



**Věc:** Posudek oponenta diplomové práce.

**Název práce:** Dusičnany bis(1-amidino-2-alkylisomočovina) a bis(1-alkylbiguanidin) měďnaté

Autor práce: Bc. Ondřej Němec  
Vedoucí práce: Ing. Zdeněk Jalový, Ph.D.

### 1. Formulace a splnění cílů, úplnost vypracování

Náplní a cílem práce Ondřeje Němce byla syntéza a charakterizace dusičnanů bis(1-amidino-2-alkylisomočovina) a bis(1-alkylbiguanidin) měďnatých. Tyto látky jsou ve spolupráci Ústavu energetických materiálů, Výzkumného ústavu průmyslové chemie a firmou Indet Safety Systems dlouhodobě zkoumány jako netoxické komponenty pyrotechnických složí pro plynové generátory (airbagy, přitahovače pásů). Cíle zadání práce byly autorem splněny, rozsah práce odpovídá požadavkům kladeným na diplomovou práci.

### 2. Zvolený způsob řešení, jeho originalita a provedení

Autor k charakterizaci dusičnanů bis(1-amidino-2-alkylisomočovina) a bis(1-alkylbiguanidin) měďnatých využil analytické metody dostupné nejen na Ústavu energetických materiálů, ale i na dalších pracovištích FChT. K prokázání struktury látek byly zvoleny vhodné dostupné analytické metody. Autor se při řešení práce pokusil i o vypracování metody ke stanovení čistoty produktů pomocí kapalinové a tenkovrstvé chromatografie. V této snaze bohužel nebyl úspěšný, nicméně z práce je patrné velké úsilí, které autor vynaložil tomuto cíli. Postup a způsob řešení, kterým se o vypracování metodiky snažil, je správný.

### 3. Obtížnost a správnost řešení, dosažené výsledky

Jedním z hlavních cílů zadání práce bylo ověření možnosti analýzy a charakterizace nově syntetizovaných látek. Autorovi se podařilo shromáždit značné množství analytických dat zkoumaných látek. Získané výsledky, spektra a termogramy jsou součástí práce. Bohužel v případě infračervených spekter autor žádné z nich neinterpretuje a uvádí je ve formě, jak byly naměřeny. Přitom jejich interpretace by napomohla potvrdit či vyvrátit očekávanou strukturu syntetizovaných látek, navíc charakter látek není pro interpretaci zvlášť obtížný. Takto se jedná jen o surové záznamy, které člověku nezvyklému spektra interpretovat, nic neřeknou.

Za zásadní omyl považuji prokázání tvorby dusičnanů příslušných aminů metodou DTA (viz termogram na obr. 36). Tento termogram nevypovídá nic o charakteru vedlejšího produktu, kterým v tomto případě má být dusičnan methylaminu. V dalším textu není uvedena žádná další analytická metoda, která by byla k identifikaci vedlejších produktů použita a přesto autor v diskusi a závěru práce uvádí, že soli odpovídajících aminů byly na základě provedených analýz navrženy jako vedlejší produkty reakce.



Za zásadní chybu považuji spalná a slučovací tepla, uvedená v tabulce 19. Např. u dusičnanu bis(dikyandiamid) měďnatého jsou spalná tepla, stanovená autorem a pracovníky firmy Explosia prakticky stejná a přitom dopočtená slučovací tepla jsou značně rozdílná. U dalších komplexů se autorovi hodnoty a výsledky z Explosie výrazně liší (např. u dusičnanu bis(1-amidino-2-methylisomočovina) měďnatého je autorova hodnota 8,5 kJ/g zatímco hodnota z Explosie je 16,5 kJ/g; přičemž dopočtené hodnoty tepel slučovacích jsou prakticky shodné). V práci navíc chybí naměřená data ze spalného kalorimetru a vzorový výpočet, bez nichž nelze zjistit, kde autor udělal chybu a které hodnoty výsledných tepel jsou správné a které nikoliv.

Nejvýznamnějším výsledkem snažení autora bylo získání molekulárních struktur dvou komplexů – dusičnanu bis(1-methylbiguanidin) měďnatého a dusičnanu bis(1-butylbiguanidin) měďnatého metodou rentgenové strukturní analýzy. Je třeba ocenit úspěšné završení snahy o vypěstování vhodných krystalů obou látek, které jsou pro RTG analýzu nezbytné. Vzhledem k charakteru látek se jedná o činnost velmi obtížnou a časově náročnou; pěstování krystalů tohoto druhu látek na ÚEnM navíc dlouhou dobu nevedlo k požadovanému cíli. Za nedostatek považuji neuvedení přesné metodiky přípravy monokrystalu. Autor jen uvádí rozpouštědlo a srážedlo, konkrétní podmínky však neuvádí (teplotní režim, koncentrace roztoku, množství srážedla, podmínky srážení atd.). Přitom uvedení přesných podmínek je pro případnou reprodukci naprosto klíčové, pěstování krystalů je doslova alchymii, kdy i malé odchylky od ověřeného postupu nemusí vést k úspěšnému cíli. Přitom se jedná o významný výsledek, kterým by se autor měl pochlubit.

V syntézni části mám zásadní výhradu k neuvedení množství rozpouštědla, v němž byla reakce dikyandiamidu s dusičnanem měďnatým prováděna. Tato informace chybí u všech syntetizovaných komplexů (kapitola 3.2.1 až 3.2.7). Přitom v další části (konkrétně kapitole 3.5) autor zkoumá vliv množství rozpouštědla na výtěžek reakce u dusičnanu bis(1-butylbiguanidin) měďnatého a dochází k závěru, že množství rozpouštědla na výtěžek reakce má poměrně nezanedbatelný vliv (rozdíl cca. 10%).

#### 4. Formální a jazyková úroveň práce

Ve formální stránce práce shledávám poměrně značný nedostatek v zahrnování jednotlivých informací do příslušných částí práce. Autor v diskusní části u jednotlivých analytických metod uvádí experimentální podmínky měření a způsob vyhodnocení. Tyto informace patří do experimentální části, v diskusi by měly být jen diskutována zjištění a výsledky, k nimž autor dospěl. Dále dochází k překryvu a rozsekávání informací v některých kapitolách, informace je v jedné kapitole nakousnuta, v další doplněna a v jiné dokončena. To činí obtíže při sledování autorovy myšlenky, kdy čtenář musí v práci stále listovat mezi jednotlivými kapitolami. Práce rovněž obsahuje několik chyb ve vzorcích (pětivazný dusík na obr. 26, 29), oxidačních stavech aniontů (na str. 18 u tří aniontů z deseti), používání desetinné tečky namísto čárky (tabulka 16, 17), nesjednocený styl citací literatury nebo lajdácké označování sulfoxidu namísto správného názvu dimethylsulfoxid.

Jazyková úroveň diplomové práce je dobrá, formulace vět srozumitelná. Překlepy se v práci prakticky vůbec nevyskytují.



## 5. Dotazy, připomínky, námitky

- 1) Jak je to ve skutečnosti se spalnými a slučovacími teplemi komplexů (viz. tabulka 19), jak jste obě tepla počítal?
- 2) Jaká analytická metoda by byla vhodná ke kvalitativnímu a kvantitativnímu stanovení dusičnanů alifatických aminů, které vznikají jako vedlejší produkty dusičnanů bis(1-alkylbiguanidin) měďnatých.

## 6. Celkové zhodnocení

I přes uvedené chyby a nedostatky autor plně splnil zadání. Na základě výše uvedeno práci doporučuji k obhajobě a hodnotím ji známkou **velmi dobře**.

V Pardubicích dne 20. května 2010.

Ing. Robert Matyáš, Ph.D.