

Abstrakt

Cílem této diplomové práce byl vývoj a optimalizace plnění nové řady chromatografických kolon s názvem Astra s následnými analytickými měřeními za účelem stanovení kvality optimalizovaných plnicích procesů, kvality plněných kolon a za účelem zkoumání chování stacionárních fází.

Vyvinuty a zoptimalizovány byly plnicí procesy pro následující kolony – Astra C18-HE, AQ a DM 5 μm (250/150/100 \times 4,6 mm, 150/100 \times 3,0 mm), Astra C18-HE 3 μm (250/150/100 \times 4,6 mm, 150/100/50 \times 3,0 mm, 150/100/75/50 \times 2,1 mm), Astra AQ 3 μm (150/100 \times 4,6 mm, 150/100/50 \times 3,0 mm, 150/100/75/50 \times 2,1 mm), Astra DM 3 μm (150/100 \times 4,6 mm, 150/100 \times 3,0 mm, 150/100/50 \times 2,1 mm) a pro zwitteriontové kolony 3 μm (150 \times 4,6 mm, 100 \times 2,1 mm). Během vývoje plnicích procesů byly zoptimalizovány následující plnicí parametry. Složení suspenzního roztoku – cyklohexanol:chloroform (1:10) pro SF C18, AQ, DM a glycerin:methanol (1:3) pro zwitteriontové SF; koncentrace plnicí suspenze; způsob předplnění kolony – předplnění plnicí kapalinou (methanolem); PID parametry, zde byly zvoleny hodnoty $P = 3000$, $I = 100$ a $D = 100$; šířka předkolony, ta musí být rovna či větší než vnitřní průměr kolony; tlak a čas plnění; typ hardwaru kolony byl zvolen modulární. Zároveň byly vyvinuty QC metody pro měření testovacího standardu Arion mix 3 za účelem kontroly kvality těchto kolon. Pro vybrané kolony byly zavedeny regulační hodnoty pro sledované QC parametry a provedeny stabilitní testy. Dále byla potvrzena dobrá opakovatelnost plnění kolon. Relativní směrodatné odchytky QC parametrů všech píků analytů ve standardu Arion mix 1 se pohybovaly od 0,4 do 5,5 %. Relativní směrodatná odchytky hmotnosti SF v naplněných kolonách byla 0,57 %.

Nakonec bylo zkoumáno a testováno chování používaných stacionárních fází. Byly porovnávány různé šarže stacionárních fází, byla potvrzena vhodnost stacionární fáze DM pro některé skupiny látek, které jsou běžně stanovovány pomocí HPLC – aminy, β -blokátory a benzodiazepiny (klonazolam a flualprazolam) a nakonec byly stacionární fáze zkoumány tzv. Tanaka testem, kdy byla pozorována vysoká retenční kapacita u SF C18-HE a vysoká iontově výměnná kapacita a sterická selektivita u SF DM.

Klíčová slova: HPLC, plnění HPLC kolon