

## Posudek oponenta diplomové práce

**Jméno a příjmení:** Bc. Jakub Nikodem  
**Studijní program:** N0721A210005 Chemie potravin a bioaktivních látek  
**Studijní obor:** Chemie potravin a bioaktivních látek  
**Zaměření**  
(pokud se obor dále dělí):  
**Ústav:** Ústav chemie  
**Vedoucí diplomové práce:** doc. Mgr. Robert Vícha, Ph.D.  
**Oponent diplomové práce:** Ing. Roman Kimmel, Ph.D.  
**Akademický rok:** 2023/2024

### Název diplomové práce:

Syntéza a supramolekulární vlastnosti 4'-(1-adamantyl)bifenyl-4-amoniových solí.

### Hodnocení diplomové práce s využitím klasifikační stupnice ECTS:

Kritérium hodnocení	Hodnocení dle ECTS
1. Splnění zadání diplomové práce	<b>F - nedostatečně</b>
2. Formální úroveň práce, včetně jazykového zpracování	<b>F - nedostatečně</b>
3. Množství, aktuálnost a relevance použitých literárních zdrojů	<b>E - dostatečně</b>
4. Popis experimentů a metod řešení	<b>F - nedostatečně</b>
5. Kvalita zpracování výsledků	<b>F - nedostatečně</b>
6. Interpretace získaných výsledků a jejich diskuze	<b>F - nedostatečně</b>
7. Formulace závěrů práce	<b>E - dostatečně</b>

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

**F - nedostatečně**

### Komentáře k diplomové práci:

Hlavním úkolem Jakuba Nikodema bylo připravit 4'-(1-adamantyl)bifenyl-4-amoniovou sůl a prozkoumat její supramolekulární chování s roztoky cucurbiturilů a cyklodextrinů. Pro syntézu zamýšleného ligandu, který se již studentovi nezdařil připravit v rámci jeho bakalářské práce, byly navrženy tři nové strategie. Všechny tyto plánované multikrokové reakce využívaly jako výchozí látku 4-adamantylbifenyl. Při pokusech o nahromadění tohoto derivátu v dostatečném množství pro následné experimenty bylo zjištěno, že při navození identických podmínek při Friedelově-Craftsově reakci bromadamantanu s bifenylem přítomnosti  $\text{InCl}_3$  vzniká více produktů. Při snížení množství Lewisovy kyseliny bylo za cenu výrazně prodloužené reakční doby dosaženo větší selektivity, ovšem, jak autor píše, tak pouze u dvou případů ze tří. Jelikož není uvedeno, kolikrát byla daná reakce opakována, není možné si udělat představu o její reprodukovatelnosti. Po nahromadění určitého množství této základní látky, bylo provedeno několik pokusů o zavedení vhodné funkční skupiny na její periferní benzenové jádro. Jelikož se z halogenačních, acetylačních ani formylačních reakcí bifenylové části nepodařilo získat jediné chemické individuum, nebyl překročen ani první stupeň z žádného navrženého syntetického plánu. Po mnoha letech věnovaných organické syntéze zcela chápu, že ne všechny reakce, které jsou do posledního detailu naplánované na papíru, hladce proběhnou i uvnitř laboratorní baňky. Nicméně v těchto případech je nezbytné zatnout zuby a zkoušet dané experimenty za jiných podmínek, případně i s jinými reagensy. Ovšem po přečtení diskuze jsem měl pocit spíše opačný. Pominu-li fakt, že student do této části promítá poznatky získané ze svého bakalářského studia, které se při četní textu obtížně odlišují od výsledků nabytých při práci na tomto díle, mám dojem, že během dvou, respektive tří let strávených na magisterském stupni, dokázal pouze připravit výchozí látku, jejíž syntézu již mimo jiné zvládl před několika lety a poté se jí v podstatě pouze čtyřmi pokusy snažil modifikovat.

Diplomová práce Jakuba Nikodema, která je sepsaná na 30 stranách (počítáno včetně úvodu i závěru), na mě působí celkově tak, že ji bylo věnováno mnohem méně času, než si dílo této důležitosti zaslouží. Student napříč celou prací používá neobratné formulace, nedbale střídá činný a trpný rod sloves v kombinaci s jednotným a množným číslem podstatných jmen (já jsem udělal, my jsme udělali, bylo uděláno) a v jednotlivých odstavcích činí nevhodné závěry (např. text k Tabulce 2 na str. 13). Prakticky všechny kapitoly v rešeršní části jsou rozebrány jen povrchně (např. v kapitole nazvané jako Ligandy na bázi adamantanu na str. 12–13 jsou v podstatě uvedeny pouze strohé informace z jedné publikace) a navíc zde není uvedena jediná syntéza sloučenin příbuzných k látkám připravovaným v DP, takže není možné si vytvořit představu o tom, jestli zvolené reakční podmínky byly autorovým know how, nebo jestli se nechal někde inspirovat. Dále pak obrázky z NMR spekter, chromatogramů z GC-MS a reakčních schémat mají výrazně zhoršenou kvalitu, což čtenáře přivádí k myšlence, že nejsou originální. Komentář (str. 33, 34) a výpis (str. 24)  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  NMR spektra jediného izolovaného produktu mají přibližně stejnou úroveň jako by ji psal student po absolvování 3 semestrů na UTB.

**Otázky oponenta diplomové práce:**

- 1) V textu na **str. 13** píšete, že čím je na adamantanu více kladně nabitých atomů dusíku, tím bude komplex tohoto ligandu s CB7 pevnější. V případě, kdy  $R^1 = \text{NH}_3^+$  a  $R^2 = \text{H}$  (1 kladný náboj v molekule) je asociční konstanta vyšší než u analogické sloučeniny, která má  $R^1 = \text{CH}_2\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$  a  $R^2 = \text{NH}_3^+$  (2 kladné náboje v molekule). Mohl byste tuto skutečnost uvést na pravou míru?
- 2) Na **str. 31–32** komentujete vliv vybraných Lewisových kyselin na F-C reakce bromadamantanu s bifenylem, u kterých se v závislosti na množství vznikajícího vedlejšího produktu nejvíce osvědčil  $\text{InCl}_3$ . Nicméně srovnáváte reakce provedené za různých podmínek (nejednotná doba reakce a hlavně množství dávkovaného chloridu). Proč jste použil 0,2 ekv. u  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{AlCl}_3$  a  $\text{ZnCl}_2$  a u  $\text{InCl}_3$  pouze 0,1 nebo 0,03 ekv.? Jak je možné, že z reakce, kde bylo použito 0,1 ekv., jste izoloval větší množství očekávaného produktu než v případě 0,03 ekv.  $\text{InCl}_3$ , když v surové směsi byla vedlejší látka zastoupena ve větší míře? Jak jste vypočítal výtěžky produktu? Z jakého důvodu jste používal čtyřmolární nadbytek bifenylu? Jakou měla vedlejší látka strukturu?
- 3) Na **str. 33–34** uvádíte, že jste pravost 4-(1-adamantyl)bifenylu potvrdil na základě  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  NMR spekter. Mohl byste vysvětlit, jaké indicie Vás přivedly k jistotě, že byl adamantan připojen k bifenylu právě do polohy 4?
- 4) V popisu acetylace adamantylbifenylu píšete, že nějaká reakce proběhla, ale v NMR spektrech jste, v důsledku příliš velkého množství přidané Lewisovy kyseliny, nebyl schopen rozeznat signály atomů vodíku pocházející z adamantanu ani z bifenylu. Proto se ptám, jakým způsobem  $\text{AlCl}_3$  ovlivňuje vzhled NMR spekter a proč jste tedy reakci nezkusil provést s nižším množstvím  $\text{AlCl}_3$ , případně s jinou Lewisovou kyselinou?
- 5) Při bromaci adamantylbifenylu jste se potýkal s řadou problémů, kterými byly vznik několika regioisomerů (di)bromderivátů, rezistence výchozí látky vůči 3,9 ekv.  $\text{Br}_2$ , substituce atomu bromu u vznikajícího produktu za atom chloru. Nicméně diskuze k tomuto složitému tématu je značně strohá. Mohl byste, prosím, tuto oblast rozebrat podrobněji a jednotlivé učiněné závěry doprovodit příslušnými GC-MS a NMR spektry?

Ve Zlíně dne 6. 6. 2024

Podpis oponenta diplomové práce