Związki o niskiej masie cząsteczkowej odgrywają kluczową rolę w licznych procesach biologicznych, chemicznych i środowiskowych. Z uwagi na ich różnorodność i znaczenie niezbędny jest rozwój innowacyjnych technik analitycznych służących ich analizie. W niniejszej pracy przedstawiono nowatorskie podejście do analizy związków niskocząsteczkowych, koncentrując się na wytworzeniu nowych, zaawansowanych podłoży analitycznych do zastosowania w znanych procedurach analitycznych, wychodząc naprzeciw potrzebom różnych dyscyplin naukowych.

Głównym celem przeprowadzonych badań było skonstruowanie nowatorskich podłoży analitycznych i zbadanie ich możliwości w analizie lotnych i nielotnych związków niskocząsteczkowych. Pierwsze z nich, innowacyjne włókna mikroekstrakcyjne w fazie stałej (SPME), zostały zsyntetyzowane w procesie modyfikacji powłok polipirrolu za pomocą złożonych struktur metaloorganicznych (MOF), w szczególności ZIF-8. Wykazały one zdecydowanie wyższą wydajność ekstrakcji w stosunku do lotnych związków organicznych (VOC). Dla potrzeb analizy związków nielotnych skonstruowano dwa rodzaje podłoży LDI-MS: modyfikowane powierzchniowo nanogwieździstymi strukturami złota oraz sferycznymi nanostrukturami srebra. Nanogwiazdy złota zostały zsyntetyzowane przy użyciu metodologii seed-mediated approach i scharakteryzowane przy użyciu XRD, DLS, SEM, TEM, spektroskopii UV-VIS i ICP-MS. Nanostruktury srebra zostały zsyntetyzowane przy użyciu techniki chemicznego osadzania z fazy gazowej, wykorzystując perfluorowany karboksylan srebra(I) jako prekursor. Zbadano wpływ masy prekursora CVD na morfologię, rozmiar i rozkład cząstek srebra na wytwarzanych podłożach, a następnie na wydajność procesów LDI-MS. Obie matryce LDI-MS wykazały obiecującą czułość w stosunku do niskocząsteczkowych związków, w tym lipidów.

Możliwości aplikacyjne wytworzonych podłoży (innowacyjnych włókien mikroekstrakcyjnych SPME oraz zmodyfikowanych powierzchniowo nanostrukturalnie matryc do analiz LDI -MS) do różnicowania gatunków bakteryjnych zostały sprawdzone na ośmiu szczepach bakterii, takich jak *Morganella morganii* (MM), *Staphylococcus warneri* (SW), *Lactobacillus plantarum* (LP), *Enterococcus faecium* (EF), *Enterococcus durans* (ED), *Lactococcus garvieae* (LG), *Staphylococcus epidermidis* (SE) i *Escherichia coli* (EC). Wyniki badań, poparte metodami statystycznego przetwarzania danych, wskazały na wysoki potencjał wytworzonych w ramach niniejszej pracy innowacyjnych podłoży, do różnicowania szczepów bakteryjnych.

Wytworzone podłoża analityczne, wykazały znaczące możliwości aplikacyjne w analizie związków niskocząsteczkowych, dając tym samym możliwość ich zastosowania w różnorodnych dziedzinach, takich jak chemia analityczna, medycyna sądowa, produkcja żywności i monitorowanie środowiska i oferując ekonomiczne alternatywy dla komercyjnie dostępnych analogów.