

Ing. Tomáš Weidlich, Ph.D.  
Ústav Environmentálního a chemického inženýrství  
Fakulta chemicko-technologická  
Univerzita Pardubice

### Posudek oponenta na diplomovou práci Bc. Marty LÍbalové

Diplomová práce Marty LÍbalové je věnována přípravě jedné organocíníčitě sloučeniny a tří lithných amidinátů, jejich identifikaci a charakterizaci pomocí analytických instrumentálních technik a ověření jejich katalytických účinků při reesterifikačních a polymeračních reakcích.

Diplomantka na 18 stranách teoretické části sumarizuje známé postupy syntézy, aplikace a toxicity organocíníčitých sloučenin, postupy syntézy lithných amidinátů, a dále zde stručně popisuje principy spektrálních a separačních technik (NMR, GC, GLC), použitelných pro analýzu v této práci studovaných sloučenin. Text teoretické části je vhodně a vyváženě doplněn strukturními vzorci a schémata reakcí. Použitá schémata jsou ilustrativní, přehledně doplněná odkazy.

Diplomantka na 18 stranách experimentální části popisuje provedené experimenty. Při řešení diplomové práce byl nukleofilní substitucí z  $L^{CN}(n-Bu_2)SnCl$  ([2-(*N,N*-dimethylaminomethyl)fenyl]di-*n*-butylstannyl chloridu) syntetizován organocíníčitý derivát  $L^{CN}(n-Bu_2)SnOTf$  ([2-(*N,N*-dimethylaminomethyl)fenyl]di-*n*-butylstannyl trifluormethansulfonát).

Tři amidináty lithné byly syntetizovány adicí organolithných sloučenin (butyllithia a 2-(*N,N'*-dimethylaminomethyl)fenyllithia) na karbodiimidy (*N,N'*-dicyklohexylkarbodiimid, *N,N'*-bis(2,6-diisopropylfenyl)karbodiimid a *N,N'*-diisopropylkarbodiimid). Takto připravené sloučeniny byly charakterizovány s pomocí  $^1H$ ,  $^{13}C$ , případně  $^{119}Sn$ ,  $^7Li$  nebo  $^{15}N$  NMR spektroskopie. Tyto sloučeniny byly následně testovány jako možné katalyzátory reesterifikačních a polymeračních reakcí.

Organocíníčitá sloučenina  $L^{CN}(n-Bu_2)SnOTf$  byla použita pro katalýzu reesterifikace ethylacetátu a ethylbutyrátu s několika alkoholy.

Amidináty lithné byly použity pro experimenty s reesterifikací či polymerací  $\epsilon$ -kaprolaktonu, přičemž byl studován vliv množství katalyzátoru, vliv teploty a rozpouštědla na průběh přeměny  $\epsilon$ -kaprolaktonu na polymer, přičemž pro analýzu produktů reakcí využívala  $^1H$  NMR

spektroskopie, gelové permeační chromatografie, případně GC-MS. V části Výsledky a diskuse pak diplomantka na 5 stranách zpracovala a prodiskutovala získané experimentální výsledky.

V diplomové práci se objevují některé nedostatky, jako např. na str. 44 je popisována katalýza sloučeninou definovanou pouze sumárním vzorcem, není jasné, o kterou sloučeninu se jedná, na str. 31 v kapitole 3.1.1 „Použitá rozpouštědla“ nepatří charakterizace kvality použitého inertního plynu argonu.

K autorce diplomové práce bych měl tyto dotazy:

1. Mohla byste srovnat účinnost studovaných reesterifikací použitého organocínitého katalyzátoru s účinností jiných, běžně užívaných reesterifikačních katalyzátorů.
2. S aplikací jaké analytické metodiky byla vypočtena konverze  $\epsilon$ -kaprolaktonu na polymer v kapitole 3.6.2.4?
3. V závěru diplomové práce uvádíte, že jste vyvinula metodiku hodnocení složení studovaných reakčních směsí, produktů a polymerů, popište analytické metodiky, které tato vyvinutá metodika zahrnuje.

Lze říci, že autorka této diplomové práce prokázala nejen zručnost při práci v inertním prostředí, kdy během řešení zadání diplomové práce syntetizovala několik na vzdušnou vlhkost citlivých sloučenin, navíc získala praxi v provádění reesterifikačních a polymeračních reakcí. Dále v rámci experimentálních prací diplomantka zvládla metodiku měření a vyhodnocování  $^1\text{H}$ ,  $^7\text{Li}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^{19}\text{F}$ ,  $^{119}\text{Sn}$  NMR spekter. Vlastní diplomová práce je zpracována přehledně.

Zadání práce pokládám za splněné, práci **doporučuji k obhajobě** a hodnotím známkou

**výborně méně.**

V Pardubicích 21. května 2012

