## การตรวจวิเคราะห์เอ็น-ไนโทรซามีนส์ และเอ็น-ไนโทรแซเทเบิล ซับสแทนส์ ในหัวนมยาง โดยเทคนิค GC-TEA และ GC-MS/MS

## Determination of N-Nitrosamines and N-Nitrosatable substances in rubber teats by GC-TEA and GC-MS/MS

สุวัฒน์ แก้วบุตรดี\* ศศิธร หอมดำรงค์วงศ์ ศศิธร ไข่แก้ว อุมา บริบูรณ์
Suwat Kaewbuddee \*, Sasitorn Homdumrongvong, Sasitorn Khaikaew, Uma Boriboon สำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
Bureau of Quality and Safety of Food, Department of Medical Sciences

## บทคัดย่อ

หัวนมยางสำหรับทารกและเด็กเล็กอาจมีการปนเปื้อนของสารอันตรายจากกระบวนการผลิต ได้แก่ เอ็น-ไนโทรซามีนส์ (NA) และสารเริ่มต้น (เอ็น-ไนโทรแซเทเบิล ซับสแทนส์) ซึ่งบางชนิดเป็นสารก่อมะเร็งต่อมนุษย์ การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อ ทวนสอบวิธีวิเคราะห์ เอ็น-ไนโทรเซเทเบิล ซับสแทนส์ ตามวิธีมาตรฐาน EN 12868 : 2017 โดยการสกัดตัวอย่างด้วยน้ำลายเทียม เปลี่ยน เอ็น-ไนโทรแซเทเบิล ซับสแทนส์ เป็น NA โดยปฏิกิริยา Nitrosation แล้วทำให้ บริสุทธิ์โดย SPE column วิเคราะห์และวัดปริมาณ ด้วยเทคนิค GC-TEA และเพิ่มการพัฒนาเทคนิค GC-MS/MS ให้เป็นวิธี ทางเลือก ผลการศึกษา ทั้ง 2 เทคนิค มีช่วงของการใช้งาน 5-500  $\mu$ g/kg,  $R^2 > 0.995$  และมีขีดจำกัดของการตรวจวัดเชิง ปริมาณ เท่ากับ 1  $\mu$ g/kg การทดสอบความแม่นที่ระดับ 1, 100 และ 500  $\mu$ g/kg มี %Recovery อยู่ในช่วง 74 - 89 และ 80 - 90 ตามลำดับ โดยมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 4.06% – 9.95% และ 2.95% – 8.86% ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ ยอมรับ เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง 2 เทคนิค ผลวิเคราะห์ ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ (p > 0.05) และได้ตรวจวิเคราะห์หัวนม ยางที่เก็บจากท้องตลาดจำนวน 15 ตัวอย่าง ผลไม่พบการปนเปื้อน ดังนั้นทั้ง 2 เทคนิคเหมาะสมสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ สามารถรองรับ กฎหมายที่เกี่ยวข้องได้ ซึ่งกำหนดปริมาณ NA และเอ็น-ไนโทรแซเทเบิล ซับสแทนส์ ไว้ไม่เกิน 0.01 และ 0.1 mg/kg ตามลำดับ

**คำสำคัญ:** เอ็น-ไนโทรซามีนส์ , เอ็น-ไนโตรแซเทเบิล ซับสแตนส์, หัวนมยาง, การทวนสอบวิธีวิเคราะห์

## Abstract

Rubber teats for infants and young children are probably contaminated with hazardous substances during production, such as N-Nitrosamines (NA) and their precursor (N-Nitrosatable substances) that are considered carcinogenic to humans. This study aimed to verify an analytical method for 12 N-nitrosamine compounds and their precursors according to EN 12868:2017. Moreover, GC-MS/MS was developed to use as an alternative method. The samples were extracted with artificial saliva salt solution and N-Nitrosatable substances were converted into NA via Nitrosation. Then, NA were purified by SPE column and analyzed by GC-TEA and GC-MS/MS. The results of 2 techniques showed the linear range from 5 to 500  $\mu$ g/kg with R<sup>2</sup>>0.995 and Limit of Quantitation (LOQ) was 1  $\mu$ g/kg. The accuracy of both methods at concentration 1, 100 and 500  $\mu$ g/kg showed %recovery in the range of 74 to 89 and 80 to 90. In addition, %RSD related to 4.06% to 9.95% and 2.95% to 8.86% for GC-TEA and GC-MS/MS techniques, respectively, within the acceptance criteria. The comparison of 2 techniques indicated that test values were no significantly different (p > 0.05) and then, 15 commercial products were determined and the results were not detected. Thus, the laboratory could be applied these methods for assessing compliance with the regulations limitation that the criterion values of NA and N-Nitrosatable substances are 0.01 and 0.1 mg/kg, respectively.

Key word: N-Nitrosamines, N-Nitrosatable substances, Rubber teats, Method verification.

Corresponding author: suwat.k@dmsc.mail.go.th