

POSUDEK OPONENTA NA DIPLOMOVOU PRÁCI

Cyklopentadienylové komplexy molybdenu substituované elektron-akceptorními skupinami

V diplomové práci se Pavel Kratochvíl zaměřil na problematiku přípravy cyklopentadienylových komplexů molybdenu substituovaných elektron-akceptorními skupinami, na jejich charakterizaci pomocí dostupných analytických metod.

V teoretické části diplomant systematicky shrnuje výsledky provedené literární rešerše. V první části jsou popsány cyklopentadienové komplexní sloučeniny molybdenu a wolframu se zaměřením, jak na jejich strukturu a chemické vlastnosti, tak i na jejich katalytické a biologické aktivity. Ve druhé části jsou popsány metody charakterizace lomených metallocenů (NMR, IR, Ramanova spektrometrie a rentgenostrukturní analýza). V další části jsou shrnuty popsané metody přípravy monocyklopentadienylových a posléze i bis(cyklopentadienylových) komplexních sloučenin molybdenu a wolframu.

V experimentální části je nejprve popsána příprava meziproductů na základě již publikovaných výsledků. Dále je v experimentální části popsána příprava dalších čtyř nových dosud nepublikovaných monocyklopentadienových komplexních sloučenin molybdenu, metodou spočívající v reakci cyklopentadienidu s allylovým komplexem molybdenu. V další části byla studována možnost využití připravených komplexních látek pro přípravu bis(cyklopentadienylových) komplexů. Na základě této studie byla nalezena metoda vycházející ze sloučeniny **15**, kterou po aktivaci kyselinou chlorovodíkovou a následné reakci s odpovídajícími cyklopentadienidy byly připraveny další požadované komplexní sloučeniny. Připravené komplexní sloučeniny byly charakterizovány pomocí IR a NMR spektrometrie. U tří allylových komplexů se podařilo určit strukturu látek rentgenostrukturní analýzou.

V závěrečné kapitole je prezentováno testování komplexních látek **11,12 a 14** na buněčných liniích myšské T-lymfocytární a lidské promyelocytární leukémie MOLT-4 a HL-60. Jakékoliv podrobnosti o průběhu těchto testů však nebyly v celé práci nalezeny.

Po formální i obsahové stránce odpovídá diplomová práce zadaným cílům. Práce je přehledně členěna do jednotlivých kapitol, které na sebe logicky navazují. Všechny provedené experimenty jsou zhodnoceny v diskusi a závěru.

K práci mám několik následujících připomínek:

- V kap. 2.3. je uvedeno, že IR a Ramanova spektroskopie slouží k ověření čistoty metallocenových sloučenin. Jakou metodou lze na základě obdržených IR a Ramanových spekter stanovit čistotu metallocenových sloučenin?
- V kap. 3.1. je uvedeno, že látka reaguje s chlorovaným rozpouštědlem. Chlorovaných rozpouštědel je však celá řada. Je tedy jedno jaké chlorované rozpouštědlo se do reakce použije, nebo proces vyžaduje použití konkrétní chlorované látky?
- V kap. 5 je v seznamu použitých chemikálií uveden dimethylkarbamát (s překlepem), avšak podle vzorce se jedná o dimethylkarbonát.
- U všech připravených látek chybí základní charakterizace, kterou je bod tání. Zcela jistě se jedná o dostupnou metodu.
- Připravené meziproducty nebyly nijak charakterizované. Jak jste se přesvědčil o jejich správné přípravě?
- V předložené diplomové práci nejsou popsány použité metody charakterizace připravených látek. Pouze vypsání názvy použitých přístrojů se mi jeví jako ne zcela dostatečné.
- V kapitole použité přístroje je uvedeno, že NMR spektrometrie byla prováděna na přístroji Bruker Avance 500 MHz. Všechna měření ^1H NMR spektrometrie byla prováděna při frekvenci 360 nebo 400 MHz, což odpovídá spektrometrům Bruker AMX 360 MHz a Bruker Avance 400 MHz.
- V kap. 6.8 se u sloučeniny **8** ve výsledcích elementární analýzy výrazně neshoduje vypočtené a nalezené procentuální zastoupení uhlíku. V práci není ani uvedeno na jakém přístroji byla elementární analýza prováděna.
- Jaký objem představuje „minimální množství“, které je uváděno v popisu přípravy některých komplexů (např. látka **12**).
- U sloučeniny **14** nejsou v interpretaci NMR spekter uvedeny signály odpovídající protonům fenantrolinu. Byla opravdu připravena požadovaná sloučenina?
- U sloučeniny **15** nebyla provedena charakterizace látky NMR spektrometrií. Proč?
- Proč nebyly připravené látky, kromě jednoho případu charakterizovány pomocí ^{13}C NMR spektrometrií? Látky obsahují řadu karbonylových skupin, které jsou ^{13}C NMR spektrometrií velmi dobře detekovatelné.

- V této práci byly popsány přípravy nových, nesporně zajímavých sloučenin, a proto by bylo vhodné v práci prezentovat nějaké záznamy NMR a IR spektrometrie.

Je velká škoda, že zpracování získaných dat a konečnému zpracování diplomové práce nebylo věnováno více úsilí. I přes tyto nedostatky konstatuji, že zadání diplomové práce bylo splněno, práci doporučuji k obhajobě a hodnotím ji známkou

velmi dobře

V Pardubicích 25.5. 2010



Ing. Vladimír Pejchal Ph.D.