

Posudek oponenta diplomové práce

Příjmení a jméno studenta: Aneta Závodná
Studijní program: N2901
Studijní obor: Chemie potravin a bioaktivních látek
Zaměření
(pokud se obor dále dělí):
Ústav: Ústav chemie
Vedoucí diplomové práce: Zdeňka Prucková
Oponent diplomové práce: Robert Vícha
Akademický rok: 2018/2019

Název diplomové práce:

Syntéza a supramolekulární vlastnosti ligandů na bázi adamantylacetyleny

Hodnocení diplomové práce s využitím klasifikační stupnice ECTS:

Kritérium hodnocení	Hodnocení dle ECTS
1. Splnění zadání diplomové práce	B - velmi dobře
2. Formální úroveň práce, včetně jazykového zpracování	B - velmi dobře
3. Množství, aktuálnost a relevance použitých literárních zdrojů	B - velmi dobře
4. Popis experimentů a metod řešení	A - výborně
5. Kvalita zpracování výsledků	A - výborně
6. Interpretace získaných výsledků a jejich diskuze	B - velmi dobře
7. Formulace závěrů práce	A - výborně

Předloženou práci **doporučuji** k obhajobě a navrhuji hodnocení

B - velmi dobře

Komentáře k diplomové práci:

Autorka svým průzkumem možností přípravy derivátů adamantylacetylenů přispěla k základnímu výzkumu modelových vazebných motivů s definovanou a rigidní geometrií, které mohou sloužit pro přípravu vícevazebných funkčních ligandů. V teoretické části autorka popisuje základní vlastnosti hostitelských makrocyclů, pro které jsou připravované ligandy navrženy, stručně pak vlastnosti a přípravu ferrocenu a klecových uhlovodíků adamantanu a diamantanu a jejich derivátů, základní metody přípravy acetylenů, konkrétněji pak adamantylacetylenů a konečně shrnuje literární postupy, které využila při přípravě finálních látek. Ačkoliv je teoretická část sepsána přehledně a srozumitelně, postrádám explicitní vysvětlení významu jednotlivých kapitol a jejich zařazení do kontextu práce, bez kterého nelze, zejména věci neznalým čtenářem, posoudit, zda rozsahy jednotlivých kapitol jsou postačující. Umím si představit, že právě v závislosti na kontextu práce by mohla být kapitola o syntetických metodách vedoucích k acetylenům obsáhlejší. Stejně jako metod pro zavedení trifluormethylové skupiny je jistě více, než autorka uvádí.

Experimentální i diskusní část práce jsou opět sepsány logicky a srozumitelně, uvítal bych ovšem jasnější zdůvodnění a vysvětlení výběru cílových struktur. Domnívám se, že autorka odvedla kus dobré práce, na který půjde jistě navázat. Jsme velmi zvědav, zdali se podaří, zejména nejrozpracovanější látku, tedy adamantylethynylimidazol, kvarternizovat a jaké budou vlastnosti tohoto modelového ligandu. Neúspěch při syntéze derivátu pyridinu připisuji jednoznačně časovému faktoru, protože autorka zkusila pouze jedny reakční podmínky, což je v oblasti kaplingových reakcí katalyzovaných přechodnými kovy málo. Výsledky těchto reakcí silně závisí na struktuře reaktantů a vhodně nastavených podmínkách, takže předpokládám, že intenzivnější úsilí by mělo vést k přípravě i tohoto druhého velmi zajímavého motivu.

Práce je sepsaná v anglickém jazyce a splňuje formální i věcné nároky na tento druh absolventské práce kladené a proto ji doporučuji k obhajobě.

Přes toto kladné stanovisko si dovoluji upozornit na některé drobné či závažnější chyby, které jsem v textu odhalil.

Nepřesnosti a připomínky méně významné povahy:

Str. 16 – není mi jasné, co autorka míní odkazem na 5–8Å kavitu cyklodextrinů; str. 17 – v Tabulce 1 uvedené vnější rozměry CD se zdají být menší než rozměry vnitřní; str. 18 – není vhodné začínat věty zkratkou; str. 18, Obrázek 3 – jednotka rozměru makrocyclů je zdeformovaná; str. 32, Schéma 12 – vzorec Cs_2CO_3 není uveden korektně; leckde v textu, zejména v experimentální části – jednotky pro minuty jsou „min“ a pro hodiny „h“; str. 50 – adamantane; v celém seznamu literatury jsou nesprávně použity k vyjádření rozsahu stran spojovníky namísto pomlček.

Ačkoliv nejsem rodilý mluvčí ani mne mé lingvistické dovednosti neumožňují zásadní kritiku jazykové stránky práce, dovolím si uvést několik bodů z tohoto úhlu pohledu. Veškeré mé návrhy vychází z konzultace s internetovou verzí oxfordského výkladového slovníku dostupného zde: <https://en.oxforddictionaries.com>.

Str. 15 (i jinde v textu) – „native“ bych nahradil za „natural“; str. 18, poslední věta prvního odstavce – spojka „when“ se mi nezdá v daném kontextu být optimální. Spojky „if“ nebo „where“ by asi byly vhodnější; str. 39 – výraz „anneal“ (popouštění třeba oceli nebo skla) se mi nezdá být vhodně použit v daném kontextu (možná „calcined“?); str. 40 – „metered“ odkazuje na měření metrem, pravítkem, atd.; str. 41 a zhruba i jinde – „titled compound“ odkazuje na titulovanou a nikoliv titulní látku (title compound).

Vážnější připomínky:

- 1) Na straně 21 autorka uvádí, že největším popsáním cucurbiturilem je CB14. To není pravda. Byly popsány i CB13 a CB15 (*Org. Lett.* **2016**, *18*, 4020–1023) a jejich komplexační vlastnosti (*Org. Chem. Front.* **2018**, *5*, 1940–1944).
- 2) Strana 35, referenční signál v případě ¹H NMR spektra v deuterovaném methanolu náleží jaké látce? Jinými slovy, methanol-*d*₄ nemůže poskytnout v protonovém spektru žádný signál.
- 3) Všude v experimentální části. V Kapitole 4 – Přístroje a metody – chybí specifikace sušení rozpouštědel jako například CH₂Cl₂, DEE, THF, která jsou později v experimentálních postupech deklarována jako suchá.
- 4) Vzorec pro výpočet koncentrace Grignardova činidla na straně 40 je evidentně nesprávně, neboť pouhým pohledem je zřejmé, že jednotkou koncentrace nemůže být mol ($\frac{dm^3 \cdot mol}{dm^3} - \frac{dm^3 \cdot mol}{dm^3} = mol$).
- 5) Ve všech případech uvádění autorkou naměřeného bodu tání postrádám odkaz na referenční měření v literatuře. Totéž platí o NMR, IČ a MS spektrech již známých látek.
- 6) Str. 41 a i místy později – ...chloroethenyl... ...bromosuccinimide... (anglické názvosloví).
- 7) Ve schématu 18 na straně 47 by se hodilo vysvětlit ne zcela běžnou zkratku „GR“.
- 8) Tvzení o teplotě nutné pro provádění Swernovy oxidace na straně 48 dole není zcela přesné. Pokud je k chlazení použit CO₂(s) v acetonu, pak je toto obvyklá a zhusta v literatuře citovaná teplota směsi daná teplotou sublimace CO₂. Pokud je ovšem jako zdroj chladu použit kapalný dusík (což je autorčin případ), není teplota definovaná fyzikálním procesem (bod varu N₂(l) je –196°C) a může být i jiná než oněch –78°C. Odtud plyne otázka 2.

Otázky oponenta diplomové práce:

- 1) Na straně 19 píše autorka o využití inkluzních komplexů cyklodextrinů k tomu, aby byly maskovány pigmenty. Znamená to tedy, že původní barva pigmentů je změněna natolik, že je toto možné pozorovat pouhým okem? Mohla by autorka uvést nějaké konkrétní příklady?
- 2) Jaká je nejvyšší vhodná teplota pro provádění Swernovy oxidace?
- 3) Na straně 53 popisuje autorka složení surové směsi po provedení reakce uvedené na Schématu 25. Pravděpodobně na základě MS spekter (moje spekulace) dovozuje, že se jedná o „isomer“ požadovaného 1-(1-adamantyl)-1-chlorethenu. Podle mého soudu je ale možných isomerů více než jeden. Kolik isomerů lze teoreticky při zmíněné reakci očekávat? A který a proč je pravděpodobně ten detekovaný ve směsi?
- 4) V závěru práce autorka hodnotí své dosažené výsledky a uvádí výtěžky 1-adamantylacetyleny a derivátu imidazolu **10**. Bylo by ovšem lépe posouditelné, kdyby namísto výtěžku posledního kroku uvedla celkový výtěžek přepočtený na výchozí kyselinu **1**. Prosím autorku, aby tyto celkové výtěžky uvedla ve své presentaci, případně jinak během obhajoby.
- 5) Na straně 29 popisuje autorka Coreyovu–Fuchsovu reakci jejíž součástí má být Fritschův–Buttenbergův–Weichellův přesmyk. Nějak mi uniká, kde tento přesmyk mám hledat ve Schématu 5. Prosím o upřesnění.
- 6) Na straně 50 autorka diskutuje chemické posuny jednotlivých uhlíků **d** a **f** ve struktuře látky **4**. Tvrdí zde, že silný posun signálu atomu C_e lze přisoudit indukčnímu efektu dvou atomů Br vázaných ovšem na uhlík C_r. Proč tedy není silněji odstíněn signál atomu C, který nese oba atomy bromu? Prosím o vysvětlení.

V Louče dne 3. června 2019

Podpis oponenta diplomové práce