

Streszczenie

Kluczowym etapem prowadzenia analiz i rozwoju wysokosprawnej chromatografii cieczowej jest wybór odpowiedniej fazy stacjonarnej. Rozpowszechnienie RP LC, a także obserwowany w ostatnich latach rozwój HILIC z jednoczesnym dążeniem do wprowadzania zasad „Zielonej chromatografii” w analityce wymusza na badaczach poszukiwanie selektywnych i specyficznych faz stacjonarnych.

Głównym celem badań podjętych w ramach niniejszej pracy było zsyntezowanie grupy nowych faz stacjonarnych z wbudowaną grupą polarną. Żel krzemionkowy zmodyfikowano grupami diolowymi, a następnie w reakcji estryfikacji przyłączono odpowiednio różnej długości łańcuchy alkilowe C10 i C18, pierścień fenylowy oraz cząsteczkę cholesterolu. W ten sposób otrzymano cztery różne wypełnienia z wbudowaną polarną grupą estrową i niepolarnym fragmentem. Potwierdzono poprawność prowadzenia syntezy za pomocą analizy elementarnej i metod spektroskopowych FT IR oraz NMR. Wyliczono też gęstość pokrycia powierzchni ligandami. Chemizm powierzchni fazy stacjonarnej w chromatografii cieczowej jest kluczowym czynnikiem determinującym retencję związków chemicznych. Zmierzone wartości potencjału zeta i obliczone parametry dla modelu LSER posłużyły do bardziej precyzyjnego opisu oddziaływań rzutujących na retencję w układzie RP LC. Dokonano także oceny wtórnych interakcji w teście charakterystyki wg Tanaki. Na podstawie uzyskanych danych wykreślono diagramy radarowe i odpowiednio sklasyfikowano fazy stacjonarne z wbudowaną grupą estrową lub fosfoestrową. Dopelnieniem opisu procesów solwatacyjnych na powierzchni chemicznie związanych faz stacjonarnych z wbudowaną grupą polarną było wyznaczenie izoterm nadmiarowej adsorpcji rozpuszczalnika. Przebieg izoterm wskazywał na występowanie konkurencji adsorpcji pomiędzy składnikami fazy ruchomej.

Odpowiednia kombinacja grup funkcyjnych – polarnych i hydrofobowych w strukturze fazy stacjonarnej i właściwy dobór fazy ruchomej przekłada się na selektywność tak zsyntezowanych materiałów w układzie RP LC oraz HILIC. Ponadto z powodzeniem zastosowano fazy stacjonarne z budowaną grupą estrową lub fosfoestrową w analityce substancji o istotnym znaczeniu biologicznym, tj. zasady azotowe, nukleozydy czy alkaloidy purynowe wobec czystej wody jako jedyne go składnika fazy ruchomej.

Wyniki uzyskane w trakcie realizacji tej pracy stanowią istotny wkład w dopełnienie wiedzy na temat chemizmu powierzchni, oddziaływań międzycząsteczkowych i selektywności chemicznie związanych faz stacjonarnych z wbudowaną grupą estrową lub fosfoestrową. Wyciągnięte wnioski pozwalają na bardziej wnikliwe spojrzenie na mechanizmy, którymi

rzędzi się proces rozdzielania w układach RP LC, HILIC czy przy zastosowaniu wody jako jedyne go składnika fazy ruchomej