

Univerzita Karlova v Praze

Přírodovědecká fakulta

Katedra organické a jaderné chemie

**Efektívne odchyťovanie ťažkých kovov  
pomocou organosírných zlúčenín  
Effective Scavenging of Heavy Metals by  
Organosulfur Moieties**

Bakalárska práca

Vedúci bakalárskej práce: Ing. Jiří Šrogl, Ph.D.

Vypracovala: Denisa Hidasová

Praha 2010

## **Abstrakt**

Odchytávanie kovov a ich uvoľňovanie má dôležitý význam pre transport kovov v biologických systémoch. V tejto bakalárskej práci bola sledovaná na derivátoch cysteínu reaktivita s ťažkými kovmi a kinetika uvoľňovania kovu z organosírnej zlúčeniny.

# **Abstract**

Táto bakalárska práca bola vypracovaná na Ústave organickej chémie a biochémie Akadémie vied Českej republiky v časovom rozmedzí august 2009 – jún 2010.

Prehlasujem, že som túto prácu vypracovala samostatne pod odborným vedením Ing. Jiřího Šrogla, Ph.D. a že riadne citujem všetky prevzaté dáta a skutočnosti.

V Prahe dňa 26.8.2010

.....  
Denisa Hidasová

# Obsah

## Zoznam skratiek

DMA	<i>N,N</i> -dimetylacetamid
DMF	<i>N,N</i> -dimetylformamid
DMSO	dimetylsulfoxid
MT	metalotioneín
NMR	nukleárna magnetická rezonancia
RVO	rotačná vákuová odparka
THF	tetrahydrofurán
TMSCI	trimetylsilylchlorid
UPLC-UV/MS	ultra účinná kvapalinová chromatografia so spektrofotometrickou a hmotnostne-spektrometrickou detekciou

# 1. Úvod

Tiolová skupina (-SH) je jedna z veľmi reaktívnych a všadeprítomných ligandov v biologických systémoch. Vyskytuje sa v mnohých proteínoch a taktiež v nízkomolekulárnych látkach ako sú metalotioneín, glutation, koenzým A, lipoát, tioglykolát, a voľný cysteín. Tiolové skupiny sú veľmi známe tým, že hrajú základné štruktúrne a funkčné úlohy v proteínovej chémii. Táto skupina (-SH) je záujmom pre klinickú biochémiu, farmakológiu a pre enviromentálne štúdie.

Je všeobecne známe, že SH skupiny proteínov majú schopnosť vytvárať komplexy s ťažkými kovmi ( $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ). Kov-tiol interakcie sú veľmi bežné a sú hlavne dôležité v biochémií živých systémov. Napríklad metalotioneín, nízkomolekulový proteín, má schopnosť viazať ako fyziologické (Zn, Cu, Se), tak i xenobiotické (Cd, Hg, Ag, As) ťažké kovy prostredníctvom tiolovej skupiny aminokyseliny cysteínu. Metalotioneíny, intracelulárne proteíny slúžia ako zásobárňa medi a zinku, a odchyťávajú tiol-reaktívne kovy, ktoré vstupujú do bunky. Tvorba MT je jedným z obranných mechanizmov bunky, ktorý sa aktivuje pri expozícii kovom.

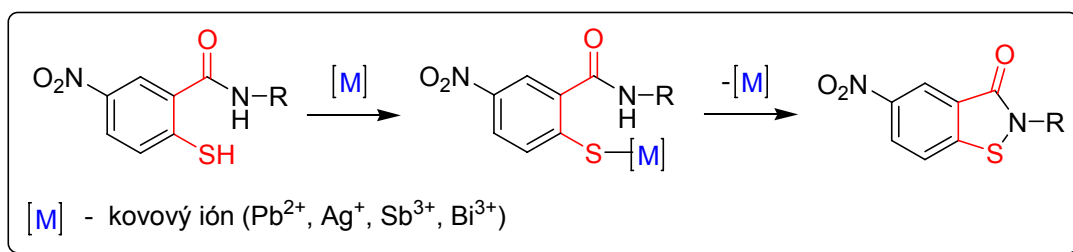
V tejto práci bude prezentovaná syntéza nových tiolových ligandov inšpirovaných aminokyselinou cysteínu, ako aj komplexácia rôznych kovov a kinetika uvoľňovania kovu z organosírnej zlúčeniny. Komplexácia, teda vychytanie kovu a jeho uvoľnenie má význam pre transport kovov v biologických systémoch.

Práca bola financovaná z grantu AVČR číslo M200550908.

## 2. Ciele bakalárskej práce

Ako je už známe tiolová skupina (-SH) tvorí stabilné komplexy s mnohými ťažkými kovmi (Pb, Cd, Hg, Ag). Z biologického hľadiska je dôležitá a veľmi zaujímavá tiolová skupina aminokyseliny L-cysteínu.

Preto som sa zamerala na syntézu tiolových ligandov inšpirovaných aminokyselinou cysteínu. Vďaka vysokej afinite tiolovej skupiny s ťažkými kovmi som v ďalšom kroku syntetizovala komplexy rôznych kovov (Pb, Ag, Sb, Bi). Bolo potrebné nájsť vhodné podmienky ako pre komplexáciu, tak i pre ich izoláciu a charakterizáciu. Posledný krok vedie k uvoľňovaniu kovu z komplexu a k následnému uzavretiu kruhu za tvorby väzby S-N (Obrázok 2.1).



Obrázok 2.1

Základné ciele tejto bakalárskej práce je možné zhrnúť do nasledujúcich bodov:

- syntéza nových tiolových ligandov
- komplexácia acetátov kovov ( $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{Bi}^{3+}$ ), ich izolácia a charakterizácia
- uvoľňovanie kovu z komplexu za vzniku väzby S-N



## 3.0 Literárna časť

### 3.1 Biochémia SH skupiny

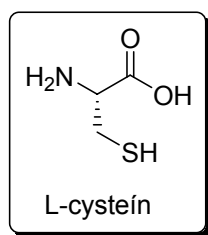
Živé organizmy obsahujú síru. Niektoré z nich (napr. sírne baktérie) ju obsahujú ako voľný prvok, niektoré (rastliny) ako sulfáty a sulfidy, a niektoré (vyššie živočíchy) zase ako cysteínové a metionínové zbytky proteínov.

Tiolové skupiny sú známe tým, že hrajú základné štruktúrne a funkčné úlohy v proteínovej chémii. Z biologického hľadiska je dôležitá a veľmi zaujímavá tiolová skupina aminokyseliny L-cysteínu. Kvôli jej vysokej reaktivite, tiolová skupina L-cysteínu má mnohé biologické funkcie. Cysteín sa stal kľúčovou zložkou podporujúcou detoxifikáciu tela, a taktiež v tele produkuje viac glutationu a metalotioneínu.

Metalotioneín (MT), nízkomolekulový proteín bohatý na aminokyselinu cysteín (obrázok 3.2.2), bol objavený v roku 1957 autormi Valle a Margoshes izoláciou Cd-proteín štruktúry z kôry obličiek. MT tvorí z 30 % aminokyselina cysteín (Obrázok 3.2.2).

N-Acetyl-Met-Asp-Pro-Asn-Cys-Ser-Cys-Ala-Ala-Gly-Asp-Ser-Cys-Thr-Cys-Ala-Gly-Ser-Cys-Lys-Cys-Lys-Glu-Cys-Lys-Cys-Thr-Ser-Cys-Lys-Lys-Ser-Cys-Cys-Ser-Cys-Cys-Pro-Val-Gly-Cys-Ala-Lys-Cys-Ala-Glu-Gly-Cys-Ile-Cys-Lys-Gly-Ala-Ser-Asp-Lys-Cys-Cys-Ser-Cys-Ala

Obrázok 3.2.1 Sekvencia aminokyselín v metalotioneíne



Obrázok 3.2.2

Metalotioneíny, intracelulárne proteíny, majú schopnosť viazať fyziologické (Zn, Cu, Se) a xenobiotické (Cd, Hg, Ag, As) ťažké kovy prostredníctvom tiolových skupín aminokyseliny cysteínu.

MT má ochrannú funkciu pred ťažkými kovmi, zahrňujúcu tiež reguláciu fyziologických kovov (Zn a Cu) a poskytujúcu ochranu pred oxidatívnym stresom. Existujú jeho 4 hlavné izoformy v ľudskom tele, vo veľkej miere primárne syntetizované v pečeni a v obličkách. Ich produkcia je závislá na dostupnosti potravinových minerálov, ako zinok a meď, a aminokyselín histidínu a cysteínu.

MT sa zúčastňuje na prijíme, transporte a regulácii zinku v biologických systémoch. Viazaním a uvoľňovaním zinku metalotioneíny regulujú hladinu zinku v tele. Zinok je kľúčovým prvkom pre aktiváciu a viazanie určitých transkripčných faktorov cez jeho účasť v malých proteínových štruktúrach, ktoré koordinujú zinočnaté ióny. Metalotioneín prenáša zinočnaté ióny (signály) z jednej časti bunky do druhej. Keď zinok vnikne do bunky, môže byť vchytený tioneínom (ktorý sa tak stáva metalotioneínom) a prenesený z jednej časti bunky do druhej, kde je uvoľnený do inej organely alebo proteínu. Tioneín-metalotioneín je kľúčovou komponentou pre zinkom signalizované systémy v bunke. Tento systém je dôležitý v mozgu, kde zinok prenáša signály medzi nervovými bunkami.

## 4.0 Teoretická časť

### 4.1 Príprava a chemické reakcie SH skupiny

Tioly poskytujú základné chemické reakcie, ktoré sú biologicky významné. SH skupina môže podliehať substitučným, adičným, eliminačným a oxidačným reakciám, ktoré poskytujú produkty tvoriace S-C, S-kov, S-S a S-O väzby, alebo také reakcie, z ktorých je síra uvoľnená z molekuly.

V tejto bakalárskej práci som si cez niekoľko krokovú syntézu pripravila tioly ako východiskové látky pre komplexáciu kovov (Schéma 3.3.1).<sup>5</sup>

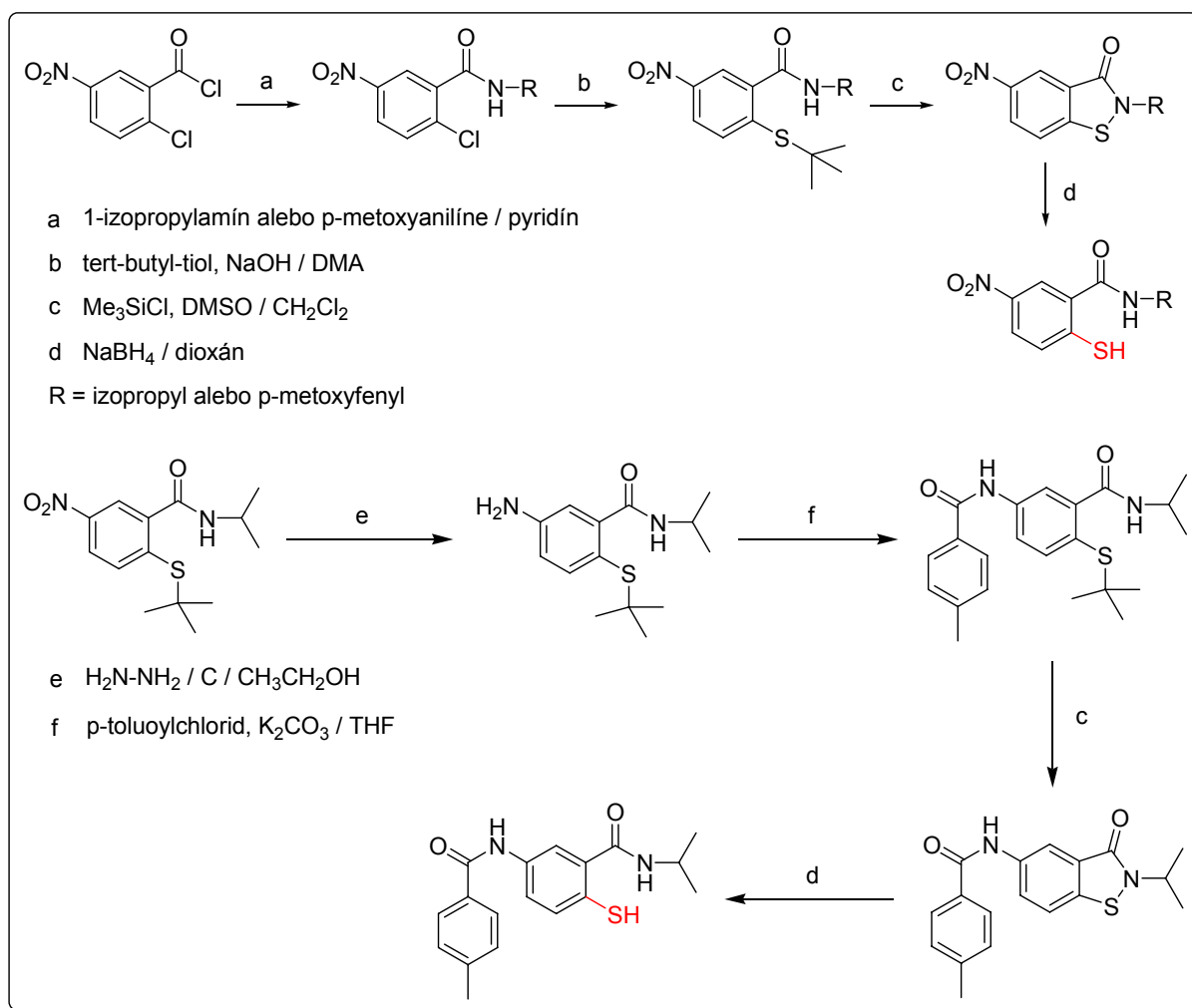


Schéma 4.1.1

Ďalším krokom syntézy je potrebné najst' vhodné podmienky pre komplexáciu kovov - reakcia medzi tiolom (SH-skupinou) a kovovým acetátom (Schéma 3.3.2).

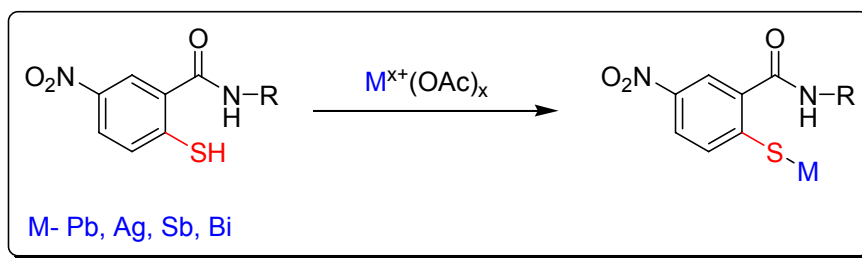


Schéma 4.1.2

Posledným krokom je uvoľnenie kovu z komplexu a tvorba väzby S-N, ktorá predstavuje regeneráciu východiskovej látky (Schéma 3.3.3).

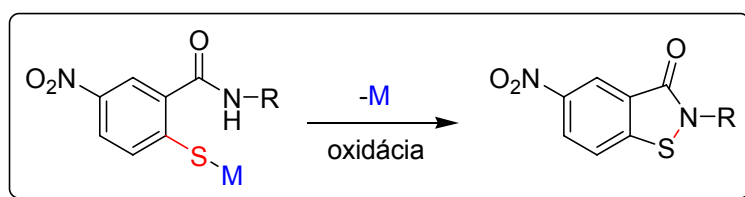


Schéma 4.1.3

Odchytávanie kovov a ich uvoľňovanie má význam pre transport kovov v biologických systémoch. Podobne metalotioneín vycytáva kovy a prenáša ich z jednej organely do druhej, kde ich následne uvoľní.

## 5.0 Experimentálna časť

### 5.1 Použité prístroje a chemikálie

$^1\text{H}$  NMR spektrá boli získané pomocou Bruker Avance 400 MHz NMR spektrometru zo zbytkovým signálom rozpúšťadla ( $\text{CDCl}_3$ -*d*:  $^1\text{H}$  = 7.24 ppm;  $\text{DMSO-}d_6$ :  $^1\text{H}$  = 2.50 ppm;  $(\text{CD}_3)_2\text{CO-}d_6$ :  $^1\text{H}$  = 2.05 ppm;  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N-}d_5$ :  $^1\text{H}$  = 7.22, 7.58, 8.74 ppm) ako interným štandardom. Dáta sú uvedené následne: chemický posun ( $\delta$ ); multiplicity s (singlet), d (doublet), t (triplet), q (quartet), m (multiplet); interakčné konštanty,  $J$ , sú uvedené v jednotkách Hz.

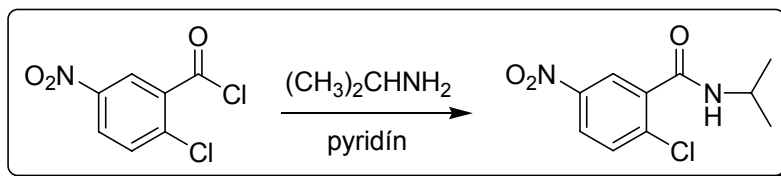
Konverzie reakcií a čistota látok boli monitorované pomocou prístroja Acquity UPLC-MS s detektorom s diódovým polom (200-400 nm) na reverznej kolóne s gradientom acetonitril/ $\text{H}_2\text{O}$ .

Chemikálie zakúpené od komerčných dodávateľov neboli ďalej upravované.

Rozpúšťadlá hexán, dichlórmetán, tetrahydrofurán, DMA, dioxán označované ako suché boli pred použitím sušené nad molekulovými sitami.

## 5.2 Pracovné postupy

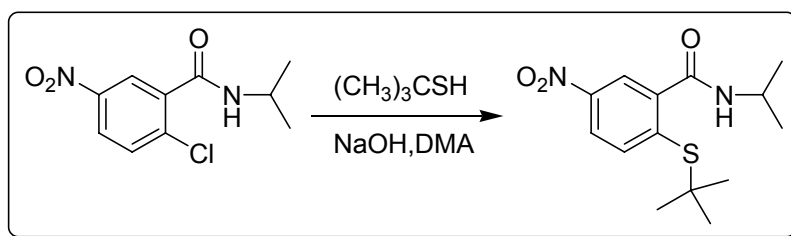
### 5.2.1 Príprava izopropylamidu kyseliny 2-chlór-5-nitrobenzoovej



Izopropylamín (0.03 mol, 2.6 ml) bol rozpustený v suchom pyridíne (15 ml) a ochladený na 0 °C pod atmosférou argónu. Chlorid kyseliny 2-chlór-5-nitrobenzoovej (0.01 mol, 2.2 g) bol naraz pridaný do reakčnej zmesi. Reačná zmes bola miešaná 4,5 hodiny. Reakcia bola ukončená naliatím reakčnej zmesi do ľadu a chvíľu miešaná na magnetickej miešačke. Pevná látka bola prefiltrovaná cez fritu a následne premytá 40 ml vody a 40 ml 5% HCl. Produkt bol sušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výťažku 84 % (2.035 g).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 8.42 (d, *J* = 2.7, 1H), 8.16 (dd, *J* = 2.7, 8.8, 1H), 7.55 (d, *J* = 8.8, 1H), 5.98 (s, 1H), 4.35 – 4.22 (m, 1H), 1.27 (d, *J* = 6.6, 6H).

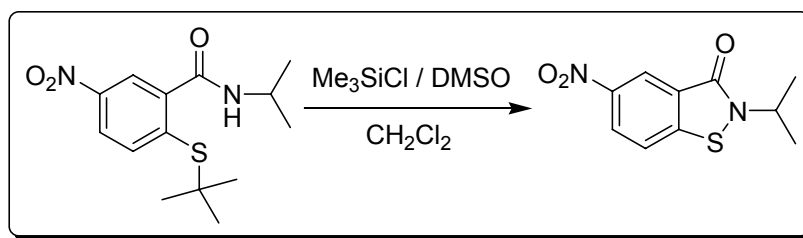
### 5.2.2 Príprava izopropylamidu kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-nitrobenzoovej



Izopropylamid kyseliny 2-chlór-5-nitrobenzoovej (8.37 mmol, 2.035 g) bol pridaný do roztoku *tert*-butyltiolu (10.0 mmol, 1.1 ml) a hydroxidu sodného (9.20 mmol, 0,37 g) v suchom DMA (12 ml) pri teplote 0 °C. Reakčná zmes bola miešaná pri 0 °C a pod atmosférou argónu 1 hodinu. Reakcia bola ukončená naliatím reakčnej zmesi do ľadom vychladenej 5% HCl. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu, premytý destilovanou vodou a sušený na vákuu. Získala som béžovú pevnú látku vo výťažku 92 % (2.23 g).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 8.76 (d, *J* = 2.6, 1H), 8.16 (dd, *J* = 2.7, 8.5, 1H), 7.72 (d, *J* = 8.5, 1H), 7.29 (s, 1H), 4.34 – 4.21 (m, 1H), 1.32 (s, 9H), 1.28 (d, *J* = 6.6, 6H).

### 5.2.3 Príprava 2-izopropyl-5-nitrobenzo[*d*]izotiazol-3(2*H*)-ónu

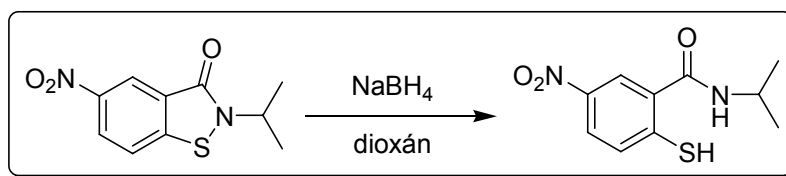


TMSCl (12.1 mmol, 1.3 ml) bol pridaný do roztoku izopropylamidu kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-nitrobenzoovej (7.71 mmol, 2.28 g) a DMSO (10.5 mmol, 0.9 ml) v suchom dichlórmetáne (20 ml). Reakčná zmes bola miešaná 4 hodiny pri laboratórnej teplote pod atmosférou argónu. Hexán bol pridaný do reakčnej zmesi. Po 2 dňoch státia reakčnej zmesi v chladničke bola zmes prefiltrovaná cez fritu. Produkt bol následne premytý hexánom.

Po rekryštalizácii produktu z etanolu a jeho následnom vysušení som získala žlté kryštály vo výťažku 63 % (1.16 g).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, DMSO-*d*<sub>6</sub>): δ 8.61 (d, *J* = 1.8, 1H), 8.55 (dd, *J* = 2.1, 8.9, 1H), 8.37 (d, *J* = 8.9, 1H), 7.34 (t, *J* = 7.4, 1H), 7.25 (d, *J* = 7.4, 2H), 2.11 (s, 6H).

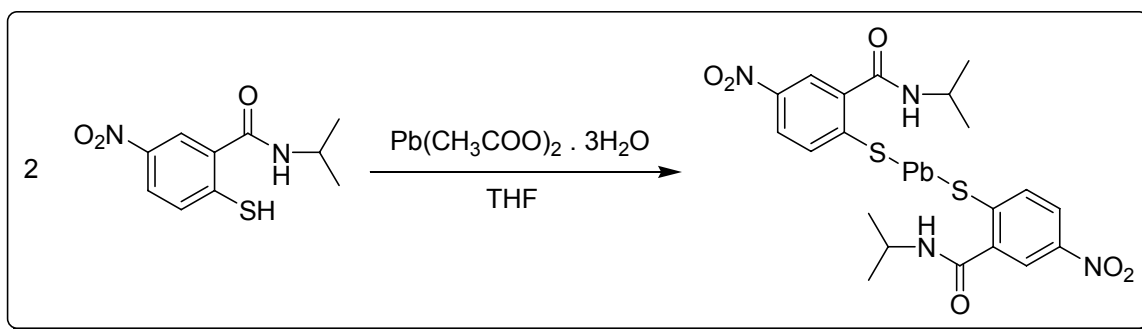
### 5.2.4 Príprava izopropylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej



2-izopropyl-5-nitrobenzo[*d*]izotiazol-3(2*H*)-ón (1.86 mmol, 0.442 g) bol rozpustený v suchom dioxáne (18 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola ochladená na 15 °C. Následne bol pridaný do reakcie NaBH<sub>4</sub> (3.72 mmol, 140 mg). Po 24 hodinách bola reakčná zmes naliata na ľadom vychladenú 5% HCl a 10 minút miešaná na magnetickej miešačke. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a sušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výťažku 69 % (307,1 mg).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 8.25 (d, *J* = 2.4, 1H), 8.08 (dd, *J* = 2.5, 8.7, 1H), 7.44 (d, *J* = 8.7, 1H), 5.90 (s, 1H), 5.51 (s, 1H), 4.31 – 4.23 (m, 1H), 1.30 (d, *J* = 6.6, 6H).

### 5.2.5 Príprava 2-(*N*-izopropylacetamid)-5-nitrobenzénsulfidu olovnatého

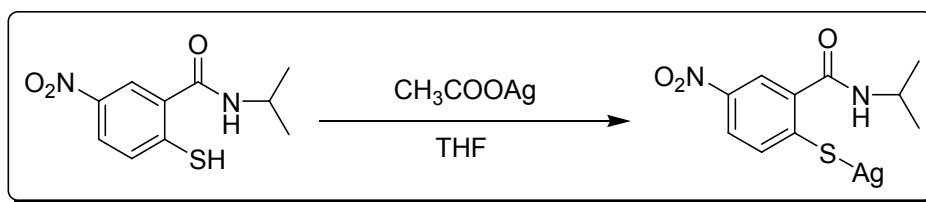


V 50 ml banke s guľatým dnom bol k izopropylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.874 mmol, 210 mg) a k trihydrátu octanu olovnatému (0.437 mmol, 165.8 mg) pridaný suchý THF (8 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 24 hodín. Hexán bol pridaný k reakčnej zmesi a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som oranžovú pevnú látku vo výťažku 74 % (211.3 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}-d_6$ ):  $\delta$  8.47 (s, 2H), 8.11 (d,  $J = 2.6$ , 2H), 8.01 (dd,  $J = 2.6$ , 8.7, 2H), 7.42 (d,  $J = 8.7$ , 2H), 4.38 – 4.33 (m, 2H), 1.39 – 1.29 (m, 12H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 35.03, H = 3.23, N = 8.17, Pb = 30.22. nájdené hodnoty v %: C = 35.06, H = 3.21, N = 7.62, Pb = 29.45.

### 5.2.6 Príprava 2-(*N*-izopropylacetamid)-5-nitrobenzénsulfidu strieborného



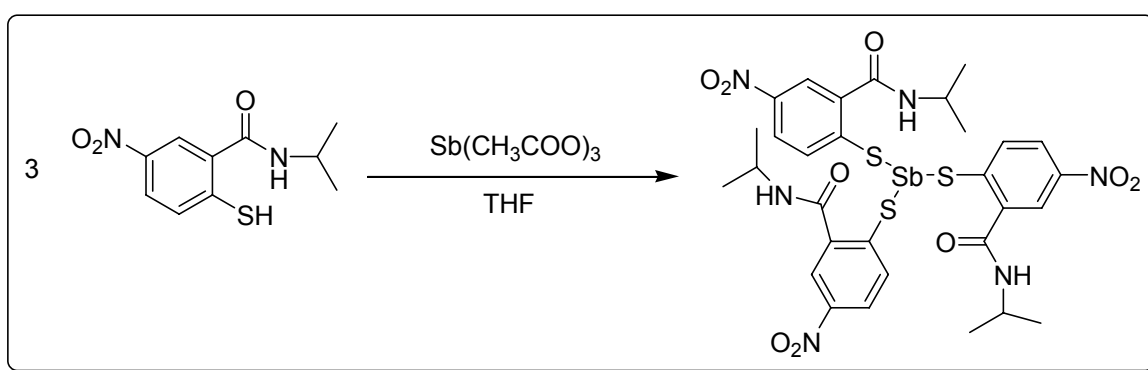
K izopropylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.333 mmol, 80 mg) a k octanu striebornému (0.333 mmol, 55.6 mg) bol pridaný suchý THF (7 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 23 hodín. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (15 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som čiernu pevnú látku vo výťažku 85 % (98.3 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}-d_3$ ):  $\delta$  11.30 (d,  $J = 6.9$ , 1H), 10.29 (d,  $J = 8.3$ , 1H), 9.71 (d,  $J = 8.6$ , 1H), 9.24 (dd,  $J = 2.6$ , 8.7, 1H), 6.04 – 6.09 (m, 1H), 2.88 (d,  $J = 6.6$ , 6H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 34.60, H = 3.19, N = 8.07, S = 9.24, Ag = 31.07. nájdené hodnoty v %: C = 34.28, H = 3.11, N = 7.74, S = 9.30, Ag = 31.28.



### 5.2.7 Príprava 2-(*N*-izopropylacetamid)-5-nitrobenzénsulfidu antimonitého

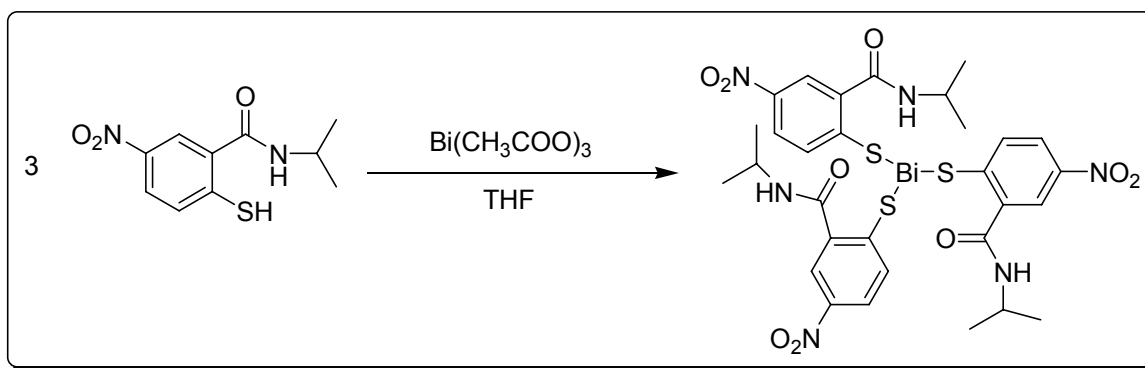


K izopropylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.125 mmol, 30 mg) a k octanu antimonitému (0.042 mmol, 12.5 mg) bol pridaný suchý THF (1.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 51 hodín. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (10 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výťažku 75 % (26.3 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{DMSO-}d_6$ ):  $\delta$  8.96 – 8.87 (m, 3H), 8.62 – 8.54 (m, 3H), 8.35 – 8.25 (m, 3H), 7.86 – 7.78 (m, 3H), 4.20 – 4.03 (m, 3H), 1.23 (d,  $J = 6.6$ , 18H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 41.15, H = 4.26, N = 9.60. nájdené hodnoty v %: C = 41.69, H = 3.88, N = 9.23.

### 5.2.8 Príprava 2-(*N*-izopropylacetamid)-5-nitrobenzénsulfidu bizmutitého

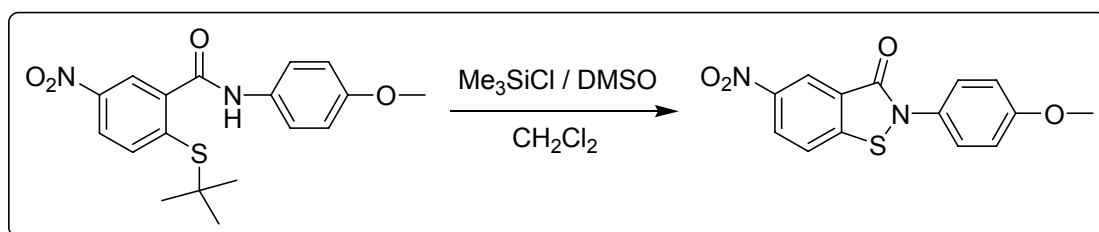


K izopropylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.104 mmol, 25 mg) a k octanu bizmutitému (0.0347 mmol, 13.4 mg) bol pridaný suchý THF (2 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 20 hodín. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (17 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som oranžovú pevnú látku vo výťažku 55 % (17.7 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ):  $\delta$  8.25 (s, 3H), 8.14 (d,  $J = 8.7$ , 6H), 7.38 (d,  $J = 8.3$ , 3H), 4.13 (s, 3H), 1.25 (d,  $J = 6.6$ , 18H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 37.78, H = 3.80, N = 8.81. nájdené hodnoty v %: C = 37.91, H = 3.71, N = 8.34.

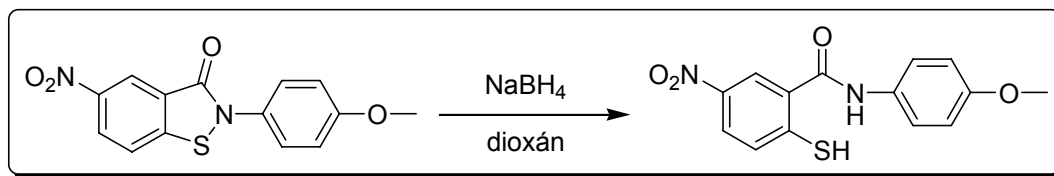
### 5.2.9 Príprava 2-metoxyfenyl-5-nitrobenzo[d]izotiazol-3(2H)-ónu



TMSCl (37 mmol, 4.7 ml) bol pridaný do roztoku *p*-metoxyfenylamidu kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-nitrobenzoovej (28.41 mmol, 10.24 g) a DMSO (42.6 mmol, 3.0 ml) v suchom dichlórmetáne (90 ml). Reakčná zmes bola miešaná 3 hodiny pri laboratórnej teplote pod atmosférou argónu. Hexán bol pridaný do reakčnej zmesi. Po 4 dňoch stávia reakčnej zmesi v chladničke bola zmes prefiltrovaná cez fritu. Produkt bol následne premytý hexánom a vysušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výťažku 75 % (6.45 g).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  8.98 (d,  $J = 2.0$ , 1H), 8.53 (dd,  $J = 2.2, 8.8$ , 1H), 7.77 (d,  $J = 8.8$ , 1H), 7.56 (d,  $J = 9.0$ , 2H), 7.04 (d,  $J = 9.0$ , 2H), 3.89 (s, 3H).

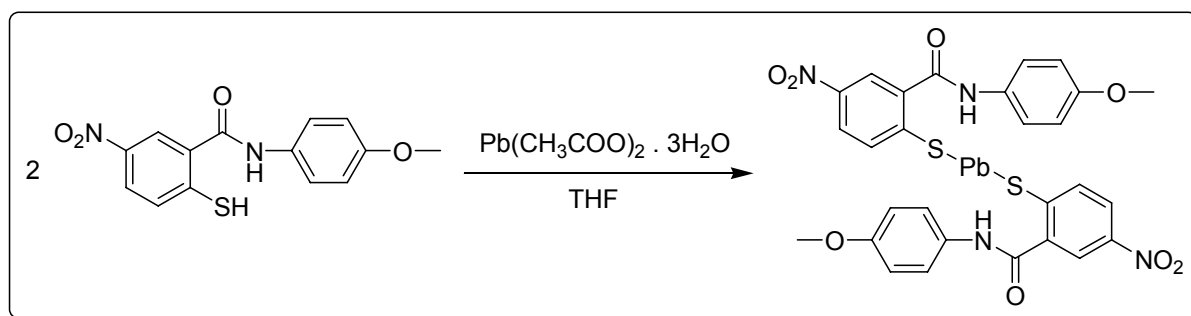
### 5.2.10 Príprava *p*-metoxyfenylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej



2-(*p*-metoxyfenyl)-5-nitrobenzo[*d*]izotiazol-3(2*H*)-ón (1.65 mmol, 0.5 g) bol rozpustený v suchom dioxáne (30 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola ochladená na 15 °C. Následne bol pridaný do reakcie NaBH<sub>4</sub> (3.3 mmol, 125 mg). Po 5,5 hodinách bola reakčná zmes naliata na ľadom vychladenú 5% HCl a 10 minút miešaná na magnetickej miešačke. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a sušený na vákuu. Získala som oranžovú pevnú látku vo výťažku 68 % (339.6 mg).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 8.44 (s, 1H), 8.13 (d, *J* = 8.7, 1H), 7.68 (s, 1H), 7.50 (t, *J* = 8.3, 3H), 6.92 (d, *J* = 8.9, 2H), 5.34 (s, 1H), 3.82 (d, *J* = 5.0, 3H), 1.53 (s, 1H).

### 5.2.11 Príprava 2-[*N*-(*p*-metoxyfenyl)acetamid]-5-nitrobenzénsulfidu olovnatého

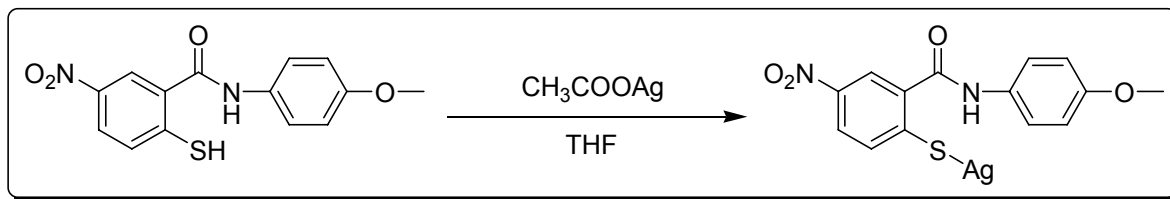


K *p*-metoxyfenylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.0822 mmol, 25 mg) a k octanu olovnatému (0.0411 mmol, 15.6 mg) bol pridaný suchý a degasovaný THF (3.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 45 hodín. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (13 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výťažku 79 % (26.5 mg).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, (CD<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO): δ 10.27 (s, 2H), 8.30 (d, *J* = 2.4, 2H), 7.94 (d, *J* = 7.0, 2H), 7.79 – 7.70 (m, 4H), 7.48 (d, *J* = 8.7, 2H), 6.93 (t, *J* = 8.3, 4H), 3.81 (s, 6H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 39.57, H = 3.08, N = 6.59. nájdené hodnoty v %: C = 39.52, H = 2.78, N = 6.22.

### 5.2.12 Príprava 2-[*N*-(*p*-metoxyfenyl)acetamid]-5-nitrobenzénsulfidu strieborného

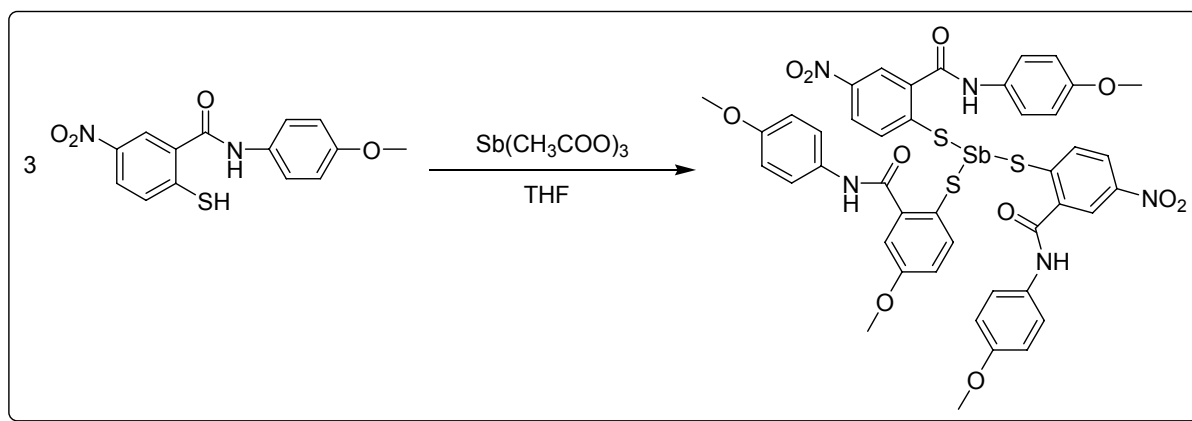


K *p*-metoxyfenylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.0822 mmol, 25 mg) a k octanu striebornému (0.0822 mmol, 13.7 mg) bol pridaný suchý a degasovaný THF (3.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 5 dní. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (13 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som oranžovú pevnú látku vo výťažku 38 % (12.7 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}-d_5$ ):  $\delta$  12.45 (s, 1H), 8.98 (d,  $J = 2.7$ , 1H), 8.22 (d,  $J = 8.7$ , 1H), 8.14 – 8.10 (m, 2H), 7.72 (dd,  $J = 2.7, 8.7$ , 1H), 7.05 – 7.01 (m, 2H), 3.70 (s, 3H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 40.89, H = 2.70, N = 6.81, S = 7.80, Ag = 26.23. nájdené hodnoty v %: C = 40.98, H = 2.87, N = 6.64, S = 8.30, Ag = 25.60.

### 5.2.13 Príprava 2-[*N*-(*p*-metoxyfenyl)acetamid]-5-nitrobenzénsulfidu antimonitého

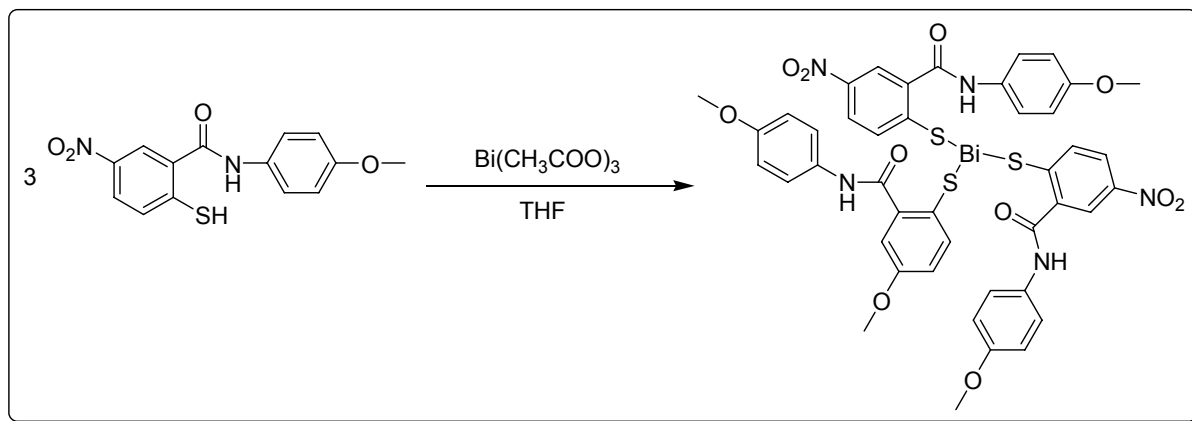


K *p*-metoxyfenylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.0822 mmol, 25 mg) a k octanu antimonitému (0.0274 mmol, 7.94 mg) bol pridaný suchý a degasovaný THF (3.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 5 dní. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (13 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výťažku 74 % (20.8 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{DMSO}-d_6$ ):  $\delta$  10.78 (s, 3H), 8.75 (d,  $J = 2.4$ , 3H), 8.36 (d,  $J = 8.9$ , 3H), 7.93 (d,  $J = 8.9$ , 3H), 7.68 (d,  $J = 9.0$ , 6H), 6.99 (d,  $J = 9.1$ , 6H), 3.77 (s, 6H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 46.46, H = 3.62, N = 7.74. nájdené hodnoty v %: C = 46.13, H = 3.12, N = 7.33.

### 5.2.13 Príprava 2-[*N*-(*p*-metoxyfenyl)acetamid]-5-nitrobenzénsulfidu bizmutitého

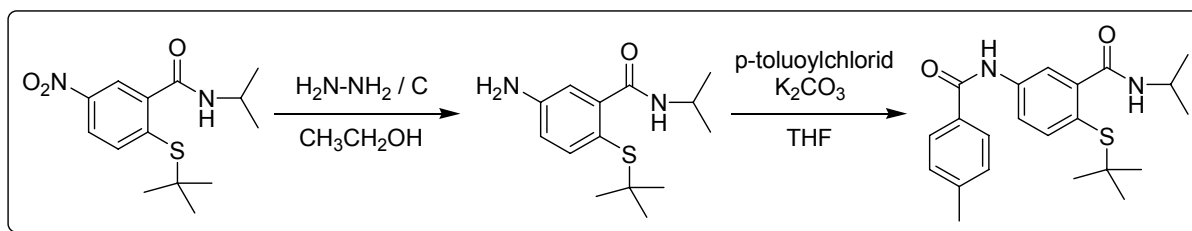


K *p*-metoxyfenylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.0822 mmol, 25 mg) a k octanu bizmutitý (0.0274 mmol, 10.6 mg) bol pridaný suchý a degasovaný THF (3.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 4 dni. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (15 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som oranžovú pevnú látku vo výťažku 74 % (22.6 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ):  $\delta$  10.17 (s, 3H), 8.40 (d,  $J = 2.5$ , 3H), 8.14 (dd,  $J = 2.6$ , 8.6, 3H), 7.67 – 7.62 (m, 6H), 7.47 (d,  $J = 8.6$ , 3H), 6.92 – 6.86 (m, 6H), 3.79 (s, 9H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 43.01, H = 3.35, N = 7.16. nájdené hodnoty v %: C = 43.03, H = 2.92, N = 6.80.

### 5.2.14 Príprava izopropylamidu kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-(*N*-*p*-toluoylamino)benzoovej



Izopropylamid kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-nitrobenzoovej (5.066 mmol, 1.5 g) bol rozpustený v suchom a degasovanom etanole (40 ml) v 250 ml banke s guľatým dnom pod atmosférou

argónu. Následne bol do banky pridaný monohydrát hydrazínu (20.26 mmol, 1.34 mL) a aktívne uhlie (200 mg). Reakčná zmes bola zahriata na teplotu 60 °C a miešaná 48 hodín.

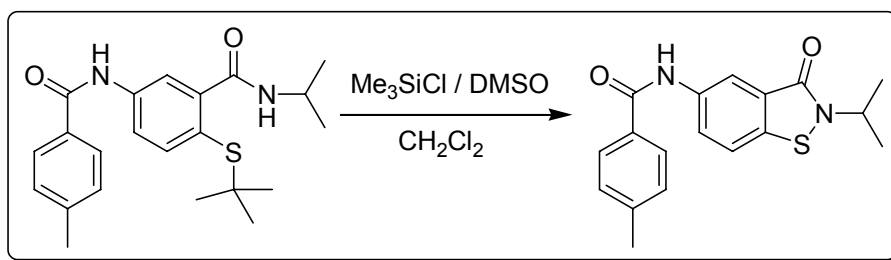
Do reakčnej zmesi bol pridaný dichlórmetán (30 mL) a acetón (15 mL), následne bola prefiltrovaná cez síran horečnatý a odparená do sucha na RVO. Získala som žltý produkt, ktorý bol sušený na vákuu a ako surový použitý do ďalšieho kroku.

Izopropylamid kyseliny 5-amino-2-(*tert*-butyltio)benzoovej (5.0657 mmol, 1.348 g) bol rozpustený v suchom THF (45 mL) pod atmosférou argónu. Do reakčnej zmesi bol pridaný uhličitan draselný (6.59 mmol, 946 mg). Pri 0 °C bol do reakcie pridaný *p*-toluoylchlorid (6.59 mmol, 0.90 mL) a reakčná zmes bola miešaná 6 dní. Reakčná zmes bola prefiltrovaná cez fritu, filtrát bol premytý THF a dietyléterom a bola odparená na RVO. K odparku bol pridaný dietyléter a biela pevná látka bola prefiltrovaná cez fritu a vysušená na vákuu.

Získala som bielu pevnú látku vo výťažku 69 % (930.4 mg).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 8.80 (d, *J* = 2.6, 1H), 8.21 (dd, *J* = 2.7, 8.5, 1H), 7.77 (d, *J* = 8.5, 1H), 7.33 (s, 1H), 4.32 (dd, *J* = 6.6, 14.2, 1H), 1.37 (s, 9H), 1.33 (dd, *J* = 2.5, 7.0, 6H).

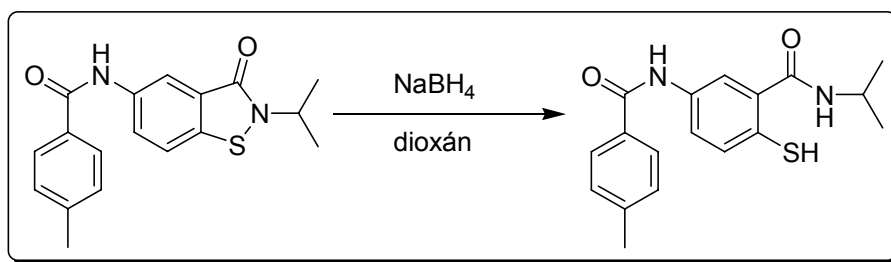
#### 5.2.15 Príprava 2-izopropyl-5-*N*-(*p*-toluoylamino)benzo[*d*]izotiazol -3(2*H*)-ónu



TMSCl (1.82 mmol, 0.23 ml) bol pridaný do roztoku izopropylamidu kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-*N*-(*p*-toluoylamino)benzoovej (28.41 mmol, 10.24 g) a DMSO (2.08 mmol, 0.15 ml) v suchom dichlórmetáne (15 ml). Reakčná zmes bola miešaná 2,5 hodiny pri laboratórnej teplote pod atmosférou argónu. Hexán bol pridaný do reakčnej zmesi. Po 2 dňoch státia reakčnej zmesi v chladničke bola zmes prefiltrovaná cez fritu. Produkt bol následne premytý hexánom a vysušený na vákuu. Získala som bielu pevnú látku vo výťažku 76 % (323.3 mg).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 8.65 (s, 1H), 8.48 (d, *J* = 8.0, 1H), 8.15 (s, 1H), 7.86 (d, *J* = 7.9, 2H), 7.55 (d, *J* = 8.6, 1H), 7.29 (d, *J* = 7.8, 2H), 4.80 (m, 1H), 2.42 (s, 3H), 1.33 (d, *J* = 6.6, 6H).

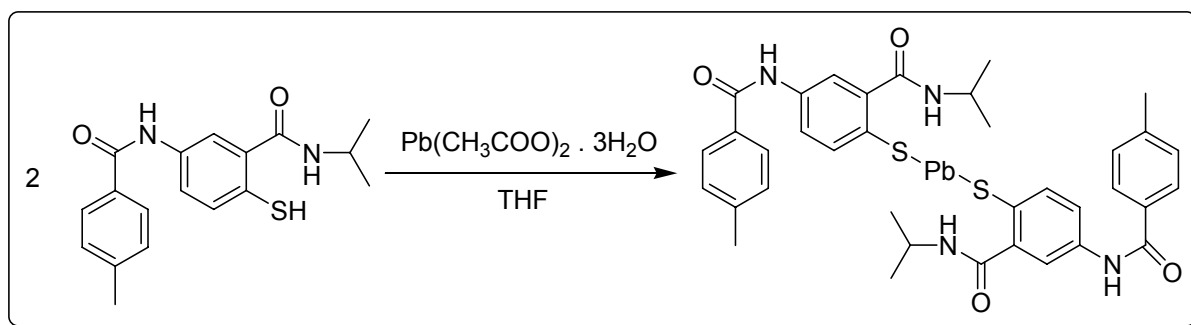
#### 5.2.16 Príprava izopropylamidu kyseliny 5-*N*-(*p*-toluoylamino)-2-tiobenzoovej



2-izopropyl-5-*N*-(*p*-toluoylamino)benzo[*d*]izotiazol-3(2*H*)-ón (0.613 mmol, 200 mg) bol rozpustený v suchom dioxáne (25 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola ochladená na 15 °C. Následne bol pridaný do reakcie NaBH<sub>4</sub> (2.96 mmol, 112 mg). Po 24 hodinách bola reakčná zmes naliata na ľadom vychladenú 5% HCl a 10 minút miešaná na magnetickej miešačke. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a sušený na vákuu. Získala som bielu pevnú látku vo výťažku 62 % (125 mg).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, CDCl<sub>3</sub>): δ 7.88 (d, *J* = 2.3, 1H), 7.85 (s, 1H), 7.74 (d, *J* = 8.2, 2H), 7.42 (dd, *J* = 2.4, 8.5, 1H), 7.28 (d, *J* = 8.5, 3H), 6.00 (s, 1H), 4.63 (s, 1H), 4.27 – 4.22 (m, 1H), 2.41 (s, 3H), 1.26 (d, *J* = 6.6, 6H).

### 5.2.17 Príprava 2-(*N*-izopropylacetamid)-5-*N*-(*p*-toluoylamino)benzénsulfidu olovnatého

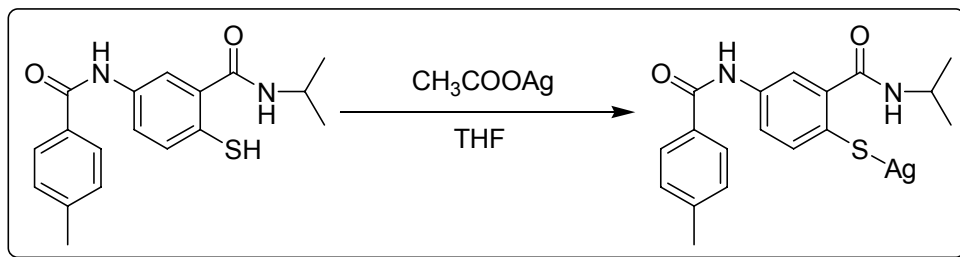


K izopropylamidu kyseliny 5-*N*-(*p*-toluoyl)amino-2-tiobenzoovej (0.0761 mmol, 25 mg) a k octanu olovnatému (0.0381 mmol, 14.5 mg) bol pridaný suchý THF (1.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 23 hodín. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (7 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som slabožltú pevnú látku vo výťažku 76 % (24.8 mg).

<sup>1</sup>H NMR (400 MHz, DMSO): δ 10.13 (s, 2H), 9.06 (d, *J* = 7.6, 2H), 7.93 – 7.79 (m, 4H), 7.74 (d, *J* = 2.4, 4H), 7.69 (dd, *J* = 2.5, 8.5, 2H), 7.32 (d, *J* = 8.0, 4H), 7.26 (d, *J* = 8.5, 2H), 4.09 (m, 2H), 1.29 – 1.04 (m, 12H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 50.16, H = 4.44, N = 6.50, Pb = 24.04.  
nájdene hodnoty v %: C = 50.32, H = 4.97, N = 6.18, Pb = 29.05.

### 5.2.18 Príprava 2-(*N*-izopropylacetamid)-5-*N*-(*p*-toluoylamino)benzénsulfidu strieborného

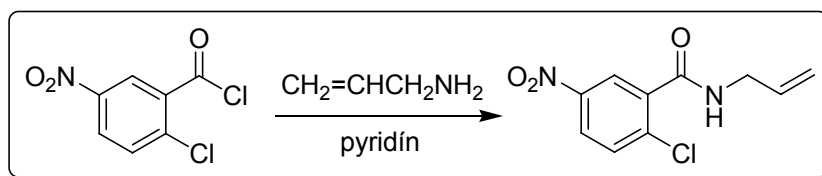


K izopropylamidu kyseliny 5-*N*-(*p*-toluoyl)amino-2-tiobenzoovej (0.0761 mmol, 25 mg) a k octanu striebornému (0.0761 mmol, 12.7 mg) bol pridaný suchý a degasovaný THF (3.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 3 dni. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (13 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som slabožltú pevnú látku vo výťažku 79 % (26.1 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}-d_5$ ):  $\delta$  10.73 (s, 1H), 9.25 (d,  $J = 7.5$ , 1H), 8.52 (d,  $J = 2.5$ , 1H), 8.18 (d,  $J = 8.5$ , 1H), 8.12 (d,  $J = 8.2$ , 2H), 7.82 (dd,  $J = 2.5$ , 8.5, 1H), 7.16 (d,  $J = 7.9$ , 2H), 4.50 (dt,  $J = 6.6$ , 13.2, 1H), 1.31 (d,  $J = 6.6$ , 6H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 46.76, H = 4.80, N = 6.06. nájdene hodnoty v %: C = 46.74, H = 4.35, N = 5.86.

### 5.2.19 Príprava alylamidu kyseliny 2-chlór-5-nitrobenzoovej

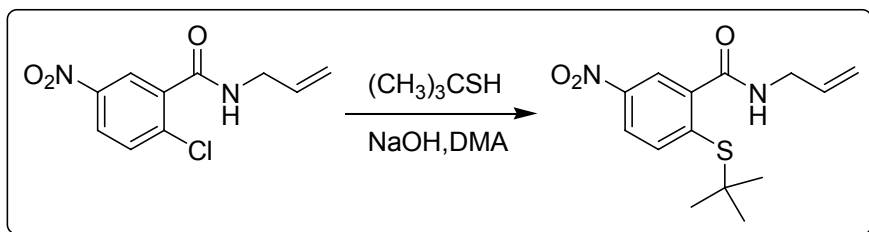


Alylamín (0.011 mol, 0.85 ml) bol rozpustený v suchom pyridíne (18 ml) a ochladený na 0 °C pod atmosférou argónu. Chlorid kyseliny 2-chlór-5-nitrobenzoovej (0.011 mol, 2.5 g) bol naraz pridaný do reakčnej zmesi. Reakčná zmes bola miešaná 4,5 hodiny. Reakcia bola ukončená naliatím reakčnej zmesi do ľadu a chvíľu miešaná na magnetickej miešačke. Pevná látka bola prefiltrovaná cez fritu a následne premytá 40 ml vody a 40 ml 5% HCl. Produkt bol sušený na vákuu. Získala som slabožltú pevnú látku vo výťažku 89 % (2.44 g).



$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  8.50 (d,  $J = 2.7$ , 1H), 8.20 (dd,  $J = 2.7$ , 8.8, 1H), 7.59 (d,  $J = 8.8$ , 1H), 6.25 (s, 1H), 5.93 (ddd,  $J = 5.7$ , 10.8, 16.0, 1H), 5.27 (ddd,  $J = 1.3$ , 11.5, 13.7, 2H), 4.11 (tt,  $J = 1.5$ , 5.8, 2H).

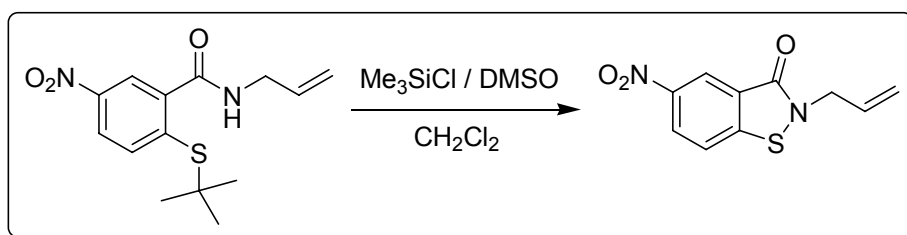
### 5.2.20 Príprava alylamidu kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-nitrobenzoovej



Alylamid kyseliny 2-chlór-5-nitrobenzoovej (9.72 mmol, 2.34 g) bol pridaný do roztoku *tert*-butyltiolu (11.66 mmol, 1.32 ml) a hydroxidu sodného (11.66 mmol, 0,459 g) v suchom DMA (30 ml) pri teplote 0 °C. Reakčná zmes bola miešaná pri 0 °C a pod atmosférou argónu 2 hodiny. Reakcia bola ukončená naliatím reakčnej zmesi do ľadom vychladenej 5% HCl. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu, premytý destilovanou vodou a sušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výt'azku 85 % (2.43 g).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ):  $\delta$  8.34 (d,  $J = 2.6$ , 1H), 8.26 (dd,  $J = 2.7$ , 8.5, 1H), 7.93 (d,  $J = 8.6$ , 1H), 6.09 – 5.94 (m, 1H), 5.38 (dq,  $J = 1.7$ , 17.2, 1H), 5.16 (dq,  $J = 1.6$ , 10.3, 1H), 4.07 (tt,  $J = 1.6$ , 5.7, 2H), 2.81 (d,  $J = 13.2$ , 2H).

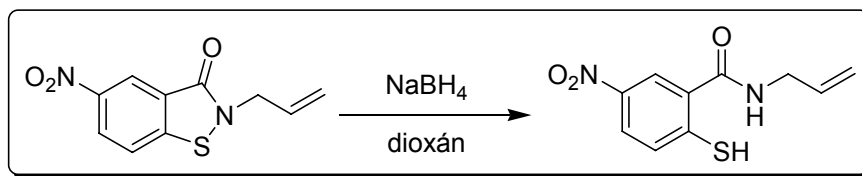
### 5.2.21 Príprava 2-allyl-5-nitrobenzo[d]izotiazol-3(2H)-ónu



TMSCl (9.51 mmol, 1.2 ml) bol pridaný do roztoku alylamidu kyseliny 2-(*tert*-butyltio)-5-nitrobenzoovej (6.79 mmol, 2.00 g) a DMSO (10.87 mmol, 0.8 ml) v suchom dichlórmetáne (20 ml). Reakčná zmes bola miešaná 2 hodiny pri laboratórnej teplote pod atmosférou suchého argónu. Hexán bol pridaný do reakčnej zmesi. Po 1 dni státia reakčnej zmesi v chladničke bola zmes prefiltrovaná cez fritu. Produkt bol následne premytý hexánom. Po vysušení produktu som získala žltú pevnú látku vo výt'azku 86 % (1.38 g).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  8.88 (dd,  $J = 0.5, 2.2$ , 1H), 8.46 – 8.42 (m, 1H), 7.69 (dd,  $J = 0.5, 8.8$ , 1H), 5.93 (ddt,  $J = 6.2, 10.1, 22.6$ , 1H), 5.42 – 5.34 (m, 2H), 4.55 – 4.50 (m, 2H).

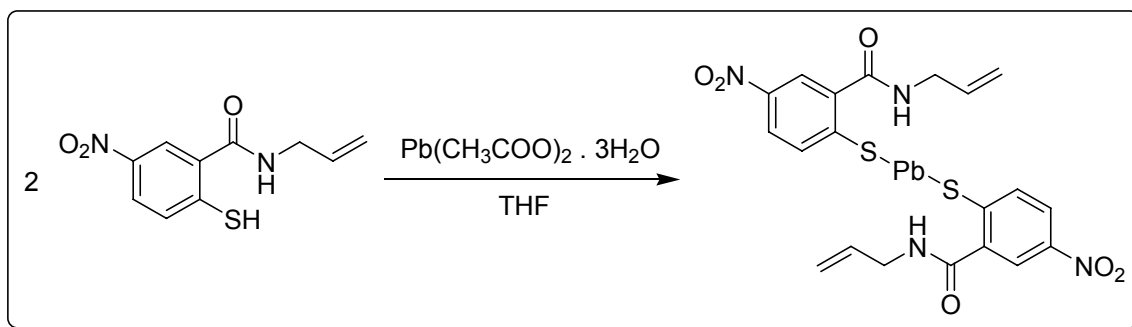
### 5.2.22 Príprava alylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej



2-allyl-5-nitrobenzo[*d*]izotiazol-3(2*H*)-ón (4.23 mmol, 0.442 g) bol rozpustený v suchom dioxáne (30 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola ochladená na 15 °C. Následne bol pridaný do reakcie  $\text{NaBH}_4$  (8.46 mmol, 320 mg). Po 4,5 hodinách bola reakčná zmes naliata na ľadom vychladenú 5%  $\text{HCl}$  a 10 minút miešaná na magnetickej miešačke. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a sušený na vákuu. Získala som žltú pevnú látku vo výťažku 83 % (837,1 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta$  8.25 (d,  $J = 2.4$ , 1H), 8.08 (dd,  $J = 2.5, 8.7$ , 1H), 7.44 (d,  $J = 8.7$ , 1H), 5.90 (s, 1H), 5.51 (s, 1H), 4.31 – 4.23 (m, 1H), 1.30 (d,  $J = 6.6$ , 6H).

### 5.2.23 Príprava 2-(*N*-allylacetamid)-5-nitrobenzénsulfidu olovnatého

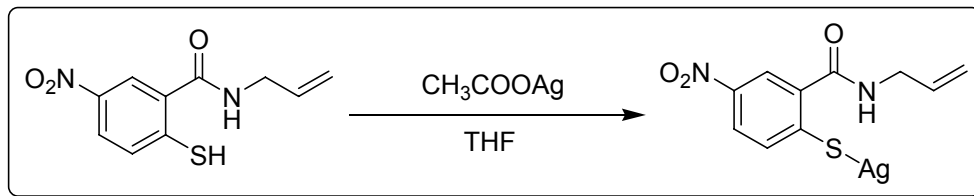


K alylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.1049 mmol, 25 mg) a k octanu olovnatému (0.0524 mmol, 19.9 mg) bol pridaný suchý THF (2 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 25,5 hodín. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (10 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som oranžovú pevnú látku vo výťažku 57 % (20.4 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ):  $\delta$  8.19 (d,  $J = 2.6$ , 2H), 8.02 (dd,  $J = 2.6, 8.7$ , 2H), 7.42 (d,  $J = 8.7$ , 2H), 6.06 (ddd,  $J = 5.6, 10.7, 22.8$ , 2H), 5.38 (dd,  $J = 1.6, 17.2$ , 2H), 5.22 (dd,  $J = 1.4, 10.3$ , 2H), 4.20 (dt,  $J = 2.8, 5.6$ , 4H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 35.24, H = 2.66, N = 8.22, S = 9.41, Pb = 30.39. nájdené hodnoty v %: C = 35.20, H = 2.69, N = 7.80, S = 6.28, Pb = 29.18.

### 5.2.24 Príprava 2-(*N*-allylacetamid)-5-nitrobenzénsulfidu strieborného

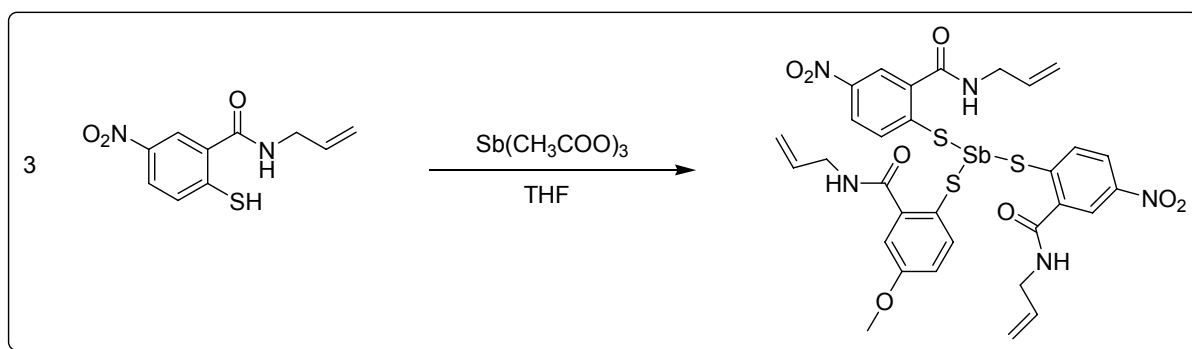


K allylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.1049 mmol, 25 mg) a k octanu striebornému (0.1049 mmol, 17.5 mg) bol pridaný suchý THF (2.5 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 27 hodín. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (10 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som oranžovú pevnú látku vo výťažku 70 % (25.3 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $\text{C}_5\text{D}_5\text{N}-d_5$ ):  $\delta$  10.23 (s, 1H), 8.85 (d,  $J = 2.7$ , 1H), 8.22 (d,  $J = 8.7$ , 1H), 7.74 (dd,  $J = 2.7, 8.7$ , 1H), 6.11 (ddt,  $J = 5.3, 10.4, 17.1$ , 1H), 5.52 (dd,  $J = 1.7, 17.2$ , 1H), 5.15 (dd,  $J = 1.6, 10.3$ , 1H), 4.34 (s, 2H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 34.80, H = 2.63, N = 8.12. nájdené hodnoty v %: C = 34.35, H = 2.64, N = 7.58.

### 5.2.25 Príprava 2-(*N*-allylacetamid)-5-nitrobenzénsulfidu antimónité

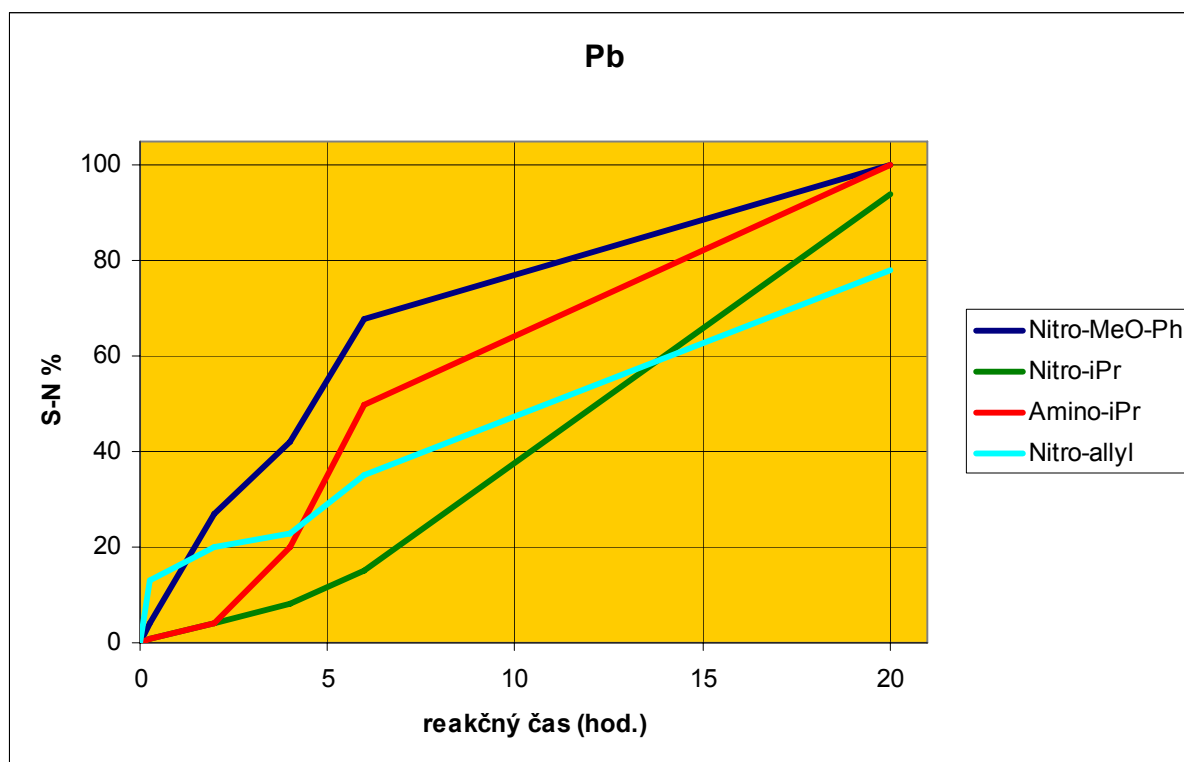


K allylamidu kyseliny 2-tio-5-nitrobenzoovej (0.2098 mmol, 50 mg) a k octanu antimónitému (0.06995 mmol, 12.2 mg) bol pridaný suchý THF (6 ml) pod atmosférou argónu. Reakčná zmes bola miešaná pri laboratórnej teplote 6 dní. K reakčnej zmesi bol pridaný suchý hexán (20 ml) a bola ponechaná 5 minút v pokoji. Produkt bol prefiltrovaný cez fritu a vysušený na vákuu. Získala som slabooranžovú pevnú látku vo výťažku 75 % (43.7 mg).

$^1\text{H}$  NMR (400 MHz,  $(\text{CD}_3)_2\text{CO}$ ):  $\delta$  8.61 (d,  $J = 2.4$ , 3H), 8.29 (dd,  $J = 2.5$ , 8.9, 3H), 8.01 (d,  $J = 8.9$ , 3H), 6.02 (dd,  $J = 10.3$ , 17.2, 3H), 5.33 (dd,  $J = 1.6$ , 17.2, 3H), 5.17 (dd,  $J = 1.5$ , 10.3, 3H), 4.14 – 4.10 (m, 6H).

Elementárna analýza: vypočítané hodnoty v %: C = 40.60, H = 3.75, N = 9.47. nájdené hodnoty v %: C = 40.76, H = 3.06, N = 9.26.

### 5.2.26 Kinetika uvoľňovania kovu (Pb) z organosírnej zlúčeniny



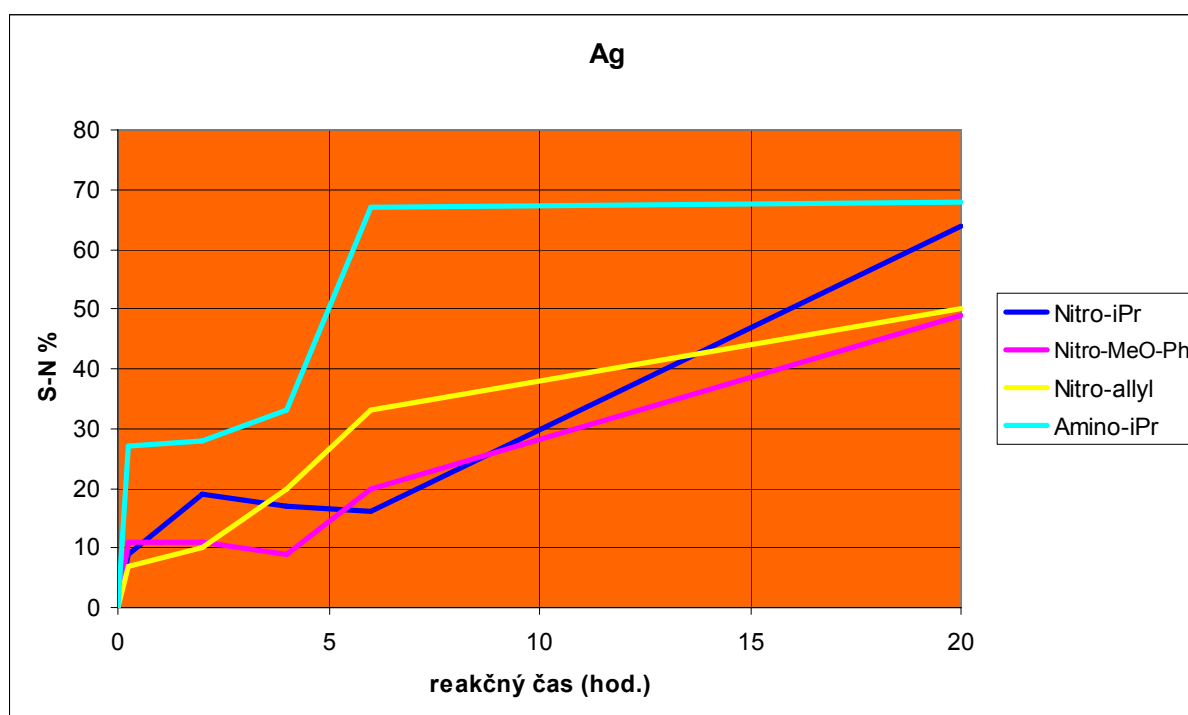
Graf 5.2.24

Sulfid kovu (20 mol) bol rozpustený v suchom DMSO (1 ml) a následne bol pridaný do reakčnej zmesi katalyzátor octan meďnatý (10 mol.%). Zmes bola miešaná magnetickým miešadielkom a vzorky na UPLC-UV/MS boli odoberané po 0 min., 25 min., 2 hod., 4 hod., 6

hod. a po 20 hod.. V grafe (Graf 5.2.24, Graf 5.2.26) je uvedená závislosť tvorby väzby S-N (v %) na reakčnom čase u rôznych sulfidov kovov.

t (hod.)	% S-N Nitro-MeO-Ph	% S-N Nitro-iPr	% S-N Amino-iPr	% S-N Nitro-allyl
0	0	0	0	0
0,25	4	1	1	13
2	27	4	4	20
4	42	8	20	23
6	68	15	50	35
20	100	94	100	78

### 5.2.27 Kinetika uvoľňovania kovu (Ag) z organosírnej zlúčeniny



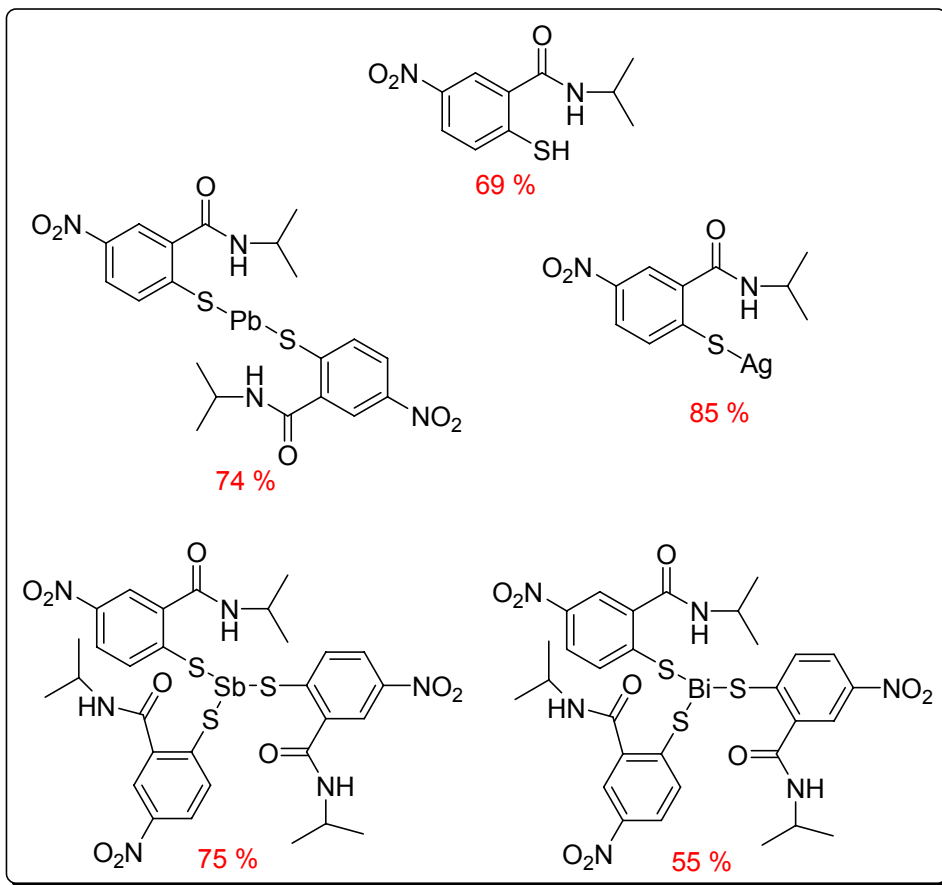
Graf 5.2.25

t (hod.)	% S-N Nitro-MeO-Ph	% S-N Nitro-iPr	% S-N Amino-iPr	% S-N Nitro-allyl
0	0	0	0	0
0,25	11	9	27	7
2	11	19	28	10
4	9	17	33	20

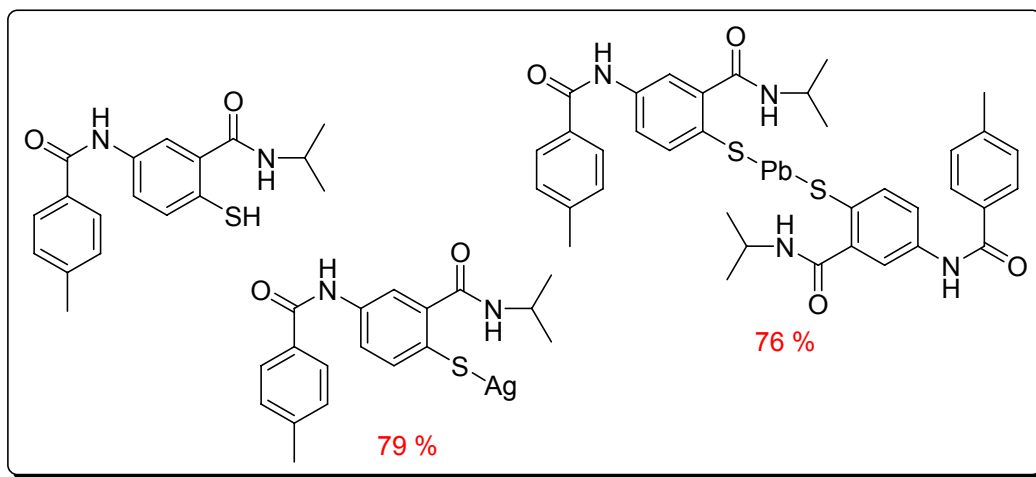
6	20	16	67	33
20	49	63	68	50

## 7. Záver

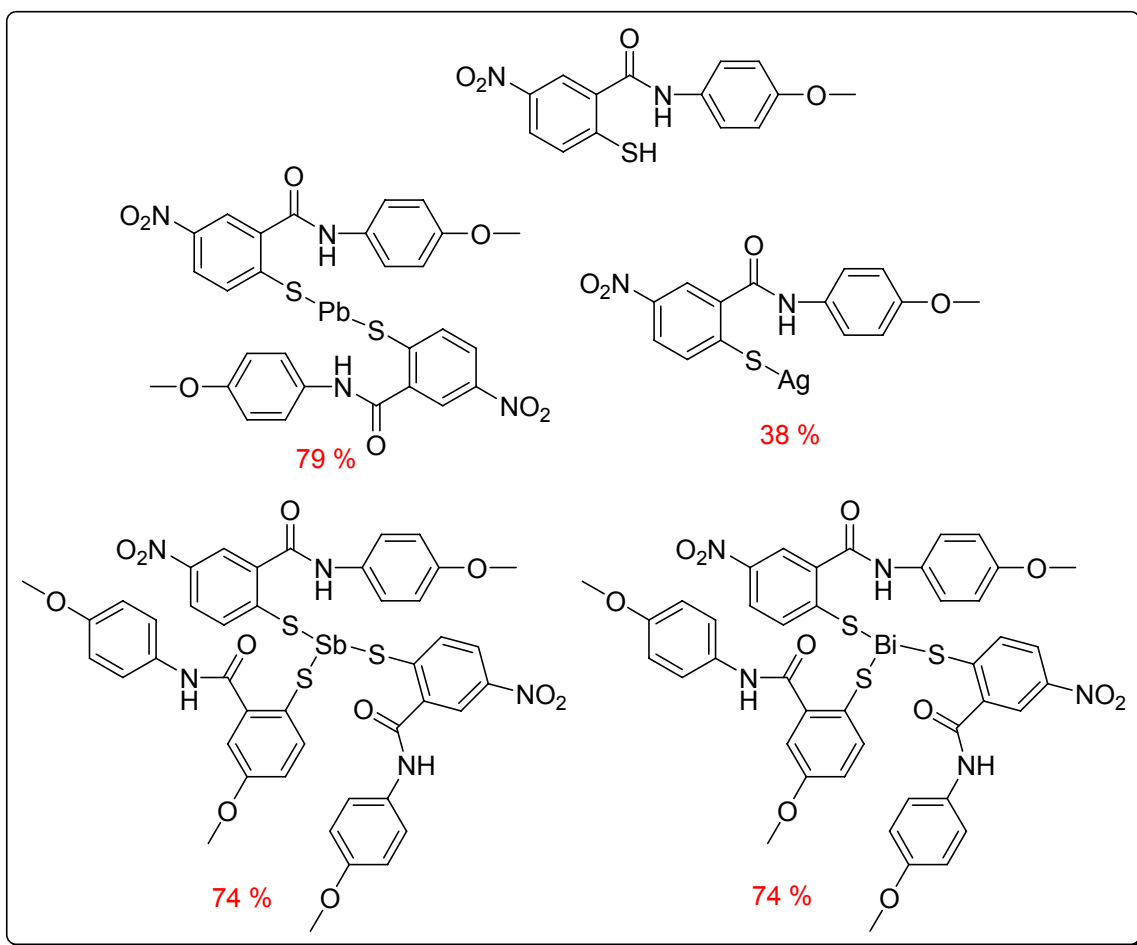
V tejto bakalárskej práci boli pripravené tioly a ich komplexy s rôznymi kovmi (Pb, Ag, Sb, Bi). V tabuľkách 6.1, 6.2, 6.3 a 6.4 sú uvedené nasyntetizované zlúčeniny spolu s výt'ážkami.



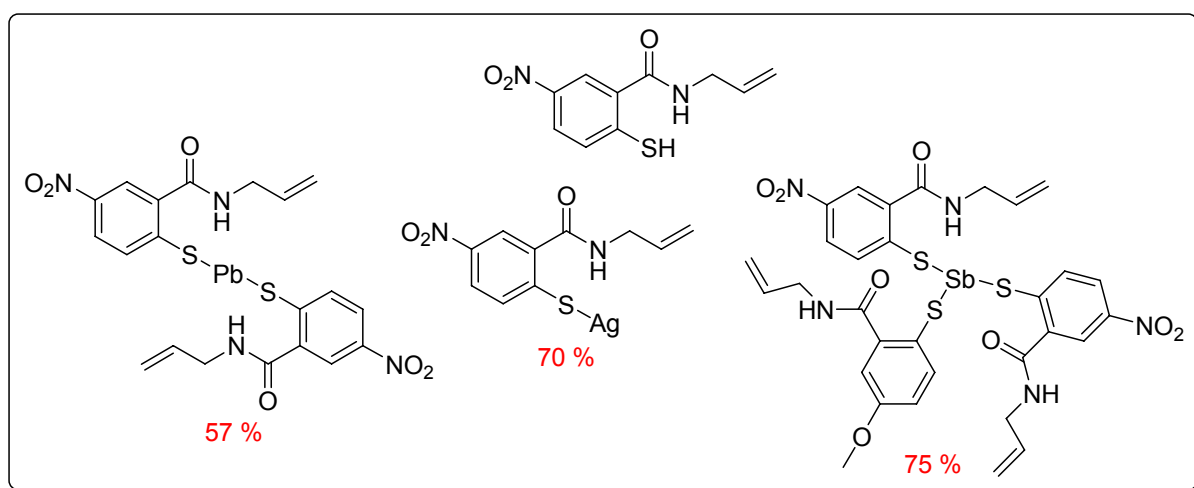
Tabuľka 6.1



Tabuľka 6.2



Tabuľka 6.3



Tabuľka 6.4



## 8 . Zoznam literatúry

1. P. C. Jocelyn, in *Biochemistry of the SH groups*, Academic Press, Inc., London, 1972.
2. S. Oae and T. Okuyama, in *Organic Sulfur Chemistry: Biochemical Aspects*, CRC Press, Inc., Boca Raton, 1991.
3. Ei-Ichiro Ochiai, in *General Principles of Biochemistry of the Elements*, Plenum Press, Inc., New York, 1987.
4. <http://en.wikipedia.org>
5. Henke, A.; Šrogl, J.; *J. Org. Chem.* **2008**, *73*, 7783-7784.