

Abstrakt

Univerzita Karlova v Praze, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové

Katedra analytické chemie

Kandidát: Nikola Klvanová

Školitel: RNDr. Hana Vlčková, Ph.D.

Název diplomové práce: Porovnání selektivity a retence na dvou HILIC stacionárních fázích

Diplomová práce se zabývá vlivem koncentrace acetonitrilu, pH a koncentrace pufru v mobilní fázi na retenci a selektivitu dvou analytických kolon Luna HILIC (diol) (3 μm , 100 x 3,0 mm) a Ascentis ES Cyano (3 μm , 100 x 2,1 mm). Pro studii bylo vybráno celkem 28 analytů ze zástupců kyselých, neutrálních a bazických látek. Detekce byla provedena pomocí PDA detektoru při vlnové délce 245 nm. Jako mobilní fáze byla použita směs acetonitrilu a vodné složky (pufr nebo kyselina octová) za izokratické eluce s průtokem mobilní fáze 0,7 ml/min a 0,3 ml/min. Teplota na koloně byla nastavena na 30°C a teplota v autosampleru na 4°C. Nástřik byl 5 μl nebo 3 μl .

Pro snazší hodnocení byly naměřené hodnoty shrnuty v tabulkách a následně sestrojeny grafy. Vliv procentuálního obsahu acetonitrilu v mobilní fázi byl hodnocen na základě grafické závislosti $k' = f(\%W)$, ze které je patrná zvyšující se retence se zvyšujícím se obsahem acetonitrilu v mobilní fázi (typické HILIC chování), především v oblasti od 85%) pro všechny analyty na koloně Luna HILIC (diol). Na koloně Ascentis ES Cyano bylo pozorováno totéž chování pro bazické a kyselé látky. Látky neutrální povahy vykazovaly snižující retenci v oblasti od 5 do 30% ACN (typické RP chování) a slabé HILIC chování v oblasti od 80% ACN v mobilní fázi. Byl pozorován vliv koncentrace pufru na retenci látek. Se zvyšující se koncentrací pufru se na obou kolonách zvyšovala retence hlavně u kyseliny šikimové a u ostatních kyselých látek byl vliv minimální. Naopak se snižovala retence bazických látek, atenololu a propranololu. U látek neutrální povahy byl vliv koncentrace pufru na obou kolonách minimální. Rozdíly v selektivitě kolon při pH 3,8 a 6,8 nebyly výrazné. Největší rozdíly selektivity se projevily při analýze bazických látek. Na základě lin-log a log-log grafů byl hodnocen retenční mechanismus, nicméně výsledky neprokázaly příspěvek adsorpčního či rozdělovacího mechanismu, byl tedy potvrzen smíšený retenční mechanismus.