

РЕЦЕНЗИЯ

Относно: Дисертация за придобиване на образователна и научна степен “доктор” по научната специалност “Процеси и апарати в химичната и биохимичната технология”, шифър 02.10.09.

На тема: “Изследване на реологичните характеристики на козметични продукти”

Представена от: инж. **Силвия Савова Георгиева**

Рецензент: Серафим Димитров Влаев, проф. дтн от лаб-я “Химични и биохимични реактори” при ИИХ-БАН.

Рецензията ми е възложена от Научно жури, назначено от Факултетния съвет (ФС) по химично и системно инженерство (ХСИ) при ХТМУ- София. с решение на заседание от 26 май 2011 г. *Декларирам, че нямам общи публикации и разработки с докторанта.*

За рецензиране ми бе предоставена дисертацията, автореферат и документи – диплома за инженер-химик, автобиография, списък на презентации върху изследванията и три публикации в пълен текст.

1. Актуалност на разработвания проблем

Видът и функционалността на кожата са зависими от сложна комбинация от фактори, а кожната бариера има многостранни функции – между тях не само придаване на красив външен вид - преследва се повишена хидратация, еластичност, защита от алергени, бактерии и радиация – все функции зависещи от присъствието на козметичните препарати и от техния вискозитет. Поради това, реологичните характеристики са индикатори на пазарните качества на тези продукти, а според последните данни сегмента на тяхното производство има ръст до 25 % (*Справка по проект ДТК02/46, при НФНИ, 2011*). Това поставя изследването на характеристиките на козметичните препарати в категорията на актуалните изследвания. Освен това, от цитираните в дисертацията 160 литературни източника, голяма част – 36 – засягат изследвания, публикувани след 2005 година, което показва, че интересът към този род изследвания съществува и проблемите, които се решават с тях са актуални.

2. Състоянието на проблема и творческа оценка на литературния материал

Авторката познава проблема: липса на научно-обоснована методика за контрол и предсказване на качеството на козметичните препарати във връзка с тяхната реология. Проведен е подробен анализ на литературата. Цитирани са **160** източника. Литературният обзор обхваща **50** страници (т.е.1/3 от текста). Работата, сама по себе си, представлява приложение на инженерната реология. Правилно са разгледани

основни положения на реологията, ненютоновите течности и вискозиметрията, известните доклади върху връзката между качества на козметичния продукт и реология на козметичния състав, класификацията на козметичните продукти, ролята на ПАВ, съвременните тенденции в козметиката. Формулирани са мотивите за изследване, като необходимост от контрол на качествата на продукта и условията на неговото производство. Постановено е предположението, че такъв контрол може да се извърши чрез определяне и направляване на реологичното поведение на продукта. (Като основна литература по реология са използвани справочника на Barnes (2000) [14], ръководството на Schramm [7] и в знак на приемственост - най-обстойния труд досега у нас по инженерна реология – докторската дисертация на Г. Пеев [6]). Допуснати са някои отклонения – напр. Гл. 1.6 озаглавена “Състояние на проблема” не дава изчерпателно състоянието, а по-скоро показва значението на реологията за крайния козметичен продукт. На друго място – с. 30 – е цитирана Наредба № 36 на МС от 2005 г., която според мен би следвало да се цитира там – на с.17, тъй като поставя изискванията към козметичните продукти от гл.т. на установените държавните норми, които по-късно явно се прилагат.

В отделен раздел са направени изводи от литературния преглед.

- *В забележка към подточка “Изводи от литературния обзор”*, мисля, че направеният извод - за необходимост от индивидуално охарактеризиране на всяка композиция – е тривиален, тъй като постановеното е естествено възприето в областта на емпиричното конфекционирание – получаване на смеси и състави и едва ли се подлага на обсъждане. Вместо този извод, напълно удовлетворителен е извода 6-ти по ред за “проследяване влиянието на добавките върху реологичното поведение на композициите”, което вече не е очевидно и е поставено, като основна задача в следващия раздел “Цели и задачи”.

- В хода на изследване е разгледана предимно едната страна на реологията – влияние върху поведението на продукта. Другата страна – именно, значението ѝ за самото производство – остава маргинална и би могла да бъде осветлена по-подробно в литературната част – например – влиянието на реол. характеристики върху разбъркването, разхода на енергия за преодоляване на съпротивлението на движение на течните състави.

- **Работната хипотеза** не е дефинирана в явен вид, но това не е недостатък на работата. Съгласно поставената цел тя звучи по следния начин: “Възможно е разработване на

косметични продукти, предсказване на техните свойства, контрол върху тяхното производство - чрез контрол на реологичните характеристики”. Тази хипотеза е потвърдена чрез извода 9 – предсказване на стабилността на емулсии въз основа на реологични характеристики, но е отхвърлена чрез извода 4 и 5, тъй като начина на съгъстяване – следователно формулиране – не е еднозначен с реологичното поведение – една и съща реология се получава с различни съгъстителни. Доколкото авторите използват израза “повишаване на ефективността на методите”, а не “разработване на методи за контрол”, признавам, че така формулирана горната хипотеза е крайна и може да има и друго формулировка.

3. Избраната методика е общоприета и достатъчно точна. Използваният метод на *ротационна вискозиметрия* е разпространен в изследователската практика и напълно достоверен за осигуряване на поставеното изследване. Апаратът от серията “*Реомест*” осигурява добра точност, съизмерима с необходимите интервали на доверие на получените данни. Описанието на методите в експерименталната част и източниците на грешки в литературния обзор, както и на измервателните средства показват, че са взети мерки за осигуряване на първични данни с максимална достоверност

- За описание на кривите на течение са използвани **модели** от типа на Оствалд, които са най-разпространени за целта. В методиката на експериментиране, както и в моделиране на поведението на ненютоновите течности не може се търси оригиналност, а само добро съответствие. Оригиналността на работата е в идентификацията на ненютоновото поведение и в показаните ефекти на различни инградиенти.

- Важни са критериите, използвани за установяване на добрата композиция. Авторът използва критериите на международно установените стандарти за привидния вискозитет /напр. с. 91/, като оценява с реологични инструменти дали дадена компонента може да осигури желаното реологично поведение. – напр. опитите с Levenol H&В стр. 92/. Не е ясно защо този стандарт там не е цитиран – вероятно става дума за източник [49]

4. Аналитична характеристика на естеството и оценка на достоверността

- Съдържанието на дисертацията е изложено на 163 страници - текст, таблици, графики, четири приложения и литература. Трудът е структуриран в пет раздела, в т.ч. литературен обзор, цели и задачи, експериментална част, изводи от изпълнение на

експерименталните задачи и приноси. Резултатите, съставляващи предимно реологични изследвания на състави с наблюдаеми инградиенти – сгъстители, ПАВ, слънцезащитни компоненти, стеаринова киселина, стабилизатори - са дадени в глави към експерименталната част (раздел III) – общо 60 страници от текста. Основните ефекти са обсъдени и са дадени изводи за влиянията към всеки раздел, освен това и като обобщени изводи в края на експерименталната част.

- Авторката си поставя си за цел *“повишаване на ефективността на методите за разработка на козметични продукти, като използва инструментите на реологията”*. – оценка чрез определяне на вискозиметрични характеристики – на свойства и характеристики на междинни и крайни продукти, с оглед решаване на практически въпроси, като качество на продукта и податливост на производство.

Впоследствие изпълнява тази цел, като изследва и демонстрира влиянието на отделни инградиенти върху реологичните и други характеристики на козметичните продукти, а именно – присъствието на алтернативни сгъстители, ПАВ, изсолващи средства, вграждане на натурални екстракти - върху качествата на изследваните състави.

Влиянието на реологията на продуктите върху адхезивността и разливността на кремове остава подразбираема, въз основа на цитираните изследвания на Тадрос и сътр.[5,26]. Други фактори, които се разглеждат са разливността на капки, повтораемост на реологични криви при стареене, микроскопски изображения предимно като свидетелства за стабилността на емулсии. При поставена цел и усъвършенстване на методите на разработка чрез средствата на инженерната реология, се очаква по-ясно очертана тази част на приноса – ясно заявяване на критериите за оценка – които сега са дадени разпокъсано в текста – напр. оценките на Тадрос са дадени в литературната част, размерът на капките е заявен като критерии за оценка на с.139, интервала на вискозитет и продължителност на стареене по стандарт е заявен на няколко места в текста, но самият стандарт като източник не откривам, вероятно в [49].

- Първоначално са изследвани желета на базата на ПАВ – пазарни състави и лабораторни състави с алтернативни сгъстители – с. 79. Показано е, че добавянето на 4 % натриевият хлорид води до нарастване на коефициента на консистентност близо 400 пъти. Изследван е ефекта на изсолване чрез изменение на мицеларната структура върху вискозитета. Изследвано е влиянието на температурата. Изчислени са

активиращите енергии на течение. Изведени са регресионни уравнения. Направен е извода, че различни начини на сгъстяване – чрез водоразтворими целулозни производни, чрез електролит и чрез състав на сгъстител и електролит – съставите имат сходно реологично поведение.

- По-нататък върху изследванията на миещи препарати е направена оценка на методите за снемане на реологичните характеристики на козметичните продукти в производството. На съществуващите приблизителни методи на изтичане е противопоставен метода на систематично измерване на реологичните характеристики, например чрез ротационни вискозиметри.

- По-нататък изследването е насочено към слънцезащитни композиции - козметични желета на основата на ПВА (гл. 4.1.4), гелове на основа на ВМС със слънцезащитно действие (4.1.5), гелове на основата на КМЦ (4.1.6). Внимани е отделено на козметични емулсии, съдържащи стеаринова киселина, които се открояват с еластични свойства (гл. 4.1.7 и 4.1.8.).

- Като самостоятелно изследване, разработен е проблема за измененията на реолог. характеристики на композиции, съдържащи компоненти от растителен произход – т.нар. фитокозметични състави (гл.5 от Експерименталната част).

- Накрая е направен опит да се охарактеризира стабилността на козметични препарати чрез наблюдаване на реолог. параметри в динамиката на стареене (гл.6,раздел III).

В заключение за вискозиметричните измервания, изследвани са достатъчно широки интервали на скорости на деформация; освен заснемане криви на течение, пробите са изпитвани за еластичност, така че направените заключения за вида на течностите и параметрите на течение са достоверни. Като следствие от това – и формулираните степенни модели са подходящи. Направените към всяка глава изводи са основателни.

5. Научни и научно-приложни приноси. Към тях ни насочват изводите, събрани в гл. IV, а към тези изводи имам забележки.

Забележки по изводите, както са формулирани от автора:

Основните ефекти са обсъдени и са дадени изводи за влиянията към всеки раздел, освен това и като обобщени изводи в края на експерименталната част, с които съм съгласен. Тези обобщени изводи приемам частично – доколкото **изводи 1, 4, 5**, и извода за тиксотропия и еластичност в края на **извод 8**, представляват нови факти и данни. **Изводи 2, 3, 6, 7, 9 и 10** приемам като резюме на изследванията с характера на

заклучение, тъй като те преразказват стореното. Това не омаловажава работата на автора, а засяга формата на изложение.

Изводи 4 и 5 отричат възможността на еднозначен контрол над качеството на крайния продукт чрез реологични характеристики, тъй като едни и същи характеристики се получават при коренно различни начини на съгъстяване – но това също е отговор на работната хипотеза – доколко реологичните характеристики могат да се използват за контрол на качеството на производство.

Доколкото въз основа на изследванията са направени изводи за връзката между реология и начин на производство- съгъстяване, температура, присъствие на натурални екстракти и други компоненти – работата постига целта си: в някои позиции потвърждава, а в други отхвърля работната хипотеза. Така или иначе – строгия научен подход е следван и автора заслужава признание.

Приносите от гл.V бих назвал по-скоро *Обобщения от опыта на изследователя*, което повече съответства на техния характер. Изводите по отделните раздели са по-конкретни и според мен имат приложна стойност – пример на с. 134.

Забележки по приносите, както са формулирани от автора:

Приемам принос 1, като резултат на проведения литературен и експериментален анализ. Принос 2 според мен не е формулиран еднозначно и представлява по-скоро една препоръка, основана на опыта на автора, придобит от изследванията. По-точно би било да се резюмира като “Въпреки че....., за всеки от тях характера на поведение трябва да се проверява”. Принос 3 да се замени “оптимален” с “рационален” или “научно-обоснован”, защото оптималност едва ли може да се гарантира във всеки отделен случай.

Моят прочит на приносите на автора е, както следва:

(1) Систематичното изследване на реологични характеристики на различни материали – козметични състави и компоненти – и идентификация на техния тип и параметри на течение –**нови данни**. Тези данни дават възможност по-нататък да се дава оценка, както за поведението на козметичните състави при обработка в технологията, така и на поведението на самите козметични препарати, като био-активни филми.

(2) Оценка на метода, прилаган сега за контрол на качеството на крайните продукти. В това отношение работата има **методична стойност**.

(3) Показано е – чрез литературния анализ и чрез експерименти - как реологичните характеристики могат да се използват за контрол на качеството – напр. чрез оценките на Тадрос [26], чрез сравнение със стандарта, чрез връзката между реологични характеристики и стабилност на емулсиите, чрез връзката между реологични характеристики и ефекта на изсолване, респ. мицеларния строеж, както и връзка между реологични характеристики и микроскопския строеж - (има **методична стойност**).

(4) Показано е (и има **методична стойност**), че в повечето случаи описание на степенния закон на Оствалд е добро обобщение за кривите на течение

6. Лично дело? Работата е преобладаващо експериментална, много задълбочена и екстензивна, което според мен е по-силите и изисква посвещаване от страна на един водещ експериментатор, освен това обобщенията от гл.т. на продукта са еднородни и насочват към един изследовател – считам убедено, че това е автора. Изследванията като постановка и изпълнение представляват оригинален авторски труд.

6. Преценка на публикациите. Отпечатани са *три* статии – две от тях в специализирани списания, едното от които с импакт фактор. Едната статия представлява доклад публикуван в пълен текст в сборник на конференция. Статиите са на английски език. По проблема са изнесени 4 доклада, три от тях на международни конференции в Охрид, Прага и Марсилия. Съобщено е за един цитат.

Научно-метричните показатели отговарят на изискванията на Правилника на ХТМУ.

Съдържанието на публикациите съответства на научната специалност 02.10.09.

Статиите третират различни аспекти на ДТ и данните не се припокриват: Една публикация сравнява различни методи на съгъстяване по въздействие върху вискозитета на крайния продукт. Друга публикация обхваща данните за влиянието на типа на растителния екстракт и съгъстителя върху реологичните свойства на фитокозметичния продукт; обсъжда се тиксотропията на препаратите, съдържащи стеаринова киселина. В трета публикация е изследвано влиянието на температурата в присъствие на растителни екстракти в козметичните състави - емулсии, като фактор влияещ върху тяхната стабилност.

7. Резултатите използвани ли са в практиката? Данни за това няма. Цялата изследователска работа е подчинена на намерението и практическа цел - да се постигне контрол над производството и на качеството на крайния продукт и евентуалното

предоставяне на резултатите на специалисти от козметичния бранш на фармацевтичната индустрия би могъл да произведе икономически ефект.

9. Мотивирани препоръки за бъдещо използване на научните и научно-приложните приноси

- Работата дава на всяка стъпка оценка за въздействието на различните компоненти и в този смисъл може да се приеме и като експлоатационен доклад за прилагане на резултатите в практиката. (Изследванията отговарят на въпроси, като следните - как влияят съгъстителите, как влияе стеариновата киселина, как влияят различни ПАВ, как влияят растителните екстрагенти – върху поведението на течение на съставите. Следователно работата може да се използва за повишаване на ефективността на производство въз основа на типова характеристика на материалите, която тя създава).
- Работата носи иновация особено в тази част на изследване вграждането в козметични състави на екстракти от растителен произход, за които не са известни въздействията върху реологичното поведение на продукта. Тази част е и най-актуална и има световно измерение за развитие на науката и технологията.

10. Авторефератът отговаря на изискванията и отразява основните положения и приноси на ДТ.

11. Въпроси, забележки

- Откъде личи, че методиката на последователно добавяне и междинен анализ осигурява *оптимален* състав, както се твърди в раздел V – или това е известно *a priori*?
- Няма ли противоречие между извод 1 в частта му Оствалд и извод 8 в частта “еластичност”?
- Влиянието на ПАВ от еди кой си тип ОК, но са изследвани само определени концентрации. Какво ще стане, ако се сменят концентрациите - в този смисъл – типични ли са получените резултати?
- В раздел V се твърди, че принос е препоръката да се изследва влиянието на различни компоненти върху крайното *K*. Защо е нужно това? Не е ли достатъчно да се познава *K* на крайния продукт без да се изследват индивидуалните компонентни ефекти?
- Точно ли е наименованието Sodium Laureth Sulfate, вероятно възприето като търговско от “лаурил” сулфат (стр 88 във връзка със стр 79)?

Забележки по работата

1. Приложена е методика, която осигурява оптимален състав на крайния продукт чрез последователно добавяне и оценка на реологичните криви – По-добре звучи “рационален състав” или научно-обоснован състав “ на крайния продукт

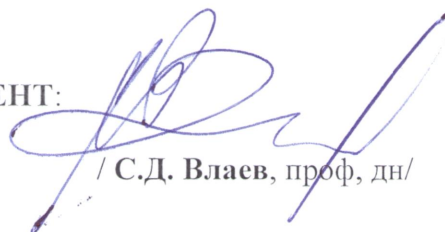
2. В текстът на експерименталната част на много места се използва термин за K “индекс на консистентност”, вместо общоприетото “коэффициент на консистентност” – напр. уравнение (33) на с. 84/85.
3. Не е ясно защо на с. 35 табл. 2 една част от компонентите са дадени на английски език, а друга на български.
4. Какво се разбира под “Оствалдово зреење”, израз употребен на стр. 21?
5. Някои литературни източници нямат страници – напр. [21, 25, 44].
6. Не съм съгласен с твърдението на с.72, че цилиндърът, който се върти – не е подложен на усукване, а това става с неподвижния цилиндър. По-скоро въртящият се цилиндър придава въртливо движение на течността и съпротивлението на триене действа в обратна посока на движението и предизвиква неговото усукване, вследствие на разлика на скоростите на въртене на цилиндъра и течността. Това е принципа на метода на измерване.

12. Заключение

Въпреки някои неясни моменти, отклоненията от постановката на изследване са минимални и текстът е достатъчно ясен в този му вид, а работата е задълбочена, което ми позволява да препоръчам на почитаемото Научно жури да предложи на Факултетния съвет по ХСИ при ХТМУ присъждането на инж. Силвия Георгиева на научната степен “доктор”.

София, 20 юли 2011г

РЕЦЕНЗЕНТ:



/ С.Д. Влаев, проф, дн/