

## Posudek oponenta diplomové práce

**Příjmení a jméno studenta:** Kateřina Štěpánková  
**Studijní program:** Chemie a technologie potravin  
**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. Michal Rouchal, Ph.D.  
**Akademický rok:** 2018/2019

**Název diplomové práce:**

Příprava supramolekulárních ligandů na bázi 1,3-difenyladamantanu

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

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

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

**C - dobře**

### **Komentáře k diplomové práci:**

Diplomová práce Kateřiny Štěpánkové je zaměřena do oblasti syntézy ligandů na bázi adamantanu vhodných pro komplexaci s cyklodextriny (CDs) a cucurbit[*n*]urily (CBs). S ohledem na zamýšlenou přípravu 1,3-disubstituovaného ligandu lze uvažovat o jeho schopnosti vytvářet supramolekulární komplexy zejména se zástupci majícími objemnější kavitu, jako je  $\gamma$ -CD či CB8.

V teoretické části je ve třech kapitolách postupně pojednáno o adamantanu, hostitelských molekulách pro supramolekulární systémy, konkrétně cyklodextrinech a cucurbit[*n*]urilech a v neposlední řadě je podán přehled dikationických ligandů na bázi 1,3-disubstituovaného adamantantu popsaných v recentní literatuře. Tato část práce je doplněna celkem 81 citacemi na odbornou literaturu, což je chvályhodné. Na druhou stranu se v teoretické části nachází nemálo více či méně závažných chyb, které nemohu na tomto místě ponechat stranou. Kapitola 1.1 (Využití adamantantu z hlediska hostitel-host chemie) po obsahové stránce ani v názvu neodpovídá svému názvu. O supramolekulární chemii je v ní zmínky všehovšudy ve dvou větách, zbývající část je věnována využití adamantanu v medicíně. Na straně 16 je uvedeno, že CB5, CB7 a CB8 byly charakterizovány pomocí spektroskopických metod, jako je např. elektrosprejová ionizace. Ta sama o sobě nepředstavuje spektroskopickou metodu, nýbrž pak ionizační techniku a jednu ze tří základních částí hmotnostního spektrometru. Na straně 17 autorka uvádí, že CB nachází největší uplatnění při dopravě léčiv. Tím ovšem komentář k této aplikační oblasti také končí, což považuji za nešťastné. Z formulace uvedené na straně 22 „V chemickém průmyslu jsou CD široce používány...k podpoře různých procesů...“ si toho čtenář také příliš mnoho neodnese. V názvu kapitoly 3.1 je namísto „bisimidazoliové“ uvedeno „bisimidazolové“. Na straně 24 je uvedeno, že ligandy 6 a 7 vykazují odlišnou afinitu k jednotlivým hostům (správně má být „hostitelům“). Na Obrázku 8 (str. 24) není u sloučeniny 1 zobrazena druhá karboxylová skupina. Sloučenina, která je na Obrázcích 10 a 11 označena číslovkou „8“, je v textu (str. 25) nesprávně uváděna pod číslovkou „2“. Na Obrázku 12 (str. 27) nejsou uvedeny kompenzační protiionty ( $2 \text{ Cl}^-$ ), ačkoliv v názvu kapitoly tomu tak je. V této části práce se nachází značné množství chyb formální povahy (překlepy, nevhodné formulace, nesprávné skloňování apod.), které však na tomto místě nebudu blíže komentovat.

V praktické části uvádí Kateřina nejprve výčet přístrojů použitých v průběhu řešení této práce, dále pak popisuje pracovní postupy, jimiž byly připravovány uvažované sloučeniny, jakož i výpisy spektrálních charakteristik syntetizovaných látek. Bohužel i k této části mám nejednu připomínku. Infračervená spektra zcela jistě nebyla měřena na přístroji is10 Smart omni, který už na Ústavu chemie několik let nepoužíváme. V kapitole 5.1 (str. 32) je uvedeno, že „organické podíly byly propláchnuty ethyl-acetátem“, přičemž mi není jasné, proč by toto autorka dělala a dost pochybuji, že tomu skutečně tak bylo. Rovněž pak ve výpisu hmotnostního spektra není uveden signál o  $m/z$  215, ačkoliv z Obrázku 15 (str. 42) je patrné, že se ve spektru nacházel. Na straně 35 autorka píše, že po přidání NaOH došlo k vysrážení. Co se vysráželo, už ale čtenáři neprozradila. Na též straně je použita nevhodná formulace „rozpuštěn výchozí produkt“, kdy měla Kateřina na mysli patrně výchozí látku. Poněkud zarážející se mi jeví fakt, že v kapitolách 5.3.1 a 5.3.2, v nichž jsou popsány různé způsoby redukce nitroskupin na skupiny aminové, byly uvažované sloučeniny získány ve stejných výtěžcích, a to 10,1 %, což je navíc hodnota, dle mého názoru, nereprodukovatelná (mělo by být uvedeno „10 %“). Vůbec vše, co je v kapitole 5.3.2 uvedeno pod pracovním postupem, je v prazvláštní shodě s tím, co je uvedeno v kapitole 5.3.1 (že by zaúřadovalo toliko oblíbené „CTRL C + CTRL V“?). Zdržím-li se ještě na chvíli u zmíněných kapitol, pak si dovoluji projevit toliko smělosti a pozastavit se na nad nelogičností jejich číslování, kdy jsou tyto v danou chvíli uvedeny jako podkapitoly části 5.3 popisující nitraci 1,3-difenyldamantanu.

Poslední část práce je věnována diskuzi získaných výsledků, kdy je komentář k provedeným experimentům vhodně doprovázen výstupy z použitých analytických metod, tedy GC-MS a NMR podporujících závěry, které Kateřina k jednotlivým experimentům v této části popisovaným zaujímá. Také na tomto místě si dovoluji uvést několik připomínek. Obrázek 16 (str. 43) by měl být, s ohledem na Kateřinou zavedený systém odlišující schéma a obrázek, označen jako „schéma“. Komentář k uskutečněným Friedelovým-Craftsovým alkylacím popisovaným v prvním odstavci kapitoly 6.2 (str. 43) se mi jeví jako poněkud plytký, skoro až nic neříkající. Z textu je patrné, že byla tato reakce prováděna opakovaně s cílem její optimalizace, víc se však čtenář nedozví. Totéž platí pro komentář uvedený na konci strany 45. Myslím, že Obrázek 18 by si zasloužil o trochu více pozornosti, než mu bylo věnováno. Pod Obrázkem 18 je pak toliko prázdného a zbytečně nevyužitého místa, že se mi tam chtělo něco namalovat, leč nakonec jsem tak neučinil. V nadpisu kapitoly 6.4.1 je nesprávně uveden název sloučeniny podléhající redukci. Rovněž pak v popisu Obrázku 23 (str. 53) je namísto „EI“ uvedeno „ESI“.

V celém rukopisu se, bohužel, vyskytuje dělení slov na koncích řádků, což na mě, jako čtenáře, působí značně rušivě a ačkoliv jsem si vědom toho, že je to takto v šabloně pro psaní DP nastaveno, pak musím dodat, že tuto otravnou funkci lze několika málo kliknutími zakázat a šablona má po srandě (a čtenář po starostech).

Přes výše uvedené výtky si dovoluji konstatovat, že Kateřina Štěpánková připravila rukopis svojí povahou splňující podmínky na práce tohoto typu kladné. Proto její diplomovou práci doporučuji k obhajobě a hodnotím ji klasifikačním stupněm C – dobře.

#### **Otázky oponenta diplomové práce:**

- 1) Na straně 17 uvádíte, že se CBs uplatňují při stabilizaci barviv, což může vést např. k solvatochromismu. Mohla byste, prosím, tento pojem blíže vysvětlit?
- 2) Na straně 29 hovoříte o obtížné dostupnosti 2,6-disubstituovaných derivátů adamantanu. Postup vedoucí k látkám 11 a 12 však v práci uveden není. Mohla byste to, prosím, objasnit a uvést, v čem ona obtížnost spočívá?
- 3) V EI-MS spektru uvedeném na Obrázku 15 nebyl pozorován molekulový ion. Čím si tuto skutečnost vysvětlujete? Pakliže by tento ve spektru byl přítomen, jaký byl měl, s ohledem na přítomnost dvou atomů Br v molekule, tvar?
- 4) Při redukci sloučeniny 3 na odpovídající amin, za podmínek uvedených na Schématu 7, byl požadovaný produkt, z důvodu komplikací při jeho izolaci získán ve výtěžku 10 %. Nezkoušela jste pro extrakci požadovaného produktu použít jiné rozpouštědlo než diethylether?
- 5) Na straně 52 je uvedeno  $^1\text{H}$  NMR spektrum, které však v samotné práci není nikterak komentováno. Mohla byste, prosím, říci, co lze z předmětného spektra usuzovat (o jakou látku a proč se podle Vás jedná)?

Ve Zlíně dne **04. 06. 2019**

Podpis oponenta diplomové práce