

Oponentský posudek diplomové práce

Název: Syntetické cesty vedoucí k neopentylcyklopentanu

Autor: Bc. Yelyzaveta Nikitina

Diplomová práce Bc. Yelyzavety Nikitiny je zaměřena na přípravu neopentylcyklopentanu, jednoho z mnoha C10 alkylcykloalkanů vznikajících při nízkoteplotním hydrokrakování diethylbenzenů. Ačkoliv byla experimentální činnost vedoucí k neopentylcyklopentanu náročná, podařilo se nakonec navrhnout syntetickou cestu vedoucí k finálnímu produktu.

Práce o šedesáti třech stranách je rozvržena do osmi částí. Na dvou stránkách *Úvodu* je čtenář obecně seznámen s problematikou substituovaných cyklopentanů, a to v oblasti biologicky aktivních molekul či zejména v oblasti nízkoteplotního hydrokrakování diethylbenzenů.

Ve čtrnáctistránkové *Teoretické části* se čtenář dozvídá, že pro cílovou sloučeninu je dosud známa pouze jediná syntetická cesta. Následující stránky jsou proto věnovány různým metodám syntézy C10 strukturních analogů neopentylcyklopentanu. Je patrné, že jejich příprava a izolace není jednoduchá. Projevuje se zde nízká polarita a vysoká těkavost C10 produktů a zároveň v mnoha případech neefektivita neselektivních reakcí. Teoretická část je zakončena návrhem pěti retrosyntetických cest podložených výsledky z recenzovaných publikací, které by mohly vést k přípravě neopentylcyklopentanu za použití komerčně dostupných prekurzorů.

Následuje definování cílů experimentální části práce.

- 1) Příprava neopentylcyklopentanu v gramovém měřítku.
- 2) Charakterizace neopentylcyklopentanu a syntetizovaných meziproductů.

Devítistránková *Experimentální část* podrobně popisuje snahu o přípravu cílové sloučeniny pomocí modifikovaných cest popsanych v teoretické části. Charakterizace meziproductů a reakčních směsí je provedena pomocí GC/EI-MS a NMR spektroskopie. Poslední cesta vycházející z cyklizace 1,4-dibrombutanu a pinakolonu, redukce vzniklého ketonu na alkohol, jeho převedení na xanthát a eliminace xanthátu za použití $n\text{Bu}_3\text{SnH/AIBN}$ poskytla finální produkt.

V páté kapitole *Výsledky a diskuze* jsou na třinácti stránkách rozebrány studované reakční postupy. Diplomantka naráží na komplikace popsane v teoretické části. V její práci se projevuje zejména těkavost meziproductů, a tedy tvorba azeotropů s rozpouštědly, a efekt sterické *terc*-butylové skupiny způsobující vznik vedlejších produktů, či zcela zamezující průběhu reakce. Problematické je i provedení separační chromatografie z důvodu obdobné polaritě meziproductů a vedlejších produktů. Také je popsána úspěšná cesta vedoucí k přípravě finálního produktu charakterizovaného pomocí GC/EI-MS a NMR spektroskopie. Popsán je i proces optimalizace výtěžku některých kroků této syntézy.

Kapitola *Závěr* na jedné stránce shrnuje poznatky získané během výzkumu s důrazem na obtíže spojené s přípravou produktu a na to, že byla navržena syntetická cesta vedoucí k neopentylcyklopentanu s výtěžkem 62 %.

Následuje *Přehled použité literatury* s dvaceti čtyřmi referencemi a *Přílohy* obsahující získaná spektra a chromatogramy v publikovatelném formátu.

Diplomová práce je logicky uspořádaná a věcná. Kvalitní rešerše čtenáře dobře uvede do tématu. Rešerší podložené retrosyntetické cesty nabízí rozmanité možnosti v přístupu k syntéze cílového produktu. Značné komplikace v jeho přípravě byly nakonec úspěšně překonány. Množství odvedené práce vnímám jako velmi pozitivní navíc s přihlédnutím k časové tísní způsobené opatřeními v souvislosti s onemocněním COVID-19.

Drobné výhrady mám k přehlednosti textu, kdy občas nesouhlasí číslování sloučenin (např. Tabulka 1, název podkapitoly 4.2.2). Naproti tomu i přes pravděpodobnou cizojazyčnost diplomantky je práce sepsána vcelku kvalitní češtinou. Občasné překlepy či nesprávný slovosled nebrání pochopení textu, zmíním pouze úsměvnou chybu v podkapitole 4.6.5 „...a byl sekýrován Ar.“

K diplomové práci pokládám následující dotazy:

- 1) Uvažovala jste o užití neopentylbromidu či jodidu pro přípravu Grignardova činidla?
- 2) Na str. 31 a 34 popisujete zahřívání reakčních směsí v ethylenglykolu při 210 °C, jak byly tyto reakce provedeny s přihlédnutím k teplotě varu EG 197 °C?

Z mého pohledu je práce vypracována kvalitně a odpovídá standardu diplomových prací. Diplomantka přes výrazné potíže dosáhla vytyčených cílů. Větší pozornost mohla být věnována formální úpravě textu.

Diplomovou práci hodnotím známkou A a doporučuji ji k obhajobě.

V Pardubicích dne 21. 5. 2022


Ing. Vít Kremláček, Ph.D.