

Válasz doktori (Ph.D.) értekezés bírálatára

szerző:
Lukács Diána

Dolgozat címe:
**Komplex egyensúlyi és hatékonysági paraméterek vizsgálata az ion- és
folyadékkromatográfiában**

Bíráló:
Dr. Idei Miklós

Tisztelettel köszönöm Dr. Idei Miklós, az MTA doktora, tudományos tanácsadó (MTA, Támogatott Kutatócsoportok Irodája) aprólékos és lelkiismeretes opponensi munkáját, beleértve előbírálóként tett kritikus észrevételeit, melyek jelentős segítséget nyújtottak a kézirat véglegesítésében, és számottevő mértékben hozzájárultak annak végső minőségéhez.

A bírálatban megfogalmazott kérdésekre az alábbi válaszokat kívánom adni.

1. Milyen esetleges gyakorlati alkalmazási lehetőségeket tart elképzelhetőnek, várhatónak a gadolínium-kelátok területén kidolgozott retenció-előrejelzéssel kapcsolatban?

A Gd(III)-kelátok meghatározása és annak analitikai gyakorlati alkalmazása a klinikai analízis területén jelent fontos feladatot. Hasonlóan a kórházi szennyvizek kontrolljában alkalmazható új lehetőség. A Gd^{3+} ionok ugyanis az MRI kontrasztanyagként használt kelát-komplexek bomlása révén a környezetet veszélyeztető és humán toxikus komponensek.

A kidolgozott retenciós modell elsősorban a módszerfejlesztésben nyújt segítséget. A kromatográfiás módszer optimalizálása nem csak a vizsgálandó minta minőségi összetételének megváltozása esetén válhat szükségessé, hanem egy-egy, korábban az elválasztást nem zavaró komponens mintabeli koncentrációjának jelentős mértékű megnövekedése esetén is.

Utóbbi problémára az egyik lehetséges megoldás a mintaoldat hígítása, ez azonban különösen a nyommennyiségben jelen lévő, például Gd(III)-kelátok azonosítását nehezítheti. Egy másik lehetséges megoldás a szelektivitás növelése. A modellt alkalmazva matematikai úton, rövid idő alatt megvizsgálható, hogy van-e mód a szelektivitás olyan mértékű növelésére, mely esetén már megfelelő felbontással elválaszthatóak a problémát jelentő komponensek.

A modellt felhasználva lehetőség van továbbá kis számú mérési adatpontból egyéb szerves és szervetlen anionok ioncsere-egyensúlyi állandóinak számítására, és ezen paramétereket felhasználva komplexebb minták komponenseinek szelektív elválasztását biztosító elúciós körülmények meghatározására.

2. A kriptand állófázisok esetében említi a dolgozatban, hogy – noha a kriptand gyűrű és a mozgófázis fémionja közötti ioncsere a csúcsok szélesedését, az aszimmetria növekedését eredményezi – a számos módszerfejlesztési lehetőségre tekintettel (összehasonlítva a hagyományos anioncserélők esetével) célszerű a módszer alkalmazásával, fejlesztésével foglalkozni. Van-e esetleg a fejlesztők körében (akár az irodalomban) elképzelés az említett hátrányos kölcsönhatás csökkentésére, kiküszöbölésére, látnak-e a fejlesztők erre valamilyen lehetőséget?

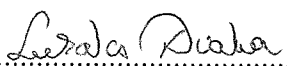
Ezen állófázisok kidolgozása során több különböző kémiai szerkezetű és kavitású kriptand funkció csoportként való alkalmazhatóságát is megvizsgálták. Mind szelektivitási, mind pedig stabilitási szempontból a [2.2.2] konfigurációjú kriptand molekulát ítélték a legmegfelelőbbnek.

Aktívan forgalomban van egy ún. Dionex IonPac Cryptand C1 koncentrátor kolonna (Thermo Fisher Scientific, US), mely n-decil-2.2.2-kriptand ligandummal funkcionáliszt állófázist tartalmaz. Ennek használatát az USA Környezetvédelmi Hivatala ivóvízben illetve magas sótartalmú vizekben nyomnyi mennyiségben jelen lévő perklorát meghatározására vonatkozó szabványban (lásd. EPA 815-R-05-009, Method 314.1) is rögzíti. A módszer szerint ez az oszlop nem a tényleges elválasztásban vesz részt, hanem – az injektálási rendszerbe integráltan – egyfajta mintaelőkészítő feladatot lát el, növelve a perklorát meghatározásának érzékenységét, azaz csökkentve annak kimutatási határát.

Irodalmi adatok, és saját mérési tapasztalatok alapján az n-decil-2.2.2 kriptand ligandummal funkcionáliszt állófázisok esetén a hőmérséklet növelése, valamint szerves oldószer módosító használata, amely lehetőséget biztosít a retenció mellett a csúcshélességek és az aszimmetria értékek csökkentésére. A dolgozatban vizsgált kevert fémion összetételű mozgófázis izokratikus elúciós módban való használata is hatékonyan alkalmazható a csúcshélesedés illetve csúcsaszimmetria problémák csökkentésében.

Gyártói oldalról tudomásom szerint jelenleg nincs kezdeményezés ezen fázisok továbbfejlesztésére. Felhasználói oldalról azonban az általunk kutatott és fent említett lehetőségek rendelkezésre állnak.

Veszprém, 2019. szeptember 27.


.....
Lukács Diána