

การพัฒนาและทดสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบสารฟิโพรนิลและเมตาโบไลต์ตกค้างในไข่และผลิตภัณฑ์  
Method development and validation for the determination of fipronil and its metabolite residues  
in eggs and products

วีรวุฒิ วิทยานันท์\* ธรรณิการ์ ไชยมงคล  
Weerawut Wittayanant\*, Thoranit Chaimongkol  
สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์  
Bureau of Quality and Safety of Food, Department of Medical Sciences

**บทคัดย่อ**

ฟิโพรนิลเป็นสารกำจัดแมลงเมื่อสลายตัวให้สารเมตาโบไลต์ที่มีพิษทำลายระบบประสาทรุนแรง ประเทศไทยอนุญาตให้ใช้ในพืชแต่ห้ามใช้กับสัตว์ที่เป็นอาหาร ในปี พ.ศ.2560 พบไข่ที่ผลิตในสหภาพยุโรปปนเปื้อนสาร fipronil สร้างความวิตกกังวลแก่ผู้บริโภคไทย จึงต้องการวิธีเพื่อใช้สำหรับตรวจสอบการตกค้างของสาร fipronil ในไข่และผลิตภัณฑ์ที่จำหน่ายในประเทศไทย ได้พัฒนาการสกัดจากวิธี EN 15662 QuEChERS ตรวจวัดด้วยเทคนิค multiple reaction monitoring จากเครื่อง GC-MS/MS คำนวณผลด้วย matrix-matched calibration curve ผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ fipronil และเมตาโบไลต์ 2 ชนิด (fipronil-desulfinyl, fipronil-sulfone) ในไข่ไก่และไข่เป็ด พบว่าค่า LOD และ LOQ เป็น 0.002 และ 0.005 mg/kg ตามลำดับ การทดสอบความแม่นยำกับตัวอย่างที่เติมสารที่ระดับ 0.005, 0.05 และ 0.1 mg/kg ให้ recovery อยู่ระหว่าง 92.9-111.6% โดยมีความเที่ยงแสดงด้วย RSD น้อยกว่า 8.6% การประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดให้ค่าน้อยกว่า 20% มีช่วงการวิเคราะห์ที่อยู่ระหว่าง 0.005-0.5 mg/kg อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ เป็นวิธีที่มีความไว แม่นยำเชื่อถือได้ เหมาะสำหรับการใช้ในห้องปฏิบัติการ เมื่อใช้วิธีนี้ตรวจสอบไข่และผลิตภัณฑ์จำนวน 66 ตัวอย่างที่เก็บจากกรุงเทพมหานครและปริมณฑลในปี 2564 ผลไม่พบการตกค้างของสาร fipronil และเมตาโบไลต์ในทุกตัวอย่าง จากผลดังกล่าวนี้บ่งชี้ว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถนำไปใช้สำหรับการเฝ้าระวังการตกค้างต่อไป

คำสำคัญ: ฟิโพรนิล, ไข่, GC-MS/MS, QuEChERS, สํารวจติดตาม

**Abstract**

Fipronil is an insecticide whose degradation products are highly neurotoxic for humans. Thailand approves fipronil for plant protection but not as a veterinary drug. European fipronil contaminated eggs in 2017 has generated concerns in Thai consumers. Thus, an analytical method is required for the investigation of the fipronil residues in commercialized egg and egg products in Thailand. Fipronil was extracted by a developed procedure based on EN 15662 QuEChERS, detected by multiple reaction monitoring techniques in GC-MS/MS and quantified by matrix-matched calibration curve. The validation of the method to detect fipronil and two metabolites, fipronil-desulfinyl, and fipronil-sulfone, in chicken and duck eggs showed that the LOD and the LOQ were 0.002 and 0.005 mg/kg, respectively. Satisfactory recoveries were obtained in the range of 92.9-111.6% in spiked samples at 0.005, 0.05, and 0.1 mg/kg with RSD lower than 8.6%. The uncertainty values were lower than 20% and the method working ranges were between 0.005-0.5 mg/kg and were acceptable. This method was sensitive, precise, reliable, and suitable for use in the laboratory. The validated method was further applied for the analysis of 66 egg and egg product samples collected from Bangkok Metropolitan Region in 2021. The result showed no detectable fipronil residues in any samples. Overall results indicated that the described method would be applied for detecting the fipronil and its metabolite residues in the future.

**Keywords:** fipronil, eggs, GC-MS/MS, QuEChERS, monitoring

**Corresponding author:** weerawut.w@dmsc.mail.go.th