

## Posudek oponenta bakalářské práce

Jméno a příjmení uchazeče/ky : **Lucie Hrubá**

Název práce: **Vývoj alternativní syntézy činidla Sm-PDTA pro chirální rozlišení aminokyselin pomocí NMR**

**A. Bodové hodnocení jednotlivých aspektů práce (označte právě jednu z možností)**

<b>1. Rozsah BP a její členění</b>	
X	A - přiměřené, odpovídají charakteru BP a významu jednotlivých částí
	B - nevyrovnané, členění není logické n. rozsah jednotlivých částí nekoresponduje s jejich významem
	C - uspokojivé, rozsah některých částí nedostačuje
	<b>N - nedostatečné</b>

<b>2. Odborná správnost</b>	
X	A - výborná, bez závažnějších připomínek
	B - velmi dobrá, s ojedinělými drobnými závadami (nejasnost výkladu, chyby ve vzorcích nebo chemických názvech, nedokonalý popis metod nebo výsledků)
	C - uspokojivá, s četnějšími drobnými závadami
	<b>N - nevyhovující, s hrubými chybami</b>

<b>3. Uvedení použitých literárních a j. zdrojů</b>	
X	A - bez připomínek, všechny převzaté údaje s citací zdroje, celkový počet citací odpovídá charakteru práce
	B - uspokojivé, s občasnými neobratnostmi zejm. v umístění odkazů, nebo s celkově nižším počtem citací
	C - s vážnějšími závadami, např. převažují "nestandardní" odkazy na učebnice, přednášky, webové stránky, nebo se ojediněle vyskytuje opominutí odkazu na zdroj převzatých dat
	<b>N - nevyhovující, velmi málo citací, ev. rysy plagiátu (časté opomíjení odkazu na zdroj převzatých dat, popř. opsání velkých částí textu)</b>

<b>4. Jazyk práce</b>	
	A - výborný, práce je napsána čtivě a srozumitelně, bez závažnějších gramatických n. pravopisných chyb
X	B - velmi dobrý, ojedinělé stylistické neobratnosti, gramatické n. pravopisné chyby
	C - uspokojivý, četnější slohové neobratnosti, gramatické n. pravopisné chyby, ojediněle se vyskytují obtížně srozumitelné n. nejednoznačné formulace
	<b>N - nevyhovující, s četnými hrubými chybami</b>

<b>5. Formální a grafická úroveň práce</b>	
	A - výborná, bez překlepů a chyb ve formátování
X	B - velmi dobrá, ojedinělé chyby formátu citací, překlepy, chybějící zkratky apod.
	C - uspokojivá, s ojedinělými většími (např. vynechání stránky) nebo četnějšími drobnými chybami
	<b>N - nevyhovující, s četnými hrubými chybami</b>

Případný slovní komentář k bodům 1. až 5. :

Viz. příloha

## B. Obhajoba

### *Dotazy k obhajobě*

Viz. příloha

Stanovisko k opravě chyb v práci:

opravný lístek/oprava v textu ~~JE~~ / **NENÍ** (zakroužkujte) podmínkou přijetí práce

## C. Celkový návrh

Práci doporučuji k přijetí k dalšímu řízení: **ANO** / ~~NE~~

Navrhovaná celková klasifikace: **výborně**

Datum vypracování posudku: 31.5.2013

Jméno a příjmení, podpis oponenta : Radek Pohl



## Posudek bakalářské práce Lucie Hrubé

Bakalářská práce slečny Lucie Hrubé se zabývá optimalizací přípravy obou enantiomerů chirálního posunového činidla Sm-PDTA. Toto činidlo se používá zejména při stanovení optické čistoty a absolutní konfigurace aminokyselin. Jeho použití je ale mnohem širší a lze ho aplikovat při stanovení optické čistoty či konfigurace libovolné vodorozpustné chirální sloučeniny. Výhodou tohoto činidla je fakt, že nezpůsobuje rozšiřování NMR signálů ve srovnání s jinými lanthanoidovými posunovými činidly.

Předloženou bakalářskou práci jsem si se zájmem přečetl a konstatuji, že slečna Hrubá splnila předem vytyčené cíle práce. Za významné zlepšení při přípravě Sm-PDTA považuji zejména přípravu obou enantiomerů PDTA za použití tetrabenzylesteru PDTA namísto doposud používaného tetraethylesteru PDTA. Tato chytrá záměna umožnila snadnou izolaci tetrabenzylesteru pomocí chromatografie a čisté odchránění benzylových chránících skupin hydrogenolýzou. Dalším vylepšením je krystalizace surové PDTA ze směsi voda-methanol, čímž byly získány oba enantiomery bezvodé PDTA ve vyšší čistotě, než bylo doposud publikováno.

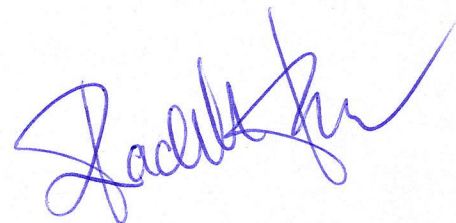
Bakalářská práce je přehledně a logicky členěna. Přesto si myslím, že by se našlo několik možností, jak jí vylepšit. Například na straně 17 je popisován způsob ověřování optické čistoty enantiomerů 1,2-diaminopropanu pomocí  $^1\text{H}$  NMR a chirálního posunového činidla. Myslím, že by bylo vhodné ukázat naměřená NMR spektra po první, druhé atd. krystalizaci a poskytnout tak důkaz, že zcela dostačující jsou dvě po sobě následující krystalizace.

Zarážející je také vysoký (99 %) výtěžek dihydrochloridu (*R*)-1,2-diaminopropanu, protože část (*R*)-enantiomeru se ztratí v matečném louhu při získávání (*S*)-enantiomeru, jak je ostatně uvedeno na straně 18. Také elementární analýza dihydrochloridu (*R*)-1,2-diaminopropanu napovídá, že látka zřejmě obsahuje určité množství anorganické soli (KCl?).

Zjímalo by mě, jakým způsobem byla stanovena konverze reakce benzyl bromoacetátu s 1,2-diaminopropanem. Z Tabulky 1 lze vyčíst orientační výtěžek surového produktu o obsahu 56-83 % látky, což je údaj obtížně kvantifikovatelný. Nebylo by vhodnější uvádět konverzi, případně výtěžek pomocí  $^1\text{H}$  NMR surové reakční směsi? U obou esterifikací také chybí procentuelní výtěžek.

V experimentální části jsou uvedena NMR spektra s kompletním přiřazením signálů. Toto přináší výhodu snadné interpretace spekter při reprodukci NMR analýz ale pouze v případě, kdy je zřejmé číslování atomů v molekule. Bylo by tedy vhodné ukázat toto číslování ať už v části „Výsledky a diskuze“ nebo v „Experimentální části“.

I přes uvedené nedostatky a pár stylistických či jazykových nepřesností, které uvádím v příloze, je předložená bakalářská práce sepsána kvalitně a shrnuje značné množství experimentální práce. **S potěšením ji proto doporučuji k obhajobě a hodnotím ji jako výbornou.**



Příloha – stylistické a jazykové opravy:

- 1) Str. 3-4: zkratky by bylo vhodné uvádět v abecedním pořadí
- 2) Str. 6: „enantiomerický“ vs. „enantiomerní“ – sjednotit, vhodnější je „enantiomerní“
- 3) Str. 3 vs. 6: „chirální posunové činidlo“ vs. „chirální rozlišovací činidlo“ – sjednotit, vhodnější je „posunové“
- 4) Str. 7: „měření na NMR aparaturách“ – vhodnější je „měření na NMR spektrometrech“
- 5) Str. 10, ř. 5: chybí tečka za větou
- 6) Str. 11, ř. 12: „obrázku“ správně „obrázku“
- 7) Str. 14: MacDonald vs. McDonald – sjednotit
- 8) Str. 6,7,15: et al. vs. a kol. – sjednotit
- 9) Str. 15, ř. 18 – „za stejných podmínek, jako se dříve připravoval ethylendiamintetraacetát“ má být zřejmě „za stejných podmínek, jako se dříve připravoval komplex s ethylendiamintetraacetátem“
- 10) Str. 16, obr. 7: „H<sub>2</sub>O, reflux, 1,5 h“ je dobré uvést u prvního kroku reakce
- 11) Str. 20: místo „deblokace“ či „deprotektce“ by bylo vhodné použít „odchránění“
- 12) Str. 25: při použití nového postupu chybí důkaz o čistotě látek