



ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

Научная статья

УДК 543.544:663.51

doi: 10.17308/sorpchrom.2023.23/10989

Метод газовой хромато-масс-спектрометрии для определения свободного бисфенола А в этанольных экстрактах

**Ярослав Олегович Рудаков^{1,2✉}, Владимир Федорович Селеменев²,
Наталья Викторовна Шелехова³, Олег Борисович Рудаков¹,
Алексей Митрофанович Хорохордин¹**

¹Воронежский государственный технический университет, Воронеж, Россия, robi57@mail.ru[✉]

²Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

³Федеральный исследовательский центр питания, биотехнологии и безопасности пищи, Москва, Россия

Аннотация. В статье представлен экспрессный способ определения бисфенола А в этанольных экстрактах с применением газовой хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС). Разработка направлена на решение задачи совершенствования аналитического контроля качества и безопасности пищевой тары, изготовленной из пластмасс или имеющей эпоксидное покрытие. Метод ГХ-МС приобрел статус референтного в аккредитованных аналитических лабораториях в идентификации примесей контаминантов в пищевой и алкогольной продукции. Бисфенол А (БФА) используется в качестве мономера при получении ряда пластиков и эпоксидных смол. Свободный БФА может содержаться в количествах, превышающих допустимый уровень в пищевой таре. Не смотря на сравнительно низкую токсичность БФА, способен накапливаться в организме человека и вызывать вредное воздействие на здоровье. Разработка экспрессных методик идентификации и количественного определения БФА на хромато-масс-спектрометрическом оборудовании является актуальной задачей. Исследования выполняли на газовом хроматографе Agilent 8890, оснащенный масс-селективным детектором модели 5977В, капиллярной колонкой Ultra ALLOY[®]-5 UA5-30M-0.25F длиной 30 м. В результате проведенных экспериментов подобраны оптимальные режимы для определения бисфенола А в этанольных экстрактах. Разработанный способ определения БФА в этиловых растворах с применением ГХ-МС может быть рекомендован для разработки методик контроля качества и безопасности пищевой тары, контроля БФА в спиртосодержащих жидкостях, а также в судебно-медицинской экспертизе в качестве референтной методики для подтверждения достоверности идентификации БФА.

Ключевые слова: бисфенол А, газовая хромато-масс-спектрометрия, эпоксидная смола, пищевая пластиковая тара, контроль качества.

Благодарности: исследования проводили с использованием оборудования ЦКП имени проф. Ю.М. Борисова Воронежского государственного технического университета, дооснащение которого проведено при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, Соглашение № 075-15-2021-662

Для цитирования: Рудаков Я.О., Селеменев В.Ф., Шелехова Н.В., Рудаков О.Б., Хорохордин А.М. Метод газовой хромато-масс-спектрометрии для определения свободного бисфенола А в этанольных экстрактах // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2023. Т. 23, № 1. С. 6-17. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/10989>

Original article

Gas chromatography-mass spectrometry method for the determination of free bisphenol A in ethanol extracts

**Yaroslav O. Rudakov^{1,2✉}, Vladimir F. Selemenov², Natalia V. Shelekhova³,
Oleg B. Rudakov¹, Alexey M. Khorokhordin¹**

¹Voronezh State Technical University, Voronezh, Russia, robi57@mail.ru[✉]



²Voronezh State University, Voronezh, Russia

³Federal Research Centre of Nutrition, Biotechnology and Food Safety, Moscow, Russia

Abstract. The article presents an express method for the determination of bisphenol A in ethanol extracts using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The development is aimed at solving the problem of improving the analytical quality control and safety of food containers made of plastics or having an epoxy coating. The GC-MS method has acquired the status of a reference method in accredited analytical laboratories for the identification of contaminant impurities in food and alcohol products. Bisphenol A (BPA) is used as a monomer in a number of plastics and epoxy resins. Free BPA may be contained in quantities exceeding the permissible level in food packaging. Despite the relatively low toxicity of BPA, it can accumulate in the human body and cause harmful effects on its health. The development of express methods for the identification and quantification of BPA on chromatography-mass-spectrometric equipment is a relevant task. Research was performed using Agilent 8890 gas chromatograph equipped with a mass selective detector 5977B, an Ultra ALLOY capillary column®-5 UA5-30M-0.25F, with the length of 30 m. As a result of the experiments, the optimal modes for the determination of bisphenol A in ethanol extracts were selected. The developed method for the determination of BPA in ethyl solutions using GC-MS can be recommended for control of the quality and safety of food containers, control of BPA in alcohol-containing liquids, as well as for forensic medical examination as a reference method for confirmation of the reliability of BPA identification.

Keywords: bisphenol A, gas chromatography-mass spectrometry, epoxy resin, food-grade plastic containers, quality control.

Acknowledgments: the study was carried out using the scientific equipment of the Yu.M. Borisov Centre for Collective Use of Scientific Equipment of Voronezh State Technical University and was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation, Agreement No. 075-15-2021-662.

For citation: Rudakov Ya.O., Selemenev V.F., Shelekhova N.V., Rudakov O.B., Khorokhordin A.M. Gas chromatography-mass spectrometry method for the determination of free bisphenol A in ethanol extracts. *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy*. 2023. 23(1): 6-17. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2023.23/10989>

Введение

Бисфенол А [БФА, ВРА, 2,2-бис(4-гидроксифенил)пропан] – соединение фенольного типа, используемое для получения поликарбонатов, полисульфонов и эпоксидных смол. Это ключевой компонент (мономер) эпоксидных смол, широко используемых в качестве внутреннего покрытия металлических банок для продуктов питания и напитков, для изготовления пластиковых пищевых контейнеров [1-10].

БФА может мигрировать из внутренних покрытий консервных банок и из пластика пищевых контейнеров в продукты питания. Многочисленные лабораторные исследования на животных, а также некоторые наблюдения на людях показали, что накопление в организме БФА приводит к увеличению частоты сердечно-сосудистых заболеваний, диабета, рака репродуктивной системы (яичек, простаты), к проблемам с фертильностью (низкое количество и качество спер-

матозоидов), нарушению ферментов печени и другим эндокринным заболеваниям [1-3]. Имеются также доказательства того, что даже низкий уровень воздействия БФА, особенно на чувствительных стадиях жизненного цикла (у плодов, младенцев и детей младшего возраста), может привести к необратимому изменению в гормональной, развивающей или репродуктивной способности. неврологическая и эндокринная системы. Эти факты привлекли значительное внимание как научного сообщества, так и регулирующие органы государств из-за уже признанного эндокринно-разрушающего свойства БФА. По степени воздействия на организм БФА относится к веществам 3-го класса опасности (умеренно опасные вещества, ГОСТ 12.1.007). Предельно допустимая концентрации (ПДК) БФА в воздухе рабочей зоны – 5 мг/м³, что в пересчете на жидкость дает 5 мкг/дм³. ПДК для содержания БФА в воде, в водных объектах хозяйственно-питьевого и куль-

турно-бытового водопользования, установлена, согласно гигиенических нормативов ГН 2.1.5.1345-03, в количестве 0.01 мг/дм³. В европейских странах менее жесткие требования для пластмасс, контактирующих с пищевыми продуктами, а именно было установлено значение миграции БФА 0.6 мг/кг [12].

В 2016 году Управление по санитарному надзору за качеством пищевых продуктов и медикаментов США (FDA) разъяснило, что доза БФА в пищевых продуктах и напитках, хранимых в тарах, произведенных с использованием БФА, безопасна, однако при условии, что продукты не были приготовлены или разогреты в таре, содержащей БФА. Однако, эпоксидные смолы, содержащие БФА, из-за потенциальной опасности для здоровья в Японии были заменены в пищевой таре на пластики, не содержащие этот контаминант. Европейским управлением по безопасности пищевых продуктов (EFSA) и FDA ограничили использование ВРА в пластиковых бутылочках для кормления младенцев и рекомендуют не подвергать воздействию БФА маленьких детей, беременных и кормящих женщин, которые являются наиболее восприимчивыми группами населения. Как показали отдельные исследования [1], маркировка пластиковых изделий «ВРА-free» или «0% ВРА» нередко не гарантирует его отсутствия. На основании данных этих исследований в [1] даны рекомендации не использовать тару, возможно содержащую БФА для хранения спирто- и жиросодержащей продукции; не нагревать в этой таре воду и пищу.

Хроматографические методы активно применяются в контроле БФА в различных средах – биологических жидкостях, консервированных пищевых продуктах, алкогольных напитках и соках [1-10]. Это ТСХ, ГЖХ, ВЭЖХ с различными способами детектирования. ТСХ в тандеме с цифровой цветометрией – сравнительно низкобюджетный метод [10], однако менее надежный, чем ВЭЖХ и ГЖХ. Среди

хроматографических методов особенно выделяется ВЭЖХ-МС, т.е. метод ВЭЖХ, совмещенный с масс-спектрометром [1, 2, 5, 9], как наиболее информативный. Однако он и наиболее дорогостоящий как по аппаратному оформлению, так и по расходным материалам. Метод ГЖХ также апробирован в контроле БФА в различных средах [6-8]. Для этих целей применяли как пламенно-ионизационный детектор, так и масс-спектрометрический. Для выделения БФА из анализируемой смеси разработаны различные способы жидкостно-жидкостной экстракции, твердофазной экстракции, апробирован и комбинированный способ QuEChERS. Для экстракции применяли ацетонитрил или его смесь, например, с этилацетатом или изопропиловым спиртом. После концентрирования для анализа методом ГЖХ БФА подвергали этерификации, переводили в легколетучее производное.

В целях оптимизации выявления БФА в экстрактах из полимеров проведено данное исследование. Известно, что пробоподготовка является одной из наиболее важных стадий химического анализа, обеспечивающая точность результатов и достоверную идентификацию целевых аналитов. Вместо жидкостно-жидкостной экстракции токсичным и дорогостоящим ацетонитрилом и последующей дериватизации БФА уксусным ангидридом – веществом, входящим в перечень прекурсоров, подлежащих контролю на территории Российской Федерации, предложена экстракция из пластика этанолом, в котором БФА хорошо растворяется и прямое хроматографирование БФА (температура кипения 220°C). Такой подход можно отнести к «зеленой» хроматографии.

Таким образом, цель исследования – изучить аналитические возможности метода газовой хроматографии с масс-селективным детектированием для прямого определения бисфенола А в ректифицированном этиловом спирте.



Таблица 1. Характеристики градуировочных растворов БФА при доверительной вероятности $P=0.95$

Table 1. Characteristics of BPA calibration solutions with confidence probability $P=0.95$

№5		№4		№3		№2		№1	
C, мг/дм ³	±δ, %	C, мг/дм ³	±δ, %	C, мг/дм ³	±δ, %	C, мг/дм ³	±δ, %	C, мг/дм ³	±δ, %
1.8	±2.5	1.2	±2.5	0.6	±3.0	0.4	±3.5	0.2	±3.5

Экспериментальная часть

Оборудование. Для проведения исследований методом газовой хромато-масс-спектрометрии использовали газовый хроматограф Agilent 8890 (США) с масс-селективным детектором Agilent GC/MSD 5977B и системой автоматического ввода пробы Agilent G4513A и многофункциональным пиролизером EGA/PY-3030D (Япония). Принцип действия хромато-масс-спектрометрической системы заключается в разделении аналитов анализируемой пробы в капиллярной колонке и последующем детектировании масс-селективным детектором. Хроматографическое разделение проводили на термически стабильной металлической капиллярной колонке с неполярной неподвижной фазой Ultra ALLOY®-5 UA5-30M-0.25F. Исследование проводили методом ГХ-МС по методике, разработанной в ходе настоящего исследования. Обработку измерений выполняли с использованием программного обеспечения, входящего в состав хроматографического комплекса. Аналитические определения для каждой пробы проводили не менее, чем в трехкратной повторности. Для взятия навесок применяли аналитические весы неавтоматического действия GR200 (Analog & Digital, Япония) с погрешностью не более ± 0.0003 г. Для перемешивания проб использовали вибрационный смеситель лабораторный Reax Control (Heidolph, Германия) с амплитудой до 5 мм и максимальной скоростью вибрации 2500 об/мин. Фильтры бумажные обеззоленные лабораторные типа «синяя лента» с порами диаметром 0.45 мкм.

Реактивы. Для приготовления модельных растворов использовали Бисфенол А

квалификации х.ч. (Sigma-Aldrich, США) с содержанием основного вещества не менее 99.6%. В качестве растворителя использовали этиловый спирт для ВЭЖХ 96%, кат. № 112010.1000 (Россия). Модельные растворы готовили в лабораторных условиях при температуре окружающего воздуха $20 \pm 5^\circ\text{C}$. Для приготовления модельных растворов бисфенола А массовой концентрацией 1.2 и 1.8 мг/дм³ навеску БФА помещали в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяли в 500-600 см³ этилового спирта, доводили до метки и тщательно перемешивали. Растворы с концентрациями 0.6, 0.4 и 0.2 мг/дм³ получали методом разбавления раствора БФА с концентрацией 1.2 мг/дм³ в 2, 3 и 6 раз соответственно (табл.1).

Объекты и методы исследования. В качестве объектов исследования для подбора оптимальных режимов ГХ-МС использовали модельные растворы бисфенола А и спиртовые экстракты образцов пластиковой тары. Экстракты получали при температуре $20 \pm 5^\circ\text{C}$. Для исследования свободного БФА в пластике образец материала измельчали до частиц размера $\sim 1 \times 1$ мм. Навеску измельченного образца помещали в плоскодонную колбу объемом 25 см³ и дозатором вносили 10 см³ этилового спирта, затем тщательно перемешивали в течении 10 мин с использованием вибрационного смесителя, после чего фильтровали через бумажный фильтр. Полученный раствор помещали в колбу с притертой крышкой. Пробу хранили при температуре $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ не более 8 часов.

Обсуждение результатов

На основании анализа литературных и патентных источников [6-8] для определения БФА в пластмассах нами была выбрана рабочая станция Agilent 8890 (США) с масс-селективным детектором Agilent GC/MSD 5977B и системой автоматического ввода пробы Agilent G4513A. Одним из преимуществ выбранной системы является возможность подключения для ввода образцов многофункционального пиролизера Multi-Shot pyrolyzer EGA/PY-3030D (Япония). Этот пиролизер – универсальный вспомогательный инструмент для изучения химического состава полимеров, которые не могут быть непосредственно введены в испаритель газового хроматографа.

Пиролитическая газовая хромато-масс-спектрометрия – уникальное направление развития метода ГХ-МС, позволяющее при программировании температуры устройства ввода пробы, вначале разделить и зарегистрировать летучие присадки и примеси в полимере, затем получить хроматограмму и масс-спектры продуктов пиролиза полимера, решая одновременно несколько задач, в частности, идентификацию присадок и примесей, а также идентификацию полимера [11]. В перспективе проводимых исследований применение пиролизера будет способствовать изучению широкого спектра соединений, присутствующих в пластмассах, позволит разработать новые методики анализа и выявить закономерности.

Первый этап исследований химического состава пластмасс на содержание БФА был посвящен выбору хроматографической колонки. Основываясь на анализе научных источников и каталогов по хроматографическим колонкам [13-16] сформирован перечень наиболее перспективных хроматографических колонок для решения данной задачи (табл. 2).

Для определения целевого анализа выбрали неполярную хроматографическую колонку Ultra ALLOY®-5 (30 м×0.25

mm×0.25 μm) из нержавеющей стали, весомым преимуществом которой является возможность работы в широком температурном диапазоне с максимальной рабочей температурой 360/380°C. Кроме того, за счет металлических наконечников на концах, предназначенных для крепления колонки, практически исключены утечки газа-носителя, даже при выборе максимальных температур. Колонка Ultra ALLOY®-5 была разработана для анализа опасных для окружающей среды веществ (алкилфенолов, таких как бисфенол А и нонилфенолы, а также сложных эфиров фталатов в виде свободных форм на уровне ppb без сложной предварительной обработки. Колонка отличается высокой стойкостью к загрязнению [15].

Известно, что метод ГХ-МС может быть реализован с использованием различных газов-носителей [16,17]. В нашем случае, в качестве газа-носителя наиболее предпочтительны водород или гелий. Из-за своих инертных свойств, как наиболее подходящий и не взрывоопасный, был выбран гелий сжатый высокой чистоты марки 6.0, содержащий не менее 99.9999% основного вещества.

При подборе оптимальных параметров работы хромато-масс-спектрометрической системы использовали модельные растворы БФА в этаноле. Скорость газ-носителя гелия варьировали в интервале 0.8-1.4 см³/мин. Объем вводимой пробы испытывали в диапазоне 0.2-1.0 мкл. Температуру испарителя варьировали в диапазоне 250-300°C. Начальную температуру термостата подбирали в диапазоне 80-290°C. Исследования температурных параметров термостата для определения целевого анализа осуществляли в изотермическом и программируемом режимах. Оптимальным оказался программируемый режим в диапазоне 80-290°C со скоростью 20°C, который позволил обеспечить более быстрое элюирование БФА с 17.3 до 10.2 мин, тем самым сократив общее время хроматографиче

Таблица 2. Колонки, пригодные для газовой хроматографии БФА
 Table 2. Columns suitable for BPA gas chromatography

Хроматографическая колонка	Состав неподвижной фазы	Характеристика	Температурный диапазон, °С
Rtx-5, DB-5, ZB-5	диметилполисилоксан (95%), модифицированный дифенилполисилоксаном (5%)	универсальные неполярные колонки	от -60 до 360/370
ZB-FFAP, DB-FFAP, HP-FFAP	полиэтиленгликоль, модифицированный нитротерефталатом	колонка высокой полярности	от 40 до 250/260
ZB-1, Rtx-1, DB-1	100% диметилполисилоксан	неполярная колонка	от -60 до 360/370
ZB-WAX, Rtx-WAX, HP-INNOWax	полиэтиленгликоль	полярная колонка	от 40 до 250/260
Ultra ALLOY®-5	диметилполисилоксан (95%), модифицированный дифенилполисилоксаном (5%)	неполярная	от 40 до 360/380

Таблица 3. Оптимальные условия работы хромато-масс-спектрометрической системы для идентификации и количественного определения бисфенола А

Table 3. Optimum operating conditions for a chromato-mass spectrometric system for the identification and quantification of bisphenol A

Параметр	Подобранные параметры
Ввод пробы	автосэмплер
Газ-носитель	гелий
Скорость газа-носителя	1.2 см ³ /мин
Объем вводимой пробы	1.0 мкл
Температура испарителя	250°C
Программирование температуры термостата	80-290°C/20°C
Хроматографическая колонка	Ultra ALLOY ⁺ -5
Задержка на выход растворителя	3 мин
Время анализа	11 мин
Библиотека спектров	NIST20
Температура интерфейса	290°C
Энергия ионизирующих электронов	75 эВ
Режим регистрации масс-спектров	SCAN в диапазоне масс m/z 19-600 а.е.м.

ского анализа до 11 мин. В табл. 3 представлены найденные в результате планирования эксперимента оптимальные условия хроматографирования БФА.

Таким образом, в ходе исследований подобраны параметры, обеспечивающие необходимые разделение и чувствительность. Типовая хроматограмма градуировочного раствора БФА, полученная в подобранных условиях, представлена на рис. 1.

Исследование времен удерживания целевого аналита, проведенное на градуировочных растворах (табл. 4) показало высокую стабильность этого параметра. Максимальное отклонение от среднего арифметического значения времени миграции не превышает 0.05%. Стабильность времени удерживания целевого аналита делает перспективной разработку количественной методики опреде-

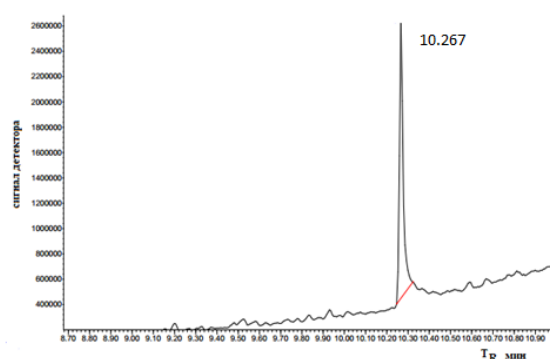


Рис.1. Типовая хроматограмма градуировочного раствора БФА №2.

Fig.1. Typical chromatogram of BPA calibration solution No. 2.

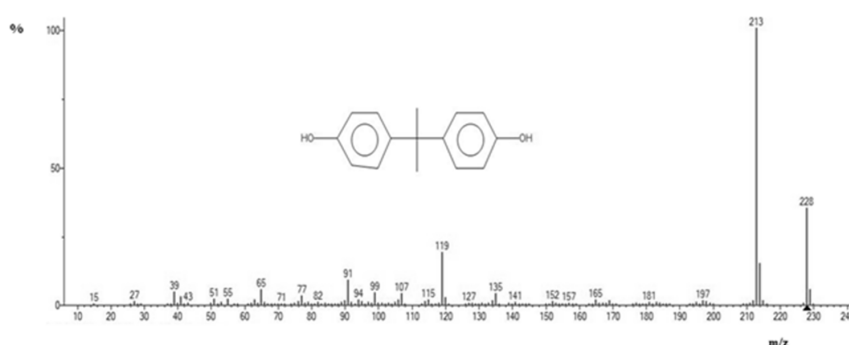


Рис. 2. Масс-спектр бисфенола А библиотеки NIST20 (совпадение библиотечного и экспериментального масс-спектра 98%)

Fig. 2. Bisphenol A mass spectrum of the NIST20 library (98% agreement between the library and experimental mass spectra)

Таблица 4. Времена удерживания БФА для разных растворов, мин

Table 4. BPA retention times for different solutions, min

Раствор	Время удерживания БФА, мин			Среднее арифметическое, мин	Максимальное отклонение от среднего арифметического, %
	1-ый ввод	2-ой ввод	3-ий ввод		
№1	10.269	10.268	10.267	10.269	0.01
№2	10.266	10.266	10.264	10.265	0.01
№3	10.266	10.261	10.266	10.264	0.05
№4	10.269	10.258	10.263	10.263	0.05
№5	10.273	10.276	10.271	10.273	0.02

ления БФА методом газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектором (ПИД). Такой метод может стать рутинным для определения бисфенола А в этанольных растворах.

В табл. 5 представлены данные по воспроизводимости площадей пиков. Как видим, расхождение не превышает 13.9%, что подтверждает стабильность отклика сигнала. Хорошая воспроизводимость параметров «время удерживания»

и «площадь пика» свидетельствует о перспективности разработки методики количественного определения БФА как методом ГХ-МС, так и методом ГХ-ПИД.

Следующий этап разработки любых количественных методик измерения - выявление линейных участков зависимости аналитического сигнала от концентрации аналита. На модельных растворах БФА проверен диапазон измеряемых концентраций 0.2-1.8 мг/дм³. Каждый градуиро

Таблица 4. Площади пиков для градуировочных растворов БФА, мВ
 Table 4 Peak areas for BPA calibration solutions, mV

Раствор	Площадь БФА, мВ			Среднее арифметическое по площади пика	Максимальное отклонение от среднего арифметического, %
	1-ый ввод	2-ой ввод	3-ий ввод		
№1	95982	96792	114980	102585	12.1
№2	256675	275409	214321	248802	13.9
№3	553812	477812	463998	498541	11.1
№4	1169005	1175407	1330220	1224877	9.0
№5	3500503	42800117	3594310	3791608	13.1

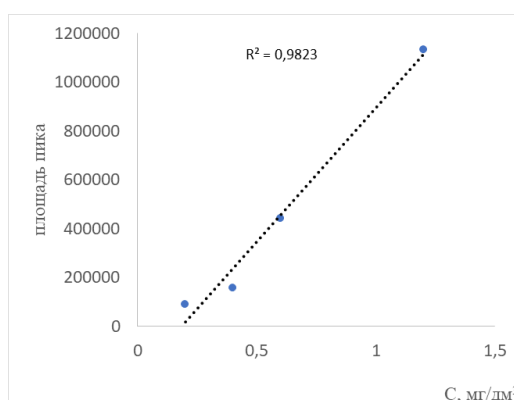


Рис. 3. Градуировочный график зависимости площади пика от массовой концентрации БФА
 Fig. 3. Calibration plot of the dependence of the peak area on the mass concentration of BPA

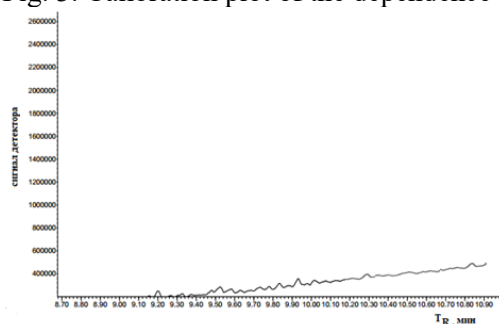


Рис. 4. Хроматограмма образца этанольного экстракта пластмассовой бутылки с маркировкой «BPA-free»

Fig. 4. Chromatogram of an ethanol extract of plastic bottle sample marked as BPA-free

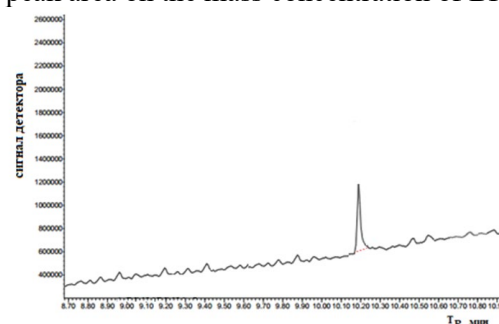


Рис.5. Хроматограмма этанольного экстракта образца эпоксидной смолы, С(БФА)= 0.48 мг/дм³

Fig.5. Chromatogram of ethanol extract of epoxy resin sample, C(BPA)= 0.48 mg/dm³

вочный раствор анализировали в 3-х повторностях, при помощи программного обеспечения, входящего в состав хроматографического комплекса, строили градуировочный график (рис. 3).

Установлено, что наиболее тесная линейная корреляция наблюдается в диапазоне 0.2-1.2 мг/дм³, а именно, зависимость площади пика от концентрации

БФА выглядит следующим образом: $S=1E+06C - 171440$, $R^2=0.9823$.

С применением подобранных режимов исследовали образец пластиковой бутылки с маркировкой «BPA-free» (БФА отсутствует) (рис. 4) и образец эпоксидной смолы (рис. 5). Показано, что в характерном диапазоне времен удерживания БФА 10.263-10.273 мин пик БФА не обнаружен, что подтверждает отсутствие в



исследуемом образце БФА с массовой концентрацией более 0.2 мг/дм³.

Заключение

Таким образом, установлена принципиальная возможность разработки методики идентификации и количественного определения свободного бисфенола А методом газовой хромато-масс-спектрометрии в смывах и экстрактах из пластиков пищевого назначения с применением

этанола в качестве растворителя-экстрагента без предварительного перевода БФА в более летучее ацилированное производное.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет известных финансовых конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в этой статье.

Список литературы

1. Сперанская О.А., Гурский Я.Г. Миграция бисфенола А из бутылок для питья многоразового использования, поступающих на российский рынок // *Химическая безопасность*. 2021. Т. 5, № 2. С. 186-199.
2. Рудаков О.Б., Хорохордина Е.А., Чан Х.Д., Рудакова Л.В. Применение МС-ВЭЖХ в определении бисфенола А в пищевой пластиковой таре, используемой во Вьетнаме // *Аналитика Сибири и Дальнего Востока : материалы X Всеросс. научной конф. с междунар. участием, Барнаул, 12-17 сентября 2016 г.* Барнаул: Алтайский гос. ун-т, 2016. С. 147.
3. Рудаков О.Б., Рудакова Л.В. Бисфенол А: с чем его едят? // *Переработка молока*. 2019. № 6(236). С. 24-26.
4. Рудаков О.Б., Рудакова Л.В. Опасен ли бисфенол А в консервах? // *Мясные технологии*. 2019. № 7(199). С. 24-27.
5. Чан Х.Д., Хорохордина Е.А., Рудаков О.Б. Хромато-масс-спектрометрическое определение бисфенола а в пластиковой таре // *Научный вестник Воронежского государственного архитектурно-строительного университета. Серия: Физико-химические проблемы и высокие технологии строительного материаловедения*. 2015. № 2(11). С. 94-98.
6. Feshin D.B., Fimushkin P.V., Brodskii E.S., Shelepchikov A.A., Mir-Kadyrova E.Ya., Kalinkevich G.A. Determination of bisphenol A in foods as 2,2-bis-(4-

(isopropoxycarbonyloxy) phenyl)propane by gas chromatography/mass spectrometry // *Journal of Analytical Chemistry*. 2012. Vol. 67, no 5. P. 460-466.

7. Амелин В.Г., Королев Д.С., Третьяков А.В. Сочетание метода QuEChERS с дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракцией и получением производных при определении диэтилстильбэстрола и бисфенола А в продуктах питания методом газожидкостной хроматографии // *Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: Химия. Биология. Экология*. 2012. Т. 12, № 4. С. 17-22.

8. Королев Д.С., Амелин В.Г., Третьяков А.В. Газожидкостная хроматография и дисперсионная жидкостно-жидкостная микроэкстракция при определении бисфенола А и диэтилстильбэстрола в воде и напитках // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2013. Т. 13, № 3. С. 266-272.

9. Vela-Soria F., Ballesteros O., Zafra-Gómez A., Ballesteros L., Navalón A. UHPLC-MS/MS method for the determination of bisphenol A and its chlorinated derivatives, bisphenol S, parabens, and benzophenones in human urine samples // *Anal Bioanal Chem*. 2014. Vol. 406 (15). P. 3773-3785.

10. Рудаков О.Б., Хорохордина Е.А., Глазков С.С. и др. Контроль отверждения эпоксидной смолы по содержанию свободного бисфенола а методом ТСХ // *Аналитика и контроль*. 2017. Т. 21, № 2. С. 135-143.



11. Рудаков О.Б., Хорохордин А.М., Рудаков Я.О., Хорохордина Е.А. Применение пиролитической хромато-масс-спектрометрии в контроле качества строительных полимеров и композитов // *Строительные материалы*. 2022. № 8. С. 65-69.

12. Шварцльмюллер Э., Бругер Х. Аспекты влияния упаковки для напитков на здоровье/Информация об экологической политике. № 185. Режим доступа: http://barley-malt.ru/wp-content/uploads/2014/03/yssledovaniye-ruet_avstryja.pdf. Вена, 2011 г. 73 с. Дата обращения 25.01.2023.

13. Бёккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза. М. Техносфера. 2009. 458 с.

14. Иоутси А.Н., Сумцов М.А., Сарницкая А.Т., Блинов А.Н. Практические рекомендации по выбору неподвижной жидкой фазы и геометрических параметров колонки при определении триэтиламина методом газовой хроматографии // *Ведомости Научного центра экспертизы средств медицинского применения*. 2017. №3. Режим доступа: <https://cyberleninka.ru/article/n/prakticheskie-rekomendatsii-po-vyboru-nepodvizhnoy-zhidkoy-fazy-i-geometricheskih-parametrov-kolonki-pri-opredelenii-triethylamina>. Дата обращения 25.01.2023.

15. Analysis of Free Alkylphenols and Phthalate Esters Using Ultra ALLOY®-5(P) Column Режим доступа: Analysis of Free Alkylphenols and Phthalate Esters Using Ultra ALLOY®-5(P) Column (frontierlab.com). Дата обращения 27.01.2023.

16. Каталог: Колонки хроматографические Agilent для газовой хроматографии. Режим доступа: <https://dv-expert.org/laboratornoe-oborudovanie/kolonki-hromatograficheskie-agilent-dlya-gazovoi-hromatografii>. Дата обращения 25.01.2023.

17. Шелехова Н.В., Шелехова Т.М., Скворцова Л.И., Полтавская Н.В. Определение летучих органических примесей в виски методом газовой хромато-масс-спектрометрии // *Техника и технология пищевых производств*. 2022. Т. 52, № 4. С. 787-796.

References

1. Speranskaya O. A., Gurskij Ya. G. Migratsiya bisfenola A iz buty`lok dlya pit`ya mnogorazovogo ispol`zovaniya, postupayushhix na rossijskij ry`nok. *Ximicheskaya bezopasnost`*. 2021; 5(2): 186-199. <https://doi.org/10.25514/CHS.2021.2.20012> (In Russ.)

2. Rudakov O.B., Xoroxordina E.A., Chan X.D., Rudakova L.V. Primenenie MS-VE`ZhX v opredelenii bisfenola A v pishhevoj plastikovoj tare, ispol`zuemoj vo V`etname // *Analitika Sibiri i Dal`nego Vostoka : materialy` X Vseross. nauchnoj konf. s mezhdunar. uchastiem*, Barnaul, 12-17 sentyabrya 2016 g. Barnaul: Altajskij gos. un-t, 2016. S. 147. (In Russ.)

3. Rudakov O.B., Rudakova L.V. Bisfenol A: s chem ego edyat? *Pererabotka moloka*. 2019; 6(236): 24-26. <https://doi.org/10.33465/2222-5455-2019-6-24-26>. (In Russ.)

4. Rudakov O.B., Rudakova L.V. Opasen li bisfenol A v konservax? *Myasny`e tekhnologii*. 2019; 7(199): 24-27. <https://doi.org/10.33465/2308-2941-2019-7-24-27>. (In Russ.)

5. Chan X.D., Xoroxordina E.A., Rudakov O.B. Xromato-mass-spektrometricheskoe opredelenie bisfenola a v plastikovoj tare. *Nauchny`j vestnik Voronezhskogo gosudarstvennogo arxitekturno-stroitel`nogo universiteta. Seriya: Fiziko-ximicheskie problemy` i vy`sokie tekhnologii stroitel`nogo materialovedeniya*. 2015; 2(11): 94-98. (In Russ.)

6. Feshin D.B., Fimushkin P.V., Brodskii E.S., Shelepchikov A.A., Mir-Kadyrova E.Ya., Kalinkevich G.A. Determination of bisphenol A in foods as 2,2-bis-(4-(isopropoxycarbonyloxy) phenyl)propane by



gas chromatography/mass spectrometry. *Journal of Analytical Chemistry*. 2012; 67(5): 460-466. (In Russ.)

7. Amelin V.G., Korolev D.S., Tret'yakov A.V. Sochetanie metoda QuEChERS s dispersionnoy zhidkostno-zhidkostnoj mikroekstrakciej i polucheniem proizvodny'x pri opredelenii die'tilstil'be'strola i bisfenola A v produktax pitaniya metodom gazozhidkostnoj xromatografii. *Izvestiya Saratovskogo universiteta. Novaya seriya. Seriya: Ximiya. Biologiya. E'kologiya*. 2012; 12(4): 17-22. (In Russ.)

8. Korolev D.S., Amelin V.G., Tret'yakov A.V. Gazozhidkostnaya xromatografiya i dispersionnaya zhidkostno-zhidkostnaya mikroekstrakciya pri opredelenii bisfenola A i die'tilstil'be'strola v vode i napitkax. *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy*. 2013; 13(3): 266-272. (In Russ.)

9. Vela-Soria F., Ballesteros O., Zafra-Gómez A., Ballesteros L., Navalón A. UHPLC-MS/MS method for the determination of bisphenol A and its chlorinated derivatives, bisphenol S, parabens, and benzophenones in human urine samples. *Anal Bioanal Chem*. 2014; 406 (15): 3773-3785. <https://doi.org/10.1007/s00216-014-7785-9>

10. Rudakov O.B., Xoroxordina E.A., Glazkov S.S. et al. Kontrol' otverzheniya e'poksidnoj smoly' po sodержaniyu svobodnogo bisfenola a metodom TSX. *Analitika i kontrol'*. 2017; 21(2); 135-143. (In Russ.)

11. Rudakov O. B., Xoroxordin A. M., Rudakov Ya. O., Xoroxordina E. A. Primenenie piroliticheskoy xromato-mass-spektrometrii v kontrole kachestva stroitel'ny'x polimerov i kompozitov. *Stroitel'ny'e materialy*. 2022; 8: 65-69. <https://doi.org/10.31659/0585-430X-2022-805-8-65-69>. (In Russ.)

12. Shvarczl'myuller E'., Bruger X. Aspekty' vliyaniya upakovki dlya napitkov na zdorov'e/Informaciya ob e'kologicheskoy

politike. № 185. Available at: http://barley-malt.ru/wp-content/uploads/2014/03/yssledovanye-pyet_avstryja.pdf. Vena, 2011 g. 73 s. (accessed 25.01.2023). (In Russ.)

13. Becker Y. Chromatografiya. Instrumental'naya analitika: metody xromatografii i kapillyarnogo elektroforeza [Chromatography. Instrumental analysis: methods of chromatography and capillary electrophoresis]. Izdatel'stvo Tekhnosfera. M. 2009. 458 p. (In Russ.)

14. Ioutsi A.N., Sumczov M.A., Sarniczkaya A.T., Blinov A.N. Prakticheskie rekomendacii po vy'boru nepodvizhnoj zhidkoj fazy' i geometricheskix parametrov kolonki pri opredelenii trie'tilamina metodom gazovoj xromatografii. *Vedomosti Nauchnogo centra e'kspertizy' sredstv medicinskogo primeneniya*. 2017. №3. Available at: <https://cyberleninka.ru/article/n/prakticheskie-rekomendatsii-po-vyboru-nepodvizhnoy-zhidkoj-fazy-i-geometricheskix-parametrov-kolonki-pri-opredelenii-trietilamina>. (accessed 25.01.2023). (In Russ.)

15. Analysis of Free Alkylphenols and Phthalate Esters Using Ultra ALLOY®-5(P) Column (frontier-lab.com). Available at: Analysis of Free Alkylphenols and Phthalate Esters Using Ultra ALLOY®-5(P) Column (frontier-lab.com) (accessed 27.01.2023)

16. Katalog: Kolonki xromatograficheskie Agilent dlya gazovoj xromatografii. Available at: <https://dv-expert.org/laboratornoe-oborudovanie/kolonki-hromatograficheskie-agilent-dlya-gazovoi-hromatografii> (accessed 27.01.2023)

17. Shelekhova N.V., Shelekhova T.M., Skvorczova L.I., Poltavskaya N.V. Opredelenie letuchix organicheskix primesej v viski metodom gazovoj xromato-mass-spektrometrii. *Texnika i texnologiya pishhevy'x proizvodstv*. 2022; 52(4): 787-796. <https://doi.org/10.21603/2074-9414-2022-4-2406>. (In Russ.)

Информация об авторах / Information about the authors

Я.О. Рудаков – инженер кафедры химии и химической технологии материалов Воронежского государственного технического университета,

Ya.O. Rudakov – engineer of Department of chemistry and chemical technology of materials of Voronezh state technical University, postgraduate



аспирант кафедры аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж, Россия

В.Ф. Селеменев – д.х.н., профессор кафедры аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж, Россия

Н.В. Шелехова – д.т.н., заведующая лабораторией хроматографии ВНИИПБТ, филиала ФГБУН «ФИЦ питания и биотехнологии», Москва, Россия

О.Б. Рудаков – д.х.н., зав. кафедрой химии и химической технологии материалов Воронежского государственного технического университета, Воронеж, Россия

А.М. Хорохордин – руководитель Центра коллективного пользования Воронежского государственного технического университета, Воронеж, Россия

student of the Department of Analytical Chemistry of Voronezh State University Voronezh, Russia, e-mail: robi57@mail.ru

V.F. Selemenev – Dr. Sci (Chemistry), professor of the Department of Analytical Chemistry, Voronezh State University, Voronezh, Russia

N.V. Shelekhova – Dr. of technical sciences, head of the Laboratory of chromatography, Russian Research Institute of Food Biotechnology is a Branch of Federal Research Center of Food, Biotechnology and Food Safety, Moscow, Russia, e-mail: 4953610101@mail.ru

O.B. Rudakov – Dr. Sci (Chemistry), head of Department of chemistry and chemical technology of materials of Voronezh state technical University, Voronezh, Russia, e-mail: robi57@mail.ru

A.M. Khorokhordin – Head of the Center for Collective Use of Voronezh State Technical University, Voronezh, Russia

Статья поступила в редакцию 29.01.2023; одобрена после рецензирования 2.02.2023; принята к публикации 9.02.2023.

The article was submitted 29.01.2023; approved after reviewing 2.02.2023; accepted for publication 9.02.2023.