

Posudek vedoucího diplomové práce na téma:

„Příprava benzo[f]indenylových sloučenin molybdenu a wolframu“

Předkládaná diplomová práce **Bc. Jiřího Štěpána** se zabývá přípravou a charakterizací komplexů molybdenu a wolframu s koordinovaným benzo[f]indenylovým ligandem. Téma zapadá do zaměření naší skupiny orientované na studium katalyticky a biologicky aktivních organokovových sloučenin.

V teoretické části student systematicky shrnul literární poznatky zaměřené především na možnosti přípravy komplexů obsahující polycyklický aromatický systém. Všechna uvedená schémata mají jednotný styl a uvedené skutečnosti jsou podloženy literaturou uvedenou v odpovídajícím formátu. Podstatný podíl literatury tvoří původní zdroje.

V rámci praktické části byla, nejdříve dle modifikovaného postupu, připravena výchozí sloučenina benzo[f]inden v dostatečném množství a čistotě. Následně byly několikastupňovou syntézou za pomoci Schlenkových technik připraveny dva nové doposud v literatuře nepopsané komplexní sloučeniny s η^5 -koordinovaným benzo[f]indenylovým ligandem $[(\eta^5\text{-[f]-C}_{13}\text{H}_9)(\eta^3\text{-C}_3\text{H}_5)\text{Mo}(\text{CO})_2]$ a $[(\eta^5\text{-[f]-C}_{13}\text{H}_9)(\eta^3\text{-C}_3\text{H}_5)\text{W}(\text{CO})_2]$. Připravené komplexní sloučeniny byly charakterizovány IR a ^1H NMR spektroskopií a RTG analýzou.

Dále byla studována reaktivita těchto komplexů. Bohužel se ukázalo, kationtové tetrafluorboritanové komplexy nelze izolovat. Stabilizace chelatujícími ligandy byla úspěšná až v případě tridentátního ligandu tris(pyrazolyl)methanu (tmp). Byl připraven kationtový komplex $[(\eta^3\text{-[f]-C}_{13}\text{H}_9)\text{Mo}(\text{CO})_2(\text{tmp})][\text{BF}_4]$. Tato sloučenina byla charakterizována pomocí ^1H a ^{13}C NMR spektroskopie a 2D zobrazovacích metod jako ^1H , ^1H COSY; ^1H , ^{13}C HSQC; ^1H , ^{13}C HMBC a ^1H , ^{15}N HMBC. Využití těchto pokročilých NMR metod umožnilo studentovi přiřadit veškeré signály odpovídající jednotlivým atomům. Na základě tohoto přiřazení a získaných hodnot chemických posunů byl navržen η^3 -typ vazby benzo[f]indenylového ligandu. Navržený typ vazby byl jednoznačně potvrzen pomocí rentgenové difrakční analýzy na připraveném monokrystalu a jedná se o vůbec první případ prokázané η^3 -vazby benzo[f]indenyly na centrální atom kovu.

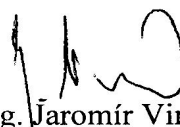
V rozsáhlé diskuzi k syntéze, charakterizaci a reaktivitě připravených sloučenin využil student své teoretické znalosti i dostupné literární prameny. Všechny odborné nesrovnalosti byly vyřešeny v rámci konzultací s diplomantem.

Závěrem tedy mohu konstatovat, že předložená práce splnila požadavky zadání a vyhovuje všem předpisům stanoveným FCHT Univerzity Pardubice pro diplomové práce.

Diplomovou práci doporučuji k obhajobě a hodnotím známkou A.

V Pardubicích 21.5.2018

prof. Ing. Jaromír Vinklárěk, Dr.



školitel DP