

OPONENTSKÝ POSUDOK

na bakalársku prácu Jozefa Kristeka s názvom:

„Monitorovanie vzniku makrocyclických ligandov pomocou nukleárnej magnetickej rezonancie“

Predložená bakalárska práca s rozsahom 56 strán, ktorá obsahuje 54 obrázkov, 4 tabuľky, 4 schémy a 28 literárnych odkazov, je členená na osem hlavných kapitol (*Úvod, Ciele práce, Teoretická časť, Praktická časť, Výsledky a diskusia, Záver, Zdroje použitej literatúry a Prílohy*).

V úvodných dvoch kapitolách („*Úvod*“ a „*Ciele práce*“) je uvedená motivácia pre štúdium cyklizačnej reakcie a sú definované ciele práce, medzi ktoré patrí vypracovanie rešerše na tému 15-členných makrocyclických ligandov, syntéznych postupov ich prípravy a oboznámenie sa s nukleárnou magneticou rezonanciou (NMR). Hlavným cieľom bolo experimentálne overenie vhodnosti NMR spektroskopie na monitorovanie priebehu reakcií pri príprave 15-členného pyridínového makrocyclického ligandu (15-pyN₃O₂).

V kapitole „*Teoretická časť*“ sú popísané základy nukleárnej magnetickej rezonancie a stručne sú zhrnuté výsledky rešerše na tému makrocyclických ligandov a ich spôsobov prípravy.

Štvrtá kapitola „*Praktická časť*“ obsahuje zoznam použitých chemikálií a analytických metód, syntézne postupy a postupy príprav vzoriek na meranie NMR.

V piatej kapitole „*Výsledky a diskusia*“ sú diskutované výsledky monitorovania cyklizačnej reakcie pomocou ¹H NMR spektroskopie a hmotnostnej spektrometrie.

V kapitole „*Záver*“ je stručné zhrnutie jednotlivých kapitol, zhodnotenie naplnenia jednotlivých cieľov a námety na ďalšiu prácu. Práca je zakončená kapitolou „*Použitá literatúra*“ a „*Prílohy*“.

Možno konštatovať, že ciele definované v úvode práce boli naplnené. Kladne hodnotím to, že sa bakalárand oboznámil s NMR spektroskopiou a zvládol technikou merania a spracovania NMR spektier.

V predloženej práci sa nachádza viacero preklepov a prehreškov voči gramatike slovenského jazyka (napr. str. 8 „vypracovať rešerši“ namiesto „vypracovať rešerš“; str. 12 „u benzénovho jadra“ namiesto „v prípade benzénového jadra“; str. 21 „reakčné schéma“ namiesto „reakčná schéma“; str. 31 „paramgnetickým“ namiesto „paramagnetickým“), prehreškov voči slovenskému chemickému názvosloviu (napr. str. 12 „tetrametylsilan“ namiesto „tetrametylsilán“; str. 19 „pyridin-2,6-dikarbaldehyd“ namiesto „pyridín-2,6-dikarbaldehyd“) a menší počet chýb formálneho charakteru (napr. pri popise obrázkov 9, 35-40 chýba údaj o aký typ NMR spektra sa jedná (¹H, ¹³C, príp. iné); na str. 21 a 23 sa nachádza viacero prázdnych riadkov vrámci jedného odseku). V zozname použitej literatúry je nejednotný formát uvádzania mien autorov (raz sú uvedené celé mená, a potom len iniciály; poradie krstné meno a priezvisko je nejednotné).

K predloženej práci by som mal nasledujúce otázky:

1. Pri pokusoch boli použité soli prechodných prvkov. V zozname použitých chemikálií (str. 19) je uvedený bezvodý chlorid železnatý, ale v tabuľke návažkov reaktantov je už uvedený tetrahydrát chloridu železnatého. V práci je tiež uvedené, že počas pokusov bol použitý tetrahydrát chloridu kobaltnatého. Mohli by ste prosím uviesť aké hydráty solí boli použité?

2. Pri popise syntéznych postupov s použitím jednotlivých templátujúcich iónov sú uvedené množstvá reaktantov, ale nie sú uvedené výťažky jednotlivých reakcií. Mohli by ste prosím uviesť aké boli výťažky syntéz pri použití jednotlivých templátujúcich iónov?
3. V syntéznom postupe prípravy makrocyclického ligandu je uvedené, že k roztoku pyridín-2,5-dikarbaldehydu a soli templátujúceho iónu bol po malých dávkach pridaný roztok amínu. Uvedený krok je kritickým z hľadiska zloženia produktu. Mohli by ste uviesť akým spôsobom bol roztok amínu pridávaný?
4. Na strane 15 je uvedená schéma 1 s popiskom „Kinetický templátový efekt“. K uvedenej schéme je priradená nesprávna citácia (cit. 15 – Blinn, E. L.; Busch, D. H. *J. Am. Chem. Soc.* **1968**, *90*, 4280-4285). Mohli by ste uviesť správny literárny odkaz? V reakčnej schéme je ako reaktant uvedený neutrálny komplex niklu. Podľa vzorca však vypláva, že sa jedná o kationový komplex. Mohli by ste prosím vysvetliť túto nejednotnosť a uviesť celú reakčnú schému aj produktom obsahujúcim bróm?
5. V diskusii uvádzate, že v ^1H NMR spektrách reakčnej zmesi obsahujúcej pyridín-2,6-dikarbaldehyd, amín a kademnaté kationy možno pozorovať signál v oblasti $\delta = 8,1 - 8,4$ ppm, ktorý zodpovedá jadru vodíka nachádzajúceho sa v skupine $\text{CH}=\text{N}$. V uvedenom spektre sa v oblasti aromatických vodíkov nachádzajú tri signály s porovnateľnou intenzitou pri 8,34; 8,62 a 8,83 ppm. Mohli by ste prosím uvedené signály priradiť?

Záverom možno konštatovať, že predložená bakalárska práca i napriek uvedeným pripomienkam spĺňa požiadavky kladené na tento typ práce, a preto ju k obhajobe

= ODPORÚČAM =

Navrhnuté hodnotenie bakalárskej práce: **B**

V Olomouci, 15. 5. 2019

.....
 Mgr. Peter Antal, PhD.
 „oponent“
 Katedra anorganické chemie
 Přírodovědecká fakulta
 Univerzita Palackého v Olomouci