

Univerzitet u Novom Sadu
TEHNOLOŠKI FAKULTET
Komisija za ocenu urađene doktorske
disertacije mr Zorana Zekovića

NASTAVNO-NAUČNOM VEĆU TEHNOLOŠKOG
FAKULTETA U NOVOM SADU

Predmet: Izveštaj o urađenoj doktorskoj disertaciji mr Zorana Zekovića

Na XVII Sednici Nastavno-naučnog veća Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu od 13.04.1998. godine imenovana je Komisija za ocenu urađene doktorske disertacije mr Zorana Zekovića, asistenta Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu, pod nazivom: "EKSTRAKCIJA TIMIJANA (*Thymus vulgaris* L.) SUPERKRITIČNIM UGLJENDIOKSIDOM",

u sastavu:

1. Dr Milan Sovilj, red. prof. Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu, predsednik Komisije
2. Dr Aleksandar Tolić, red. prof. u penziji, mentor, član Komisije
3. Dr Žika Lepojević, docent Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu, član Komisije.

Komisija je pregledala doktorsku disertaciju kandidata mr Zorana Zekovića i podnosi Nastavno-naučnom veću Tehnološkog fakulteta sledeći

IZVEŠTAJ

Doktorska disertacija kandidata mr Zorana Zekovića, asistenta Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu, pod nazivom "EKSTRAKCIJA TIMIJANA (*Thymus vulgaris* L.) SUPERKRITIČNIM UGLJENDIOKSIDOM" izložena je na 94 strane i sadrži 37 tabela, 53 slike i 61 literaturni navod. Rad je podeljen u 9 poglavlja, i to: Uvod, Opšti deo, Rezultati i diskusija, Eksperimentalni deo, Prilog, Zaključci, Literatura, Simboli i Biografija.

U poglavlju Uvod su dati postavljeni zadaci u okviru doktorske disertacije kandidata.

U poglavlju Opšti deo su na osnovu korišćene literature prikazani teorijski principi ekstrakcije gasovima pod pritiskom, sa posebnim naglaskom na prednosti primene ugljendioksida kao ekstragensa za superkritičnu ekstrakciju. U ovom delu su, takođe, prikazani postupci i uređaji za superkritičnu ekstrakciju. U radu je dat pregled ekstrakcije aromatičnog i lekovitog bilja ugljendioksidom koje je do sada bilo predmet istraživanja, kao i osobine timijana (*Thymus vulgaris* L.) sa posebnim akcentom na etarsko ulje, odnosno farmakološki aktivne komponente etarskog ulja i njihovo delovanje.

U poglavlju Rezultati i diskusija data je metoda za određivanje farmakološki najznačajnijih fenola timijana - timola i karvakrola, primenom razrađenog postupka tečne hromatografije pod visokom pritiskom (HPLC). Primenom ovoga postupka i gasne hromatografije (GC) sa masenom spektrometrijom (MS) izvršena je karakterizacija korišćenog timijana. Određen je kvalitativni i kvantitativni sastav etarskog ulja i ekstrakta timijana dobijenog primenom ekstrakcije sa metilen-hloridom.

Ispitivanja ekstrakcije timijana primenom ugljendioksida su obuhvatala: izbor protoka ugljendioksida; uticaj veličine čestica biljnog materijala na prinos ekstrakta, fenolnih jedinjenja i ostalih komponenata prisutnih u timijanu; uticaj vremena ekstrakcije; uticaj pritiska ugljendioksida; primena ugljendioksida u tečnom stanju za ekstrakciju timijana i modelovanje dobijenih rezultata ispitivanja ekstrakcije sistema timijan - superkritični (ili tečni) ugljendioksid.

Kinetika ekstrakcije timola u ispitivanom vremenskom intervalu ekstrakcije, se može kvantitativno predstaviti analogno kinetici reakcije prvog reda. Najveća vrednost konstante brzine ekstrakcije $0,2209 \text{ h}^{-1}$ se dobija pri protoku ekstragensa $W_2 = 97,725 \text{ dm}^3/\text{h}$, pri čemu je ovaj protok selektovan kao najpovoljniji, odnosno optimalan za sva dalja ispitivanja ekstrakcije timijana superkritičnim ugljendioksidom. Nakon izbora najpovoljnijeg protoka ugljendioksida, ispitan je uticaj stepena usitnjenosti biljnog materijala - droge na superkritičnu ekstrakciju timijana. Na osnovu rezultata pokazana je važnost uticaja veličine čestica na ekstrakciju i odabran je stepen usitnjenosti timijana d_2 (srednji prečnik 0,35 mm). Pri odabranim uslovima ispitan je uticaj vremena ekstrakcije, a selektovano je vreme ekstrakcije od 2,5 sata. Ispitivan je, takođe, uticaj pritiska, odnosno zapreminske mase ugljendioksida, na superkritičnu ekstrakciju timijana, pri čemu su vrednosti pritiska ugljendioksida varirani u intervalu od 80 do 400 bar, što odgovara širokom intervalu zapreminskih masa ekstragensa od 0,1918 do 0,9830 g/cm^3 . Pokazano je da se primenom ugljendioksida male moći rastvaranja (80 bar; 40°C) za 2,5 sata ne postiže kvantitativna ekstrakcija prisutnog etarskog ulja. Povećanje radnog pritiska na 100 bar i veće vrednosti ima za posledicu kvantitativnu ekstrakciju etarskog ulja, a

povećanje moći rastvaranja dovodi do povećanog prinosa ekstrakcije, pre svega parafina prisutnih u timijanu, što dobijeni ekstrakt po kvalitativnom i kvantitativnom sastavu približava totalnom ekstraktu dobijenom ekstrakcijom organskim rastvaračem - metilenhloridom. U cilju dobijanja ekstrakta koji je po sastavu najbliži etarskom ulju timijana dobijenom primenom postupka destilacije pomoću vodene pare, neophodno je primeniti ugljendioksid manje moći rastvaranja (pritisak 100 bar; temperatura 40°C; odnosno zapreminska masa ekstragensa 0,6302 g/cm³).

Za modelovanje ekstrakcije sistema timijan - superkritični ugljendioksid primenjena je jednačina Reverchon - Sesti Osseo-a:

$$Y = 100 \left[1 - \exp \left(-\frac{t}{t_i} \right) \right]$$

kao i njen modifikovani oblik:

$$Y = 100 [1 - \exp (a t + b)]$$

gde su: Y - normalizovani ekstrakcioni prinos; t - vreme;
t_i - vreme unutrašnje difuzije; a i b - konstante.

Pokazano je da modifikovana jednačina bolje fituje eksperimentalne vrednosti normalizovanog prinosa kako totalnog ekstrakta, tako i timola.

U radu je pokazano da se za modelovanje ispitivanog ekstrakcionog sistema mogu koristiti i sledeće jednačine:

$$\log S = a m_{rel} + b$$

odnosno:

$$\log S = a d + b$$

gde su: S - rastvorljivost totalnog ekstrakta, odnosno timola u ugljendioksidu;
m_{rel} - relativna masa ugljendioksida; d - zapreminska masa ugljendioksida;
a i b - konstante.

Radi upoređivanja rezultata primene ugljendioksida u superkritičnom stanju i tečnog ekstragensa, ispitana je i mogućnost primene ugljendioksida u tečnom stanju za ekstrakciju timijana. Dobijeni ekstrakt je sličan ekstraktu dobijenom primenom ugljendioksida u superkritičnom stanju na 100 bar, odnosno etarskom ulju dobijenom destilacijom pomoću vodene pare. Za modelovanje sistema timijan - tečni ugljendioksid su uspešno primenjene prethodno korišćene jednačine.

U poglavlju Eksperimentalni deo detaljno su navedeni aparati i uređaji, hemikalije i postupci ekstrakcije i analize koji su korišćeni u ovom radu.

U Prilogu su date neke tabele i proračuni koeficijenta difuzije, odnosno model “jedinične sfere”, koji se nisu pokazali adekvatnim za modelovanje ispitivnog ekstrakcionog sistema.

Rezultati rada su sumirani kroz deset zaključaka.

U radu su korektno selektovane i navedene reference (61).

U radu su data i poglavlja Simboli i Biografija.

Na osnovu svega iznetog Komisija konstatuje da rad ispunjava postavljene zadatke i zaključuje da rezultati do kojih je došao kandidat mr Zoran Zeković predstavljaju originalan i značajan naučni doprinos, koji imaju i određeni praktični značaj.

Imajući sve navedeno u vidu, Komisija predlaže Nastavno-naučnom veću Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu da se rad mr Zorana Zekovića, asistenta Tehnološkog fakulteta u Novom Sadu, pod nazivom “EKSTRAKCIJA TIMIJANA (*Thymus vulgaris* L.) SUPERKRITIČNIM UGLJENDIOKSIDOM” prihvati kao teza za sticanje akademskog stepena doktora nauka i da se kandidat pozove na javnu odbranu.

Članovi Komisije:

1. Dr Milan Sovilj, red. prof.

2. Dr Aleksandar Tolić, red. prof.

3. Dr Žika Lepojević, docent