**Matriční efekty v LC/MS analýze mykotoxinů**

**Cíl práce**

Vypočtěte a zhodnoťte míru matričních efektů vyjádřených procentuálně jako SSE (*signal suppression/enhancement*) pro vybrané mykotoxiny proměřením kalibračního standardu v přítomnosti extraktu matrice vzorku vůči rozpouštědlovému standardu s využitím zavedené analytické metody.

**Výpočet míry matričních efektů (SSE)**

$$SSE [\%]= \frac{A (matriční standard)}{A (rozpouštědlový standard)} x 100$$

**Analyty**

Tab. 1 Přehled stanovovaných analytů

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Č. | Analyt | Sumární vzorec | RT [min] | Přesná hmota *m/z* |
| [M+H]+ | [M+NH4]+ |
| 1 | Aflatoxin B1 | C17H12O6 | 3,30 | 313,0707 | - |
| 2 | Aflatoxin B2 | C17H14O6 | 3,18 | 315,0863 | - |
| 3 | Aflatoxin G1 | C17H12O7 | 2,99 | 329,0656 | - |
| 4 | Aflatoxin G2 | C17H14O7 | 2,86 | 331,0812 | - |
| 5 | HT-2 toxin | C22H32O8 | 3,97 | - | 442,2435 |
| 6 | T-2 toxin | C24H34O9 | 4,50 | - | 484,2541 |

**Analyzované vzorky**

Směsné standardy mykotoxinů o koncentraci 100 ng/l v:

1) acetonitrilu

2) extraktu ovocné dřeně - jablečné (modifikovaná metoda QuEChERS)

3) extraktu cereálie - pšenice (modifikovaná metoda QuEChERS)

**Instrumentální metoda**

Tab. 2 Parametry kapalinové chromatografie:

|  |  |
| --- | --- |
| Systém | UltiMate 3000 (Thermo Scientific, USA) |
| Kolona | Acquity UPLC HSS T3 (100 mm × 2,1 mm; 1,8 μm; Waters, USA)\* |
| Teplota kolony | 40 °C |
| Teplota autosampleru | 10 °C |
| Objem nástřiku | 2 µl |
| Mobilní fáze | A: 5 mM mravenčan amonný ve vodě (0,2 % kys. mravenčí)B: 5 mM mravenčan amonný v methanolu (0,2 % kys. mravenčí) |
| Gradient mobilní fáze | viz tab. 3 |

*\*či jiná dostupná analytická kolona s reverzní fází podobného typu (rozměry, typ stacionární fáze)*

Tab. 3 Gradient mobilních fází:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Čas[min] | Průtok[ml/min] | Složení mobilních fází |
| A [%] | B [%] |
| 0 | 0,30 | 90 | 10 |
| 1 | 0,30 | 50 | 50 |
| 8 | 0,40 | 0 | 100 |
| 10 | 0,40 | 0 | 100 |
| 12 | 0,30 | 90 | 10 |

Tab. 4 Podmínky hmotnostně-spektrometrické detekce

|  |  |
| --- | --- |
| Systém | Exactive či Q-Exactive Plus (Thermo Scientific, USA)\* |
| Ionizace | ESI |
| Rozlišení | 70 000 FWHM |
| Akviziční rychlost | 1,5 Hz |
| Hmotnostní rozsah | 100 - 1000 *m/z* |
| Automatická regulace citlivosti (AGC target) | 3e6 |
| Maximální doba nástřiku (max IT) | 100 ms |

*\* dle momentální dostupnosti instrumentace*