

ABSTRAKT

Univerzita Karlova, Farmaceutická fakulta v Hradci Králové

Katedra Analytickej chémie

Kandidát: Lucia Vasilisková

Školiteľ: doc. PharmDr. Lucie Nováková, Ph.D.

Názov diplomovej práce: Vplyv metódy prípravy vzorky na výskyt matricových efektov pri UHPSFC-MS analýze vitamínu E

Cieľom práce bola optimalizácia chromatografickej metódy na stanovenie 8 rôznych derivátov vitamínu E, ktorá by poskytovala lepšie výsledky analýzy ako dve už existujúce metódy; vysoko rýchlostná (HS) a vysoko rozlišovacia (HR). Testované boli nové stacionárne fázy (SF) Torus (dietylamin, 1-aminoantracen, 2-pikolyamin a diol), za podmienok: CO₂:MeOH 98:2, prietok 2 ml/min, nástrek 2 µl, teplota kolony 40°C, tlak 12,9 MPa, prídavná kvapalina 0,1% NH₄OH v metanole. Na 2-PIC kolone boli skúšané modifikátory mobilnej fázy (etanol, isopropanol a zmes acetonitrilu s metanolom v pomere 1:1). Porovnával sa aj vplyv aditív k mobilnej fáze (0,1% NH₄OH, 10mM mravenčan amónny, 10mM octan amónny a 2% H₂O). V ďalšej časti práce bola optimalizovaná metóda na úpravu vzorky s cieľom zníženia alebo eliminácie matricových efektov (ME). Testovaná bola metóda riedenia pomocou rozpúšťadiel – H₂O, 50% acetonitril (ACN) a 75% ACN. Najvhodnejším rozpúšťadlom boli vzorky moču 10, 20, 50 a 100 násobne nariedené a následne analyzované za HS a HR podmienok na stanovenie ME. Druhým spôsobom úpravy vzorky bola extrakcia z kvapaliny do kvapaliny (LLE). Skúšané boli rozpúšťadla hexan, heptan a dichlormetan v rôznych pomeroch, ktoré boli použité pre extrakciu moču obsahujúcim štandard vitamínu E o koncentrácií 0,5 µg/ml v pomere 1:1 a 2:1. Na pripravených vzorkách bol skúšaný vplyv dĺžky trepania (5, 10 a 20 minút). Po úprave boli vzorky analyzované za HS podmienok, kde sa pozoroval vplyv matricových efektov na odozvu detektora.

Kľúčové slová: vitamín E; tokoferoly; tokotrienoly; SFC; vývoj metódy; optimalizácia; riedenie; LLE; matricové efekty

