

Streszczenie

W ramach niniejszej pracy zsyntezowano i scharakteryzowano cztery fazy stacjonarne z wbudowanymi grupami polarnymi oraz zbadano ich właściwości adsorpcyjne, a także opisano mechanizm retencji. Zsyntezowano fazy stacjonarne zawierające grupę fosfodiesterową jako grupę polarną oraz cztery różne ligandy organiczne: łańcuch decylowy, łańcuch oktadecylowy, podstawnik benzylowy oraz cząsteczka cholesterolu. Uzyskano dzięki temu dwie fazy stacjonarne, które wcześniej opracowano w naszym zespole badawczym (Diol-P-C10, Diol-P-C18) oraz dwie nowe fazy stacjonarne (Diol-P-benzyl, Diol-P-chol). Charakterystykę rozpoczęto od wyznaczenia gęstości pokrycia powierzchni faz stacjonarnych modyfikowanymi ligandami oraz określenia ich hydrofobowości, wykorzystując test Galushko. Optymalizacja procesu pakowania polegała na doborze rozpuszczalnika zawiesinowego, który wybierano w oparciu o wyniki potencjału zeta, badania mikroskopowe oraz lepkość. Finalnie otrzymano kolumny o sprawności zbliżonej do komercyjnie pakowanych kolumn chromatograficznych. W dalszej części pracy skupiono się na opisie właściwości adsorpcyjnych przygotowanych materiałów. Wykorzystano odwrotną chromatografię wykluczenia, metodę zaburzeniową oraz analizy markerów objętości martwej, spośród których ta pierwsza okazała się najbardziej odpowiednią. Wyznaczenie nadmiarowych izoterm adsorpcji acetonitrylu oraz wody potwierdziło heterogeniczność powierzchni każdej z badanych faz stacjonarnych. Wykonano badania chromatograficzne mające na celu potwierdzenie pracy badanych materiałów w warunkach czystej wody z zachowaniem zasad „zielonej chromatografii”. Potwierdzono również możliwość rozdzielania polarnych i niepolarnych związków małowcząsteczkowych zarówno w układzie HILIC, jak i RP LC. Z powodzeniem udało się rozdzielić mieszaninę alkaloidów purynowych, zasad azotowych oraz wielopierścieniowych węglowodorów aromatycznych. Ze względu na obecność polarnych i niepolarnych grup na powierzchni faz stacjonarnych zbadano mechanizm retencji poprzez wyznaczenie i modelowanie izoterm adsorpcji. Wykorzystano do tego metodę analizy czołowej oraz metodę inwersyjną. Aplikacyjność otrzymanych materiałów potwierdzono, analizując grupę leków beta-adrenolitycznych, gdzie wykorzystano również komputerowe rozdzielanie pików poprzez inteligentną analizę dekonwolucji pików.

Wyniki niniejszych badań pozwoliły na pełną charakterystykę faz stacjonarnych z wbudowanymi grupami fosfodiesterowymi, co poszerza ilość materiałów wykorzystywanych w wysokosprawnej chromatografii cieczowej oraz rozwija nurt „zielonej chromatografii”.