

Posudek oponenta Mgr. Jana Vaněčka na diplomovou práci Bc. Moniky Běhmové nazvanou:

### **Analýza a využití 5,6-diamino-1,3-dihydro-2H-benzoimidazol-2-on**

V předložené diplomové práci (70 stran) diplomantka vyvinula HPLC metodu pro stanovení obsahu 5,6-diamino-1,3-dihydro-2H-benzoimidazol-2-on (DABIZ).

Diplomantce se podařilo vyvinout a optimalizovat HPLC metodou pro stanovení hlavní složky DABIZ i separovat jednotlivé známé i neznámé nečistoty.

V teoretické části diplomové práce (15 stran) nás diplomantka stručně seznámila s metodami přípravy a průmyslové výroby látky DABIZ: nitrací benzimidazolonu a následnou redukcí nitroskupin na aminoskupiny buď historicky (Béchampova redukce) nebo v současnosti využívanou redukcí vodíkem za přítomnosti katalyzátoru. Dále zmiňuje použití látky DABIZ v průmyslu organických pigmentů i v některých zajímavých aplikacích. Stručně byly popsány principy použité instrumentace - kapalinové chromatografie, HPLC a používaných detektorů.

Chtěl bych vyzdvihnout, že diplomantka dostala k řešení reálný problém = stanovit obsah hlavní složky (DABIZ) v reálných vzorcích meziproduktů pro výrobu pigmentů, v kterých značně kolísá obsah hlavní složky (DABIZ) i počet a obsah přítomných nečistot. Samotná hlavní složka DABIZ je po rozpuštění nestabilní a jak bylo zjištěno, její stabilita silně závisí na pH připraveného roztoku. V případě HPLC metody se jí úspěšně (reprodukovatelně) podařilo stanovit hlavní složku v analyzovaných reálných vzorcích.

V experimentální části (6 stran) je popsána použitá instrumentace HPLC, HPLC/MS a UV/VIS spektrofotometr, analyzované vzorky a standardy, optimalizované postupy přípravy roztoků použité pro analýzu vzorků.

Ve výsledcích a diskusi (24 stran) jsou uvedeny výsledky a porovnání jednotlivých metod.

Z mého pohledu bych kladně hodnotil následující výsledky diplomové práce:

- 1) Porovnání možností a výsledků spektrofotometrie, vážkové analýzy a HPLC pro řešení problému..

Diplomantka použila výsledky získané spektrofotometrií, a úspěšně je aplikovala do vývoje HPLC metody. Při přípravě roztoků, mimo rozpustnosti v uvažovaných rozpouštědlech, vyhodnotila i stabilitu látky DABIZ projevující se změnou zbarvení. Zde použila jednoduchou metodu sledování stability buď vizuálně nebo lépe pomocí spektrofotometrie. Výsledky spektrofotometrie ukázali na nestabilitu DABIZ v zásaditém i kyselém prostředí.

- 2) Vývoj a optimalizaci HPLC metody pro kvantifikaci hlavní složky = DABIZ a kvantifikaci známé nečistoty tvz. bis-DABIZ.

Diplomantka správně srovnává výsledky HPLC a vážkového stanovení bis-DABIZ. HPLC/MS analýzy sice nepomohly s určením struktury dalších přítomných nečistot, ale vhodně doplňují práci o další výsledky dosažené touto náročnou, relativně drahou specifickou technikou.

Práce je napsána přehledně, cíle práce - vyvinout a optimalizovat metodu pro kvantifikaci látky 5,6-diamino-1,3-dihydro-2H-benzoimidazol-2-onu (DABIZ) v reálných vzorcích používaných pro syntézu 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, 27. května 2024

Mgr. Jan Vaněček