

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

### **Stanovení minoritních složek ve žlutém pigmentu P.Y. 139**

V předložené diplomové práci (76 stran) nás diplomantka v úvodu seznamuje s problematikou výroby pigmentů a stručně představuje i metody na jejich kvalitativního hodnocení. Dále nám podává přehled o výrobě pigmentů v akciové společnosti Synthesia a skupině isoindolinových a isoindolinonových pigmentů mezi něž P.Y. 139 patří. Je uvedeno schéma výroby P.Y. 139 a i schémata výrob potřebných surovin - kyseliny barbiturové a ftalodinitrilu. Je uveden přehled různých postupů stanovení těchto výchozích látek pro syntézu P.Y. 139. V teoretické části diplomové práce (34 stran) je také popsána instrumentace a princip HPLC a především chromatografie HILIC, která se ukázala jako velice výhodná pro řešení zadaného problému = Zlepšení separace kyseliny barbiturové a neznámé nečistoty se shodných retenčních chování v běžně používané HPLC metodě. Chtěl bych vyzdvihnout, že diplomantka dostala k řešení reálný problém z výroby pigmentu P.Y. 139, kde musela navrhnout lepší separaci nečistot, než která se dosud pomocí HPLC prováděla, identifikovat tímto postupem odhalenou neznámou nečistotu a celý postup optimalizovat z ohledem na stanovení stávajících nečistot i nečistoty nově zjištěné. Z toho je zřejmé, že musela problém řešit komplexně a systematicky.

V experimentální části (7 stran) je přehledně popsána instrumentace a postupy použité pro stanovení a identifikaci minoritních látek v P.Y. 139.

Ve výsledcích a diskusi (30 stran) jsou uvedeny výsledky optimalizace extrakce nečistot z P.Y. 139 a jejich stanovení pomocí HPLC - kyseliny barbiturové, kyseliny bibarbiturové, kyseliny ftalové, ftalodinitrilu a ftalimidu. Optimalizace stanovení nečistot byla prováděna na reálném vzorku P.Y. 139 z provozní výroby, proto jsou oba vyvinuté, optimalizované postupy přímo použitelné pro stanovení obsahu minoritních látek v pigmentu P.Y. 139.

Z mého pohledu bych velice kladně hodnotil následující výsledky diplomové práce: Povedlo se separovat od sebe kyselinu barbiturovou a neznámou nečistotu, postupem, který lze využívat pro kontrolu a hodnocení výroby P.Y. 139. Povedlo se tuto neznámou nečistotu identifikovat pomocí MS a NMR. Bylo zjištěno, že se jedná o kyselinu bibarbiturovou.

Výsledkem diplomové práce jsou tedy dva postupy pro stanovení nečistot v pigmentu P.Y. 139, první - extrakce pigmentu dimethylsufoxidem a použití kolony Hypersil HILIC Gold pro separaci a kvantifikaci kyseliny barbiturové a bibarbiturové a druhý - extrakce směsí methanol:acetonitril a separace na koloně C4 (ACE C4 100A) pro separaci a kvantifikaci kyseliny ftalové, ftalimidu a ftalodinitrilu.

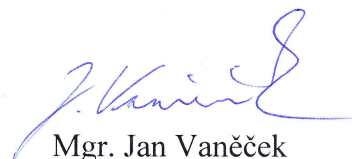
V diplomové práci mi pouze chybí, bližší charakterizace vlastností identifikované nečistoty - kyseliny bibarbiturové, například v podobě krátké rešerše.

Práce je napsána přehledně, cíle práce - najít a optimalizovat metodu pro stanovení minoritních látek v pigmentu P.Y. 139, 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

- výborně -

V Pardubicích, 31. května 2017

  
Mgr. Jan Vaněček