

การพัฒนาวิธีวิเคราะห์กลุ่มยาต้านจุลชีพตกค้างในนม โดย LC-MS/MS
Method Development of Antimicrobial Drugs Residues in Milk by LC-MS/MS

นฤมล อีฐรัตน์ และ ภรพรพรรณ ส่งศรี

Narumol Ittarat and Phomphan Songsri

สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

Bureau of Quality and Safety of Food, Department of Medical Sciences

บทคัดย่อ

ยาต้านจุลชีพหลายกลุ่มถูกนำมาใช้ในฟาร์มโคนม เพื่อป้องกันหรือรักษาแม่โคให้มีสุขภาพดี ผลิตรมที่มีคุณภาพ ซึ่งตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข (ฉบับที่ 303) พ.ศ. 2550 มีการกำหนดค่าปริมาณยาต้านจุลชีพตกค้างสูงสุด (MRLs) ในนม ดังนั้นจึงพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์ยาต้านจุลชีพตกค้างในนม 6 กลุ่ม ได้แก่ กลุ่มแอมเพนิคอล ควิโนโลน ซัลโฟนาไมด์ เบต้า-แลคแทม แมคโครไลด์ และเตตราไซคลิน จำนวน 46 ชนิดยาในคราวเดียวกัน โดยเครื่อง LC-MS/MS เทคนิค electrospray ionization mode MRM ยาต้านจุลชีพจะถูกสกัดด้วยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ และ acetonitrile กำจัดไขมันด้วย DSC-18 ผลทดสอบความใช้ได้ของวิธี ความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 0.3-200 มคก./ลิตร ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) มากกว่า 0.95 ขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD) ระหว่าง 0.1 ถึง 30 มคก./ลิตร ขีดจำกัดของการวัดเชิงปริมาณ (LOQ) ระหว่าง 0.3 ถึง 50 มคก./ลิตร จากการเติมสารมาตรฐานทั้ง 46 ชนิด ที่ 3 ระดับ ความเข้มข้น ความแม่นยำและความเที่ยงแสดงด้วย % recovery และ %RSD มีค่าเฉลี่ยอยู่ในช่วง 71.3% - 119.8% และน้อยกว่า 20% ตามลำดับ ผลการทดสอบวิธีแสดงว่าวิธีที่ได้สามารถนำไปใช้ตรวจยาต้านจุลชีพตกค้างในนมตามกฎหมายที่เกี่ยวข้อง และลดเวลาการตรวจวิเคราะห์ได้ วิธีนี้ถูกนำไปใช้สำรวจการตกค้างของยาต้านจุลชีพในนมพาสเจอร์ไรส์ จำนวน 108 ตัวอย่างในประเทศไทย ในปี พ.ศ. 2562 ผลไม่พบการตกค้างยาต้านจุลชีพทั้ง 46 ชนิดทุกตัวอย่าง

คำสำคัญ: นม, ยาต้านจุลชีพ, LC- MS/MS

Abstract

In order to get the best quality milk, many groups of antimicrobial drugs were used in dairy farms for preventing and curing cows. According to the Notification of Ministry of Public Health (Vol.303) B.E. 2550, the maximum residue limits (MRLs) of antimicrobial drugs in milk are specified. The analytical method for the simultaneous determination of 6 classes (46 analytes) of antimicrobial drugs residues including amphenicols, quinolones, sulfonamides, beta-lactams, macrolides and tetracyclines in milk was developed. Antimicrobial drugs were extracted from samples using phosphate buffer and acetonitrile, then the extracts were defatted with DSC-18 and determined by LC-MS/MS with electrospray ionization, MRM mode. The results of method validation, the linearity was in the range of 0.3 – 200 $\mu\text{g/L}$ with the coefficient of determination (R^2) more than 0.95. The limit of detection (LOD) and the limit of quantitation (LOQ) were in the range of 0.1 to 30 $\mu\text{g/L}$ and 0.3 to 50 $\mu\text{g/L}$, respectively. By spiking 46 standards at 3 concentration levels, the accuracy and precision expressed by % recovery and %RSD were varied from 71.3% to 119.8% and lower than 20%, respectively. As the result of the performance characteristics and analytical time minimized, the method could be applicable to monitoring programs and regulatory purposes. This method was used for surveillance of 108 pasteurized milk samples in Thailand during 2019. There was no residue (46 analytes) detected in all samples.

Keywords: milk, antimicrobial drugs, LC-MS/MS

Corresponding author: narumol.i@dmsc.mail.go.th