

**Priloga VI: Literaturni pregled analiznih metod za določanje BP v vodnih matrikah**

Vzorec	Analiti	Priprava vzorca	Instrumentalna analiza	Izkoristek [%]	Meje detekcije [ng/mL]	Vir
Dotok (100 mL) in iztok (300 mL) iz ČN	BPA BPF BPB BPS BPAF TCBPA	pH = 3-7 (1 M HCl) Ekstrakcija: SPE (Oasis HLB) Elucija: 6 mL 2 % NH <sub>3</sub> v MeOH Čiščenje: (izvleček + 1,5 mL vode) SPE (Oasis MAX); elucija: 6 mL 2 % formična kislina v MeOH Izparevanje topila Obnova: 1 mL MeOH:voda (50:50)	UPLC-ESI(-)-MS/MS(MRM) Mobilna faza: MeOH/voda (gradient) Kolona: ACQUITY BEH C18 (100 x 2,1 mm; 1,7 μm) Metoda standardnega dodatka (TCBPA- <sup>13</sup> C <sub>12</sub> )(BPA-d4)	75,8 - 114,3	MDL = 0,02-0,82 MQL = 0,06-1,65	(45)
Dotok in iztok iz ČN (10,8 mL)	BPA BPF BADGE BFDGE	Ekstrakcija: SUPRAS (dekanajska kislina, 60 mg v THF, 1,2 mL) + vzorec pri pH = 2; centrifugiranje	LC-FD (λ <sub>ex</sub> 280 nm, λ <sub>em</sub> 306 nm) Mobilna faza: AcN/voda (gradient) Kolona: Hipersil ODS C18 (150 x 4,6 mm; 5 μm) Eksterna kalibracija	78 - 96	MDL = 0,03-0035	(60)
Dotok in iztok iz ČN (400 mL)	BPA BPF	5 mM TBAC Ekstrakcija: SPE Elucija: 1 mL MeOH	LC-FD (λ <sub>ex</sub> 278 nm, λ <sub>em</sub> 306 nm) Mobilna faza: AcN/voda (gradient) Kolona: Waters Nova-Pack C18 (150 x 3,9 mm; 4 μm) Eksterna kalibracija	96 - 106	MDL = 0,01-0,015	(61)

Dotok in iztok iz ČN (50 mL)	BPF BPA BPB BPS BPZ BPAP BPAF BPP	Ekstrakcija: SPE (Oasis MCX) Elucija: MeOH:AcN (3:2) Izparevanje topila	LC-ESI(-) MS/MS Mobilna faza: MeOH/voda (1 % amonijev hidroksid) (gradient) Kolona: Betasil C18 (100 x 2,1 mm; 5 µm) Metoda standardnega dodatka (BPA- <sup>13</sup> C <sub>12</sub> ) (BPS- <sup>13</sup> C <sub>12</sub> )	52 - 85	LOQ = 0,2-1,8	(20)
Dotok in iztok iz ČN (500 mL)	BPA BPAF BPE BPF BPS BPB BPZ	pH = 2 (HCl) Ekstrakcija: SPE (Oasis HLB) Elucija: 12 mL MeOH + 6 mL MeOH:acetone (1:1) Izparevanje topila Obnova: 1 mL MeOH	LC-MS/MS Mobilna faza: NH <sub>4</sub> Ac (5 nM)/MeOH (gradient) Kolona: Kinetex C1 (100 x 4,6 mm; 2,6 µm) Eksterna kalibracija	43,1 – 89,8	MQL = 0,000043-0,00243	(19)
ČN za pitno vodo (250 mL)	BPA MCBPA DCBPA TCBPA	Vzorec + Na-tiosulfat (20 mg/L za odstranitev ostankov klora) Vzorec + 1,25 mL MeOH Ekstrakcija: SPE (C18 upticlean) Elucija: 2x2 mL heksan:DCM (1:1), + 2x2 mL MeOH:acetone:EA (2:2:1) Izparevanje topila Obnova: 0,250 mL voda:MeOH (50:50)	UPLC-APCI(-)-MS/MS(MRM) Mobilna faza: MeOH/voda (gradient) Kolona: Supercosil ABZ® (150 x 4,6 mm; 3 µm) Eksterna kalibracija (BPA-d16)	88 – 108	MDL = 0,0003-0,0023 MQL = 0,001-0,0068	(62)
ČN za pitno vodo (100 mL)	BPA MCBPA DCBPA TCBPA	Vzorec + Na-tiosulfat (20 mg/L za odstranitev ostankov klora) Ekstrakcija: SPE (Oasis HLB) Elucija: 4 mL MTBE:MeOH (1:1)	UPLC-ESI(+)-MS/MS(MRM) Mobilna faza: AcN/voda (0,1 % formična kislina) (gradient)	102 - 109	LOD = 0,001-0,03 MQL = 0,00002-0,00005	(63)

	TeCBPA	Derivatizacija Obnova: 0,5 mL AcN	Kolona: AcquityUPLC BEH C18 (100 x 2,1 mm; 1,7 µm) Eksterna kalibracija (BPA-d4)			
Voda iz jezera (100 mL)	BPA BPF BPB BPS	Ekstrakcija: SPE (C18) Elucija 5 mL AcN Izparevanje topila Obnova: 1 mL 70 % MeOH	UPLC-ESI(-)-MS/MS(MRM) Mobilna faza: MeOH/voda (gradient) Kolona: ACQUITY BEH C8 (50 x 2,1 mm; 1,7 µm) Eksterna kalibracija (BPA- <sup>13</sup> C <sub>12</sub> )	89,2 – 106,9	MDL = 0,25-1	(64)
Voda iz reke (250 mL)	BPA BPE BPF BPM TCBPA	Filtracija Ekstrakcija: SPE (MISPE, BPE-MIP) Elucija: 4 mL 5 % HAc v MeOH Izparevanje topila Obnova: 0,1 mL AcN	LC-UV-VIS (λ 232 nm) Mobilna faza: NH <sub>4</sub> Ac (10 nM, pH 5,8)/MeOH (gradient) Kolona: Capcell Pack C18 (250 x 4,6 mm; 5 µm) Eksterna kalibracija	86 – 97	MQL = 0,0025-0,005	(65)
Voda iz reke ( 1 mL)	BPA MCBPA DCBPA TCBPA TeCBPA	Ekstrakcija: SPE on-line, Hypersil Gold C18	LC-ESI(-)-MS/MS(SRM) Mobilna faza: AcN/MeOH/voda (gradient) Kolona: Fused Core™ Ascentis Express C18 (50 x 2,1 mm; 2,7 µm) Eksterna kalibracija (BPA-d16)	85 - 100	MQL = 0,0057-0,18	(66)
Voda iz reke (300 mL)	BPA BPF BPB BPS BPAF TCBPA	pH = 3-7 (1 M HCl) Ekstrakcija: SPE (Oasis HBL) Elucija: 6 mL 2 % NH <sub>3</sub> v MeOH Čiščenje: (izvleček + 1,5 mL vode) SPE (Oasis MAX); elucija: 6 mL 2 % formična kislina v MEOH	UPLC-ESI(-)-MS/MS(MRM) Mobilna faza: MeOH/voda (gradient) Kolona: ACQUITY BEH C18 (100 x 2,1 mm; 1,7 µm)	80,6 – 107,3	MDL = 0,02-0,45 MQL = 0,05-1,49	(45)

		Izparevanje topila Obnova: 1 mL MeOH:voda (50:50)	Metoda standardnega dodatka (TCBPA- <sup>13</sup> C <sub>12</sub> )(BPA-d4)			
Voda iz reke (10,8 mL)	BPA BPF BADGE BFDGE	Ekstrakcija: SUPRAS (dekanajska kislina, 60 mg v THF, 1,2 mL) + vzorec pri pH = 2; centrifugiranje	LC-FD (λ <sub>ex</sub> 280 nm, λ <sub>em</sub> 306 nm) Mobilna faza: AcN/voda (gradient) Kolona: Hipersil ODS C18 (150 x 4,6 mm; 5 μm) Eksterna kalibracija	79 - 95	MDL = 0,03-0035	(60)
Voda iz reke, pitna voda iz rezervoarja (10-50 mL)	BPA BPB BPF BPP BPS BPZ BPAF BPAP	Ekstrakcija: SPE (Oasis HLB) Elucija 5 mL MeOH	LC-ESI(-)-MS/MS(MRM) Mobilna faza: MeOH/voda (gradient) Kolona: Betasil C18 (100 x 2,1 mm; 5 μm) Metoda standardnega dodatka (BPA- <sup>13</sup> C <sub>12</sub> )	73 – 111 (43-54 BPP)	MQL = 0,0001-0,05	(46)

AcN: acetonitril, APCI: kemična ionizacija pri atmosferskem tlaku, BADGE: 2,2'-bis(4-glicidiloksifenil)propan, BFDGE: bis[4-(glicidiloksi)fenil]metan, ČN: čistilna naprava, DCBPA: 4,4'-(1-metiletiliden)bis[2-klorofenol], DCM: diklorometan, EA: etilacetat, ESI: ionizacija z elektrorazprševanjem, FD: detekcija s fluorescenco, GC: plinska kromatografija, HAc: etanojska kislina, HLB: hidrofilno-lipofilno ravnovesje, LC: tekočinska kromatografija, MAX: mešano moderski anionski izmenjevalec, MCBPA: 2-kloro-4-[1-(4-hidroksifenil)-1-metiletil]fenol, MDL: meja zaznave metode, MeOH: metanol, MIP: molekularno vtisnjen polimer, MISPE: molekularno vtisnjena ekstrakcija na trdno fazo, MQL: meja določljivosti metode, MRM: spremljanje večkratnih reakcij, MS: masna spektrometrija, MTBE: metil terc-butil eter, NH<sub>3</sub>: amonijak, NH<sub>4</sub>Ac: amonijev acetat, SPE: ekstrakcija na trdno fazo, SRM: spremljanje izbranih reakcij, SUPRAS: supramolekularna topila, TBAC: tetrabutilamonijev klorid, TCBPA: 2,6-dikloro-4-[1-(3-kloro-4-hidroksifenil)-1-metiletil]fenol, TCBPA: 2,6-dikloro-4-[1-(3-kloro-4-hidroksifenil)-1-metiletil]fenol, TeCBPA: 4,4'-(1-metiletiliden)bis[2,6-dikloro-fenol], THF: tetrahidrofuran, UPLC: tekočinska kromatografija ultra visoke ločljivosti