

การเทียบผลวิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพูระหว่างห้องปฏิบัติการ

ประเทือง รอดเพ็งสังคะ¹ ชมฉไล ลินธุสาร¹ และฐิติมา ชูโฉม²

1. กองพิษวิทยา 2. ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์ 1 สงขลา

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์

บทคัดย่อ การเทียบผลวิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพูโดยใช้วิธี pentane-2,4-dione colorimetry ระหว่างห้องปฏิบัติการกองพิษวิทยาและห้องปฏิบัติการของบริษัทผู้ผลิต 3 แห่ง โดยใช้แชมพู 4 ตรา จากท้องตลาด ตราละ 4 ตัวอย่าง (รุ่นผลิตภัณฑ์เดียวกัน) รวม 16 ตัวอย่าง วิธีที่ใช้ตรวจวิเคราะห์เป็นวิธีมาตรฐานจาก Official Journal of the European Communities ปริมาณของฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแชมพู 4 ตัวอย่าง จากทุกห้องปฏิบัติการ มีค่าสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวน ระหว่างร้อยละ 3.45-11.54 และค่า percent recovery อยู่ระหว่าง 95.1-109.8 นับว่าเป็นวิธีที่มีความทนซ้ำได้และความทำซ้ำได้ดี (reproducibility and repeatability) ห้องปฏิบัติการบริษัทผู้ผลิตสามารถใช้ประโยชน์จากวิธีดังกล่าวในการตรวจหาปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ทั้งในวัตถุดิบ และผลิตภัณฑ์แชมพู เพื่อการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ต่อไป

ABSTRACT

Interlaboratory Result of Formaldehyde in Shampoo.

Pratuang Rodpingsangkaha¹ Chomchailai Sinthusarn¹ and Thitima Choochom²

¹ Division of Toxicology ² Regional Medical Sciences Center 1 Songkla, Department of Medical Sciences

Analysis of formaldehyde in shampoo using pentane-2,4-dione colorimetry were studied in the laboratories of the Department of Medical Sciences and three cosmetic manufacturers. Four samples were selected from the same batch of four brand shampoo from the markets, totally 16 specimens, and distributed to the laboratories. Employing the official method of the Official Journal of the European Communities, the percent coefficient of variations of formaldehyde content in four shampoo were from 3.45 to 11.54. The percent recovery is between 95.1-109.8. The results showed that the method was reproducible and can be used for quantitative analysis of formaldehyde in raw materials as well as finished cosmetic products for quality control purpose.

Key words : Colorimetry, Shampoo, Formaldehyde content

บทนำ

ฟอร์มาลดีไฮด์ เป็นสารควบคุมตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 17 พ.ศ. 2528 ออกตามความในพระราชบัญญัติเครื่องสำอาง พ.ศ. 2517 กำหนดให้ใช้ฟอร์มาลดีไฮด์เป็นวัตถุกันเสียในแชมพูไม่เกินร้อยละ 0.2 ปัจจุบันวัตถุกันเสียทุกชนิดถูกกำหนดให้เป็นสารที่ควบคุมฉลากตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 29 พ.ศ. 2531 นอกจากนี้วัตถุกันเสียบางประเภท ที่ใช้ในแชมพูจะสลายตัวให้ฟอร์มาลดีไฮด์เมื่อคั่งทิ้งไว้

กองพิษวิทยา กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ตรวจสอบปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพู โดยใช้วิธีเพนเทน-2, 4-ไดโอน คัลเลอร์ิเมตรี (Pentane-2,4-dione colorimetry) ซึ่งเป็นวิธีของ Official Journal of the European Communities⁽¹⁾ วิธีนี้เป็นที่นิยมใช้อย่างกว้างขวางเนื่องจากเป็นวิธีที่มีความไวสูง สามารถแก้ปัญหาการรบกวนของสีผสมในแชมพูได้ จากเอกสารของบริษัท Henkel⁽²⁾ รายงานว่าวิธีนี้ใช้วิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในวัตถุคิบั และผลิตภัณฑ์สำเร็จรูปประเภทแชมพู และผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด โดยสามารถใช้วิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ในความเข้มข้นน้อยที่สุด ตั้งแต่ร้อยละ 0.001 ขึ้นไป

เพื่อประโยชน์ในการควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพู และเพิ่มทักษะให้กับนักวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการบริษัทผู้ผลิต ในการควบคุมปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในวัตถุคิบัและผลิตภัณฑ์ก่อนจะออกสู่ท้องตลาดได้อย่างมีประสิทธิภาพ กองพิษวิทยาจึงดำเนินการศึกษาเทียบผลวิเคราะห์ โดยใช้สารมาตรฐานและวิธีวิเคราะห์เดียวกัน ระหว่างห้องปฏิบัติการกองพิษวิทยาและห้องปฏิบัติการของบริษัทผู้ผลิต 3 แห่ง ซึ่งกองพิษวิทยาได้เลือกเชิญเข้าร่วมงาน โดยพิจารณาจากประสบ-

การณ์ การเยี่ยมชมโรงงาน และห้องปฏิบัติการของบริษัทผลิตเครื่องสำอาง ซึ่งเป็นห้องปฏิบัติการที่ทันสมัย มีบุคลากรที่มีความรู้ ความชำนาญทางด้านการวิเคราะห์ทางเคมีอย่างดี แม้ว่าห้องปฏิบัติการเหล่านี้ ยังไม่เคยตรวจวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพูโดยวิธีนี้มาก่อน แต่มีเครื่องมือวิทยาศาสตร์พร้อมที่จะใช้ตรวจวิเคราะห์โดยวิธีนี้และยินดีให้ความร่วมมือในการเทียบผลการตรวจวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพูครั้งนี้

วัตถุประสงค์และวิธีการ

ตัวอย่าง ชื่อตัวอย่างแชมพู 4 ครา คราละ 4 ตัวอย่าง (รุ่นผลิตเดียวกัน) จากห้างสรรพสินค้าในกรุงเทพมหานคร แจกจ่ายแก่ห้องปฏิบัติการแห่งละ 4 ครา (4 ตัวอย่าง)

เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์และอ่างน้ำร้อนควบคุมอุณหภูมิ

สารเคมี

1. สารละลายฟอร์มาลดีไฮด์ AR 40% ผลิตภัณฑ์ของ คาร์โล เออร์บา
2. สารละลายเพนเทน-2,4-ไดโอน (Pentane-2,4-dione reagent) เตรียมโดย ละลาย 150 กรัมแอมโมเนียมอะซีเตต ลงใน volumetric flask ขนาด 1,000 มิลลิลิตร เติม 2 มิลลิลิตร เพนเทน-2,4-ไดโอน (pentane-2,4-dione) AR ผลิตภัณฑ์ของฟลูกา และ 3 มิลลิลิตร แรคอะเซติก เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร ค่าความเป็นกรด-ด่าง ประมาณ 6.4
3. สารละลายมาตรฐานอ้างอิง (reference reagent) เตรียมโดยละลาย 150 กรัม แอมโมเนียมอะซีเตตใน volumetric flask ขนาด 1,000 มิลลิลิตร เติม 3 มิลลิ-

ห้องปฏิบัติการของบริษัท
ปฏิบัติการที่ทันสมัย มี
แนวทางด้านการวิเคราะห์
เหล่านี้ ยังไม่เคยตรวจ
แชมพูโดยวิธีนี้มาก่อน
ที่จะใช้ตรวจวิเคราะห์
ผลการเทียบผลการตรวจ
แชมพูครั้งนี้

การ

ตรา ตราละ 4 ตัวอย่าง
น้ำใน กทมมหานคร
4 ตรา (4 ตัวอย่าง)

และอ่างน้ำร้อนควบคุม

ไฮด์ AR 40% ผลิต-

4-ไดโอน (Pentane-2,

ลาย 150 กรัมแอมโม-

ask ขนาด 1,000 มิลลิ-

4-ไดโอน (pentane-2,

กา แ 3 มิลลิลิตร

ปริมาตร ค่าความเป็น

อ้างอิง (reference rea-

อมโมเนียมอะซีเตตใน

ลลิลิตร เติม 3 มิลลิ-

ลิตร กรดอะเซติก เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร

4. กระดาษกรอง ผลิตภัณฑ์ของ Whatman ชนิด 1 PS (phase separation filter)

5. นอร์มอล บิวทานอล

6. สารละลายไอโอดีน 0.1 N และสารละลาย โซเดียมไทโอซัลเฟต 0.1 N ซึ่งทราบค่าความเข้มข้นแน่นอน

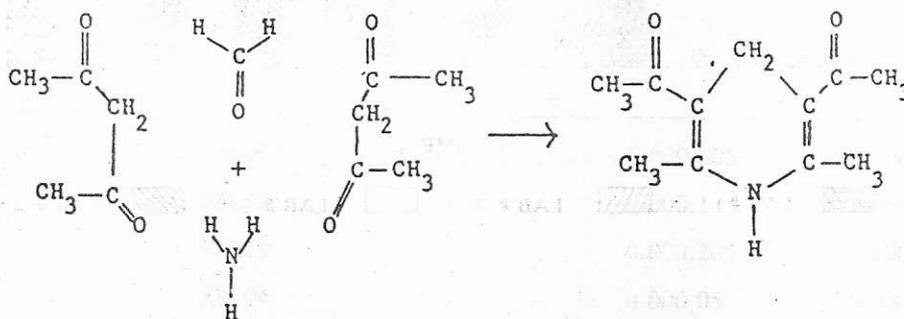
สารเคมีดังกล่าวข้างต้น ทุกห้องปฏิบัติการจัดซื้อ/เตรียมเอง ยกเว้นสารละลายฟอรัมาลดีไฮด์ AR 40% ซึ่งใช้เป็นสารละลายมาตรฐาน กองพิษวิทยาเป็นผู้จัดหา

การวิเคราะห์

ห้องปฏิบัติการกองพิษวิทยาได้ทำการตรวจเอกลักษณ์ของฟอรัมาลดีไฮด์ในตัวอย่างแชมพู โดยใช้วิธี Microdiffusion Method⁽³⁾ แล้วจึงส่งตัวอย่างให้แก่ห้องปฏิบัติการเพื่อวิเคราะห์ปริมาณ โดยใช้วิธีวิเคราะห์ เพน-

เทน-2,4-ไดโอน คัลเลอร์ริเมตร⁽¹⁾ พร้อมคู่มือขั้นตอน รายละเอียดวิเคราะห์ การคำนวณปริมาณ โดยกำหนดให้ห้องปฏิบัติการแต่ละแห่งวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ครั้งซ้ำ และการหา percent recovery ที่ความเข้มข้น 0.00080-0.0236%

หลักการวิเคราะห์ปริมาณ : ใช้ฟอรัมาลดีไฮด์รวมตัวกับอะเซติล อะซีโตน หรือเพนเทน-2,4-ไดโอน และแอมโมเนีย เกิดเป็น 3,5-ไดอะเซติล-1,4-ไดไฮโดรลูลิดิน ซึ่งสกัดด้วย นอร์มอล บิวทานอล แล้วนำชั้นนอร์มอล บิวทานอล ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 410 นาโนเมตร และคำนวณปริมาณฟอรัมาลดีไฮด์ โดยเปรียบเทียบกับ standard curve ใช้ reference sample solution ในการแก้ปัญหาการรบกวนของสีในตัวอย่างแชมพู ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น⁽⁴⁾ ดังแสดงในรูปที่ 1



รูปที่ 1 ปฏิกิริยาการรวมตัวของอะเซติลอะซีโตนกับฟอรัมาลดีไฮด์

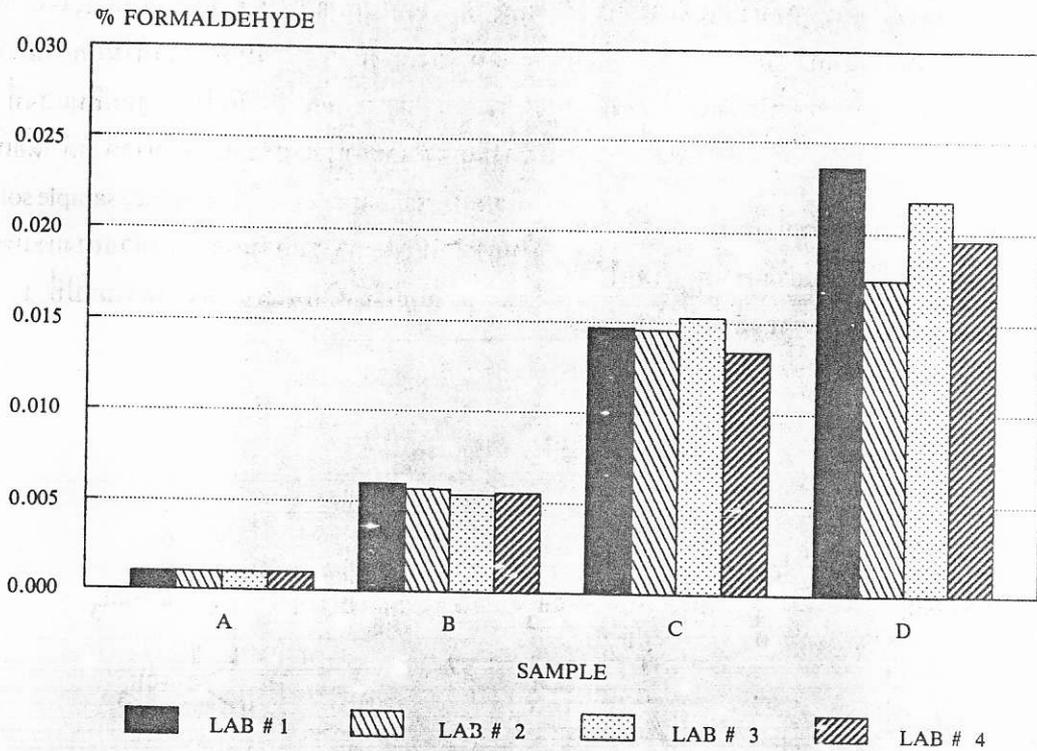
ห้องปฏิบัติการที่ร่วมมือ

1. กองพิษวิทยา กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์
2. บริษัท จาวา แมนูแฟกเจอร์ จำกัด

3. บริษัท ลีเวอร์บราเธอร์ (ประเทศไทย) จำกัด
4. บริษัท จอห์นสัน แอนด์ จอห์นสัน (ประเทศไทย) จำกัด

ผลการตรวจเอกลักษณ์ พบฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพูทั้ง 4 ตรา ห้องปฏิบัติการทั้ง 4 แห่ง ตรวจพบฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพู A ปริมาณใกล้เคียงกันมาก

ระหว่างร้อยละ 0.00060-0.00064 ส่วนในแชมพู B และ C ปริมาณใกล้เคียงกันพอควร สำหรับปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแชมพู D มีความแตกต่างกันบ้าง (รูปที่ 2)



รูปที่ 2 เปรียบเทียบผลการตรวจวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพู A, B, C และ D โดยห้องปฏิบัติการ 1, 2, 3 และ 4

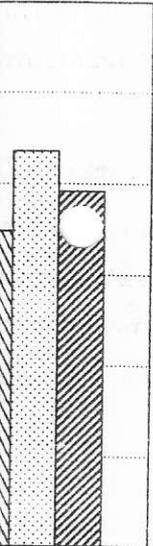
ผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพู โดยห้องปฏิบัติการของฝ่ายวิเคราะห์เครื่องสำอาง กองพิษวิทยา และห้องปฏิบัติการของบริษัทผู้ผลิตเครื่องสำอาง

3 แห่ง ได้ค่า percent recovery อยู่ระหว่างร้อยละ 95.1-109.8 ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.00060-0.0236 (ตารางที่ 1)

ในแชมพู
และ 4
มีค่าใกล้เคียงกัน

ฟอร์มาลดีไฮด์
ในแชมพู A,
สัมพันธ์กับปริมาณ

ส่วนในแชมพู B และ
สำหรับปริมาณฟอร์มาล-
ความแตกต่างกันบ้าง (รูป



D

LAB # 4

โดยห้องปฏิบัติการ

อยู่ระหว่างร้อยละ 95.1-
80-0.0236 (ตารางที่ 1)

ตารางที่ 1 percent recovery ของวิธีวิเคราะห์

ตัวอย่างแชมพู	range of percent recovery
A	97.6-105.6
B	95.7-105.1
C	100.5-109.8
D	95.1-100.9

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ ในแชมพู A ที่ตรวจวิเคราะห์โดยห้องปฏิบัติการ 1, 2, 3 และ 4 มีค่าเท่ากันคือ 0.000,005 ส่วนในแชมพู B นั้น มีค่าใกล้เคียงกัน สำหรับแชมพู C และ D ค่าเบี่ยงเบน

มาตรฐานของปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบจากห้องปฏิบัติการ 2 มีค่า 0 และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์จากห้องปฏิบัติการ 1, 3 และ 4 แตกต่างกันบ้าง (ตารางที่ 2)

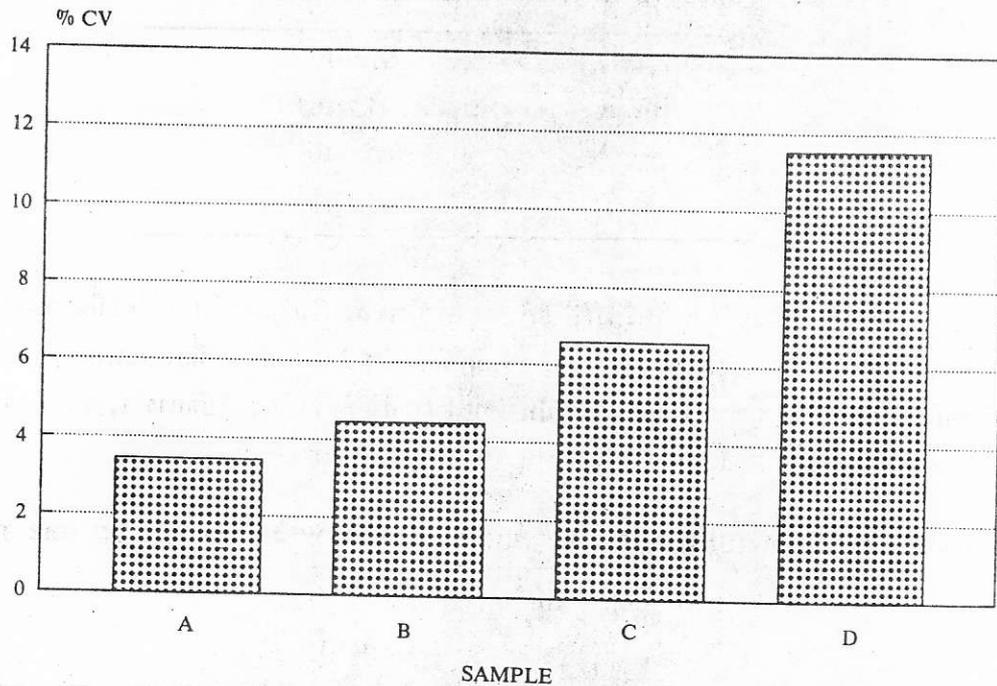
ตารางที่ 2 ความเบี่ยงเบนมาตรฐานของผลการตรวจวิเคราะห์แชมพู A, B, C และ D โดยห้องปฏิบัติการ 1, 2, 3, 4

แชมพู	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน			
	ห้องปฏิบัติการ	ห้องปฏิบัติการ	ห้องปฏิบัติการ	ห้องปฏิบัติการ
	1	2	3	4
A	0.000,005	0.000,005	0.000,005	0.000,005
B	0.000,025	0.000,05	0.000,1	0.000,07
C	0.000,10	0.0	0.000,205	0.000,62
D	0.000,04	0.0	0.000,05	0.000,3

n = 2

เมื่อพิจารณาความแปรปรวนของค่าปริมาณฟอร์-
มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบโดยห้องปฏิบัติการ 1, 2, 3 และ 4
ในแชมพู A, B, C และ D โดยคำนวณค่าร้อยละของ
สัมประสิทธิ์ของความแปรปรวน (percent coefficient of

variation หรือ % CV) พบว่า % CV ของปริมาณ
ฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแชมพู A, B, C และ D มีค่า
3.45, 4.48, 6.599 และ 11.54 ตามลำดับ



รูปที่ 3 ความทนซ้ำได้ (Reproducibility) ของวิธีวิเคราะห์

วิจารณ์

การเทียบผลการวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในแฮมพูครั้งนี้ เป็นการเทียบคุณภาพการวิเคราะห์ระหว่างห้องปฏิบัติการ (external quality control) ผลจากการตรวจวิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ในแฮมพู A, B, C และ D โดยห้องปฏิบัติการ 1, 2, 3 และ 4 ปรากฏว่าปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแฮมพู A, B, C และ D ใกล้เคียงกัน แม้ว่าปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแฮมพู D จะแตกต่างกันบ้าง

ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแฮมพู A โดยทุกห้องปฏิบัติการมีค่า 0.000,005 ซึ่งต่ำมาก ส่วนค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแฮมพู B, C และ D โดยทุกห้องปฏิบัติการ ส่วนมากมีค่าใกล้เคียงกัน แสดงว่าวิธีที่ใช้วิเคราะห์มีความทำซ้ำได้ (repeatability) สูง อนึ่งพบว่าค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแฮมพู C และ D โดยห้องปฏิบัติการ 2 มีค่าเท่ากับศูนย์ ทั้งนี้เพราะผลการตรวจวิเคราะห์ทั้ง 2 ครั้ง ในแต่ละแฮมพูมีค่าเท่ากัน

ปรวน
แฮมพู A
% CV
ปฏิบัติกร
ค่า % CV
ไม่ควรเกิน
recovery
เกณฑ์ที่
ความทนซ้ำ
ดีไฮด์ป
แพง แ
มาตรฐาน
44.80 ใ
ต้องระบ
ซึ่งใช้ใน
ง วัน มิ
แสงสูง
เวลาระ
ควรต้อง
การทำใ
วิเคราะห์
วิเคราะห์
ไลซ์
วิเคราะห์ฟอร์

สำหรับค่าร้อยละของสัมประสิทธิ์ของความแปรปรวน (% CV) ของปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่ตรวจพบในแชมพู A, B, C และ D มีค่าต่ำกว่าแชมพู D มีค่า % CV สูงถึง 11.54 เนื่องจากผลการวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการที่ 2 แตกต่างไปจากห้องปฏิบัติการอื่นมาก ทำให้ค่า % CV สูงกว่าที่ยอมรับเล็กน้อย (ค่า % CV ที่ยอมรับไม่ควรเกิน 10) อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาคุณค่า percent recovery และค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐาน พบว่าอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจสำหรับทุกห้องปฏิบัติการ แสดงว่าวิธีนี้มีความทวนซ้ำได้และความทำซ้ำได้สูง

ข้อดีของวิธีนี้ คือ สามารถวิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ปริมาณน้อย โดยใช้เครื่องมือที่ไม่ยุ่งยาก ราคาไม่แพง และให้ค่า linearity ของ standard curve ของสารมาตรฐานฟอร์มาลดีไฮด์ที่มีความเข้มข้นต่ำ ตั้งแต่ 1.06-44.80 ไมโครกรัม เทคนิคในการตรวจวิเคราะห์ที่ผู้วิเคราะห์ต้องระมัดระวัง คือ สารละลาย เพนเทน-2,4-ไดโอน ซึ่งใช้ในการทำให้เกิดสี ต้องเตรียมใหม่ ๆ ใช้ได้ไม่เกิน 3 วัน มิฉะนั้นจะทำให้ blank solution มีค่าการดูดกลืนแสงสูง ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างผิดพลาด ช่วงเวลาระหว่างการทำให้เกิดสี สกัดและวัดการดูดกลืนแสงควรต้องทำให้เสร็จภายใน 30 นาที และอุณหภูมิระหว่างการทำให้เกิดสีต้องคงที่แน่นอน ที่ 60°C

ข้อเสียของวิธีนี้ คือ ขั้นตอนยุ่งยาก และต้องวิเคราะห์ให้ได้เสร็จรวดเร็วกว่าเวลาที่ระบุไว้ แต่ถ้าผู้วิเคราะห์มีความชำนาญแล้ว จะไม่มีปัญหา

สรุป

โดยสรุปแล้ววิธีวิเคราะห์ที่ใช้ในการเทียบผลวิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพูระหว่างห้องปฏิบัติการ

ครั้งนี้เป็นวิธีที่เหมาะสม เพราะสามารถใช้วิเคราะห์ปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ที่มีปริมาณน้อยในแชมพู ให้ผลความทำซ้ำได้และความทวนซ้ำได้สูง และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานต่ำ ห้องปฏิบัติการบริษัทผู้ผลิตสามารถใช้วิธีดังกล่าวในการตรวจหาปริมาณฟอร์มาลดีไฮด์ทั้งในวัตถุดิบและผลิตภัณฑ์แชมพู เพื่อการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ต่อไป

คำขอบคุณ

ขอขอบคุณ บริษัท จาวา แมนูแฟคเจอร์ริง จำกัด, บริษัท ลีเวอร์ บราเธอร์ (ประเทศไทย) จำกัด และบริษัท จอห์นสัน แอนด์ จอห์นสัน (ประเทศไทย) จำกัด ที่ให้ความร่วมมือในการเทียบผลวิเคราะห์ฟอร์มาลดีไฮด์ในแชมพูครั้งนี้

เอกสารอ้างอิง

1. Anonymous. 1982. Official Journal of the European Communities No.L 185/19-No. L 185/22 vol. 30 (6).
2. Henkel Dehydag information 01/85. Bronidox The ideal preservative for cosmetics. An alternative to formaldehyde. p. 24-36.
3. อารี สุขประเสริฐ, พิมพ์พรณ เกิดอุดม และ วิไลลักษณ์ อิมอุดม, 2520. พิษวิทยาวิเคราะห์, คณะเภสัชศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย หน้า 16-26.
4. Wilson, C. H. 1974. Fluorometric Determination of Formaldehyde in Cosmetic Products. J. Soc. Cos. Chem. 25 : 68.