

## **ABSTRAKT**

**Univerzita Karlova, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové**

**Katedra analytické chemie**

**Kandidát:** Kristián Kretek

**Školitel:** prof. PharmDr. Lucie Nováková, Ph.D.

**Název diplomové práce:** Vývoj UHPLC-MS/MS a UHPSFC-MS/MS metod pro stanovení vybraných ochratoxinů

Účel této práce spočíval ve vývoji a srovnání UHPLC a UHPSFC analytické metody ve spojení s tandemovou hmotnostní spektrometrií pro čtyři běžné ochratoxiny. Experimenty byly provedeny na UHPLC systému ACQUITY UPLC a UHPSFC systému ACQUITY UPC<sup>2</sup>, hmotnostní spektrometr XEVO TQ-XS byl totožný.

Na počátku byla provedena optimalizace parametrů iontového zdroje a SRM přechodů. Pro UHPLC byly testovány ve směsi s ACN 3 vodné složky mobilní fáze – kyselina mravenčí, octová a amoniak, při průtoku 0,4 ml/min, gradientové eluci od 2 % do 95 % ACN v 5. minutě, teplotě 40 °C a koloně Acquity UPLC BEH C18. Pro UHPSFC bylo testováno ve směsi s CO<sub>2</sub> celkem 6 organických modifikátorů: MeOH a MeOH s vodou, kyselinou mravenčí, amoniakem a mravenčanem amonným, při průtoku 1,5 ml/min, gradientové eluci od 2 % do 45 % MeOH v 5. minutě, teplotě 40 °C a tlaku 2000 psi. Dále byl proveden screening 13 kolon. Optimalizace hmotnostní detekce byla provedena v SFC testováním 8 přídavných kapalin: MeOH, EtOH a MeOH s přídavkem vody, kyseliny mravenčí, amoniaku a mravenčanu a octanu amonného. Finální podmínky pro UHPLC byly: kolona Acquity UPLC BEH C18 a mobilní fáze v obou módech: ACN + H<sub>2</sub>O + 0,01 % kyselina octová. Finální podmínky pro UHPSFC byly: kolona Acquity UPLC BEH Amide, mobilní fáze CO<sub>2</sub> + MeOH + 10 mM mravenčan amonný + 2 % H<sub>2</sub>O a přídavná kapalina MeOH + 5 % H<sub>2</sub>O v pozitivním módu a CO<sub>2</sub> + MeOH + 10 mM mravenčan amonný a MeOH v negativním módu. Výsledná UHPSFC-MS/MS metoda poskytla výrazně užší kalibrační rozsah a vyšší dolní limit kvantifikace oproti UHPLC-MS/MS.

**Klíčová slova:** ochratoxiny, UHPLC-MS/MS, UHPSFC-MS/MS, vývoj metody, optimalizace

**Poděkování:** Tato práce vznikla za podpory projektu EFSA-CDN, Reg. No. CZ.02.1.01/0.0/0.0/16\_019/0000841.