

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่มไพรีทรอยด์ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงด้วยเทคนิค GC-MS เพื่อตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่มไพรีทรอยด์ในผลิตภัณฑ์ระหว่างปี พ.ศ. 2561 - 2566

หฤทัย แสงจรัสวิชัย วงเดือน นาคนิยม เมณะกา วีน และ ละเวง นิลมณี
สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ถนนพหลโยธิน 11000

บทคัดย่อ สารสังเคราะห์กลุ่มไพรีทรอยด์เป็นวัตถุอันตรายชนิดที่ 3 ตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย พ.ศ. 2535 มีพิษต่ำต่อสัตว์เลี้ยงลูกด้วยนม นิยมใช้เป็นสารสำคัญในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง ปัจจุบันผู้ผลิตมีการใช้สารสังเคราะห์กลุ่มไพรีทรอยด์ชนิดใหม่ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการออกฤทธิ์ไล่และทำให้ยุงหงายท้องแต่ไม่แสดงชื่อสารสำคัญบนฉลาก การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์ในการทดสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่มไพรีทรอยด์ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง ด้วยเทคนิค GC-MS จำนวน 7 ชนิด ได้แก่ transfluthrin, heptafluthrin, metofluthrin, dimefluthrin, esbiothrin, prallethrin และ meperfluthrin ใช้เวลาในการวิเคราะห์ 10 นาที โดยใช้คอลัมน์ 5% phenyl-methylpolysiloxane ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 200°C (7 min) จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 120°C/min จนถึง 280°C (3 min) flow rate 0.8 mL/min ผลการทดสอบความใช้ได้ของวิธีของสารทั้ง 7 ชนิด พบว่าให้ค่าการแยกระหว่างพีคของสารเท่ากับ 0.45, 6.01, 3.11, 0.59, 0.83 และ 3.26 ตามลำดับ และค่ามวลต่อประจุเท่ากับ 91/127/163/165, 145/163/176/177, 67/109/176/177, 81/123/176/177, 79/107/123/136, 77/81/105/123 และ 91/163/165/176 ตามลำดับ ชีตจำกัดของการตรวจพบเชิงคุณภาพ เท่ากับ 0.001% w/w และผลการตรวจเอกลักษณ์ตัวอย่างยาจุดกันยุงระหว่างปี พ.ศ. 2561-2566 จำนวน 279 ตัวอย่าง พบผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดสารสำคัญมากกว่าฉลากระบุ จำนวน 47 ตัวอย่าง (17%) ดังนั้นวิธีที่พัฒนานี้จึงมีความเหมาะสม รวดเร็ว ความจำเพาะสูง และขีดจำกัดของการตรวจพบสารในปริมาณที่ต่ำ สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในงานบริการตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์ผลิตภัณฑ์ดังกล่าวได้

คำสำคัญ: ตรวจเอกลักษณ์ไพรีทรอยด์, GC-MS, ผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง

Corresponding author E-mail: haruthai.s@dmsc.mail.go.th

Received: 16 July 2024

Revised: 22 October 2024

Accepted: 31 October 2024

บทนำ

ทวีปเอเชีย แอฟริกา และอเมริกาใต้มีการใช้ยาจุดกันยุงอย่างแพร่หลาย เพื่อป้องกันยุงที่เป็นพาหะก่อให้เกิดโรคติดต่อโดยยุง ได้แก่ โรคไข้เลือดออกและโรคไข้มาลาเรีย เป็นต้น ยาจุดกันยุงมีทั้งแบบชนิดขด (coil) และชนิดแท่งคล้ายธูป (stick) ปรับแต่งกลิ่นให้หอมเลียนแบบธรรมชาติ เพื่อกลบกลิ่นเผาไหม้และกลิ่นของสารเคมี ควินของยาจุดกันยุง⁽¹⁾ ประกอบด้วยอนุภาคขนาดเล็ก, polycyclic aromatic hydrocarbons, aldehydes และ ketone ซึ่งสารเหล่านี้ก่อให้เกิดอันตรายต่อผู้บริโภค สารสำคัญในยาจุดกันยุง^(2,3) คือ สารอินทรีย์สังเคราะห์ในกลุ่มไพเรทรอยด์ (pyrethroids) สารกลุ่มนี้มีความเป็นพิษต่ำต่อสัตว์เลี้ยงลูกด้วยนม มีความเสถียรสูง แต่มีพิษต่อสัตว์ไม่มีกระดูกสันหลัง เมื่อจุดไฟให้เกิดการเผาไหม้ สารสำคัญจะระเหยออกฤทธิ์ไต่ยุงหรือทำให้ยุงตกลงมาหงายท้อง (knock down) โดยการเข้าสู่ทางผิวหนัง สารเหล่านี้จะจับกับไขมันในเซลล์ประสาทของแมลง ยับยั้งการทำงานการส่งต่อกระแสประสาททำให้แมลงสั่น กระตุก เป็นอัมพาต และตายในที่สุด สารสำคัญกลุ่มไพเรทรอยด์ที่องค์การอนามัยโลกแนะนำให้ใช้ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง⁽²⁾ ได้แก่ d-allethrin, esbiothrin (d-trans-allethrin), dimefluthrin, metofluthrin, prallethrin และ transfluthrin ที่ระดับความเข้มข้นที่แตกต่างกัน ดังนี้ 0.1–0.3%, 0.05–0.3%, 0.004–0.03%, 0.004–0.03, 0.03–0.08 และ 0.02–0.05% ตามลำดับ ผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงส่วนใหญ่มีสารสำคัญเพียงหนึ่งชนิด สาร d-allethrin มีขึ้นครั้งแรกเมื่อปี พ.ศ. 2493 ระยะเวลาที่นำมาใช้จะออกฤทธิ์ไล่และกำจัดยุงได้ผลดี^(4,5) แต่ระยะถัดมาเกิดการต้านและดื้อยาของยุงและแมลง ปัจจุบันมีการสังเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroids ชนิดใหม่ทดแทน ได้แก่ metofluthrin, meperfluthrin, dimefluthrin และ momfluorothrin⁽⁶⁾ เป็นต้น

การวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroids ได้แก่ thin layer chromatography (TLC), gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) และ high performance liquid chromatography (HPLC) เป็นต้น Yan H และคณะ⁽⁷⁾ ได้พัฒนาวิธีการตรวจ

วิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroids จำนวน 9 ชนิด ได้แก่ permethrin, transfluthrin, beta-cypermethrin, prallethrin, tetramethrin, transfluthrin, cyphenothrin, phenothrin และ imiprothrin ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงและสเปรย์อัดแก๊สที่ใช้ภายในครัวเรือน ด้วยเทคนิค capillary gas chromatography-flame ionization detector คอลัมน์ KB-1 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) ด้วยสภาวะที่เหมาะสม 180°C (3 min) อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10°C/min จนถึง 240°C (10 min) ถัดไปอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20°C/min จนถึง 270°C (13 min) พบว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถแยกสารออกจากกัน ใช้เวลาวิเคราะห์ 18 นาทีขีดจำกัดของการตรวจพบเชิงคุณภาพ (limit of detection; LOD) ช่วง 0.04–0.11 mg/L Vivon M และคณะ⁽⁸⁾ ได้พัฒนาวิธีการตรวจวิเคราะห์สาร transfluthrin ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงและผลิตภัณฑ์กำจัดแมลงชนิดของเหลวโดยใช้ acetone เป็นตัวทำละลาย ผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงใช้การสกัดแบบ soxhlet extraction และผลิตภัณฑ์กำจัดแมลงชนิดของเหลวใช้การสกัดแบบ liquid-liquid extraction และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค gas chromatography-flame ionization detector (GC-FID) คอลัมน์ HP-5 (30 m × 0.32 mm × 0.25 μm) จากสภาวะที่เหมาะสมอุณหภูมิ injector, column และ detector เท่ากับ 290, 190 และ 300°C ตามลำดับ ใช้เวลาวิเคราะห์ 6 นาที LOD เท่ากับ 0.005% w/w ซึ่งวิธีที่พัฒนาขึ้นมีความถูกต้องและแม่นยำ Sakaue S และคณะ⁽⁹⁾ ศึกษาการตรวจวิเคราะห์สาร allethrin ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงโดยเทคนิค GC ใช้ตัวทำละลาย toluene และ 99% formic acid (อัตราส่วน 5:1) สกัดแบบ shaking extraction ใช้เวลาวิเคราะห์ 30 นาที

ประเทศไทยใช้สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในบ้านเรือนหรือทางสาธารณสุขนำมาใช้เพื่อประโยชน์แก่การระงับ ป้องกัน ควบคุม ไล่ กำจัดแมลง และสัตว์อื่น โดยจัดเป็นวัตถุอันตรายชนิดที่ 3 ในความรับผิดชอบของสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา (อย.) ตามพระราชบัญญัติวัตถุอันตราย

พ.ศ. 2535 โดยกำหนดให้ผู้ผลิต ผู้นำเข้า ผู้ส่งออก หรือ ผู้มีไว้ในครอบครอง ต้องขอขึ้นทะเบียนวัตถุอันตราย และได้รับอนุญาตให้ดำเนินการจากเจ้าหน้าที่ก่อนจึงจะประกอบกิจการได้ ฉลากผลิตภัณฑ์วัตถุอันตรายต้องแสดงเลขทะเบียนวัตถุอันตราย ชื่อสารสำคัญ และปริมาณของสารสำคัญ⁽¹⁰⁾ ให้เป็นไปตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่อง ฉลากของวัตถุอันตรายที่ออก. รับผิดชอบ พ.ศ. 2558 ลงวันที่ 28 สิงหาคม 2558 และมีการกำหนดเกณฑ์ค่าคลาดเคลื่อนจากปริมาณที่กำหนดไว้ของสารสำคัญที่แสดงในฉลาก⁽¹¹⁾ โดยขึ้นกับปริมาณสารสำคัญในฉลากที่ระบุไว้เป็นร้อยละของน้ำหนักต่อปริมาตร (%w/v) หรือร้อยละของน้ำหนักต่อน้ำหนัก (%w/w) หากผลิตภัณฑ์แสดงข้อความบนฉลากไม่เป็นตามความจริงถือว่าผลิตภัณฑ์นั้นผิดกฎหมาย และหากตรวจพบปริมาณสารสำคัญเกินกว่าเกณฑ์การยอมรับถือว่าผลิตภัณฑ์นั้นผิดมาตรฐาน โดยผลิตภัณฑ์นั้นต้องมีผลการทดสอบประสิทธิภาพผ่านเกณฑ์ที่กำหนด

จากสถานการณ์ผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงผิดกฎหมาย ปี พ.ศ. 2557 อย.ร่วมกับกองบังคับการปราบปรามการกระทำความผิดเกี่ยวกับการคุ้มครองผู้บริโภค (บก.ปคบ.)⁽¹²⁾ เข้าตรวจสอบแหล่งผลิต นำเข้าจำหน่าย พบผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงที่แสดงฉลากภาษาต่างประเทศและไม่ได้ขึ้นทะเบียนกับอย. โดยลักลอบนำเข้าจากสาธารณรัฐประชาชนจีน ปี พ.ศ. 2560⁽¹³⁾ พบผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงชนิดขวดและชนิดแท่งคล้ายรูปมีฉลากภาษาต่างประเทศ ไม่ระบุสารสำคัญและเลขทะเบียนวัตถุอันตราย วางจำหน่ายตามท้องตลาดบริเวณแนวชายแดนประเทศไทย ปี พ.ศ. 2561⁽¹⁴⁾ พบผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงแสดงฉลากภาษาไทย มีเลขทะเบียนวัตถุอันตราย แต่มีสารสำคัญที่เป็นวัตถุอันตรายชนิดที่ 3 มากกว่าที่แสดงบนฉลาก ทั้งนี้เพื่อเพิ่มประสิทธิผลในการไล่ยุงหรือทำให้ยุงตาย และปี พ.ศ. 2566⁽¹⁵⁾ อย.ร่วมกับตำรวจสอบสวนกลาง ยึดผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงที่ไม่มีเลขทะเบียนวัตถุอันตราย ไม่มีฉลากภาษาไทยที่โรงงานผลิตและจุดกระจายสินค้า โดยผลิตภัณฑ์เหล่านี้ถูกส่งตรวจวิเคราะห์ที่สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ เพื่อหาสารสำคัญใช้ประกอบการดำเนินการทางกฎหมาย

เทคนิคการตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์กำจัดแมลง ได้แก่ เทคนิค spectroscopy⁽¹⁶⁾ โดยเปรียบเทียบ spectrum ของสารมาตรฐานกับสารตัวอย่าง เช่น infrared spectroscopy (IR), nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR) และ mass spectrometry (MS) เทคนิค chromatography^(16,17) โดยเปรียบเทียบ retention time (RT) ของสารมาตรฐานกับสารละลายตัวอย่าง เช่น GC และ HPLC ปัจจุบันมีการพัฒนาเทคโนโลยีของเครื่องมือเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพมากขึ้น โดยนำเทคนิค spectroscopy เชื่อมต่อกับเทคนิค chromatography เช่น GC-MS และ HPLC-MS ในการตรวจเอกลักษณ์ ทำการพิจารณาเปรียบเทียบ spectrum และ RT ของสารมาตรฐานกับสารละลายตัวอย่าง ซึ่งมีความจำเพาะ ความไว ความแม่นยำ และสามารถวิเคราะห์สารได้หลายชนิดในเวลาเดียวกัน

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทดสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง โดยใช้เทคนิค GC-MS และใช้เป็นมาตรฐานวิธีให้บริการตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงของสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย ซึ่งในประเทศไทยยังไม่มีห้องปฏิบัติการที่ให้บริการตรวจเอกลักษณ์สารสำคัญกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงโดยวิธี GC-MS เดิมห้องปฏิบัติการมีการตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids โดยเทคนิค GC-FID เพื่อแยกการตรวจสารแต่ละชนิดทำให้ใช้เวลาในการวิเคราะห์นาน แต่วิธี GC-MS เป็นเทคนิคที่มีความแม่นยำสูง และสามารถวิเคราะห์สารได้หลายชนิดในเวลาเดียวกัน จึงพัฒนาวิธีเพื่อนำมาใช้ตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids โดยเก็บข้อมูลผลตรวจเอกลักษณ์ในตัวอย่างยาจุดกันยุงทั้งชนิดขวดและชนิดแท่งคล้ายรูปจำนวน 279 ตัวอย่าง ที่ส่งตรวจวิเคราะห์ทั้งหน่วยงานภาครัฐและเอกชน ระหว่างปี พ.ศ. 2561-2566 ทำการทดสอบความใช้ได้ของวิธีของสารกลุ่ม pyrethroids จำนวน 7 ชนิด ได้แก่ transfluthrin, heptafluthrin, metofluthrin, dimefluthrin, esbiothrin,

prallethrin และ meperfluthrin ปัจจุบันสารดังกล่าว นิยมใช้เป็นสารสำคัญในการออกฤทธิ์กำจัดแมลง ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงและเป็นสารสำคัญสำหรับผลิตภัณฑ์ ยาจุดกันยุงที่อยู่ในรายการที่ต้องขึ้นทะเบียนกับ ออย. ได้แก่ transfluthrin, metofluthrin, esbiothrin และ prallethrin เป็นต้น

วัสดุและวิธีการ

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง (Sartorius, รุ่น LA 230S, Germany), อ่างน้ำแบบควบคุมอุณหภูมิ (Mettler, รุ่น W350, Germany), เครื่องบดป่น (WARING, รุ่น HGB2WT, USA), ชุดสกัด soxhlet ประกอบด้วย round bottom flask, extractor capacity และ condenser, cellulose extraction thimbles ขนาด 30 mm × 100 mm (Whatman, UK), membrane filter ชนิด Nylon ขนาด 0.45 µm (Vertical, Thailand), glass syringe filter ขนาด 10 mL เครื่อง GC-MS (Agilent Technology, รุ่น GC6890N/MS5975B, Singapore) และ analytical column ชนิด 5% phenyl-methylpolysiloxane Ultra Inert (DB-5 UI) ขนาด 30 m, 0.25 mm id, 0.25 µm film thickness (Agilent Technology, Singapore)

สารมาตรฐานและสารเคมี

สารมาตรฐาน: สารกลุ่ม pyrethroids จำนวน 7 ชนิด ได้แก่ transfluthrin (ChemService, USA), heptafluthrin (HEBEI SENTON, China), metofluthrin และ prallethrin (Sumitomo chemical, Japan), dimefluthrin (Dr.Ehrenstorfer, Germany), esbiothrin และ meperfluthrin (Jiangsu Yangnong Chemical, China) ความบริสุทธิ์ (purity) ร้อยละ 93.8–99.5

สารเคมี: acetone, AR grade (Merck, USA)

ตัวอย่าง

ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงที่มีจำหน่ายในประเทศไทย เพื่อใช้ในการทดสอบความใช้ได้ของวิธีการตรวจเอกลักษณ์ (identification) ได้แก่ ความจำเพาะ (specificity) และขีดจำกัดของการตรวจพบ (LOD)

ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงชนิดชดและชนิดแท่งคล้ายรูป จำนวน 279 ตัวอย่าง จากการให้บริการตรวจวิเคราะห์ของสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตรายระหว่างปี พ.ศ. 2561–2566

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน stock standard solution และ standard solution

เตรียมสารละลายมาตรฐาน stock standard solution โดยชั่งสาร transfluthrin, heptafluthrin, metofluthrin, dimefluthrin, esbiothrin, prallethrin และ meperfluthrin แต่ละสาร 0.01 g ความละเอียด 0.1 mg ลงใน volumetric flask ขนาด 10 mL แต่ละขวด ปรับปริมาตรด้วย acetone จะได้สารละลายมาตรฐาน stock standard solution ของ transfluthrin, heptafluthrin, metofluthrin, dimefluthrin, esbiothrin, prallethrin และ meperfluthrin ที่มีความเข้มข้น 1.0 mg/mL

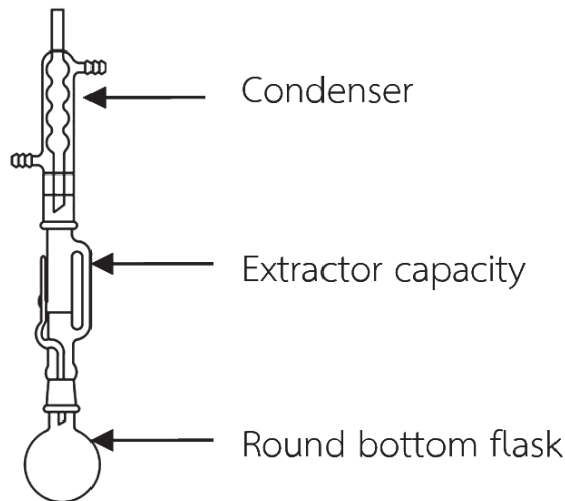
เตรียมสารละลายมาตรฐาน standard solution โดยปิเปตจากสารละลายมาตรฐาน stock standard solution แต่ละชนิดสาร ปริมาตร 0.5 mL ลงใน volumetric flask ขนาด 10 mL ปรับปริมาตรด้วย acetone จะได้สารละลายมาตรฐาน standard solution ผสมของแต่ละชนิดสาร ที่มีความเข้มข้น 0.05 mg/mL

การเตรียมสารละลายตัวอย่าง⁽⁹⁾

นำตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงหักเป็นท่อนขนาดเล็กและบดให้ละเอียดด้วยเครื่องบดป่น (blender) ชั่งตัวอย่างประมาณ 10–15 mg ใส่ใน cellulose extraction thimbles ของชุดสกัด soxhlet⁽¹⁸⁾ ทำการวิเคราะห์ 2 ซ้ำ (duplicate sample) โดยสกัดตัวอย่างด้วย acetone ปริมาณ 120 mL ที่อ่างน้ำแบบควบคุมอุณหภูมิ 85–90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดย

จับเวลาเมื่อ acetone เริ่มกลั่น เมื่อครบเวลาการสกัด ยกชุดสกัด soxhlet ขึ้นจากอ่างน้ำแบบควบคุมอุณหภูมิ ทิ้งให้เย็น นำ thimbles ที่มีตัวอย่างออก จากนั้นล้าง condenser และ extractor capacity ด้วย acetone ประมาณ 5-10 mL จำนวน 3 ครั้ง เท acetone ที่ได้จากการล้างใส่ใน round bottom flask 250 mL นำสารละลายตัวอย่างที่ได้มาลดปริมาตรด้วยการ

evaporation ให้เหลือปริมาตร 2-3 mL ถ่ายตัวอย่างที่เหลือใส่ volumetric flask ขนาด 25 mL โดยใช้ glass dropper ล้างและปรับปริมาตรด้วย acetone จากนั้นกรองสารละลายตัวอย่างด้วย nylon membrane filter 0.45 μm เก็บในขวดแก้ว ขนาด 2 mL เพื่อนำไปตรวจเอกลักษณ์ด้วยเครื่อง GC-MS ดังแสดงในภาพที่ 1



ภาพที่ 1 Soxhlet apparatus ใช้สกัดสารละลายตัวอย่างในผลิตภัณฑ์ยาจุกันยุง

สภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS

การตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ด้วยเทคนิค GC-MS ใช้สภาวะดังนี้ injector: automatic liquid sampler (ALS), injection volume 1 μL , split flow 40 mL/min, injection temperature 290°C, oven temperature program: initial temperature 200°C hold 7 min, ramp rate 120°C/min to 280°C, transfer line temperature: 300°C, scan mode: 33-550 amu, scan ionization mode: electron impact (EI), ion source temperature 230°C, quadrupole temperature: 150°C and feed 1 mL

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีตรวจเอกลักษณ์

การทดสอบความจำเพาะของวิธี (specificity)

เพื่อตรวจสอบเอกลักษณ์ของวิธี โดยพิจารณาความจำเพาะของวิธี สารละลายมาตรฐาน standard

solution ผสมของแต่ละชนิดสาร ที่มีความเข้มข้น 0.05 mg/mL (จำนวน 7 ซ้ำ) นำมาทดสอบในสภาวะที่เหมาะสม พิจารณาเวลาการถูกชะออก (retention time; RT) ค่าความสามารถในการแยก (resolution; Rs) ค่าความสมมาตรของพีค (tailing factor; T) และมวลต่อประจุ (m/z) พร้อมทั้งวิเคราะห์ method blank (reagent blank) ที่ใช้ acetone แทนตัวอย่าง และ sample blank เมื่อไม่พบ peak ที่เวลาที่สารถูกชะออก จากคอลัมน์และมวลต่อประจุใกล้เคียงกับสารมาตรฐาน แสดงว่าวิธีไม่มีสารรบกวนและวิธีมีความจำเพาะ⁽¹⁹⁾

ขีดจำกัดของการตรวจพบ (limit of detection; LOD)

ทดสอบโดยเติมสารละลายมาตรฐานแต่ละชนิดสาร ที่ระดับความเข้มข้น 0.005 mg/mL ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาจุกันยุง (sample blank) โดยวิเคราะห์ จำนวน 7 ซ้ำ (n = 7) จากนั้นนำไปสกัดตัวอย่างด้วย

ชุดสกัด soxhlet และวิเคราะห์ในสภาวะที่เหมาะสม ซึ่งเป็นการยืนยันค่าจากการคำนวณ signal to noise (S/N) ที่ค่า LOD คือ ระดับความเข้มข้นที่ให้ค่า S/N มากกว่า 3⁽¹⁹⁾

การตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่มไพรีทรอยด์ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง

นำตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงชนิดชด และชนิดแท่งคล้ายรูป จำนวน 279 ตัวอย่าง เตรียมสารละลายตัวอย่างและนำไปเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานผสมของแต่ละชนิดสาร ที่มีความเข้มข้น 0.05 mg/mL เพื่อตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่มไพรีทรอยด์ในสภาวะที่เหมาะสมด้วยเทคนิค GC-MS ทำการตรวจยืนยันชนิดของสารสำคัญที่ตรวจพบ โดยเปรียบเทียบสเปกตรัมของสารละลายตัวอย่างกับสารมาตรฐาน กำหนด qualifier ion ratio ไม่เกินร้อยละ 20 เพื่อสร้างความเชื่อมั่นว่าเป็นสารชนิดเดียวกัน

ผล

การทดสอบความจำเพาะของวิธี (specificity)

เมื่อนำสารละลายมาตรฐานผสมทั้ง 7 ชนิด transfluthrin, heptafluthrin, metofluthrin, dimefluthrin, esbiothrin, prallethrin และ meperfluthrin ภายใต้สภาวะของเครื่อง GC-MS พบว่าตำแหน่งเวลาการถูกชะออกของสารสำคัญในสารละลายมาตรฐาน สามารถแยกพีคออกจากกันอย่างสมบูรณ์ มีค่า retention time (RT) อยู่ในช่วง 5.97–8.81 นาที ค่า resolution (Rs) อยู่ในช่วง 0.45–6.01 ค่า tailing factor (T) อยู่ในช่วง 1.00–2.00 และค่ามวลต่อประจุ (m/z) อยู่ในช่วง 43–177 ดังแสดงในตารางที่ 1 สเปกตรัมของ m/z ดังแสดงในภาพที่ 2 จากการวิเคราะห์ method blank และ sample blank ตรวจไม่พบสารรบกวนที่มี RT และ m/z เดียวกันกับสารมาตรฐาน แสดงว่าวิธีไม่มีสารรบกวนและมีความจำเพาะดังแสดงในภาพที่ 3

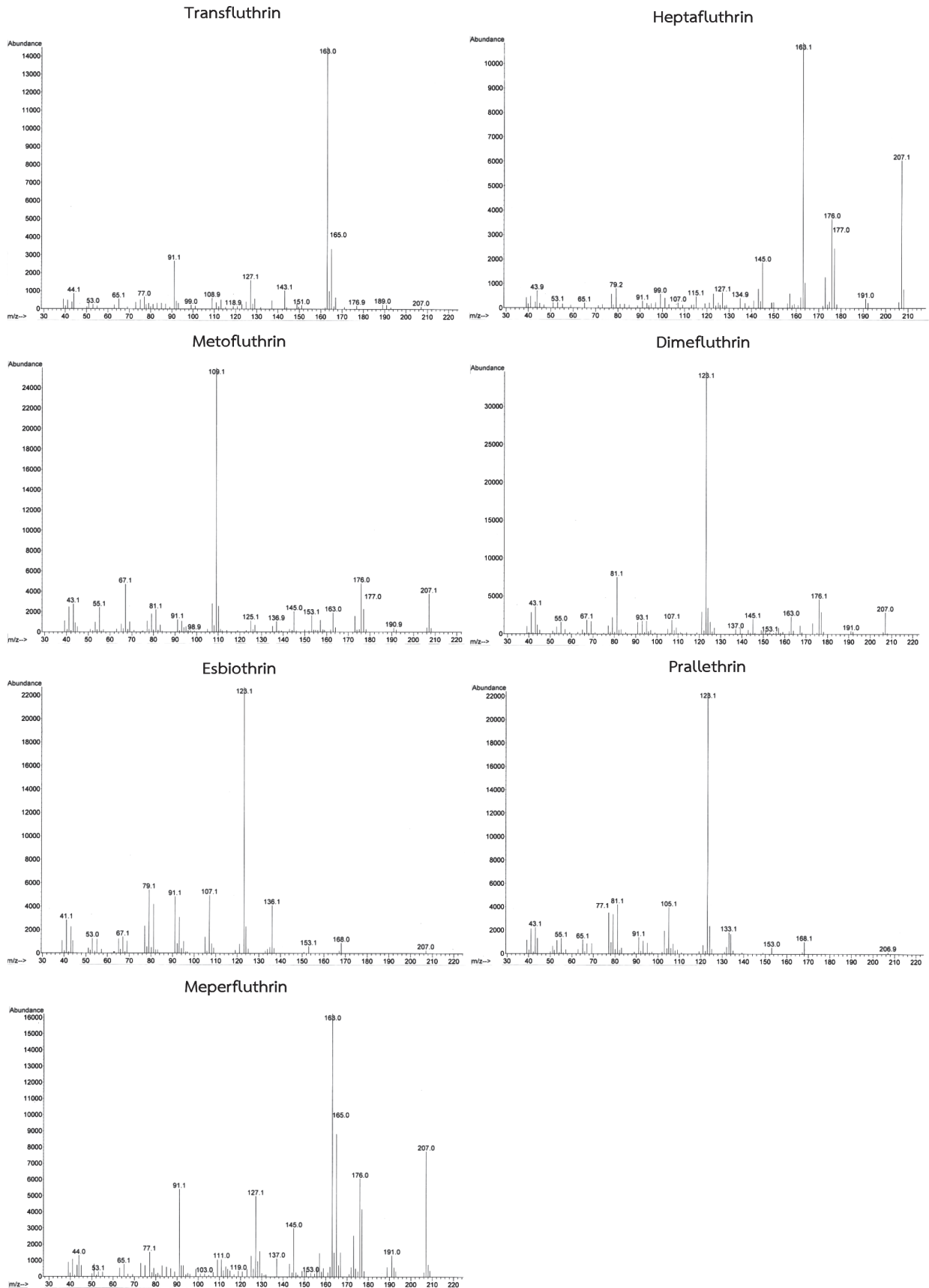
ตารางที่ 1 Parameter ในการวิเคราะห์สารกลุ่ม pyrethroids 7 ชนิด

Compounds	Parameter			
	RT (min)	Rs	T	m/z
Transfluthrin	5.97	–	1.00	163(100)/165/91/127
Heptafluthrin	6.06	0.45	1.00	163(100)/176/177/145
Metofluthrin	7.30	6.01	1.00	109(100)/176/67/177
Dimefluthrin	7.87	3.11	1.50	123(100)/81/176/43
Esbiothrin	7.98	0.59	2.00	123(100)/79/107/136
Prallethrin	8.14	0.83	2.00	123(100)/105/77/81
Meperfluthrin	8.81	3.26	1.50	163(100)/165/176/91

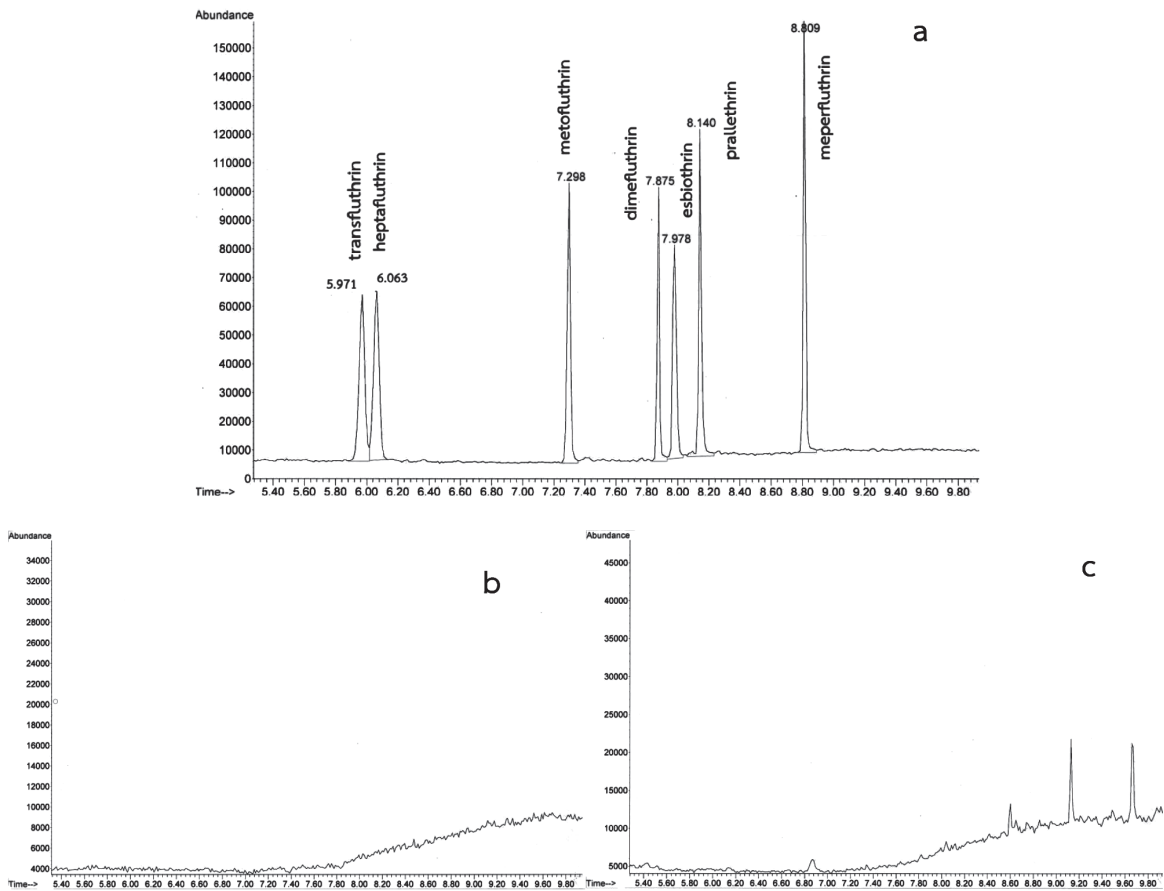
การทดสอบขีดจำกัดของการตรวจพบ (limit of detection; LOD)

จากการทดสอบพบว่าปริมาณต่ำสุดของสารละลายมาตรฐานทั้ง 7 ชนิด ที่เติมลงในตัวอย่างผลิตภัณฑ์

ยาจุดกันยุง มีความแตกต่างระหว่างสัญญาณของแต่ละพีคสารกับสัญญาณรบกวน (signal to noise; S/N) ประมาณ 3 เท่า คือ ที่ความเข้มข้น 0.005 mg/mL หรือ 0.001%w/w



ภาพที่ 2 สเปกตรัมของมวลต่อประจุของสารละลายมาตรฐานกลุ่ม pyrethroids 7 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.05 mg/mL



ภาพที่ 3 โครมาโทแกรมของ a คือ สารละลายมาตรฐาน กลุ่ม pyrethroids 7 ชนิด ที่ระดับความเข้มข้น 0.05 mg/mL, b คือ method blank และ c คือ sample blank

ผลการสำรวจผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงชนิดขดและชนิดแท่งคล้ายรูป

สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตรายให้บริการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงชนิดขดและชนิดแท่ง คล้ายรูป ระหว่างปี พ.ศ. 2561–2566 จำนวน 279 ตัวอย่าง จากการตรวจวิเคราะห์เอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในตัวอย่าง พบว่าแบ่งตัวอย่างเป็น 4 กลุ่มตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่อง ฉลากของวัตถุอันตรายที่ อย. รับผิดชอบ พ.ศ. 2558 ระบุให้ผลิตภัณฑ์ต้องแสดงชื่อสารสำคัญและอัตราส่วนสารสำคัญ ดังนี้ กลุ่มที่ 1 ผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดของสารสำคัญเป็นไปตามฉลากระบุ จำนวน 170 ตัวอย่าง (61%) กลุ่มที่ 2 ผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดของสารสำคัญมากกว่าที่ฉลากระบุ จำนวน 47 ตัวอย่าง (17%)

กลุ่มที่ 3 ผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดของสารสำคัญไม่เป็นไปตามฉลากระบุ จำนวน 15 ตัวอย่าง (5%) และกลุ่มที่ 4 ผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาต่างประเทศหรือไม่มีฉลากระบุชนิดของสารสำคัญ ตรวจพบสารสำคัญจำนวน 47 ตัวอย่าง (17%) ดังแสดงในตารางที่ 2 ซึ่งมีจำนวน 122 ตัวอย่าง จาก 279 ตัวอย่าง ที่ขึ้นทะเบียนกับอย. เมื่อตรวจเอกลักษณ์สารสำคัญในผลิตภัณฑ์ดังกล่าว สามารถแบ่งตัวอย่างเป็น 3 กลุ่ม ดังนี้ กลุ่มที่ 1 ผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดของสารสำคัญเป็นไปตามฉลากระบุ จำนวน 91 ตัวอย่าง (74%) กลุ่มที่ 2 ผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดของสารสำคัญมากกว่าที่ฉลากระบุ จำนวน 30 ตัวอย่าง (25%) และกลุ่มที่ 3 ผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาไทยตรวจไม่พบสารสำคัญตามฉลากระบุ จำนวน 1 ตัวอย่าง (1%) ดังแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 2 จำนวนตัวอย่างและร้อยละกลุ่มผลิตภัณฑ์ยาจูดกันยุงระหว่างปี พ.ศ. 2561 – 2566

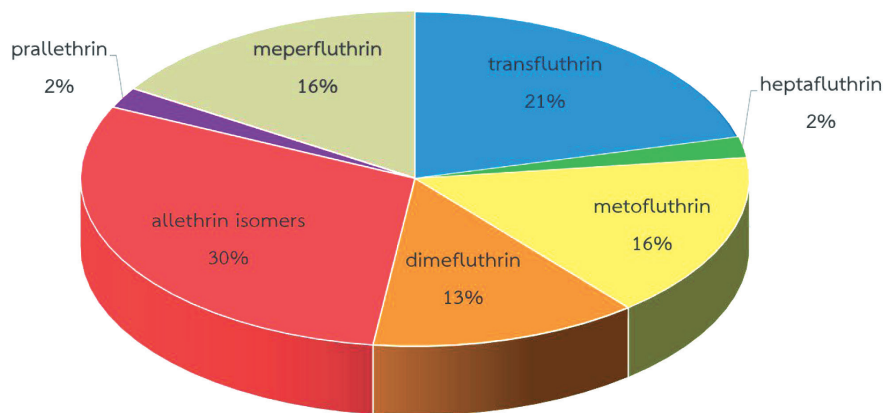
กลุ่มที่	จำนวนตัวอย่าง						รวม (ตัวอย่าง)	ร้อยละ
	พ.ศ. 2561	พ.ศ. 2562	พ.ศ. 2563	พ.ศ. 2564	พ.ศ. 2565	พ.ศ. 2566		
1	75	52	13	11	9	10	170	61
2	23	9	2	8	4	1	47	17
3	0	1	3	2	1	8	15	5
4	5	9	9	3	2	19	47	17
รวม	103	71	27	24	16	38	279	100

ตารางที่ 3 จำนวนตัวอย่างและร้อยละกลุ่มผลิตภัณฑ์ยาจูดกันยุงระหว่างปี พ.ศ. 2561–2566 ที่ขึ้นทะเบียนกับ อย.

กลุ่มที่	จำนวนตัวอย่าง						รวม (ตัวอย่าง)	ร้อยละ
	พ.ศ. 2561	พ.ศ. 2562	พ.ศ. 2563	พ.ศ. 2564	พ.ศ. 2565	พ.ศ. 2566		
1	51	32	5	0	3	0	91	74
2	12	8	1	2	0	7	30	25
3	0	1	0	0	0	0	1	1
รวม	63	41	6	2	3	7	122	100

ผลการสำรวจผลิตภัณฑ์ยาจูดกันยุงชนิดขวดและชนิดแท่งคล้ายรูป ระหว่างปี พ.ศ. 2561–2566 จำนวน 279 ตัวอย่าง พบชนิดของสารสำคัญกลุ่ม pyrethroids ที่ผู้ผลิตนิยมใช้เป็นสารออกฤทธิ์ไล่และกำจัดแมลง ดังนี้ สารในกลุ่ม allethrin isomers (d-allethrin, s-bioallethrin, esbiothrin และ bioallethrin) ร้อยละ 30 สาร transfluthrin ร้อยละ 21 สาร metofluthrin และ meperfluthrin ร้อยละ 16 สาร

dimefluthrin ร้อยละ 13 สาร prallethrin ร้อยละ 2 และ heptafluthrin ร้อยละ 2 ดังแสดงในภาพที่ 4 และผลิตภัณฑ์ยาจูดกันยุงชนิดขวด และชนิดแท่งคล้ายรูปที่ขึ้นทะเบียนกับอย. ในกลุ่มผลิตภัณฑ์ฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดของสารสำคัญมากกว่าที่ฉลากระบุพบชนิดสารสำคัญที่ใส่เพิ่มจากฉลากระบุมากที่สุด ได้แก่ สาร meperfluthrin (33%) สาร dimefluthrin (20%) และสาร allethrin isomers (18%) ตามลำดับ



ภาพที่ 4 สารกลุ่ม pyrethroids ที่ตรวจพบในผลิตภัณฑ์ยาจูดกันยุงและใช้เป็นสารออกฤทธิ์ไล่และกำจัดแมลง

วิจารณ์

เดิมห้องปฏิบัติการใช้วิธีตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids โดยใช้เทคนิค GC-FID แยกวิธีการตรวจแต่ละชนิดสาร⁽⁸⁾ เมื่อทำการตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์กำจัดแมลง ทำให้ใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์นาน จึงนำมาสู่การพัฒนาวิธีและทดสอบความใช้ได้ของวิธีตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง จำนวน 7 ชนิด ได้แก่ transfluthrin, heptafluthrin, metofluthrin, dimefluthrin, esbiothrin, prallethrin และ meperfluthrin ด้วยเทคนิค GC-MS สามารถแยกพีคออกจากกันได้ เมื่อพิจารณาค่า resolution พีคของคู่สารที่แยกไม่สมบูรณ์ คือ transfluthrin กับ heptafluthrin, dimefluthrin กับ esbiothrin และ esbiothrin กับ prallethrin วิธีที่พัฒนานี้ใช้เวลาวิเคราะห์ 10 นาที เป็นวิธีที่รวดเร็ว มีความจำเพาะสูง โดยพิจารณาจากเวลาการถูกชะออกและมวลต่อประจุที่แตกต่างกันของแต่ละชนิดสาร จากการแสดงผลในภาพสเปกตรัมของมวลต่อประจุ และสารแต่ละชนิดให้สัญญาณการตอบสนองต่อการตรวจวัดสูง จึงทำให้สามารถตรวจวิเคราะห์สารในปริมาณต่ำได้ดี ในการทดสอบความใช้ได้ของวิธีตรวจเอกลักษณ์ได้เลือกตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงเป็นตัวแทนในการทดสอบความใช้ได้ของวิธี เนื่องจากเป็นรูปแบบผลิตภัณฑ์ที่ปัจจุบันมีการเปลี่ยนแปลงสารสำคัญที่ขอขึ้นทะเบียนบ่อย. เพิ่มมากขึ้นในประเทศไทย ดังนั้นวิธีตรวจเอกลักษณ์ที่พัฒนาขึ้นสามารถนำไปประยุกต์ใช้วิธีตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์กำจัดแมลงรูปแบบอื่นๆ เช่น ชนิดฉีดพ่นอัดก๊าซ แผ่นใช้กับเครื่องไฟฟ้าของเหลว ของเหลวใช้กับเครื่องไฟฟ้า และวัตถุดับที่ใช้ในการผลิต เป็นต้น

การตรวจเอกลักษณ์ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงพบผลิตภัณฑ์ที่มีฉลากภาษาต่างประเทศหรือไม่มีฉลากระบุชนิดของสารสำคัญ ตรวจพบสารสำคัญกลุ่ม pyrethroids แต่ไม่ได้ขึ้นทะเบียนผลิตภัณฑ์วัตถุอันตราย ถือเป็นผลิตภัณฑ์ผิดกฎหมาย ซึ่งผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีการลักลอบนำเข้ามาจากประเทศสาธารณรัฐประชาชนจีน และกัมพูชา จำหน่ายตามร้านขายของชำ ตลาดนัด

และผ่านทางอินเทอร์เน็ตจำนวนมาก ผลการตรวจเอกลักษณ์ทำให้ทราบว่าผู้ผลิตมีการใช้สารสำคัญในกลุ่ม pyrethroids มากกว่าฉลากระบุ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพออกฤทธิ์ไล่ยุงหรือทำให้ยุงตกลงมาหงายท้อง สารสำคัญที่พบมากที่สุดในการผลิตยุงยาคู่กันยุงเป็นสารกลุ่ม allethrin isomers (d-allethrin, s-bioallethrin, esbiothrin, bioallethrin) เนื่องจากราคาต่ำกว่าสารสังเคราะห์กลุ่ม pyrethroids ชนิดอื่น จึงใช้สารสำคัญชนิดนี้มาเป็นเวลานานทำให้ยุงเกิดการดื้อยา^(4, 20-22) การออกฤทธิ์ไล่ยุงหรือทำให้ยุงตกลงมาหงายท้องได้น้อยลง ปัจจุบันจึงมีบริษัทผู้ผลิตสารเคมีสังเคราะห์สารในกลุ่ม pyrethroids ชนิดใหม่ทดแทน เพื่อเป็นทางเลือกให้ผู้ผลิตผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงมากขึ้น

สารกลุ่ม pyrethroids สลายตัวได้ง่าย มีความเป็นพิษต่ำกว่าสารกำจัดแมลงประเภทอื่น แต่สามารถทำให้เกิดพิษได้โดยเฉพาะผู้ที่เกิดอาการแพ้จะทำให้ผิวหนังอักเสบ บวมแดง เยื่อจมูกอักเสบ จาม ไอ น้ำมูกไหล หายใจขัด เป็นต้น ผู้บริโภคควรระมัดระวังในการใช้งาน เลือกซื้อผลิตภัณฑ์จากร้านค้าที่น่าเชื่อถือ ผลิตภัณฑ์มีฉลากภาษาไทย และมีเลขทะเบียนวัตถุอันตรายทั้งนี้เพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภค

สรุป

การทดสอบความใช้ได้ของวิธีตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงด้วยเทคนิค GC-MS สามารถตรวจวิเคราะห์สารทั้ง 7 ชนิดในครั้งเดียว แสดงให้เห็นว่าวิธีตรวจเอกลักษณ์ที่นำมาใช้มีความถูกต้อง มีความแม่นยำ มีความจำเพาะ มีขีดจำกัดของการตรวจพบสารในปริมาณที่ต่ำ และเป็นวิธีที่มีความรวดเร็ว เหมาะสมกับการใช้งาน นำมาใช้เป็นมาตรฐานวิธีตรวจเอกลักษณ์สารกลุ่ม pyrethroids ในผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง ผลตรวจเอกลักษณ์ผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงระหว่างปี พ.ศ. 2561-2566 มีผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุงฉลากภาษาไทยตรวจพบชนิดสารสำคัญมากกว่าฉลากระบุ โดยผู้ผลิตใส่สารสำคัญเพิ่มเติมไม่แสดงบนฉลาก เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพออกฤทธิ์ไล่ยุงหรือทำให้ยุงหงายท้อง การศึกษานี้เป็นการกำหนดแนวทางการกำกับติดตามและเฝ้าระวังคุณภาพผลิตภัณฑ์ยาจุดกันยุง เพื่อ

คุ้มครองผู้บริโภคให้เกิดประโยชน์สูงสุดต่อสุขภาพและ
อนามัยของประชาชน

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ที่สนับสนุน
งบประมาณในการดำเนินงาน ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่
ห้องปฏิบัติการวัตถุอันตราย สำนักเครื่องสำอางและวัตถุ
อันตราย ที่ให้การสนับสนุนงานวิจัยสำเร็จลุล่วง และ
ขอขอบคุณสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา และ
บริษัทเอกชนที่ใช้ตัวอย่างในงานวิจัย

เอกสารอ้างอิง

1. Li S, Hao Z, Shen H, Wang F, Xie Z, Shen B, et al. Characteristics comparison of gaseous and particle-phase VOCs released by smoldering mosquito coils and their health risks. *Atmos Pollut Res* 2023; 14(8): 101811.
2. Department of Neglected Tropical Diseases. Pesticides and their application for the control of vectors and pests of public health importance. 6th ed. Geneva: World Health Organization; 2006.
3. Ahamad A, Kumar J. Pyrethroid pesticides: an overview on classification, toxicological assessment and monitoring. *J Hazard Mater Adv* 2023; 10: 100284. (15 pages).
4. พรพรรณเกษม แผ่พร, สุนัยนา สท้านไตรภพ, พรอนงค์ ทัดน้อย, สุนิสา อ่อนคง. การเปรียบเทียบประสิทธิภาพผลิตภัณฑ์ยาจุกันยุงเพื่อการเลือกใช้อย่างเหมาะสมในการป้องกันยุงกัด. *ว วิชาการสาธารณสุข* 2562; 28(1): S188-94.
5. Yang X, Zhou Y, Sun Y, Liu J, Jiang D. Multiple insecticide resistance and associated mechanisms to volatile pyrethroid in an *Aedes albopictus* population in southern China. *Pestic Biochem Physiol* 2021; 174: 104823. (6 pages).
6. Mori T, Tanaka Y, Uekawa T, Oshita J, Yamada M, Shono Y, et al. Momfluorothrin: a new pyrethroid insecticide. *Jpn J Environ Entomol Zool* 2017; 28(2): 87-90.
7. Yan H, Qiao F, Tian M, Row KH. Simultaneous determination of nine pyrethroids in indoor insecticide products by capillary gas chromatography. *J Pharm Biomed Anal* 2010; 51: 774-7.
8. Vivon M, Surihachan W. Development method for determination of transfluthrin in insecticide products by GC. CIPAC poster. [online]. 2019; [1 screen]. Available from: URL: https://www.cipac.org/images/pdf/2019/Posters/Poster%20CIPAC%202019_Thailand.pdf.
9. Sakaue S, Doi T, Doi T. Determination of allethrin and other pesticides in mosquito coils by the shaking extraction method. *Agric Biol Chem* 1985; 49(4): 921-4.
10. ประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่อง ฉลากของวัตถุอันตรายที่สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยาธิบดีชอบ (พ.ศ. 2558). ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 132 ตอนพิเศษ 219 ง (วันที่ 15 กันยายน 2558).
11. ประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่อง กำหนดเกณฑ์ค่าคลาดเคลื่อนจากปริมาณที่กำหนดไว้ของสารสำคัญในวัตถุอันตรายที่สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยาธิบดีชอบ (พ.ศ. 2555). ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 129 ตอนพิเศษ 107 ง (วันที่ 6 กรกฎาคม 2555).
12. สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา. อย. ลุยร่วม บก.ปคบ.จับใหญ่ “ยาจุกันยุง” ปลอม พบสารอันตราย ของกลางเพียบ. [ออนไลน์]. 2557; [สืบค้น 26 พฤษภาคม 2557]; [3 หน้า]. เข้าถึงได้ที่: URL: <https://db.oryor.com/databank/k2/pdfs/7805.pdf>.
13. สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา. อย. เตือน ระวังยาจุกันยุง และธูปหอมไล่ยุง ผิดกฎหมาย ผสมสารเมเพอร์ฟลูทริน เสี่ยงอันตราย. [ออนไลน์]. 2560; [สืบค้น 8 มิถุนายน 2560]; [2 หน้า]. เข้าถึงได้ที่: URL: <https://images.app.goo.gl/wB5JSagMwHTEdUbA8>.
14. สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา. ด่วน อย.เพิกถอนทะเบียนและใบอนุญาต ผลิตภัณฑ์ยาจุกันยุง เรนเจอร์ สแก๊ท และอาท พลัส ยาจุกันยุง 1 แล้ว. [ออนไลน์]. 2561; [สืบค้น 26 กันยายน 2561]; [1 หน้า]. เข้าถึงได้ที่: URL: https://oryor.com/media/newsUpdate/media_news/1371?ref=search.

15. สำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา. อย. ร่วม ดำรวจ สอบสวนกลาง (CIB) ทลายโรงงานผลิตยาจุดกัน ยุงเถื่อน และจุดกระจายสินค้า 3 จังหวัด ที่มีสารเคมี อันตรายกว่า 227,000 กล่อง มูลค่ากว่า 4,540,000 บาท. [ออนไลน์]. 2566; [สืบค้น 22 กันยายน 2566]; [3 หน้า]. เข้าถึงได้ที่: URL: <https://www.fda.moph.go.th/news/ยาจุดกันยุง>.
16. Dobrat W, Martijn A, editors. CIPAC handbook F analysis of technical and formulated pesticides. England: Collaborative International Pesticides Analytical Council; 2007. p. 404-406.
17. Dobrat W, Martijn A, editors. CIPAC handbook L analysis of technical and formulated pesticides. England: Collaborative International Pesticides Analytical Council; 2006. p. 17-22.
18. Dobrat W, Martijn A, editors. CIPAC handbook F analysis of technical and formulated pesticides. England: Collaborative International Pesticides Analytical Council; 2007. p. 21.
19. ทิพวรรณ นิ่งน้อย. แนวปฏิบัติการทดสอบความ ถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ทางเคมีโดยห้องปฏิบัติการ เตียว. นนทบุรี: กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวง สาธารณสุข; 2549.
20. Chin AC, Chen CD, Low VL, Lee HL, Azidah AA, Lau KW, et al. Comparative efficacy of commercial mosquito coils against *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) in Malaysia: A Nationwide Report. *J Econ Entomol* 2017; 110(5): 2247-51.
21. Mori T, Sugano M, Kubota S, Shono Y. Dimefluthrin: a new pyrethroid insecticide and innovative mosquito control agent. *Jpn J Environ Entomol Zool* 2014; 25(2): 81-3.
22. Kudom AA. Entomological surveillance to assess potential outbreak of *Aedes*-borne arboviruses and insecticide resistance status of *Aedes aegypti* from Cape Coast, Ghana. *Acta Trop* 2020; 202: 105257. (8 pages).

Method Validation of Identifying Pyrethroid Compounds in Mosquito Coils by GC-MS Technique for Pyrethroid Compounds Identification in Products During 2018–2023

Haruthai Sangjarusvichai, Wongduan Nakniyom, Menaka Vivon, and Laweng Nilmanee
Bureau of cosmetics and hazardous substances, Department of Medical Sciences, Nonthaburi 11000, Thailand

ABSTRACT Synthetic pyrethroids, category 3 hazardous substances in the hazardous substance Act B.E. 2535, are considered to have low mammalian toxicity, and used widely as an active ingredient of insecticide in mosquito coil. Currently, the manufacturers have used new pyrethroids to increase the efficiency of insect repellent and knockdown activity but do not show the name of the active ingredient on the label. This study was to validate a method for the identification of pyrethroid compounds in mosquito coils by GC-MS technique for seven types which were transfluthrin, heptafluthrin, metofluthrin, dimefluthrin, esbiothrin, prallethrin, and meperfluthrin. The time period of analysis was 10 minutes, using a 5% phenylmethylpolysiloxane column and oven temperature program set at 200°C for 7 minutes, then increased up until 280°C at 120°C/min for 3 minutes, and flow rate at 0.8 mL/min. The method validation results of seven compounds as the resolution were as 0.45, 6.01, 3.11, 0.59, 0.83 and 3.26, respectively, and mass/charge (m/z) were 91/127/163/165, 145/163/176/177, 67/109/176/177, 81/123/176/177, 79/107/123/136, 77/81/105/123, and 91/163/165/176, respectively. The limit of detection was 0.001%w/w. The pyrethroids identity results for 279 samples of mosquito coils during 2018–2023, 47 samples (17%) with Thai label detected active compounds more than labelled. The result of method development for the identification of pyrethroids was appropriate due to its rapidity, specificity and low detection limit. Thus, the method was useful for the pyrethroid identification in mosquito coils.

Keywords: Pyrethroids identification, GC-MS, Mosquito coils