

Posudek oponenta diplomové práce

Příjmení a jméno studenta: Gřešková Barbora
Studijní program: N0721A210005 Chemie potravin a bioaktivních látek
Studijní obor: Chemie potravin a bioaktivních látek
Zaměření
(pokud se obor dále dělí):
Ústav:
Vedoucí diplomové práce: Ing. Zdeňka Prucková, Ph.D.
Oponent diplomové práce: Ing. Roman Kimmel, Ph.D.
Akademický rok: 2020/2021

Název diplomové práce:

Syntéza a charakterizace prekurzorů pro přípravu 1,3-disubstituovaného pentacyklo[4.2.0.0^{2,5}.0^{3,8}.0^{4,7}]oktanu.

Hodnocení diplomové práce s využitím klasifikační stupnice ECTS:

Kritérium hodnocení	Hodnocení dle ECTS
1. Splnění zadání diplomové práce	A - výborně
2. Formální úroveň práce, včetně jazykového zpracování	A - výborně
3. Množství, aktuálnost a relevance použitých literárních zdrojů	A - výborně
4. Popis experimentů a metod řešení	A - výborně
5. Kvalita zpracování výsledků	B – velmi dobře
6. Interpretace získaných výsledků a jejich diskuze	A – výborně
7. Formulace závěrů práce	A - výborně

Předloženou práci **doporučuji** k obhajobě a navrhuji hodnocení

A - výborně

Komentáře k diplomové práci:

Barbora Gřešková se ve své diplomové práci věnovala optimalizacím laboratorních postupů vedoucích k 2H-pyran-2-onu **2** a 2,5-dibrom-1,4-benzochinonu **8**. Jelikož se v obou případech jedná o známé látky, avšak značně drahé, úkolem studentky bylo nejen na základě poznatků uvedených v odborné literatuře navrhnout variace metod jejich přípravy z levných a snadno dostupných surovin, ale i prakticky ověřit vhodnost sestaveného syntetického plánu.

Za tímto cílem studentka zapracovala do svého obsáhlého díla presentovaného na přibližně 70 stranách informace z rovných 100 literárních zdrojů, čímž, s klidným srdcem mohu říci, velmi pečlivě, přehledně a srozumitelně vypracovala logicky provázaný text zabývající se možnostmi syntézy pyran-2-onu a dihalogenovaného benzochinonu.

Na základě získaného přehledu o možnostech přípravy pyran-2-onu si primárně vybrala šestikrokovou syntézu vycházející z Achmatowiczovy reakce, kterou posléze, po nepříjemně nízkém výtěžku prvních tří stupňů (příprava látek **1–3**; 2 %), opustila. Poměrně snazší řešení našla v autokondenzaci formyloctové kyseliny vznikající *in situ* účinkem horkého olea na kyselinu L-jablečnou. Druhý požadovaný derivát, 2,5-dibrom-1,4-benzochinon **8**, byl získán dle navržené strategie na **Schématu 11**, ovšem s nepředpokládaně nízkým celkovým výtěžkem 8 %. Košatá diskuse vedená nad experimentální prací komentuje nejen úspěchy či nezdary jednotlivých provedených reakcí, ale i rozbohem výsledků spektrálních analýz, nejčastěji GC-MS a ¹H NMR, prokazuje pravost presentovaných struktur připravených sloučenin.

Celkově bych diplomovou práci zhodnotil jako velmi úspěšné dílo, ke kterému nemám prakticky žádných výhrad. Je vidět, že Bára věnovala popisu svého vynaloženého úsilí v laboratoři dosti času a vytvořila tak prakticky bezchybný text napsaný velmi hezkým slohem, který doprovází řada obrázků znázorňujících struktury zmíněných sloučenin či reakcí, MS a ¹H NMR spektra. Nicméně po usilovném hledání jsem našel alespoň několik drobných prohřešků, které uvádím níže, ovšem je nutné konstatovat, že žádný z nich nesnižuje úroveň ani kvalitu samotné práce.

- Na str. 21 je uveden anglický název pro kyselinu *m*-chlorperoxybenzoovou.
- Ve strukturách některých sloučenin jsou konce alifatických částí ukončeny zkratkou Me (např. str. 20), jindy zase CH₃ (např. str. 17) nebo ničím (např. str. 30 **Obrázek 14**).
- Některé věty, na jejichž počátku je název konkrétní sloučeniny, začínají malým písmenem (např. str. 30). Na str. 61 dokonce věta zbytečně začíná číselnou hodnotou navázkou výchozí látky **2** nebo sumárním vzorcem reagentů (str. 66 – Cu₂O; str. 72 – KOH).
- Napříč celou prací je nejen ve schématech, ale i v textu používána anglická zkratka pro laboratorní teplotu.
- V rešeršní části je možné narazit na obrázky nebo schémata vykopírované z publikací zabývajících se daným tématem. Jelikož jsou v jejich popisku příslušné odkazy na literaturu, není to prohřešek, ale jejich nekvalitní kopie mírně kazí celkový

dojem, obzvláště je pak nehezky **Obrázek 18** na str. 39.

- Na str. 39 v popisu ke **Schématu 13** není možné napsat, že „reakce benzochinonu s halogenkyselinami poskytuje relativně nízké výtěžky a produkuje monohalogenderivát jako vedlejší produkt“. Oný „vedlejší produkt“ (sloučenina **25**) v reakci oproti požadovanému derivátu **21** vzniká v devítinásobném přebytku.
- Na řadě míst v textu není skloňováno slovo **Obrázek**, což sice může být způsobeno používáním automatických odkazů, ale působí to dosti rušivě, obzvláště vyskytuje-li se tento nešvar v komplikovaném textu.
- Pro acetonitril je používána nevhodná zkratka AcCN. Zkratka „Ac“ vyjadřuje acetyl a tedy spojení AcCN představuje acetylkyanid (2-oxopropannitril).

Otázky oponenta diplomové práce:

- 1) Z jakého důvodu jste se primárně rozhodla pro přípravu 2*H*-pyran-2-onu **5** vyzkoušet mnohokrokovou syntézu vycházející z Achmatowiczovy reakce, když literatura nabízela daleko snazší přístup vycházející z kyseliny L-jablečné?
- 2) Ve výpisu ¹H NMR spektra látky **2** (str. 49) uvádíte, že signál při 4,11 ppm charakterizuje proton 2e a signál při 4,45 ppm proton 2a. Ovšem není mi jasné, jak jste k tomuto označení přišla. Mohla byste to upřesnit?
- 3) Přiřazení protonů jednotlivým signálům ve výpisu ¹H NMR spektra látky **4** (str. 50) ne zcela koresponduje s komentářem ke spektru uvedenému na **Obrázku 23** (str. 64, 65). Taktéž se mi nejeví úplně správně určené vzájemné interakce konkrétních vodíkových jader (J_{XY}). Mohla byste uvést tyto nesrovnalosti na pravou míru?
- 4) Na str. 58 v popisu ¹H NMR spektra sloučeniny **1** uvádíte, že jste ve spektru pozorovala dvě sady signálů náležející sloučeninám (2*S*,5*S*)-dimethoxy-2,5-dihydrofuran-2-ylmethanolu a (2*R*,5*S*)-dimethoxy-2,5-dihydrofuran-2-ylmethanolu. Proč ve spektru nejsou viditelné i další izomery, (2*R*,5*R*)-dimethoxy-2,5-dihydrofuran-2-ylmethanol a (2*S*,5*R*)-dimethoxy-2,5-dihydrofuran-2-ylmethanol? S touto skutečností úzce souvisí i otázka, proč nebyly obdobně v ¹H NMR spektru látky **2** patrné dvě sady signálů, když předpokládáte, že se taktéž jedná o směs dvou stereoisomerů, (6*R*)-methoxy-2*H*-pyran-3(6*H*)-onu a (6*S*)-methoxy-2*H*-pyran-3(6*H*)-onu?
- 5) Hydrochinon jste během 3 kroků převedla 2,5-dibrom-1,4-benzochinon. Celkový výtěžek požadovaného produktu **8** byl celkem nízký (cca 8 %). Uvažovala jste i o přímé konverzi 2,5-dihydroxy-1,4-benzochinonu na odpovídající derivát **8**, případně jeho analogický dichlorderivát?

Ve Zlíně dne 31. 5. 2021

Podpis oponenta diplomové práce