

Oponentský posudek diplomové práce Bc. Adama Votýpky

Studium přípravy sodné soli 5,5'-azotetrazolu

Oponent: Mgr. Radovan Skácel, Ph.D.
Explosia, a.s.
Výzkumný ústav průmyslové chemie
Semtín 107
530 50 Pardubice

Diplomová práce přehledně shrnuje ve své teoretické části možné laboratorní a průmyslové syntézy sodné soli azotetrazolu, jakož i dusíkatých solí azotetrazolu, jako je GZT. Právě GZT byl v Explosia a.s. v průmyslovém měřítku vyráběn (pro výrobu porpелentu pro automobilový průmysl), což je v diplomové práci také okrajově uvedeno.

V teoretické části je přehledně uvedena řada vlastností a metod výroby sodné soli azotetrazolu. Základní metoda je založena na oxidaci 5-aminotetrazolu. Tato látka byla právě oxidací aminotetrazolu manganistanem draselným připravována i ve velkém měřítku. Nevýhodou procesu je vznik velkého množství pasty oxidu manganičitého, což je v práci správně zdůrazněno. Z navržených postupů shrnutých v teoretické části je zajímavá oxidace bromem, chlorem a elektrochemické procesy. Všechny tyto postupy mají výhodu v tom, že není třeba izolovat žádný tuhý vedlejší produkt. Pro rychlé provozní zavedení se zdá být nejvhodnější oxidace bromem, z hlediska budoucího zavedení náročnějšími postupy může být výhodné použití elektrochemických metod. Nevýhodou je složitá výroba speciálních elektrod s fotocitlivými vrstvami.

Dále se autor zabývá oxidacemi jiných sloučenin, zejména triazolů a dále aromatických látek, spíše jako inspirativních metod pro výrobu azosloučenin.

V praktické části - po výčtu použitých metod a chemikálií - pak autor připravuje sodnou sůl azotetrazolu nejprve klasickou oxidací aminotetrazolu manganistanem draselným, kde navíc sleduje vznikající plyny, zejména kyslík a oxid uhličitý.

Dále jsou uvedeny zajímavé pokusy syntézy s využitím bromu, s poměrně širokým záběrem s ohledem na maximalizaci výtěžku. Evidentní je optimalizace teploty reakce v oblasti kolem 30°C, dále použití různých molárních poměrů reaktantů. Zajímavé je použití poměrně velkého přebytku vody jako rozpouštědla, pravděpodobně s ohledem na destruktivní oxidaci v přítomnosti bromu. Zde by pak bylo nejspíš zajímavé pro provozní optimalizaci použití různých koncentrací reakčního prostředí, případně zahuštění reakčního roztoku po reakci, protože sodná sůl azotetrazolu je poměrně hodně rozpustná ve vodě.

Následuje větší množství pokusů o získání jiné vhodné metody výroby sodné soli azotetrazolu, zahrnující oxidaci chlorem, jodem a chlornanem sodným. Možná by mohla být optimalizována metoda oxidace chlorem, ovšem důležité bude zřejmě použité množství vody a také teplota filtrace při oddělování produktu. Určité plus by zde bylo uvedení a sledování teplot filtrace po skončení reakcí. Oxidace ozonem, dichromanem, chloristanem nebo peroxidem vodíku v přítomnosti různých katalyzátorů už nepřinesla výraznější pozitivní výsledky. Nicméně výčet otestovaných metod je rozsáhlý a objem provedených prací hodnotím pozitivně.

Autor prokázal schopnost zorientovat se v problematice organických syntéz i oblasti energetických materiálů. Z výsledků literární rešerše správně stanovil směry svého dalšího zkoumání a provedl značné množství experimentů, kterými posunul současný stav poznatků o výrobě solí azotetrazolu. Závěry této práce a případně následných jsou velmi cenné pro praxi a budoucí projekty.

Doporučuji předloženou diplomovou práci přijmout k obhajobě a hodnotím ji jako **výbornou**.

V Pardubicích 23. 5. 2024

Mgr. Radovan Skácel, Ph.D.

Dotazy pro obhajobu práce:

- 1) Domnívá se autor, že zahuštěním matečného louhu po oxidaci bromem nebo větší podchlazení roztoku před filtrací by mohlo vést ke zvýšení výtěžku sodné soli azotetrazolu?
- 2) Jak jinak snížit rozpustnost produktu v reakčním prostředí před jeho izolací?
- 3) Kterou elektrochemickou metodu by autor doporučil pro průmyslovou výrobu sodné soli azotetrazolu nebo GZT ?