

Oponentský posudek na diplomovou práci Ing. Ondřeje Kamana „Příprava a studium kyselých solí jako případných protonových vodičů“

Posuzovaná diplomová práce je věnována popisu potenciálních protonových vodičů, vzniklé kombinací vybraných organických bází s anorganickými kyselinami. Práce nabízí podrobný popis syntéz i spektrální charakterizace připravených látek. V jejím závěru je blíže rozvedena problematika měření protonové vodivosti, přičemž autor nabízí podrobnou diskuzi výsledků měření pro jednu vybranou látku, kterou sám již dříve připravil i spektrálně charakterizoval.

Jak po stránce jazykové i grafické je práce zpracována na mimořádně dobré úrovni a právem si zaslouží úpřímnou pochvalu. Při jejím čtení jsem si ovšem nejvíce vážil skutečnosti, že autor své myšlenky dokázal formulovat vždy plně srozumitelně a s naprosto jasnou argumentací. V duchu známé pedagogické poučky — rozumíš toliko tomu, co jsi schopen jednoduše vysvětlit — mohu s potěšením konstatovat, že p. Ing. Kaman studované problematice plně porozuměl a navíc je schopen i její prezentace na výtečné úrovni.

K předložené diplomové práci mám následující připomínky:

- i) V práci je nepřesně nakládáno s termínem „vodivost“, jelikož je pro tuto fyzikální veličinu pravidelně uváděna měrná jednotka Scm^{-1} .
- ii) Na stranách 33 a 34 se u popisu použitých metod vyskytuje zvýšená koncentrace nepřesností: „Kappa CCD“ místo „KappaCCD“, velikost detektoru 1000 x 1000 pixelů (správně 1152 x 1242), „Shelxl-97 G.M.“ místo „Shelxl-97“. Dále předpokládám, že při měření práškových difraktogramů nebylo současně užito β -filtru i sekundárního (?) monochromátoru a že vlastní záznamy byly pořízeny $\theta/2\theta$ režimem.
- iii) U všech uváděných monokrystalových struktur bylo rušivé, že autor uváděl atomy bez seřazení, což analýzu struktur značně ztížilo. Nejhůře dopadla struktura **DabP2** v tabulce 3 (str. 38), která končí výčtem jakýchsi záhadných vodíkových atomů, přičemž čtenář nemá ani šanci poznat, kterému těžkému atomu mohou patřit H91 a H92. Dále mi není jasné, proč jsou vodíkové atomy v párech označovány D a E (někdy i opačně). Prosím pana diplomanta, aby u obhajoby své práce prezentoval obrázek, ozřejmující identitu jednotlivých vodíkových atomů uvedené struktury.
- iv) Strana 43. U struktury **DMDabP2** s acentrickou prostorovou grupou $P2_1$ je překvapivý údaj počtu naměřených reflexí, rovnající se počtu nezávislých reflexí. Formulace „H atomy upřesněny isotropně, anebo afixovány a upřesněny“ je zcela nesrozumitelná.
- v) Strana 44. Co znamená termín „odvození ze sousedních atomů“? Z tabulek frakčních souřadnic je zřejmé, že některé vodíkové atomy byly upřesňovány v nalezených polohách, jiné zase v ideálních pozicích. Popis postupu ovšem nebyl v práci k nalezení a uvítal bych též zdůvodnění užitého postupu. Dále je nutno upozornit na velmi nízké U_{iso} (0.008) atomu H18A (i dalších), které může svědčit o nesprávnosti modelu užitému k upřesnění struktury, což ostatně dokumentuje i chemicky obtížně zdůvodnitelný rozdíl obou C–H vzdáleností na uhlíku C13.
- vi) Strana 64. Co přesně znamená termín „značně velké dokonalé monokrystal“?
- vii) Strana 76. Čím si autor vysvětluje závažný nesouhlas mezi nalazeným a spočteným obsahem uhlíku pro **NEAP- β** ?
- viii) Strana 89. Při publikaci struktury **AnP** doporučuji provést translaci o polovinu x , aby většina atomů nebyla umístěna mimo elementární buňku.
- ix) Strana 107, obrázek 11. Doporučuji přetransformovat souřadnice atomů tak, aby všechny atomy byly umístěny v symetricky nezávislé části elementární buňky — pak zmizí aniontový motiv vpravo na obrázku, který jinak může být matoucí.
- x) Strana 113. Je možno s jistotou tvrdit, že při krystalizaci roztoku racemátu **DMDabP2** dochází k rezoluci krystalizací? V práci totiž chybí hodnota Flackova parametru, čili není zřejmé, zda byla upřesněna správná absolutní konfigurace a zda nedochází k racemickému dvojčatění. V této souvislosti poukazují na připomínku pod bodem iv), že Friedlovy páry byly při upřesňování již zprůměrované, ačkoliv dle rozsahu h , k , l byla naměřena (téměř) úplná Ewaldova koule.
- xi) Strana 120. Je korektní srovnávat vodivosti práškových vzorků **DMDabP2** a KBr, aniž by byla známa distribuce velikosti částic? Existují studia vlivu velikosti zrn na hodnotu naměřené vodivosti?
- xii) Co přesně znamená formulace „Žádné π -interakce mezi benzenovými jádry“? Pokud značí π - π interakce mezi aromatickými systémy v pevném stavu, nemohu souhlasit s tvrzeními na stranách 126, 135, 138, 141, 147 a 150, protože u všech diskutovaných struktur chybí pohled(y) na elementární buňku, na základě kterých by bylo možno absenci π - π interakcí potvrdit. V tomto kontextu

poukazují na obr. 32 (str. 142), na kterém je π - π interakce patrná již při pohledu na asymetrickou část elementární buňky; dále na obr. 39 (str. 151), kde jsou π - π interakce mezi fenyleny patrné též.
xiii) Strana 149, tabulka 78. Chybí směrodatná odchylka β pro modifikaci při teplotě 203 K.

Závěrem konstatuji, že diplomová práce pana Ing. Ondřeje Kamana přináší řadu velmi cenných poznatků. Práce je zpracována mimořádně čtivě a pečlivě a s nevelkým počtem překlepů i laboratorní hantýrky. Její přijetí jako diplomové práce jednoznačně **doporučuji** a navrhuji její hodnocení nejlepším klasifikačním stupněm.

V Praze dne 7. září 2007

Doc. RNDr. Róbert Gyepes, PhD.

