

การพัฒนาวิธีตรวจวิเคราะห์พาราควอตในเนื้อสัตว์ นม และไข่ โดยเทคนิค LC-MS/MS Method development of paraquat in meat, milk, and eggs by LC-MS/MS

รติยากร ศรีโคตร* วิชาดา จงมีวาสนา

Rattiyakorn Srikote*, Wischada Jongmevasna

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

บทคัดย่อ

พาราควอต เป็นวัตถุอันตรายชนิดที่ 4 ที่ห้ามผลิต นำเข้า ส่งออก นำผ่าน หรือมีไว้ครอบครองตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม เรื่องบัญชีวัตถุอันตราย ฉบับที่ 6 (พ.ศ.2563) นอกจากนั้นประกาศกระทรวงสาธารณสุขฉบับที่ 419 (2563) เรื่องอาหารที่มีสารพิษตกค้าง กำหนดว่าในอาหารประเภทเนื้อสัตว์ นม และไข่ จะต้องมีการตรวจวัด (Limit of Detection; LOD) อย่างน้อยที่ระดับ 0.005 มก./กก. เพื่อเพิ่มขีดความสามารถของห้องปฏิบัติการ จึงพัฒนาวิธีวิเคราะห์พาราควอตในเนื้อสัตว์ นม และไข่ ด้วยเทคนิค LC-MS/MS ที่มีความจำเพาะสูงและวิเคราะห์เชิงปริมาณได้ในระดับที่กฎหมายกำหนด โดยสกัดตัวอย่าง 5 กรัม ด้วย acidic acetonitrile นำไปตกตะกอนและทำให้บริสุทธิ์ผ่าน Hydrophilic-Lipophilic-Balanced (HLB) SPE cartridge แล้วตรวจวัดปริมาณไอออนโดยใช้ multiple reaction monitoring (MRM) ของ m/z 171 และ m/z 185 รายงานในรูปของพาราควอต แคทไอออน วิธีนี้มีขีดจำกัดของการตรวจพบ เท่ากับ 0.005 มก./กก. และขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ เท่ากับ 0.01 มก./กก. ความแม่นยำและความเที่ยงจากการทดสอบ 10 ซ้ำ แสดงเป็น % recovery และ % RSD มีค่าเฉลี่ยในช่วง 80.0-105.2 และ 7.5-13.2 ตามลำดับ ซึ่งวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ไม่มีผลกระทบจากคุณสมบัติของเนื้อตัวอย่าง โดยมีช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ที่ 0.01-0.20 มก./กก. และมีประสิทธิภาพเหมาะสมในการวิเคราะห์เนื้อหมู นมโค และไข่ไก่ สอดคล้องตามข้อกำหนดเพื่อเฝ้าระวังการตกค้างของพาราควอตในอาหาร

คำสำคัญ: พาราควอต, เนื้อสัตว์, นม, ไข่, LC-MS/MS

Abstract

Paraquat is a type 4 hazardous substance that has been prohibited to produce, import, export, transit, or possess according to the notification of the Ministry of Industry No. 6 (B.E. 2563) Re: List of Hazardous Substances. Moreover, the Notification of the Ministry of Public Health No. 419 (B.E. 2563) Re: Food Containing Pesticide Residues indicates the criteria for paraquat regulation in meats, milk, and eggs that the minimum detection limit of the analytical method shall not exceed 0.005 mg/Kg. For enhancing the capability of the laboratory, an analytical method for paraquat determination in meat, milk, and eggs was developed by LC-MS/MS, which has high specificity and sensitivity for paraquat detection at the regulation limit. A test portion of 5 g was extracted by acidic acetonitrile, then centrifuged and purified through Hydrophilic-Lipophilic-Balanced (HLB) SPE cartridge. Finally, the multiple reaction monitoring (MRM) of m/z 171 and m/z 185 was used for determination and the detected amount was reported as paraquat cation. This method provides the limit of detection at 0.005 mg/kg and the limit of quantification at 0.01 mg/Kg. The accuracy and precision from the 10 repetitions showed by % recovery and % RSD are in the range of 80.0-105.2 and 7.5-13.2, respectively. There is no matrix effect in this method, and the linearity range is between 0.01-0.20 mg/Kg. This method has suitable performance for determining paraquat residue in pork, cow milk, and hen eggs, according with the regulation for monitoring the paraquat residue in foods.

Keywords: Paraquat, meat, milk, eggs, LC-MS/MS

Corresponding author: rattiyakorn.s@dmsc.mail.go.th