компонентный состав растворимого кофе. Отмечено, что использование визуального образа, полученного на основе отношений площадей пиков на ВЭЖХ-УФ-хроматограммах, может быть весьма эффективным для экспресс-оценки качества растворимого кофе.

В разделе 3.3 показано применение метода капиллярного зонного электрофореза для определения соединений фенольной природы в растворимом кофе. Автор провел ряд экспериментов для осуществления одновременного определения кофеилхинных кислот (КХК) и катехола (КТ) в среде боратного буфера. Достигнута селективность разделения определяемых соединений фенольной природы и других компонентов пробы за счет образования отрицательно заряженного комплекса между борат-ионом и фенольным соединением, содержащем ортогидрокси-группы. Проведенные эксперименты позволили установить, что с увеличением степени обжаривания кофе наблюдается уменьшение концентраций КХК и увеличение КТ.

В разделе 3.4 выполнена разработка методики определения никотиновой кислоты в растворимом кофе с применением стэкинга с большим объемом образца. В исследовании использованы традиционные фосфатный и боратный электролиты. Боратный раствор был выбран для дальнейших исследований ввиду лучшей селективности, что позволило разработать методику КЗЭ-*LVSS* определения содержания никотиновой кислоты.

В разделе 3.5 проведено определение таких суммарных показателей качества продукта, как суммарное содержание восстановителей органической природы (FRAP), меланоидинов ($\lambda=420$ нм). Одинаковый индекс обжарки характеризовал стабильность технологических процессов производства кофе.

В разделе 3.6 использованы математические методы для установления взаимосвязей между потенциально-новыми показателями качества растворимого кофе, причем содержанию кофеина отведена роль связующего звена между существующей и разрабатываемой системами оценок качества кофе. Сформулирована гипотеза, что предложенные взаимосвязанные показатели: содержание КХК, КТ, НК, ЖВС и индекс обжарки – могут быть положены в основу новой, наиболее чувствительной к технологическим особенностям производства системы оценки качества растворимого кофе.

Результаты исследований обсуждены в 10 публикациях, в том числе в 3 статьях в реферируемых профильных научных журналах, а также доложены на ряде профильных научных конференциях, сделанные выводы корректны и не вызывают сомнения.

Автореферат и опубликованные работы полностью отражают основное содержание диссертации.

При анализе диссертационного исследования и автореферата появились следующие вопросы и замечания:

1. Автору следовало указать номера ГОСТ или ТУ на использованные реактивы: спирт этиловый, фенилаланин, тирозин и т.д., а не ограничиться характеристикой «импортный», с. 53-54.

2. Из работы непонятно, существует ли какой-либо нормативный документ на проведение органолептического анализа растворимого кофе (или кофейной продукции)?

3. Следует отметить, что общепринятым термином и у нас и за рубежом является не буферный раствор (используется по всему тексту), а электролит или рабочий электролит.

4. По какой причине автор использовал капилляр внутренним диаметром 50 мкм, характеризующийся значительно меньшей чувствительностью, а не широко практикуемый капилляр внутренним диаметром 75 мкм? Возможно, что применение капилляра диаметром 75 мкм, дающего высокую чувствительность, не потребовало бы применения методики LVSS.

5. На основе каких данных (с.68-71) выделены потенциальные вещества-маркеры Таблицы №13? Почему таблица №12 (дан размах содержания компонентов) не согласуется с информацией, показанной в таблице 13?

6. Для большинства проанализированных образцов растворимого кофе была выявлена типичность построенных образов и последующая статистическая обработка результатов позволила установить верхнюю и нижнюю границы изменения соотношений выделенных пиков. Какая вероятность отнесения продукта к определенной категории качества?

Несмотря на отмеченные замечания, диссертационная работа Тищенко Е.А. является завершенной научно-исследовательской работой, отвечающей требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям. По актуальности, теоретической и практической значимости полученных результатов работа является научно-квалификационной работой, имеющей существенное значение для аналитической химии растительного сырья и соответствует критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, установленным п. 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24 сентября 2013 г., № 842, а ее автор, Тищенко Е.А., заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 02.00.02 – Аналитическая химия.

12 ноября 2018 г.

Доктор химических наук, 02.00.02 – аналитическая химия, доцент, Заведующий центром коллективного пользования

«Приборно-аналитический»



Якуба Юрий Федорович

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия, 350901 г. Краснодар, ул. 40-Летия Победы 39. 8-861-252-55-71, globa2001@mail.ru

Подпись заверяю



Запорожец Наталья Михайловна

Ученый секретарь к.с.-х.н.