

Oponentský posudek na diplomovou práci Zuzany Jandurové

Cílem předložené diplomové práce byla syntéza tří tetrafosforových makrocyclických ligandů a studium vlastností jejich komplexů s lanthanoidy. Téma je součástí dlouhodobého výzkumu potenciálních kontrastních látek pro tomografii magnetické rezonance na školitelském pracovišti diplomantky a s ohledem k tomuto možnému využití bylo přístupováno i ke sloučeninám připraveným v této práci. Zvolenými metodami studia byly potenciometrické titrace, rentgenostrukturní analýza, elektronová paramagnetická rezonance a nukleární magnetická rezonance. Po přečtení celé práce včetně závěrečného poděkování je zcela zřejmé, že se jedná o práci týmovou. Diplomantka pracovala především na syntéze a velké části NMR studie, což mi potvrdil i její školitel. Obecně považuji za nesprávné, aby bylo v diplomové práci prezentováno větší množství výsledků, které nepocházejí od autora práce, byť tyto výsledky jistě slouží k vytvoření ucelenějšího pohledu na studovaný objekt. Diplomová práce má jednoho autora a neměla by, podle mého názoru, být sebraným spisem výsledků více badatelů a pracovišť. Uvítala bych tedy cíle práce formulované mnohem konkrétněji a především reálně vzhledem k časovým možnostem studenta na magisterském stupni. Tuto mojí zásadní výhradu k předložené práci však přičítám na vrub – vážený školitel promine – výhradně školiteli. Podíl diplomantky na prezentované práci považuji za zcela dostatečný a ve svém dalším komentáři se tedy zaměřím především na její výsledky.

Teoretický úvod práce je, podle mého názoru, příliš obsáhlý. Nepatřičná je např. kapitola o principech nukleární magnetické rezonance nebo kapitoly popisující na mnoha stránkách metody, jejichž výsledky dodali do práce jiní autoři. V popsanych syntetických postupech postrádám molární množství reaktantů. Charakterizace připravených látek je neúplná, zápis NMR spekter je nepřesný, u třech ze čtyř připravených sloučenin nejsou uvedena ^{13}C NMR data, která považuji za velmi důležitá, zcela chybí IČ spektra a hmotnostní spektra.

V případě popisu teplotní závislosti ^{31}P NMR spekter komplexů považuji zvolenou formu výnosu pozorovaných chemických posunů do grafu za nepřesnou. Z grafů lze usoudit, že některé signály mění v závislosti na teplotě svůj posun, zatímco jiné jakoby při určité teplotě zmizely, k čemuž pochopitelně při koalescenci signálů nedochází. V této kapitole jsou porovnávány koalescenční teploty pro vybrané komplexy, ale přitom je zde uveden pouze jeden konkrétní údaj. Je zřejmé a pochopitelné, že u takto komplikovaných systémů je obtížné teplotní závislost vyhodnotit přesným matematickým způsobem, a proto bych byla při porovnávání jednotlivých komplexů opatrnější. Volila bych např. přímou prezentaci teplotně závislých ^{31}P NMR spekter.

V případě rozboru ^{31}P EXSY spekter bych ráda viděla obrázky pro všechny měřené komplexy a ne pouze jeden ilustrační. U vypočítaných rychlostních konstant postrádám jakýkoli komentář nebo alespoň srovnání s literaturou.

Ke kapitolám týkajícím se lanthanoidy indukovaných posunů a relaxometrických studií nemám žádně větší výhrady. Vzhledem k tomu, že se jedná o první pokusy detailního popisu lanthanoidových komplexů makrocyclických ligandů bez přímo vázané molekuly vody, není pro mě velkým překvapením, že zvolený model pro matematické vyhodnocení neposkytl rozumné výsledky. Tento fakt však rozhodně necítím jako selhání diplomantky. Očekávala bych však alespoň minimální statistické zpracování nebo vyjádření o reprodukovatelnosti výsledků.

Formální stránka práce je na dobré úrovni, některé konkrétní nedostatky jsem vyznačila přímo do textu. Vzhledem k jejich zanedbatelnému významu a malému množství nepovažuji za důležité je zde jmenovat. Zmíním pouze snad poněkud nepřehledný obsah práce, který je na několika půlstránkách, takže čtenář je znovu a znovu překvapen, že obsah stále nekončí. Zásadnější připomínku mám k formě citací použité literatury, kde je uveden pouze první autor. U obrázků 15 a 16 postrádám citaci na zdroj, vzhledem k tomu, že jsem se s nimi setkala již v práci jiného autora.

V rámci obhajoby předložené práce prosím diplomantku o vyjádření k následujícím otázkám:

1. Proč není charakterizace připravených ligandů úplnější ? Vyskytly se nějaké problémy např. při měření ^{13}C NMR spekter nebo hmotnostních spekter ?
2. Při popisu struktury komplexů v roztoku uvádíte možnou tvorbu vodíkových vazeb mezi fosforovými rameny komplexů s ligandem obsahujícím hydroxymethylové skupiny jako vysvětlení silné preference pro vznik symetrického izomeru. Pokusila jste se tedy nějakým vhodným způsobem dokázat přítomnost vodíkové vazby v těchto komplexech ?
3. Proč jste vybrala pro studium komplexů v roztoku a termodynamické studie právě europité a ytterbité komplexy ?

Přes zde uvedené výhrady si myslím, že předložená diplomová práce splňuje všechny požadavky na ni kladené, a proto ji doporučuji k dalšímu řízení.

V Praze, dne 21.5. 2006.

RNDr. Iva Tišlerová, Ph.D.