

Abstrakt

Univerzita Karlova

Farmaceutická fakulta v Hradci Králové

Katedra analytické chemie

Kandidát: Bc. Aneta Kholová

Školitel: Doc. RNDr. Dalibor Šatínský, Ph.D.

Název diplomové práce: Stanovení mykotoxinu citrininu pomocí on-line SPE HPLC na molekulárně vtištěných polymerech

Cílem této práce bylo vytvořit rychlou metodu pro stanovení mykotoxinu citrininu (CIT) za použití vysokoúčinné kapalinové chromatografie (HPLC) a techniky přepínání kolon v kombinaci s on-line extrakcí na pevné fázi (SPE) na molekulárně vtištěných polymerech (MIP). Nejvhodnější sorbent pro selektivní extrakci byl vybrán ze šesti nově nasyntetizovaných MIP po vyhodnocení jejich vazebné kapacity a selektivity. Selektivita byla testována porovnáním molekulárně vtištěných a nevtištěných polymerů a schopností polymeru selektivně oddělit citrinin od interferencí z testovaného vzorku. Nejlepším sorbentem MIP (funkční monomer metakrylamidu s porogem acetonitrilem) byla naplněna předkolona (20 × 3 mm) a zapojena do systému přepínání kolon HPLC. Na tento chromatografický systém byly dávkovány tři různé typy matric (extrakt z potravních doplňků, červené fermentované rýže a obilovin). Dávkovaný objem vzorku 50 µl byl na MIP extrakční předkoloně promýván od interferencí methanolem / 0,5% vodným roztokem kyseliny octové v poměru 25:75 (v/v), při průtoku 1 ml/min po dobu jedné minuty. Po přepnutí ventilu byl analyt eluován z kolony MIP na chromatografickou kolonu Kinetex® Biphenyl (100 x 4,6 mm, 5 µm částic) promývanou mobilní fází sestávající z acetonitrilu / 0,5% kyseliny octové, která protékala kolonou rychlostí 1 ml/min za gradientové eluce. Fluorimetrická detekce byla nastavena na vlnové délky Ex 335 nm a Em 500 nm. Celkový čas analýzy vzorku včetně on-line extrakce byl 9,5 minuty. Limit kvantifikace pro tuto metodu byl 5 µg/kg pro matrici obilovin a 25 µg/kg pro matrici červené fermentované rýže a doplňky stravy

vyrobené z červené fermentované rýže. CIT byl analyzován celkem v 9 vzorcích, z toho 6 vzorků byly doplňky stravy volně dostupné na českém trhu. Naměřená množství CIT v potravních doplňcích byla nízká, ve většině případů pod limitem detekce nebo limitem kvantifikace, a proto všechny vzorky vyhověly nejvyššímu povolenému limitu pro výskyt CIT v doplňcích stravy.

Klíčová slova: HPLC, MIP, on-line MIP, citrinin, červená fermentovaná rýže