

บทคัดย่อ

การพัฒนาเทคนิคการเตรียมตัวอย่างเพื่อการตรวจวิเคราะห์สารปนเปื้อนและสารตกค้างในอาหาร เป็นงานวิจัยต่อเนื่อง 3 ปี เริ่มจากการขยายขอบข่ายการใช้เทคนิค QuEChERS ในการเตรียมตัวอย่างก่อนการตรวจวิเคราะห์ให้ครอบคลุมตัวอย่างข้าว ธัญพืช และผลิตภัณฑ์แปรรูปจากธัญพืช และให้ครอบคลุมกลุ่มสารกำจัดวัชพืชที่เป็นกลุ่มที่มีค่าการละลายสูง และตรวจวัดได้ยาก และใช้เทคนิคการตรวจวัดแบบ low-pressure gas chromatography ต่อร่วมกับแท่นเดิมแมสสเปกโตรเมทรี ในการตรวจวัดสารกำจัดศัตรูพืช 150 ชนิด ครอบคลุมทุกกลุ่มของสารกำจัดศัตรูพืชที่มีการใช้มากและอยู่ในข่ายที่ต้องควบคุม ในเมทริกซ์ผักและผลไม้ สามารถลดระยะเวลาการตรวจวัดได้มากกว่า 4 เท่า จากเดิมที่ต้องใช้เวลามากกว่า 30 นาที ลงเหลือเพียง <6.5 นาทีเท่านั้น จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีการ ได้ค่าร้อยละการคืนกลับและความเที่ยง 70-120% และ <20% RSD ตามลำดับ ค่าขีดจำกัดต่ำสุดการตรวจวัด < 5 นาโนกรัมต่อกรัม จัดเป็นวิธีการที่มีประสิทธิภาพสูงมาก ตรวจวัดได้รวดเร็ว เหมาะกับห้องปฏิบัติการที่ต้องทำการวิเคราะห์เป็นงานประจำ

นอกจากนี้ยังได้พัฒนาการตรวจวัดยาปฏิชีวนะตกค้างในเนื้อไก่ ครอบคลุมยาปฏิชีวนะ 24 ชนิด จาก 8 กลุ่มหลักได้แก่ กลุ่ม aminoglycosides 3 ชนิด, กลุ่ม β -lactam 3 ชนิด, กลุ่ม lincosamides 2 ชนิด, กลุ่ม macrolides 4 ชนิด, กลุ่ม quinolones 4 ชนิด, กลุ่ม sulfonamides 4 ชนิด, กลุ่ม tetracyclines 3 ชนิด และ amprolium สกัดด้วยตัวทำละลายและวิเคราะห์ด้วยเทคนิคลิควิดโครมาโทกราฟีแท่นเดิมแมสสเปกโตรเมทรี ใช้คอลัมน์แยกในระบบไฮโดรฟิลิก ได้วิธีการมีประสิทธิภาพสูง มีขีดจำกัดต่ำสุดการตรวจวัดที่ 0.1-10 ไมโครกรัมต่อกิโลกรัม ค่าร้อยละการคืนกลับและความเที่ยงที่ระดับความเข้มข้นต่ำสุดที่ยอมให้มีได้อยู่ที่ 53-99% และ $\leq 15\%$ ตามลำดับ วิธีการนี้ได้ทดลองใช้ในตัวอย่างเนื้อไก่ กุ้ง และไข่ พบว่าใช้ได้ดีและสามารถใช้ได้ในงานวิเคราะห์ที่ทำประจำในห้องปฏิบัติการ และได้ใช้เทคนิคการสกัดด้วยเส้นใยกลวงสกัดยาปฏิชีวนะ 11 ชนิดในน้ำ เส้นใยกลวงมีรูพรุน ขนาดเล็ก ราคาถูก สามารถเพิ่มความเข้มข้นของสารที่ต้องการตรวจวัดได้ถึง 156 เท่า มีขีดจำกัดการตรวจวัดต่ำถึง 10-250 นาโนกรัมต่อลิตร ค่าร้อยละการคืนกลับของวิธีการนี้เป็นที่น่าพอใจที่ระดับ 78-118%

Abstract

This research developed sample preparation techniques for efficient analyses of contaminants and residues in foods. This extended research started three years ago from modified QuEChERS methods for pesticide residues in rice grains and grain products. This unique QuEChERS procedure covers high water solubility herbicides that are very difficult to detect. Sample analysis was performed on low-pressure gas chromatography-tandem mass spectrometry (LP-GC/MS-MS) that quantifies 150 pesticides in different agricultural matrices. The analysis time was reduced 4-fold, from 30 mins by GC/MS-MS to 6.5 min. The method was fully validated and was found to be reliable (average recoveries 70-120%, reproducibility < 20% RSD) with good sensitivity (LOD <5 ng/g) and offers high sample throughput which makes it suitable for routine analysis.

Simple and sensitive method for multiresidue analysis of 24 common veterinary drugs from 8 classes (3 aminoglycosides, 3 β -lactams, 2 lincosamides, 4 macrolides, 4 quinolones, 4 sulfonamides, 3 tetracyclines, and amprolium) in chicken muscle was also developed. The method employed simple liquid-liquid extraction step followed by analysis by liquid chromatography–tandem mass spectrometric using hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC). The method proved to be very efficient with 0.1-10 $\mu\text{g kg}^{-1}$ limits of detection, recoveries ranged between 53–99% at 0.5-MRL, MRL, and 1.5-MRL spiking levels, satisfactory precision ($\text{RSD} \leq 15\%$) were also observed. The method was successfully tested on real samples (chicken muscle, shrimp, and egg) and is suitable for routine monitoring purposes.

Alternative extraction method, a carrier-mediated hollow-fiber liquid-phase microextraction (HF-LPME), was evaluated on antibiotic residues in water matrix. Eleventh common antibiotics were selected and the HF-LPME procedure was optimized in water using small and inexpensive disposable hollow fiber membrane. The proposed HF-LPME procedure was much superior to traditional extraction technique and provided up to 156 times enrichment. The detection limits ranged from 10-250 ngL^{-1} with relative recovery between 79-118%