

Posudek oponenta Mgr. Jana Vaněčka na diplomovou práci Bc. Kláry Zelenkové nazvanou:

Stanovení kalafuny v organických pigmentech

V předložené diplomové práci (94 stran) diplomantka spojila vývoj HPLC metody na stanovení kalafuny s porovnáním této metody s běžně používaným titračním stanovením „volné a vázané“ kalafuny.

V práci mě zaujaly důležité poznatky pro použití kalafuny při syntéze a úpravě vyráběných pigmentů. Jednalo s především o použití HPLC metody pro charakterizaci jednotlivých vzorků kalafun, analýzu filtrátů a analýzu kalafunou upravených pigmentů.

V teoretické části diplomové práce (20 stran) nás diplomantka velice stručně seznamuje s problematikou pigmentů, kalafunou, vlastnostmi kalafuny, použitím kalafuny a metodami pro kvalitativní a kvantitativní stanovení kalafuny.

Chtěl bych vyzdvihnout, že diplomantka dostala k řešení reálný problém, kde musela hodnotit reálné vzorky kalafun, které jsou směsí více látek, o kterých jsme dosud neměli žádné informace. Je zřejmé, že musela problém řešit komplexně a systematicky.

V experimentální části (13 stran) je popsána instrumentace HPLC a postupy použité pro HPLC stanovení kalafuny. Dále také postup titračního stanovení kalafuny a spektrální charakterizace jednotlivých typů kalafuny (UV/VIS, NMR, MS a IČ).

Ve výsledcích a diskusi (30 stran) jsou uvedeny výsledky výběru rozpouštědla, optimalizace extrakce kalafuny z pigmentů a porovnání výsledků HPLC a titračního stanovení kalafuny v pigmentech. Optimalizace extrakce a HPLC stanovení kalafuny bylo prováděno na reálných vzorcích, myslím si, že vyvinutá metoda je přímo použitelná pro provozní i vývojové vzorky.

Z mého pohledu bych velice kladně hodnotil následující výsledky diplomové práce:

- 1) Charakterizace vzorků kalafun - spektrálně i obsahem jednotlivých látek (Je zřejmé, že HPLC stanovení jednotlivých složek dobře doplní výsledky titračního stanovení. HPLC metoda není optimální, je omezená pouze na detekovatelné látky a možná se ani nepodařilo od sebe separovat všechny obsažené látky, ale provedené analýzy výrazně zlepšují znalosti o jednotlivých typech kalafun.)
- 2) Analýza vzorků z průběhu výroby (optimalizace výroby) - HPLC stanovení kyseliny abietové, jako ukazatele obsahu kalafuny ve filtrátech, promývacích vodách, ... Zde je podle mě největší potenciál využití HPLC stanovení.
- 3) Analýza obsahu kalafuny v pigmentu - zde se HPLC metoda dobře doplňuje s titrací, v některých případech to bude i metoda lepší/přesnější.

Výsledkem diplomové práce je HPLC metoda na stanovení obsahu kalafuny včetně postupu na extrakci kalafuny z pigmentů (přípravu vzorků pro HPLC stanovení).

Je vidět omezení vyvinuté metody na látky detekovatelné UV/VIS detektorem. Jak je v práci uvedeno, tak hydrogenovanou kalafunu detekovat nelze, proto ji nelze touto metodou stanovit. Pro hydrogenovanou kalafunu se mohl vyzkoušet i jiný typ detektoru, ale to už by bylo nad rámec zadání této práce.

Práce je napsána přehledně, cíle práce - vyvinout HPLC metodu na stanovení kalafuny a extrakci kalafuny z pigmentů, bylo dosaženo. Z předložené práce je zřejmé, že diplomantka pracovala systematicky a úspěšně na vyřešení zadaného problému.

Diplomovou práci doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou: A

V Pardubicích, 23. května 2019

Mgr. Jan Vaněček

