



HAL
open science

Développement et validation d'une méthode analytique quantitative (HPLC-UV/DAD) pour la détermination du Bisphénol S dans les papiers thermiques utilisés en France

Marine Valleix, Olha Tsykhotska, Sylvie S. Chevolleau, Anne Hillenweck, Sandrine S. Bruel, Laurent Debrauwer, Daniel Zalko, Elodie Person

► To cite this version:

Marine Valleix, Olha Tsykhotska, Sylvie S. Chevolleau, Anne Hillenweck, Sandrine S. Bruel, et al.. Développement et validation d'une méthode analytique quantitative (HPLC-UV/DAD) pour la détermination du Bisphénol S dans les papiers thermiques utilisés en France. *Analytics* 2022, Sep 2022, Nantes, France. hal-04406108

HAL Id: hal-04406108

<https://hal.science/hal-04406108>

Submitted on 19 Jan 2024

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Développement et validation d'une méthode analytique quantitative (HPLC-UV/DAD) pour la détermination du Bisphénol S dans les papiers thermiques utilisés en France

Marine Valleix^{1, 2}, Olha Tsykhotska¹, Sylvie Chevolleau², Anne Hillenweck¹, Sandrine Bruel¹, Laurent Debrauwer², Daniel Zalko¹, Elodie Person¹

¹Equipe Métabolisme et Xenobiotiques, UMR 1331 Toxalim (Centre de recherche en Toxicologie alimentaire), INRAE, Université de Toulouse, INP-ENVT, INP-EI-Purpan, Université de Toulouse 3 Paul Sabatier, Toulouse, France

²Plateforme Axiom, UMR 1331 Toxalim, INRAE, MetaboHUB-MetaToul, Infrastructure nationale en Métabolisme et Fluxomique, Toulouse, France

Abstract ID : A108855MV

Contact : elodie.person@inrae.fr

Contexte

Avez-vous un ticket dans votre poche ?

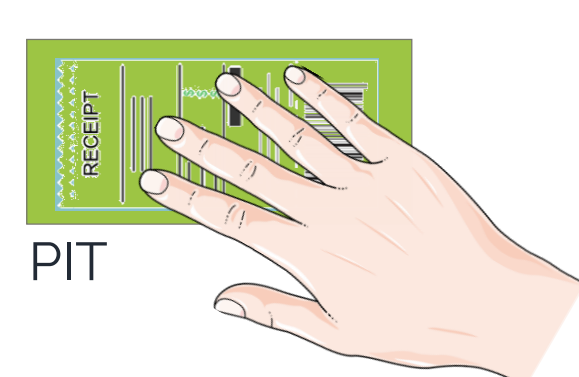
Depuis 2020 dans l'Union Européenne l'utilisation du **Bisphénol A (BPA)** comme **révélateur de coloration** dans les **papiers d'impression thermique (PIT)** est limitée à 0,02% du poids de ces papiers. Le **Bisphénol S (BPS)** en est l'un des principaux substituts, retrouvé dans les tickets de caisse, reçus de carte bancaire (CB), titres de transport, mais aussi les étiquettes alimentaires. Le BPS est fortement **suspecté d'être un perturbateur endocrinien**, capable (comme le BPA) d'activer les récepteurs aux œstrogènes.

Dans le cadre d'une démarche d'évaluation du risque, il est nécessaire de pouvoir préciser l'exposition française (professionnels, usagers, consommateurs) au BPS par voie cutanée.

Objectif : quantifier le Bisphénol S présent dans les PIT en France

Une méthode de quantification a été développée et validée selon la ligne directrice européenne de l'EMA (European Medicines Agency, EMEA/CHMP/EWP/192217/2009 Rev. 1 Corr. 2.A). Elle a ensuite été appliquée à un **panel de 100 PIT collectés en France** entre 2020 et 2022, et à **10 PIT achetés en ligne** en 2020 (e-commerce).

Quelle quantité de BPS dans les PIT du marché français ?



Résultats

Validation de la méthode de quantification du BPS

LLOQ = 1,53 µg/cm² de PIT **ULOQ = 93,42 µg/cm²** de PIT

La **linéarité** a été démontrée sur cette plage de concentration sur 9 points de gamme, avec une pondération en 1/X².

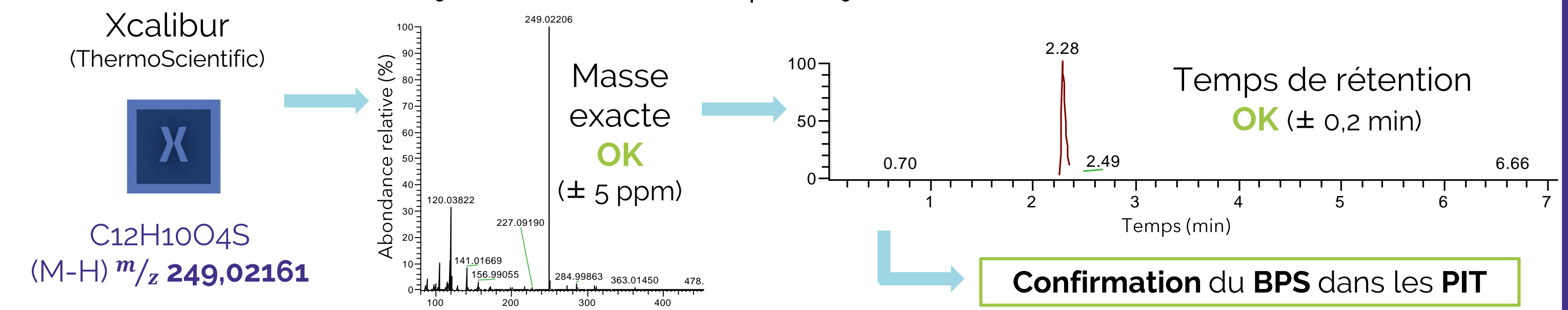
La **justesse, précision intra-, inter-jour** et **stabilité** durant 48h (passeur, congélation à -20°C) ont été démontrées à 4 niveaux de contrôles qualité (QC) : LLOQ, 3xLLOQ, 0,5xULOQ, 0,75xULOQ.

Aucun **effet mémoire** ni aucun **effet matrice** n'a été observé. La **sélectivité** de la méthode a été évaluée et le **rendement d'extraction** a été déterminé à **104,1 ± 4,7 %** (n=6).

Aucun résidu de BPS n'est extrait au cours de l'analyse (provenant des consommables, etc.).

Confirmation du BPS par HRMS (n=13)

Injection du standard, puis injection d'un extrait

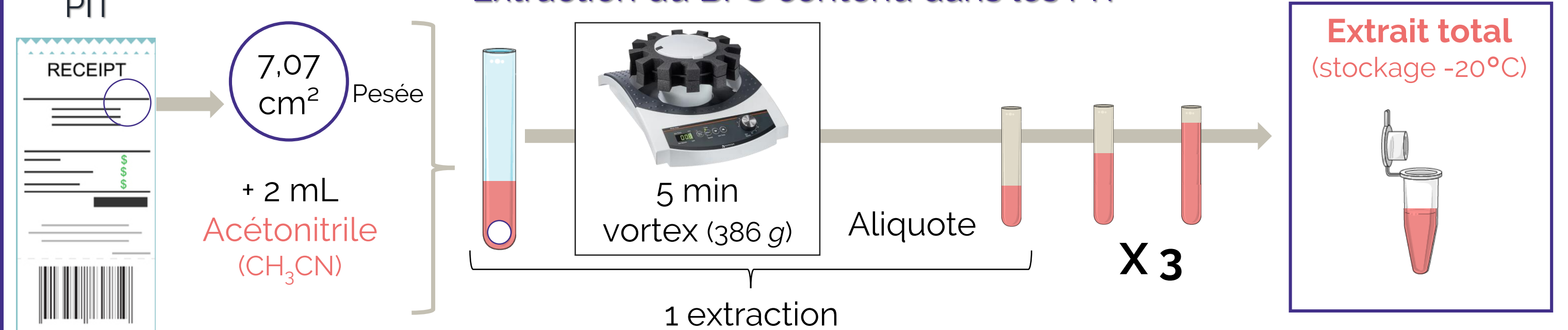


Matériels et méthodes

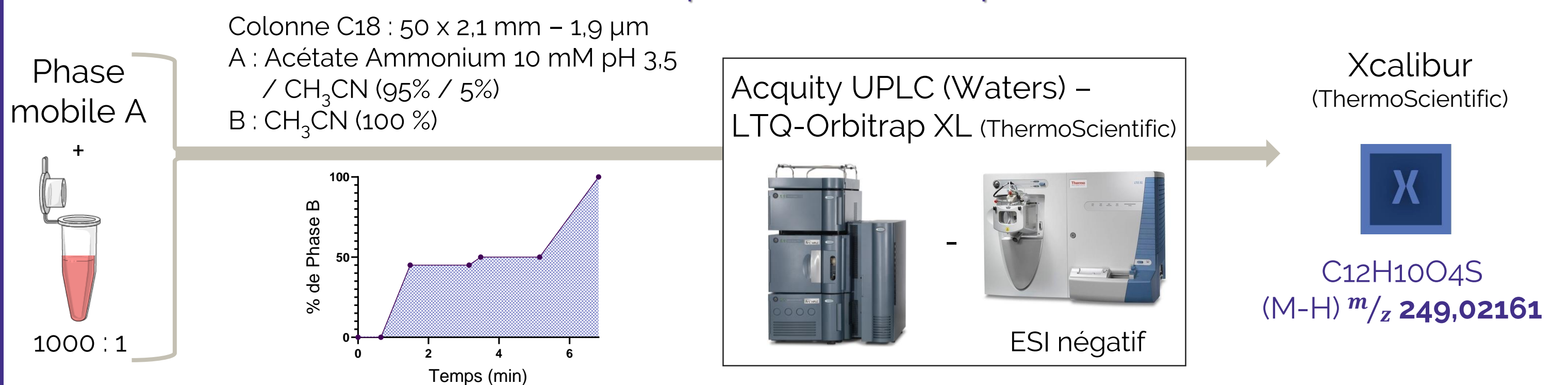
Collecte des PIT sur le marché français

Couverture géographique :	Période :	Type de PIT :	Provenance :
France métropolitaine (10 régions, 27 départements, 57 % d'Occitanie)	Avril 2020 à avril 2022	Tickets de caisse (n=58), reçus de CB (n=42)	Commerces (n=29), Restauration (n=18), Bien-être Mode (n=17), Supermarchés (n=14), Transports (n=12), Santé (n=10)

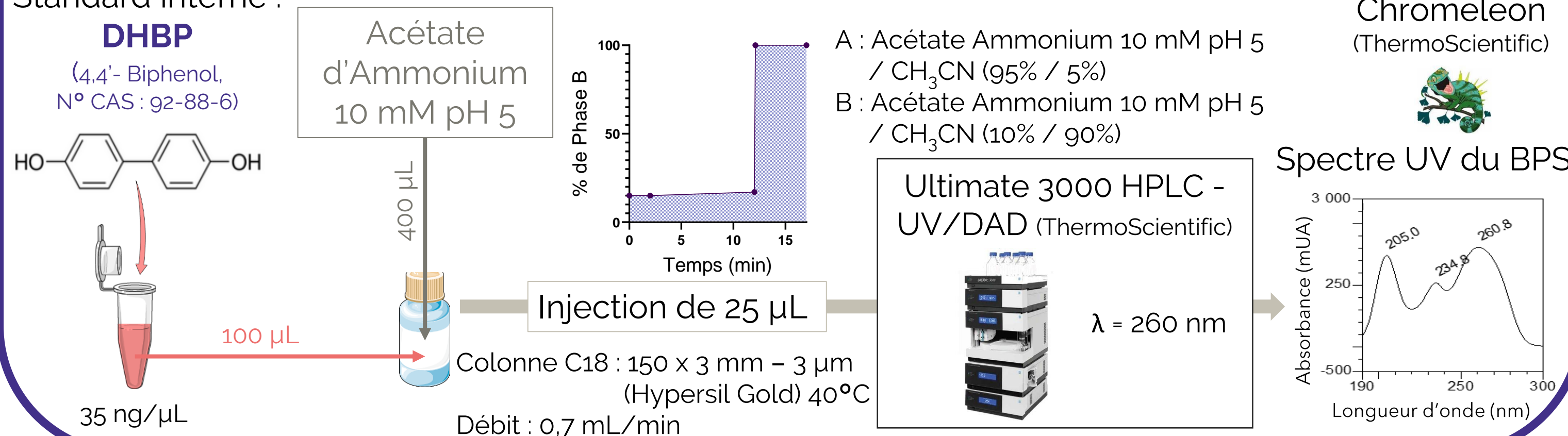
Extraction du BPS contenu dans les PIT



Confirmation de la présence du BPS par LC-HRMS

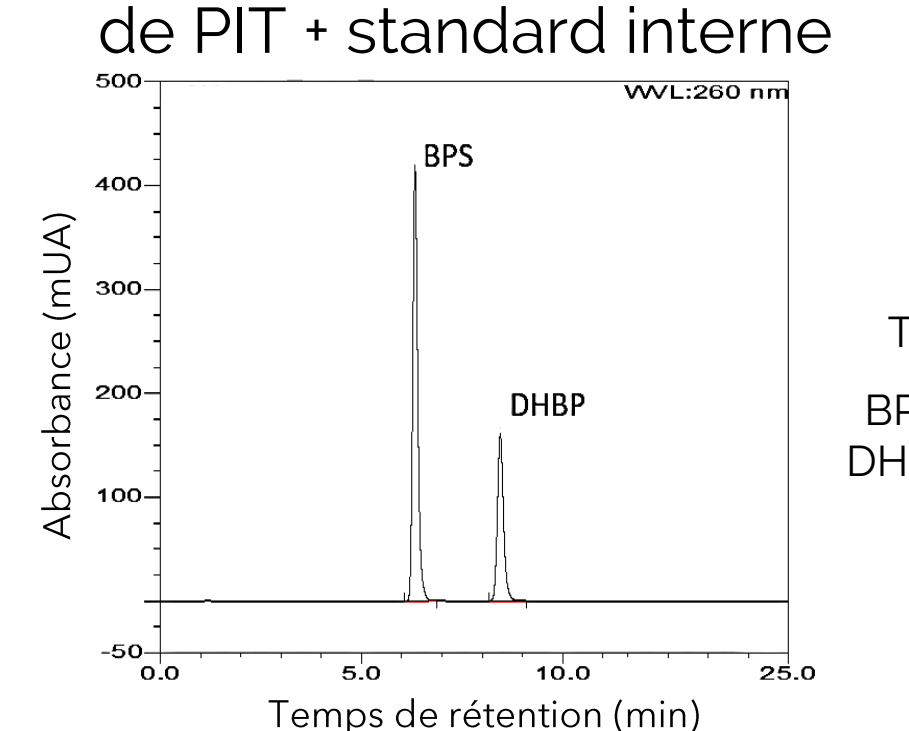


Quantification du BPS par LC-UV/DAD

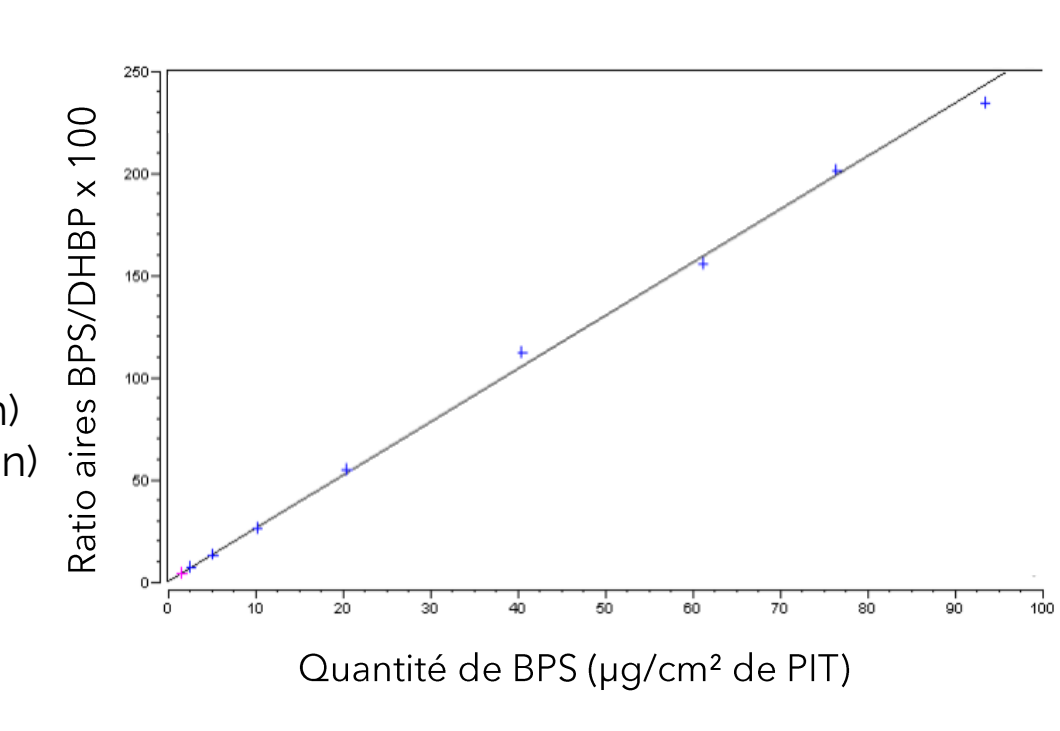


Quantification du BPS dans les extraits de PIT (n=110)

Chromatogramme d'un extrait de PIT + standard interne



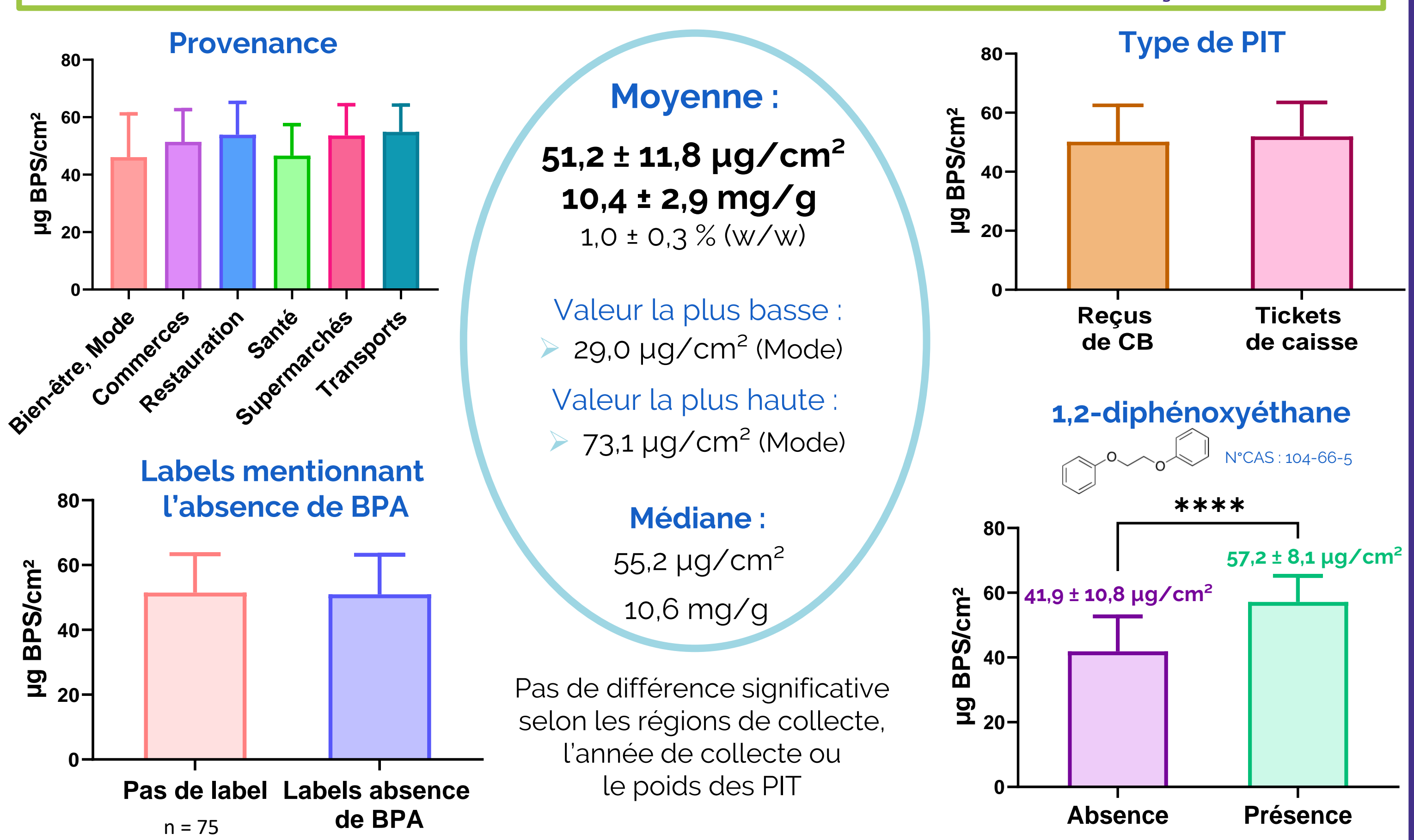
Courbe de calibration



Gammes conformes : valeurs recalculées comprises entre ± 15 % de la valeur théorique
QC conformes : compris entre ± 15 % de la valeur théorique

Quantification du BPS dans les PIT

Quantités de BPS retrouvées dans 100 PIT issus du marché français



Quantité moyenne de BPS retrouvée dans 10 PIT achetés en ligne → 56,5 ± 17,0 µg/cm²

Graphes réalisés avec GraphPad Prism V9.4.1, données exprimées en Moyenne ± Écart-type, test de Student et one-way ANOVA. **** : p-value < 0,0001

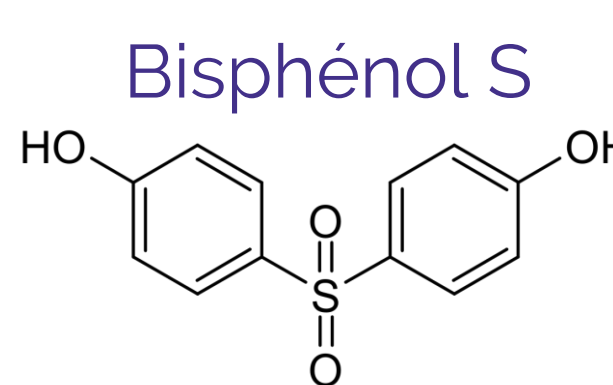
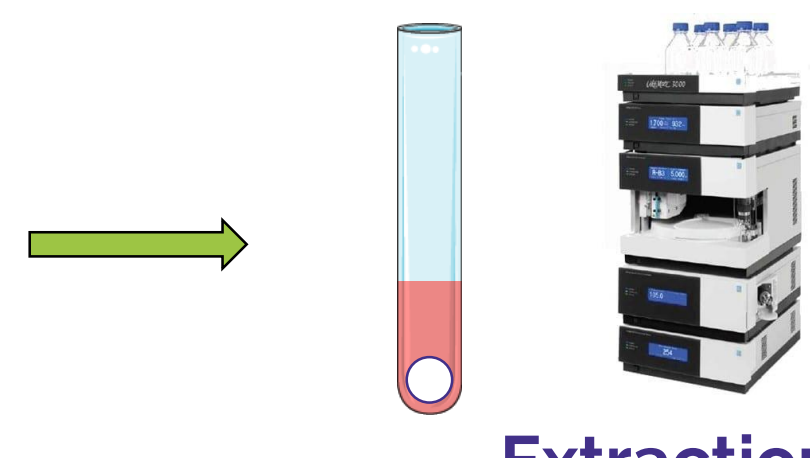
Conclusions

Une **méthode d'extraction** et de quantification du BPS par **HPLC-UV/DAD** dans les PIT a été **développée** et **validée** selon les lignes directrices européennes de l'EMA. Elle permet une analyse rapide d'un grand nombre d'échantillons, en conservant l'intégrité de la matrice et du bisphénol S.

La **confirmation de l'identité du BPS** a été réalisée par analyse UHPLC-HRMS électrospray en mode négatif à une résolution de 60 000, par comparaison avec le standard de référence.

Cette méthode a permis de **déterminer les quantités de BPS présentes dans un large panel de PIT** collectés en France (n=100) et achetés en ligne (n = 10). Le BPS étant le révélateur de coloration majoritairement présent dans les PIT en Europe, ces données quantitatives sont indispensables en vue d'une **meilleure évaluation de l'exposition humaine** à ce composé notamment par voie cutanée, avec l'objectif de mieux préciser les risques potentiels qu'il représente pour la santé humaine.

Une **quantité de BPS significativement plus élevée** (p-value < 0,0001) a été retrouvée **en présence de 1,2-diphénoxyéthane**. Ce composé, présent dans 61 % des PIT du marché français, est utilisé comme sensibilisateur facilitant la réaction de coloration, permettant ainsi d'augmenter la vitesse d'impression, d'utiliser des imprimantes à plus faible consommation d'énergie.



Extraction et quantification

En moyenne :

51,2 ± 11,8 µg de BPS/cm² de PIT

(n= 100 PIT issus du marché français)