

Читать
онлайнRead
online

Стрелецкий А.В., Филимонова Е.И.

Оценка эффективности очистки сточных вод от загрязнителей для нецелевого скрининга методом жидкостной хроматографии с тандемной масс-спектрометрией

ФГБУ «Центр стратегического планирования и управления медико-биологическими рисками здоровью»
Федерального медико-биологического агентства, 119121, Москва, Россия

РЕЗЮМЕ

Введение. Современный экологический мониторинг требует эффективных методов выявления и идентификации новых потенциально опасных антропогенных загрязнителей, особенно не подлежащих стандартному контролю. Высокоэффективная жидкостная хроматография с тандемной масс-спектрометрией (ВЭЖХ-МС/МС) представляет собой перспективный инструмент для решения задач нецелевого скрининга микрозагрязнителей в водных объектах.

Материалы и методы. В работе применён подход нецелевого скрининга с использованием ВЭЖХ-МС/МС, который предполагает регистрацию масс-спектров основных компонентов в водных пробах (сточные воды до и после очистки, питьевая вода) и последующее сравнение экспериментальных спектров фрагментации с референтными базами данных (MassBank, NIST) с использованием алгоритмов спектрального сходства.

Результаты. Метод нецелевого скрининга с использованием ВЭЖХ-МС/МС позволил выявить и предварительно идентифицировать в образцах сточных вод шесть органических соединений с различной степенью устойчивости к очистке. Наиболее устойчивыми оказались капролактамы и 3-циклогексил-1,1-диметилмочевина с эффективностью удаления 40 и 31% соответственно, что указывает на их высокую стойкость к стандартным технологиям водоочистки. Эффективность очистки других найденных соединений, в том числе лаурильдиэтаноламида, достигала 93–98%. Идентификация подтверждена сопоставлением экспериментальных спектров фрагментации с базами данных MassBank и NIST. Установлены вероятные источники образования и поступления этих загрязнителей, а также связанные с ними экологические риски.

Ограничения исследования. Для окончательного подтверждения идентичности и точного количественного определения требуется дополнительный анализ с аттестованными стандартами.

Заключение. Доказана эффективность подхода нецелевого скрининга на основе жидкостной хроматографии с тандемной масс-спектрометрией при выявлении и предварительной идентификации новых потенциально опасных антропогенных загрязнителей в различных водных пробах. Ключевым результатом данной работы стала идентификация двух устойчивых органических соединений в сточных водах — капролактама и 1-циклогексил-диметилмочевины, эффективность удаления которых была наименьшей.

Ключевые слова: нецелевой скрининг; жидкостная хроматография; тандемная масс-спектрометрия; микрозагрязнители; сточные воды

Соблюдение этических стандартов. Исследование не требует заключения комитета по биомедицинской этике.

Для цитирования: Стрелецкий А.В., Филимонова Е.И. Оценка эффективности очистки сточных вод от загрязнителей для нецелевого скрининга методом жидкостной хроматографии с тандемной масс-спектрометрией. *Гигиена и санитария*. 2025; 104(11): 1533–1538. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2025-104-11-1533-1538> <https://elibrary.ru/jsunga>

Для корреспонденции: Стрелецкий Алексей Владимирович, e-mail: AStreletsky@cspfmba.ru

Участие авторов: Стрелецкий А.В. — сбор и обработка материала, выполнение экспериментальной работы, статистическая обработка, написание текста, редактирование; Филимонова Е.И. — сбор и обработка материала, выполнение экспериментальной работы. Все соавторы — утверждение окончательного варианта статьи, ответственность за целостность всех её частей.

Конфликт интересов. Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов в связи с публикацией данной статьи.

Финансирование. Исследование проведено в рамках темы госзадания («Мониторинг», «Индикатор риска 25–27»).

Поступила: 15.08.2025 / Принята к печати: 03.11.2025 / Опубликовано: 19.12.2025

Alexey V. Streletskiy, Ekaterina I. Filimonova

Evaluation of wastewater treatment efficiency for emerging contaminants for non-target screening by liquid chromatography with tandem mass spectrometry

Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation

ABSTRACT

Introduction. Modern environmental monitoring requires effective methods for detecting and identifying new potentially hazardous anthropogenic contaminants, especially those not subject to standard control. High-performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) is a promising tool for non-target screening of micropollutants in aquatic environments.

Materials and methods. A non-target screening approach using HPLC-MS/MS was applied. This involved recording mass spectra of major components in water samples (wastewater before and after treatment, drinking water) followed by comparison of experimental fragmentation spectra with reference databases (MassBank, NIST) using spectral similarity algorithms.

Results. The non-target screening method using HPLC-MS/MS enabled the detection and tentative identification of six organic compounds in wastewater samples with varying degrees of resistance to treatment. Caprolactam and 3-cyclohexyl-1,1-dimethylurea were found to be the most persistent, with removal efficiencies of 40% and 31%, respectively, indicating their high resistance to standard water treatment technologies. Other identified compounds, including lauryldiethanolamide, demonstrated removal efficiencies ranging from 93% to 98%. Identification was confirmed by matching experimental fragmentation spectra with MassBank and NIST databases. Probable sources of formation and discharge of these contaminants, along with associated environmental risks, were established.

Limitations. Final confirmation of identity and accurate quantification requires additional targeted analysis using certified reference standards.

Conclusion. The presented non-target screening approach based on liquid chromatography with tandem mass spectrometry proved effective for detecting and tentatively identifying new potentially hazardous anthropogenic contaminants in various water samples. A key result of this work was the identification of two persistent organic compounds in wastewater — caprolactam and 3-cyclohexyl-1,1-dimethylurea — which exhibited the lowest removal efficiency.

Keywords: non-target screening; liquid chromatography; tandem mass spectrometry; micropollutants; wastewater

Compliance with ethical standards. The study does not require the conclusion of the Biomedical Ethics Committee.

For citation: Streletskiy A.V., Filimonova E.I. Evaluation of wastewater treatment efficiency for emerging contaminants using non-target screening by liquid chromatography. *Gigiena i Sanitariya / Hygiene and Sanitation, Russian journal*. 2025; 104(11): 1533–1538. <https://doi.org/10.47470/0016-9900-2025-104-11-1533-1538> <https://elibrary.ru/jsunga> (In Russ.)

For correspondence: Alexey V. Streletskiy, e-mail: AStreletsky@csfmba.ru

Contribution: Streletskiy A.V. — the concept and design of the study, experimental work, collection and processing of material, statistical processing, writing a text; Filimonova E.I. — experimental work, collection and processing of material. All authors are responsible for the integrity of all parts of the manuscript and approval of the manuscript final version.

Conflict of interest. The authors declare no conflict of interest.

Funding. The work was completed within the framework of the state task (“Monitoring”, “Chemical Indicators 25-27”).

Received: August 15, 2025 / Accepted: November 3, 2025 / Published: December 19, 2025

Введение

Высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-спектрометрическим детектированием (ВЭЖХ-МС) — важный инструмент анализа объектов окружающей среды [1]. При этом возможности газовой хроматографии (ГХ) существенно ограничены свойствами летучести и термической стабильности органических соединений [2], что исключает её применение для определения ряда экологически значимых загрязнителей — термолабильных высокополярных пестицидов [3, 4], фармацевтических препаратов [5], пер- и полифторалкильных соединений [6] и цианотоксинов [7]. ВЭЖХ-МС же оптимально подходит для анализа этих соединений и, как правило, становится методом выбора [8].

Большинство аналитических задач в экологическом мониторинге ориентировано на определение целевых аналитов, однако обнаружение и идентификация неизвестных соединений или продуктов трансформации загрязнителей также относятся к серьёзным задачам [9, 10]. Метод ВЭЖХ-МС обладает исключительной селективностью и способностью обнаруживать аналиты на следовом уровне концентраций (нг/л — пг/л) даже в сложных матрицах. Ключевым преимуществом для решения задач нецелевого скрининга является возможность точного измерения отношения массы иона к его заряду (m/z) и определения его изотопного распределения¹. Эти данные позволяют установить молекулярную формулу (брутто-формулу), что составляет важный первоначальный этап идентификации. Установленная брутто-формула в свою очередь используется для поиска структурных кандидатов в специализированных базах данных масс-спектров (например, NIST [11], mzCloud [12], MassBank [13]), содержащих спектры стандартных образцов, полученные при различных типах ионизации. Для достоверного установления брутто-формулы, как правило, необходима регистрация масс-спектров высокого разрешения, что предъявляет строгие требования к типу масс-анализатора (используются времяпролётные (TOF) или Orbitrap анализаторы) [14, 15]. Несмотря на критическую важность масс-спектрометрии высокого разрешения для точного определения молекулярной формулы, применение таких приборов не всегда возможно из-за высокой стоимости и относительно малой доступности по сравнению с более распространёнными квадрупольными масс-анализаторами. Это ограничивает широкое использование прямого определения молекулярной формулы в рутинных экологических исследованиях и подчёркивает необходимость разработки адаптированных методов анализа и интерпретации данных.

Прямое сравнение с библиотеками спектров ионизации электронным ударом (ИЭ), стандартными для ГХ-МС, зачастую невозможно для многих полярных и термолабильных

загрязнителей, определяемых методом ВЭЖХ-МС. Причина заключается в применении «мягких» методов ионизации (электрораспылительной (ИЭР) и химической ионизации при атмосферном давлении), для которых характерно преимущественное образование молекулярных ионов ($[M]^+/-$) или протонированных (депротонированных) молекул ($[M+H]^+$, $[M-H]^-$). В результате масс-спектры содержат минимальное количество фрагментов, что существенно ограничивает получение детальной структурной информации, необходимой для надёжной идентификации неизвестных веществ, особенно при отсутствии референтных стандартов.

В преодолении данного ограничения ключевую роль играет тандемная масс-спектрометрия (МС/МС или МСⁿ) [16, 17]. Направленная фрагментация выбранных ионов-предшественников в ячейке соударения с использованием инертного газа позволяет получать характеристические спектры фрагментации. МС/МС-спектры, характеризующие пути фрагментации молекул, предоставляют критически важную информацию о функциональных группах и структуре аналита [18].

Цель работы — анализ новых потенциальных антропогенных загрязнителей в водных объектах. Для этого применялась стратегия нецелевого скрининга с использованием ВЭЖХ-МС/МС. Основной акцент был сделан на поиске структурных кандидатов путём сопоставления экспериментальных спектров фрагментации (МС/МС), полученных в условиях ударной (столкновительной) ионизации, с эталонными спектрами в базе данных открытого доступа (MassBank). Поиск осуществляли с использованием алгоритмов сравнения спектров, реализованных в программном обеспечении NIST MS Search (The NIST Mass Spectral Search Program for the NIST/EPA/NIH EI and NIST Tandem Mass Spectral Library Version 2.3, build May 4 2017).

Материалы и методы

Исследовали разные типы водных проб, которые позволили бы оценить качество воды на разных этапах очистки и использования, а также качество природных водных ресурсов.

Проба 1 — сточная вода после механической очистки, в которой ожидаются загрязнения в значительных концентрациях, так как это начальный этап очистки.

Проба 2 — очищенная сточная вода перед сбросом в озеро. Данная проба помогает оценить эффективность очистных сооружений.

Проба 3 — питьевая вода из подземного источника. Анализ пробы показывает качество воды, пригодной для употребления человеком.

Отбор воды выполняли в соответствии с ГОСТ 31861² и ГОСТ Р 56237³ в герметично закрывающиеся стеклянные флаконы. После транспортировки пробы хранили при тем-

¹ Acceptance Criteria for Confirmation of Identity of Chemical Residues using Exact Mass Data for the FDA Foods and Veterinary Medicine Program US Food & Drug Administration Office of Foods and Veterinary Medicine September 2015.

² ГОСТ 31861—2012. Вода. Общие требования к отбору проб.

³ ГОСТ Р 56237—2014 (ИСО 5667—5:2006) «Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах».

пературе плюс 2–10 °С. В процессе пробоподготовки отобранную пробу первоначально центрифугировали в течение 10 мин при центробежном ускорении 3000 g. Затем центрифугат фильтровали, очищали твердофазной экстракцией согласно EPA 1694⁴. Очищенный экстракт полностью выпаривали потоком воздуха и растворяли в 2 мл воды. Пробу объёмом 1,5 мл переносили в стеклянную хроматографическую вials объёмом 2 мл и проводили анализ методом ВЭЖХ-МС/МС.

Хромато-масс-спектрометрический анализ выполняли с использованием системы высокоэффективной жидкостной хроматографии Agilent 1200-й серии, сопряжённой с тройным квадрупольным масс-спектрометром Agilent 6430 (Agilent Technologies, США). Разделение проводили в режиме обращённо-фазовой хроматографии на колонке Zorbax SB-C18 (размер частиц сорбента 1,8 мкм, 100 × 2,1 мм) при температуре плюс 30 °С. Градиентное элюирование осуществляли со скоростью потока 0,15 мл/мин: от 90% А до 10% А в течение 10 мин. Состав подвижной фазы: компонент А – водный раствор муравьиной кислоты (0,1%, об./об.), компонент Б – ацетонитрил. Общее время анализа – 20 мин, объём вводимой пробы – 10 мкл.

Масс-спектрометрическое детектирование проводили с ионизацией электрораспылением (ИЭР). Параметры источника: температура распылительного газа (азот) – плюс 350 °С, поток распылительного газа – 5 л/мин, напряжение на капилляре – +4000 В (положительная ионизация). Регистрацию и обработку данных выполняли с использованием программного обеспечения Agilent MassHunter, NIST MS Search (США), RStudio (v. 2024.09.0).

Идентификацию соединений загрязнителей проводили по следующей схеме.

По хроматограммам полного ионного тока (ПИТ) и выделенного иона (SIM) выделяли хроматографические пики, соответствующие основным компонентам, и определяли от-

⁴ Method EPA 1694: Pharmaceuticals and Personal Care Products in Water, Soil, Sediment, and Biosolids by HPLC/MS/MS – Метод для анализа фармацевтических препаратов и средств личной гигиены в образцах окружающей среды, включая воду (сточные воды, поверхностные воды и питьевую воду).

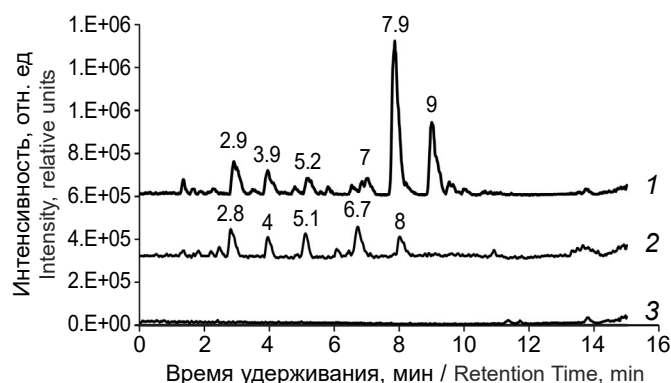


Рис. 1. Хроматограммы полного ионного тока положительных ионов: 1 – проба 1, сточная вода; 2 – проба 2, очищенная сточная вода; 3 – контроль (дистиллированная вода).

Fig. 1. Total ion current chromatograms (positive ions): 1 – Sample 1: wastewater; 2 – Sample 2: treated wastewater; 3 – Control (distilled water).

ношение массы к заряду (m/z) доминирующих ионов (протонированных молекул $[M+H]^+$).

Для каждого целевого иона получали его спектр фрагментации посредством tandemной масс-спектрометрии: ионы-предшественники фрагментировали в ячейке соударения инертным газом (азот, N_2) при энергии соударения 20 эВ.

Полученные спектры фрагментации сопоставляли с эталонными спектрами общедоступных баз данных (MassBank) с оценкой степени сходства спектров.

Результаты

Прямое сравнение хроматограмм по полному ионному току (ПИТ) водных проб сточных вод до и после очистки позволило оценить её эффективность в отношении полярных термолабильных органических соединений. На рис. 1

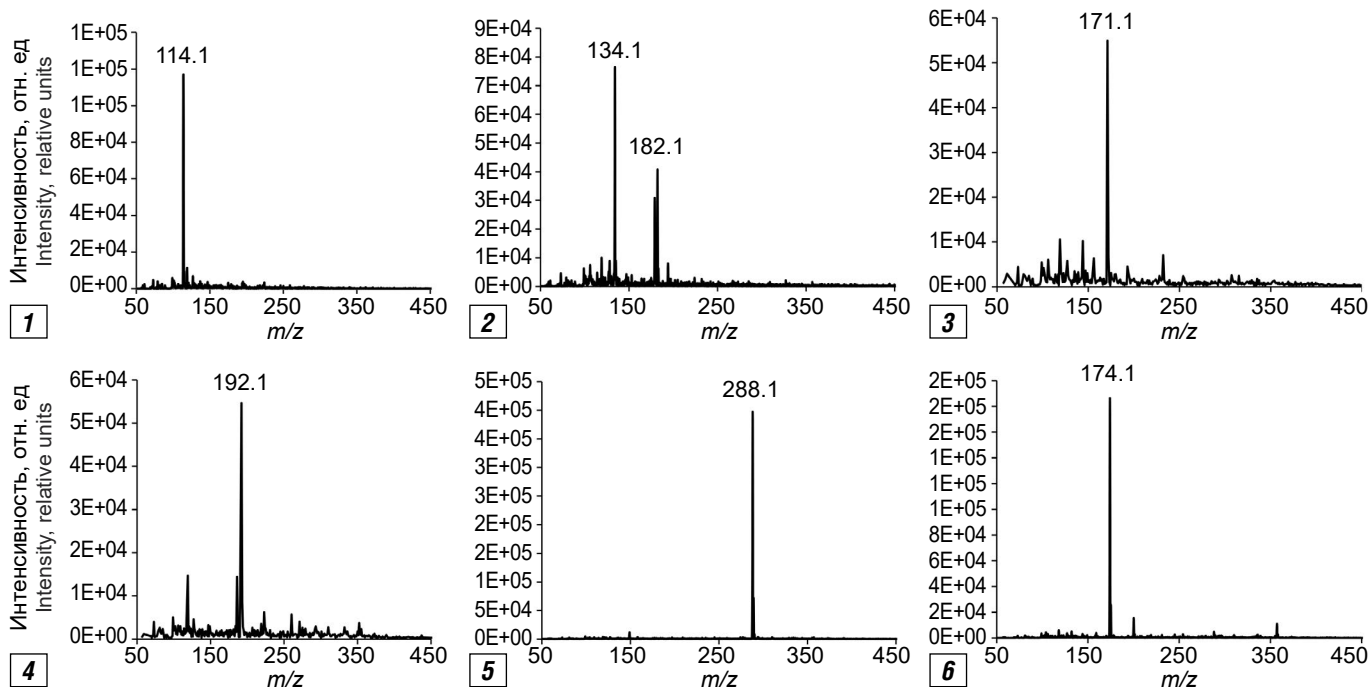


Рис. 2. Масс-спектры положительных ионов, характеризующих состав хроматографического пика при следующих временах удерживания:

1 – 2,9 мин; 2 – 3,9 мин; 3 – 5,2 мин; 4 – 7 мин; 5 – 7,9 мин; 6 – 9 мин.

Fig. 2. Mass spectra of positive ions characterizing the composition of chromatographic peaks at the following retention times:

1 – 2.9 min; 2 – 3.9 min; 3 – 5.2 min; 4 – 7 min; 5 – 7.9 min; 6 – 9 min.

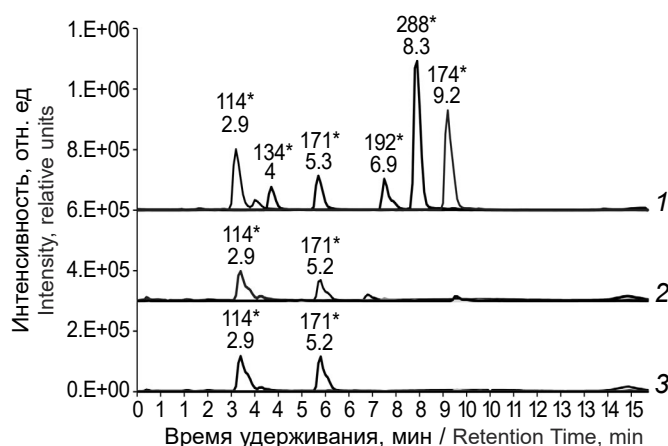


Рис. 3. Хроматограммы в режиме выделенных ионов: 1 – проба 1, сточная вода; 2 – проба 2, очищенная сточная вода; 3 – проба 3, питьевая вода. * m/z .

Fig. 3. Selected ion monitoring chromatograms: 1 – sample 1: wastewater; 2 – sample 2: treated wastewater; 3 – sample 3: drinking water. * m/z .

представлены ПИТ-хроматограммы, демонстрирующие значительное снижение интенсивности большинства пиков после очистки. Хроматограмма холостой пробы (дистиллированной воды) показала отсутствие значимых артефактов, которые можно занести в систему на этапах пробоподготовки, в том числе экстракции. Таким образом, наблюдаемые пики в хроматограммах были отнесены к веществам, непосредственно содержащимся в пробах.

Основные пики на ПИТ-хроматограмме пробы сточной воды (см. рис. 1) были охарактеризованы по времени удерживания и по m/z наиболее интенсивного иона, определяющего данный пик. Масс-спектры этих пиков (рис. 2) предоставили данные (m/z наиболее интенсивного иона) для их последующей характеристики. Например, пику при 2,9 мин соответствует масс-спектр с наиболее интенсивным ионом при m/z 114. Пика при 3,9 мин соответствует доминирующий ион с m/z 134 и т. д.

На основании данных, полученных в режиме полного сканирования (см. рис. 1, 2), для выбранных соединений были определены целевые ионы. Для количественного определения выбранных соединений с повышенной чувствительностью и специфичностью пробы были повторно проанализированы в режиме мониторинга выбранных ионов (SIM). В данном режиме были зарегистрированы специфические хроматографические пики (рис. 3), площади которых использовали для относительной количественной оценки.

На основании количественных данных, полученных из SIM-хроматограмм (см. рис. 3), были выявлены соединения, проявляющие устойчивость к очистке (пики при 2,9 и 5,2 мин), что выражалось в низкой эффективности их удаления (см. таблицу). Эффективность очистки ($\mathcal{E}$, %) для каждого соединения рассчитывали по формуле (1):

$$\mathcal{E} = [1 - (S_{\text{вых}} / S_{\text{вх}})] \cdot 100\%, \quad (1)$$

где $S_{\text{вх}}$, $S_{\text{вых}}$ – площади хроматографического пика вещества на входе и выходе очистного сооружения соответственно.

Обсуждение

Для подтверждения идентификации соединений, предварительно определённых по времени удерживания и масс-спектрам полного сканирования (см. рис. 1, 2), методом tandemной масс-спектрометрии (МС/МС) были получены спектры фрагментации ионов-предшественников с m/z 114, 134, 171, 192, 288 и 174 (рис. 4). Сравнение экспериментальных спектров с базами данных MassBank и NIST MS Search с использованием алгоритма спектрального сходства

Оценка эффективности очистки соединений

Evaluation of the cleaning efficiency of compounds

Время удерживания, мин Retention time, min	m/z	Эффективность очистки, % Treatment efficiency
2.9	114	40
3.9	134	96
5.2	171	31
7.0	192	93
7.9	288	98
9.0	174	95

(dot-product > 0,85, порог, обеспечивающий надёжную идентификацию) позволило установить наиболее вероятные кандидаты структур, соответствующие устойчивым к очистке соединениям.

Капролактam (CAS 105-60-2, 2,9 мин, m/z 114) был идентифицирован как одно из соединений, проявляющих высокую устойчивость к очистке ($\mathcal{E} = 40\%$) на исследуемом сооружении. Данное соединение представляет собой характерный промышленный загрязнитель урбанизированных водных систем [19]. Его поступление в окружающую среду может быть связано со сточными водами полимерных производств (нейлон-6) и свалками полимерных отходов. 3-Циклогексил-1,1-диметилмочевина (CAS 31468-12-9, 5,2 мин, m/z 171) также устойчив к очистке ($\mathcal{E} = 31\%$), данное соединение и его производные могут образовываться при деградации шинных изделий, мигрирующих в водные объекты с поверхностным стоком [20], в сливах гидравлических жидкостей [21]. Другим основным антропогенным источником его поступления в сточные воды, вероятно, являются накапливающиеся и нерекультивируемые промышленные отходы химических производств [22].

Толлилазол (метилбензотриазол) (CAS 13351-73-0, 3,9 мин, m/z 134) идентифицируется как типичный микрозагрязнитель сточных вод городских агломераций [23]. Используется для защиты металлических поверхностей от коррозии.

Диэтилтолуамид (CAS 134-62-3, 7 мин, m/z 192) широко применяется в качестве основного компонента репеллентов и является подтверждённым микрозагрязнителем городских сточных вод [24].

Лаурилдизтаноламид (CAS 120-40-1, 7,9 мин, m/z 288) – неионогенное ПАВ, широко применяется в моющих средствах и шампунях. Несмотря на частое присутствие в бытовых сточных водах, в данном исследовании он не проявил значимой устойчивости, что согласуется с данными о его сравнительно более высокой скорости деградации в водной среде [25]. 2,2,4-Триметил-1,2-дигидрохинолин (CAS 147-47-7, 9 мин, m/z 174) был выявлен как потенциально устойчивый загрязнитель. Этот антиоксидант, применяемый в резинотехнической промышленности, поступает в водные объекты через ливневые стоки с промышленных площадок, из атмосферных осадков и вследствие выщелачивания из полимерных материалов [26].

При анализе проб питьевой воды были обнаружены следы загрязнителей, ранее выявленных в сточной воде [капролактam, циклогексилмочевина (в купаже нескольких скважин)] (см. рис. 3), и в водопроводной воде были найдены следы 2,2,4-триметил-1,2-дигидрохинолина.

Предложенный метод эффективен для идентификации потенциально опасных экотоксикантов, не подпадающих под текущее регулирование (например, продукты деградации полимеров, фармацевтические метаболиты). Однако для окончательного подтверждения идентичности обнаруженных соединений и достоверного количественного определения их концентраций необходим дополнительный целевой анализ с обязательным использованием аттестованных стандартных образцов.

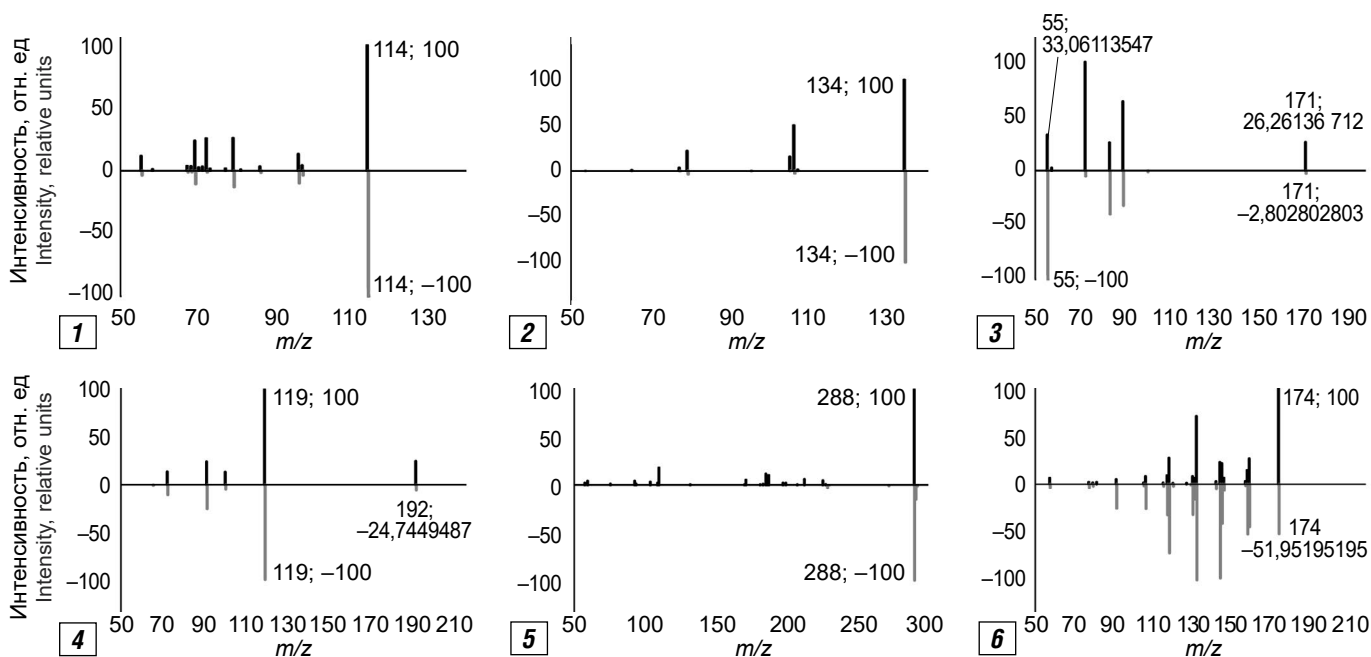


Рис. 4. Сравнение экспериментальных масс-спектров фрагментации ионов-предшественников (верхний) с масс-спектрами базами данных MassBank (нижний): 1 – m/z 114; 2 – m/z 134; 3 – m/z 171; 4 – m/z 192; 5 – m/z 288; 6 – m/z 174.

Fig. 4. Comparison of experimental precursor ion fragmentation mass spectra (top) with reference mass spectra from MassBank database (bottom): 1 – m/z 114; 2 – m/z 134; 3 – m/z 171; 4 – m/z 192; 5 – m/z 288; 6 – m/z 174.

Заключение

Доказана эффективность разработанного подхода нецелевого скрининга на основе жидкостной хроматографии с tandemной масс-спектрометрией при выявлении и предварительной идентификации новых потенциально опасных антропогенных загрязнителей в различных водных пробах.

Ключевым результатом данной работы стала идентификация двух устойчивых органических соединений в сточных водах – капролактама и 1-циклогексил-диметилмочевины, эффективность удаления которых была наименьшей. Это указывает на высокую устойчивость к применяемым технологиям очистки и определяет их как приоритетные загрязнители для оптимизации процессов водоочистки.

Литература

- Bester K. Quantification with HPLC-MS/MS for environmental issues: quality assurance and quality assessment. *Anal. Bioanal. Chem.* 2008; 391(1): 15–20. <https://doi.org/10.1007/s00216-008-1991-2>
- Гладилович В.Д., Подольская Е.П. Возможности применения метода ГХ-МС (обзор). *Научное приборостроение.* 2010; 20(4): 36–49. <https://elibrary.ru/mzikt>
- Stachniuk A., Fornal E. Liquid chromatography-mass spectrometry in the analysis of pesticide residues in food. *Food Anal. Methods.* 2016; 9(6): 1654–65. <https://doi.org/10.1007/s12161-015-0342-0>
- Амелин В.Г., Андоралов А.М. Высокоэффективная жидкостная хроматография-временная масс-спектрометрия в идентификации и определении 111 пестицидов в пищевых продуктах, кормах, воде и почве. *Журнал аналитической химии.* 2016; 71(1): 85. <https://doi.org/10.7868/S0044450215120038> <https://elibrary.ru/uvespb>
- Parys W., Dołowy M., Pyka-Pajak A. Significance of chromatographic techniques in pharmaceutical analysis. *Processes.* 2022; 10(1): 172. <https://doi.org/10.3390/pr10010172>
- Shen Y., Wang L., Ding Y., Liu S., Li Y., Zhou Z., et al. Trends in the analysis and exploration of per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in environmental matrices: a review. *Crit. Rev. Anal. Chem.* 2024; 54(8): 3171–95. <https://doi.org/10.1080/10408347.2023.2231535>
- Русских Я.В., Чернова Е.Н., Войкина Е.Ю., Никифоров В.В., Жаковская З.А. Определение цианотоксинов в водной матрице методом высокоэффективной жидкостной хроматографии – масс-спектрометрии высокого разрешения. *Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета).* 2012; (17): 061–6. <https://elibrary.ru/pkzfer>
- Савельева Е.И., Ленинский М.А., Васильева И.А. Современные аналитические методы контроля химической безопасности. Обзор. *Химическая безопасность.* 2020; 4(1): 8–30. <https://doi.org/10.25514/CHS.2020.1.17001> <https://elibrary.ru/ighebr>
- Ramon D., Ibáñez M., Sancho J.V., Hernández F. Target and non-target screening strategies for organic contaminants, residues and illicit substances in food, environmental and human biological samples by UHPLC-QTOF-MS. *Anal. Methods.* 2012; 4(1): 196–209.
- Мильтман Б.Л., Журкович И.К. Современная практика нецелевого химического анализа. *Журнал аналитической химии.* 2022; 77(5): 412–26. <https://elibrary.ru/pnqspj>
- NIST 23 Mass Spectral Library, NIST 2023/2020/2017 Database. Agilent Format Available. Available at: <https://sisweb.com/software/ms/nist.htm>
- mzCloud – Advanced Mass Spectral Database. Available at: <https://mzcloud.org/>
- MassBank consortium and its contributors. MassBank/MassBank-data: Release version 2025.05.1. Zenodo; 2025.
- Макаров А. Масс-спектрометрия на основе орбитальной ловушки ионов: достижения и перспективы. *Аналитика.* 2013; (5): 30–6. <https://elibrary.ru/reavnt>
- Lai Y.H., Wang Y.S. Advances in high-resolution mass spectrometry techniques for analysis of high mass-to-charge ions. *Mass. Spectrom. Rev.* 2023; 42(6): 2426–45. <https://doi.org/10.1002/mas.21790>
- Hoang C., Uritboonthai W., Hoang L., Billings E.M., Aisporna A., Nia F.A., et al. Tandem mass spectrometry across platforms. *Anal. Chem.* 2024; 96(14): 5478–88. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.3c05576>
- Rakusanova S., Cajka T. Tips and tricks for LC–MS-based metabolomics and lipidomics analysis. *TrAC Trends Anal. Chem.* 2024; 180: 117940. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2024.117940>
- Kind T., Tsugawa H., Cajka T., Ma Y., Lai Z., Mehta S.S., et al. Identification of small molecules using accurate mass MS/MS search. *Mass. Spectrom. Rev.* 2018; 37(4): 513–32. <https://doi.org/10.1002/mas.21535>
- Шефтель В.О. Токсикология капролактама – загрязнителя воды и пищи (обзор). *Гигиена и санитария.* 1990; 69(10): 33–4.
- Seiwert B., Klöckner P., Wagner S., Reemtsma T. Source-related smart suspect screening in the aqueous environment: search for tire-derived persistent and mobile trace organic contaminants in surface waters. *Anal. Bioanal. Chem.* 2020; 412(20): 4909–19. <https://doi.org/10.1007/s00216-020-02653-1>
- De Hoogh C.J., Wagenvoort A.J., Jonker F., Van Leerdam J.A., Hogenboom A.C. HPLC-DAD and Q-TOF MS techniques identify cause of Daphnia biomonitor alarms in the River Meuse. *Environ. Sci. Technol.* 2006; 40(8): 2678–85. <https://doi.org/10.1021/es052035a>
- Benfenati E., Porazzi E., Bagnati R., Forner F., Pardo Martinez M., Mariani G., et al. Organic tracers identification as a convenient strategy

- in industrial landfills monitoring. *Chemosphere*. 2003; 51(8): 677–83. [https://doi.org/10.1016/S0045-6535\(03\)00050-X](https://doi.org/10.1016/S0045-6535(03)00050-X)
23. Shi Z.Q., Liu Y.S., Xiong Q., Cai W.W., Ying G.G. Occurrence, toxicity and transformation of six typical benzotriazoles in the environment: A review. *Sci. Total. Environ.* 2019; 661: 407–21. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.01.138>
24. Rani R., Kumar D. Recent advances in degradation of N,N-diethyl-3-toluamide (DEET)-an emerging environmental contaminant: a review. *Environ. Monit. Assess.* 2024; 196(3): 238. <https://doi.org/10.1007/s10661-024-12414-7>
25. Arvaniti O., Georgios G., Nika M.C., Gyparakis S., Manios T., Thomaidis N.S., et al. Study on the occurrence of artificial sweeteners, parabens, and other emerging contaminants in hospital wastewater using LC-QToF-MS target screening approach. *Water*. 2023; 15(5): 936. <https://doi.org/10.3390/w15050936>
26. Xu J., Hao Y., Yang Z., Li W., Xie W., Huang Y., et al. Rubber antioxidants and their transformation products: environmental occurrence and potential impact. *Int. J. Environ. Res. Public Health*. 2022; 19(21):14595. <https://doi.org/10.3390/ijerph192114595>

References

1. Bester K. Quantification with HPLC-MS/MS for environmental issues: quality assurance and quality assessment. *Anal. Bioanal. Chem.* 2008; 391(1): 15–20. <https://doi.org/10.1007/s00216-008-1991-2>
2. Gladilovich V.D., Podolskaya E.P. Applications of the method GC-MS. *Nauchnoe priboroostroyeniye*. 2010; 20(4): 36–49. <https://elibrary.ru/mzizkt> (in Russian)
3. Stachniuk A., Fornal E. Liquid chromatography-mass spectrometry in the analysis of pesticide residues in food. *Food Anal. Methods*. 2016; 9(6): 1654–65. <https://doi.org/10.1007/s12161-015-0342-0>
4. Amelin V.G., Andoralov A.M. High-performance liquid chromatography–time-of-flight mass spectrometry in the identification and determination of 111 pesticides in food, feed, water, and soil. *J. Anal. Chem.* 2016; 71(1): 82–93. <https://doi.org/10.1134/S1061934815120035> <https://elibrary.ru/wrgfj>
5. Parys W., Dołowy M., Pyka-Pająk A. Significance of chromatographic techniques in pharmaceutical analysis. *Processes*. 2022; 10(1): 172. <https://doi.org/10.3390/pr10010172>
6. Shen Y., Wang L., Ding Y., Liu S., Li Y., Zhou Z., et al. Trends in the analysis and exploration of per- and Polyfluoroalkyl Substances (PFAS) in environmental matrices: a review. *Crit. Rev. Anal. Chem.* 2024; 54(8): 3171–95. <https://doi.org/10.1080/10408347.2023.2231535>
7. Russkikh Ya.V., Chernova E.N., Voyakina E.Yu., Nikiforov V.V., Zhakovskaya Z.A. Determination of cyanotoxins in an aqueous matrix by high-performance liquid chromatography – high-resolution mass spectrometry. *Izvestiya Sankt-Peterburgskogo gosudarstvennogo tekhnologicheskogo instituta (Tekhnicheskogo Universiteta)*. 2012; (17): 061–6. <https://elibrary.ru/pkzjef> (in Russian)
8. Savelieva E.I., Leninskiy M.A., Vasilieva I.A. Modern analytical approaches for chemical safety control – a review. *Khimicheskaya bezopasnost'*. 2020; 4(1): 8–30. <https://doi.org/10.25514/CHS.2020.1.17001> <https://elibrary.ru/ighebr> (in Russian)
9. Ramon D., Ibáñez M., Sancho J.V., Hernández F. Target and non-target screening strategies for organic contaminants, residues and illicit substances in food, environmental and human biological samples by UHPLC-QTOF-MS. *Anal. Methods*. 2012; 4(1): 196–209.
10. Milman B.L., Zhurkovich I.K. Present-day practice of non-target chemical analysis. *J. Anal. Chem.* 2022; 77(5): 537–49. <https://doi.org/10.1134/S1061934822050070> <https://elibrary.ru/qlsugm>
11. NIST 23 Mass Spectral Library, NIST 2023/2020/2017 Database. Agilent Format Available. Available at: <https://sisweb.com/software/ms/nist.htm>
12. mzCloud – Advanced Mass Spectral Database. Available at: <https://mzcloud.org/>
13. MassBank consortium and its contributors. MassBank/MassBank-data: Release version 2025.05.1. Zenodo; 2025.
14. Makarov A. Orbitrap mass spectrometry: achievements and outlook. *Analitika*. 2013; (5): 30–6. <https://elibrary.ru/reavnt> (in Russian)
15. Lai Y.H., Wang Y.S. Advances in high-resolution mass spectrometry techniques for analysis of high mass-to-charge ions. *Mass. Spectrom. Rev.* 2023; 42(6): 2426–45. <https://doi.org/10.1002/mas.21790>
16. Hoang C., Uritboonthai W., Hoang L., Billings E.M., Aisporna A., Nia F.A., et al. Tandem mass spectrometry across platforms. *Anal. Chem.* 2024; 96(14): 5478–88. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.3c05576>
17. Rakusanova S., Cajka T. Tips and tricks for LC–MS-based metabolomics and lipidomics analysis. *TrAC Trends Anal. Chem.* 2024; 180: 117940. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2024.117940>
18. Kind T., Tsugawa H., Cajka T., Ma Y., Lai Z., Mehta S.S., et al. Identification of small molecules using accurate mass MS/MS search. *Mass. Spectrom. Rev.* 2018; 37(4): 513–32. <https://doi.org/10.1002/mas.21535>
19. Sheftel V.O. Toxicology of caprolactam – water and food pollutant (review). *Gigiena i Sanitariya (Hygiene and Sanitation, Russian journal)*. 1990; 69(10): 33–4. (in Russian)
20. Seiwert B., Klöckner P., Wagner S., Reemtsma T. Source-related smart suspect screening in the aqueous environment: search for tire-derived persistent and mobile trace organic contaminants in surface waters. *Anal. Bioanal. Chem.* 2020; 412(20): 4909–19. <https://doi.org/10.1007/s00216-020-02653-1>
21. De Hoogh C.J., Wagenvoort A.J., Jonker F., Van Leerdam J.A., Hogenboom A.C. HPLC-DAD and Q-TOF MS techniques identify cause of Daphnia biomonitor alarms in the River Meuse. *Environ. Sci. Technol.* 2006; 40(8): 2678–85. <https://doi.org/10.1021/es052035a>
22. Benfenati E., Porazzi E., Bagnati R., Forner F., Pardo Martinez M., Mariani G., et al. Organic tracers identification as a convenient strategy in industrial landfills monitoring. *Chemosphere*. 2003; 51(8): 677–83. [https://doi.org/10.1016/S0045-6535\(03\)00050-X](https://doi.org/10.1016/S0045-6535(03)00050-X)
23. Shi Z.Q., Liu Y.S., Xiong Q., Cai W.W., Ying G.G. Occurrence, toxicity and transformation of six typical benzotriazoles in the environment: A review. *Sci. Total. Environ.* 2019; 661: 407–21. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.01.138>
24. Rani R., Kumar D. Recent advances in degradation of N,N-diethyl-3-toluamide (DEET)-an emerging environmental contaminant: a review. *Environ. Monit. Assess.* 2024; 196(3): 238. <https://doi.org/10.1007/s10661-024-12414-7>
25. Arvaniti O., Georgios G., Nika M.C., Gyparakis S., Manios T., Thomaidis N.S., et al. Study on the occurrence of artificial sweeteners, parabens, and other emerging contaminants in hospital wastewater using LC-QToF-MS target screening approach. *Water*. 2023; 15(5): 936. <https://doi.org/10.3390/w15050936>
26. Xu J., Hao Y., Yang Z., Li W., Xie W., Huang Y., et al. Rubber antioxidants and their transformation products: environmental occurrence and potential impact. *Int. J. Environ. Res. Public Health*. 2022; 19(21):14595. <https://doi.org/10.3390/ijerph192114595>

Сведения об авторах

Стрелецкий Алексей Владимирович, канд. хим. наук, ст. науч. сотр. отд. физико-химических исследований и экотоксикологии ФГБУ «ЦСП» ФМБА России, 119121, Москва, Россия. E-mail: AStreletsky@cspfmba.ru

Филимонова Екатерина Игоревна, химик, отд. физико-химических исследований и экотоксикологии ФГБУ «ЦСП» ФМБА России, 119121, Москва, Россия. E-mail: EFilimonova@cspfmba.ru

Information about authors

Alexey V. Streletskiy, PhD (Chemistry), senior researcher, Department of physico-chemical research and ecotoxicology, Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russia, <https://orcid.org/0000-0002-8194-1536> E-mail: AStreletsky@cspfmba.ru

Ekaterina I. Filimonova, chemist, Department of physico-chemical research and ecotoxicology, Center for Strategic Planning of the Federal medical and biological agency, Moscow, 119121, Russian Federation, <https://orcid.org/0009-0004-5290-3049> E-mail: EFilimonova@cspfmba.ru