

การทดสอบความชำนาญของประเทศสมาชิกอาเซียน ในการตรวจวิเคราะห์ไฮโดรควิโนน ในเครื่องสำอางครีมทาหน้า ปี พ.ศ. 2554

พรรษา ไชยวานิช วท.บ. (เคมี)

จรรยา มีศรี วท.บ. (เคมี)

สุดิธิตา หมี่ทอง วท.บ. (เคมี)

นภาพร อนันตสินกุล วท.บ. (เคมี), พบ.ม. (เกียรตินิยมดี, สถิติ)

สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข

บทคัดย่อ การทดสอบความชำนาญ จัดเป็นเครื่องมือสำคัญที่ใช้ในการประเมินความสามารถของห้องปฏิบัติการ การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อประเมินความสามารถในการตรวจวิเคราะห์สารไฮโดรควิโนนในเครื่องสำอางประเภทครีมทาหน้าของห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกอาเซียนที่เข้าร่วมทดสอบความชำนาญ ทั้ง 10 ประเทศ ทำการศึกษาตั้งแต่เดือนพฤษภาคมถึงตุลาคม 2554 โดยสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ส่งตัวอย่างครีมทาหน้าให้แก่ห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกอาเซียนเพื่อตรวจเอกลักษณ์และปริมาณสารไฮโดรควิโนนแล้วให้รายงานผลการตรวจภายในเวลาที่กำหนด จากนั้น ผู้วิจัยนำผลที่ได้มาวิเคราะห์ทางสถิติ ผลการประเมินพบว่าการตรวจเอกลักษณ์สารไฮโดรควิโนนโดยวิธี TLC นั้นมีความถูกต้องทั้ง 10 ประเทศ และมีห้องปฏิบัติการส่งผลวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนนโดย HPLC รวม 8 ประเทศ ซึ่งมีผลอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจทั้ง 8 ประเทศ แสดงว่าห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกอาเซียนมีความสามารถที่อยู่ในระดับที่เทียบเคียงกันได้ ผู้วิจัยได้ส่งผลการประเมินไปยังห้องปฏิบัติการทั้ง 10 แห่ง รวมทั้งนำเสนอผลการดำเนินงานการทดสอบความชำนาญนี้ต่อคณะกรรมการเครื่องสำอางอาเซียนเมื่อเดือนกรกฎาคม 2555 และได้รับการยอมรับและเห็นชอบให้ดำเนินการอย่างต่อเนื่องเป็นประจำทุกปี

คำสำคัญ: การประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการ, ประเทศสมาชิกอาเซียน, สารไฮโดรควิโนน, เครื่องสำอาง, ครีมทาหน้า

บทนำ

เครื่องสำอางเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีบทบาทมากในชีวิตประจำวันในการทำความสะอาด เพิ่มความสวยงาม และเสริมบุคลิกภาพ ทำให้เกิดความมั่นใจมากขึ้น เครื่องสำอางสำหรับใบหน้าเป็นผลิตภัณฑ์อันดับแรกๆ ที่นิยมใช้กัน ประชาชนของประเทศในภูมิภาคอาเซียนส่วนใหญ่มีความต้องการให้ผิวขาวโดยเฉพาะใบหน้า

ผลิตภัณฑ์ครีมทาหน้าจึงเป็นผลิตภัณฑ์ยอดนิยม และที่สำคัญราคาไม่แพง จึงเป็นที่นิยมในกลุ่มที่มีรายได้น้อย ครีมทาหน้าบางชนิดมีส่วนผสมของสารเคมีที่อันตรายเพื่อทำให้ใบหน้าขาวได้อย่างรวดเร็ว เช่น สารไฮโดรควิโนน กรดเรติโนอิกหรือกรดวิตามินเอ หรือสารประกอบของปรอท เป็นต้น สารเคมีที่พบมาก คือ สารไฮโดรควิโนน และจากรายงานทางห้องปฏิบัติการ

ของสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ดำเนินการเฝ้าระวังอันตรายของผลิตภัณฑ์ครีมทาหน้าที่จำหน่ายในท้องตลาด โดยดำเนินการ ร่วมกับสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา ซึ่งตรวจพบสารไฮโดรควิโนนทุกปีอย่างต่อเนื่อง โดยในปีงบประมาณ พ.ศ. 2555 ตรวจพบสารไฮโดรควิโนนในครีมทาหน้า ร้อยละ 20.0 ของจำนวนตัวอย่างครีมทาหน้า⁽¹⁾

สารไฮโดรควิโนนมีฤทธิ์ยับยั้งการสร้างเม็ดสีผิว (melanin) โดยขัดขวางการทำงานของเอนไซม์ tyrosinase จึงทำให้ผิวขาว หากใช้ติดต่อกันเป็นเวลานานจะทำให้ผิวแห้งอักเสบ เกิดการระคายเคือง โดยเฉพาะเมื่อใช้ควบคู่กับกรดเรตินอิก หากใช้ติดต่อกันนานเกิน 6 เดือน จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของเนื้อเยื่อภายในผิวหนัง ทำให้เกิดเป็นฝ้าถาวร ภาวะเนื้อเยื่อเปลี่ยนสีคือเป็นสีน้ำเงินดำ⁽²⁾ ไฮโดรควิโนนจัดเป็นสารห้ามใช้ตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข⁽³⁾ และยังเป็นสารห้ามใช้ตามบทบัญญัติเครื่องสำอางแห่งอาเซียน (ASEAN Cosmetic Directives - ACD) อีกด้วย⁽⁴⁾ บทบัญญัติ ACD นี้มีผลบังคับใช้แล้วตั้งแต่วันที่ 1 มกราคม 2551 ห้องปฏิบัติการเครือข่ายด้านเครื่องสำอางของประเทศสมาชิกอาเซียน (ASEAN Cosmetic Testing Laboratory Network - ACTLN) มีการดำเนินการเฝ้าระวังทางห้องปฏิบัติการตามบทบัญญัติ ACD ในแต่ละประเทศอย่างต่อเนื่อง และร่วมมือในการพัฒนาห้องปฏิบัติการให้เป็นตามมาตรฐานสากล ระหว่างปี พ.ศ. 2547 - 2552⁽⁵⁾ ภายใต้การสนับสนุนในโครงการความร่วมมือทางเศรษฐกิจระหว่างสหภาพยุโรปและอาเซียน โดยการพัฒนาด้านองค์ความรู้การตรวจวิเคราะห์ การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์และทดสอบ และการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัด

ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2553 เป็นต้นมา ประเทศสมาชิกอาเซียนได้ร่วมมือกันในการจัดตั้งเครือข่ายห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอาง^(6,7) มีการประชุมระหว่างผู้แทนจากห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกเพื่อร่วมกันพัฒนาความสามารถในการตรวจวิเคราะห์

เครื่องสำอาง กิจกรรมสำคัญหนึ่งที่ประกันคุณภาพผลการตรวจวิเคราะห์และทดสอบในงานเฝ้าระวังทางห้องปฏิบัติการ รวมทั้งแสดงถึงความสามารถระหว่างห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกอาเซียนที่เทียบเคียงกันได้ คือ การเข้าร่วมการทดสอบความชำนาญ (proficiency testing) ซึ่งเป็นองค์ประกอบที่แสดงถึงระบบการบริหารคุณภาพทางห้องปฏิบัติการที่เป็นไปตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17025 - 2005: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories⁽⁸⁾

กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์โดยสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย มีการให้บริการทดสอบความชำนาญแก่ห้องปฏิบัติการเครือข่ายในประเทศ รวม 14 แห่งในแผนงานการตรวจสอบสารไฮโดรควิโนนในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ซึ่งเป็นแผนงานที่ดำเนินการทุกปี และได้รับการรับรองระบบการเป็นผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญตามมาตรฐาน ISO/IEC 17043 - 2010: Conformity assessment - General requirements for proficiency testing⁽⁹⁾ จากหน่วยรับรอง National Association of Testing Authorities หรือ NATA ประเทศออสเตรเลียแล้วตั้งแต่ปี พ.ศ. 2553 และมีข้อมูลของหน่วยงานที่ให้บริการทดสอบความชำนาญในฐานะข้อมูลระดับสากล European Information System on Proficiency Testing Schemes หรือ EPTIS⁽¹⁰⁾

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทดสอบความชำนาญในการตรวจเอกลักษณ์และวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนนในครีมทาหน้า อันเป็นการประเมินความสามารถห้องปฏิบัติการและเสริมสร้างความเข้มแข็งให้แก่ห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกอาเซียนด้านเครื่องสำอาง

วิธีการศึกษา

ดำเนินการระหว่างเดือนพฤษภาคม ถึงเดือนตุลาคม 2554 ห้องปฏิบัติการที่ทำการศึกษา เป็นห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอาง 10 แห่ง จากประเทศสมาชิกอาเซียน 10 ประเทศ ได้แก่ บรูไน กัมพูชา อินโดนีเซีย ลาว มาเลเซีย พม่า ฟิลิปปินส์ สิงคโปร์ เวียดนาม และไทย ห้องปฏิบัติการอ้างอิงคือห้องปฏิบัติการของ

สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ที่ให้บริการทดสอบความชำนาญโดยใช้สารมาตรฐาน hydroquinone for synthesis 100.0% w/w, Merck. Batch No. K38555533 ทั้งนี้ ทางสำนักฯ เป็นผู้รับผิดชอบในการเตรียมตัวอย่าง ทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน และทดสอบความคงตัว

การเตรียมตัวอย่าง

ขอความอนุเคราะห์ตัวอย่างผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทครีมทาหน้าจากสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยาที่ยึดมาจากผู้จำหน่ายและแหล่งผลิต ซึ่งเป็นตัวอย่างที่ห้องปฏิบัติการของสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ตรวจพบสารไฮโดรควิโนน ภายใต้โครงการเฝ้าระวังอันตรายจากผลิตภัณฑ์ที่จำหน่ายในท้องตลาด ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2554 ซึ่งเป็นโครงการที่ดำเนินการร่วมกันระหว่างกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ และสำนักงานคณะกรรมการอาหารและยา

นำตัวอย่างครีมทาหน้าทั้งหมดมาผสมและกวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน แบ่งบรรจุหลอดพลาสติกหลอดละ 30 กรัม ปิดสนิท ตัดฉลาก ระบุหมายเลขตัวอย่างและชื่อแผนงาน แล้วนำไปเก็บที่อุณหภูมิห้องโดยไม่ให้ถูกแสงแดดโดยตรง นำไปทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน และทดสอบความคงตัวต่อไป

วิธีวิเคราะห์

ดำเนินการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างตามวิธีวิเคราะห์ของอาเซียน (ASEAN Cosmetic Method) ACM INO 03 – Identification and Determination of Hydroquinone in Cosmetic Products⁽¹¹⁾ ดังนี้

- ตรวจเอกลักษณ์ด้วยวิธี thin layer chromatograph (TLC) ซึ่งกำหนดให้ใช้ 2 developing systems โดยมีค่า Rf value เท่ากับ 0.32 และ 0.20

- ตรวจวิเคราะห์หาปริมาณสารไฮโดรควิโนนด้วยเทคนิค high pressure liquid chromatograph (HPLC) โดยใช้คอลัมน์ Hypersil C18, mobile phase H₂O:

CH₃OH = 45 : 55 และ UV detector 295 nm ให้ค่า retention time ที่ประมาณ 3 นาที และมีข้อมูลการตรวจสอบความถูกต้องของวิธี คือ percent recovery เท่ากับ 97.0 – 98.7 relative standard deviation (RSD) เท่ากับ 1.6 และ limit of quantitation เท่ากับ 0.0025% w/w

การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

สุ่มตัวอย่างจำนวน 10 หลอด หลอดละ 2 ตัวอย่างนำไปตรวจเอกลักษณ์และวิเคราะห์หาปริมาณสารไฮโดรควิโนนตามวิธีวิเคราะห์ ACM INO 03

การทดสอบความคงตัว

ทำการทดสอบความคงตัวในช่วงระยะเวลาที่กำหนด การให้บริการทดสอบความชำนาญ โดยสุ่มตัวอย่างจำนวน 9 หลอด แบ่งออกเป็น 3 ชุด ชุดละ 3 หลอด นำตัวอย่างทั้ง 3 ชุด เก็บที่อุณหภูมิห้องและไม่ให้ถูกแสงแดดโดยตรง นำตัวอย่างตรวจวิเคราะห์หาปริมาณสารไฮโดรควิโนนด้วยวิธีวิเคราะห์ ACM INO 03 ดังนี้

ตัวอย่างชุดที่ 1 ตรวจวิเคราะห์ในเดือนพฤษภาคม 2554 ก่อนส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการ

ตัวอย่างชุดที่ 2 ตรวจวิเคราะห์ในเดือนกรกฎาคม 2554 ระหว่างที่ห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์

ตัวอย่างชุดที่ 3 ตรวจวิเคราะห์ในเดือนสิงหาคม 2554 หลังวันที่ครบกำหนดที่ห้องปฏิบัติการต้องส่งผลวิเคราะห์

การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ

วิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติตามแนวทาง ISO 13528:2005⁽¹²⁾ และมาตรฐานการปฏิบัติงานของกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ SOP 06-12-004: Statistical methods for use in proficiency testing แก้ไขครั้งที่ 8 (12 มิถุนายน 2554) วิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติของการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้ Cochran's test และ Analysis of Variance (ANOVA)⁽¹³⁾ และวิเคราะห์

ข้อมูลทางสถิติของการทดสอบความคงตัวโดยการประเมินจาก Estimate the standard deviation for proficiency assessment from Horwitz's equation ($\hat{\sigma}$)⁽¹⁴⁾

การดำเนินการทดสอบความชำนาญ

ส่งตัวอย่างพร้อมทั้งคำแนะนำในการปฏิบัติงานให้แก่ห้องปฏิบัติการทุกแห่งในเดือนพฤษภาคม 2554 ซึ่งดำเนินการตามรายละเอียดในมาตรฐานการปฏิบัติงาน SOP 06-12-002: การดำเนินการทดสอบความชำนาญ ตั้งแต่การจัดทำแผนงานที่ได้รับความเห็นชอบจากคณะกรรมการ การคัดเลือกผู้รับเหมาช่วงงานที่ต้องเป็นห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรองตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 การเชิญห้องปฏิบัติการ การกำหนดรหัสของห้องปฏิบัติการ การรักษาความลับ การเตรียมตัวอย่าง การส่งตัวอย่างและเอกสารคำแนะนำ การส่งผลการตรวจวิเคราะห์ของห้องปฏิบัติการ การรวบรวมผลการวิเคราะห์ผล และการส่งรายงานให้แก่ห้องปฏิบัติการสมาชิก

กำหนดให้ห้องปฏิบัติการรายงานผลการตรวจเอกลักษณ์และปริมาณสารไฮโดรควิโนนตามแบบฟอร์มที่กำหนด และในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนน ให้ระบุวิธีวิเคราะห์ รายงานผลวิเคราะห์ซ้ำจำนวน 2 ครั้ง และรายงานค่าความไม่แน่นอนของการวัดโดยระบุการประมาณค่าความไม่แน่นอนขยาย (expanded uncertainty, $k = 2$) และให้ห้องปฏิบัติการรายงานผลวิเคราะห์ภายในวันที่ 31 กรกฎาคม 2554

การประเมินผลการทดสอบความชำนาญ

วิเคราะห์ความถูกต้องของข้อมูลผลการตรวจเอกลักษณ์ไฮโดรควิโนน และวิเคราะห์เปรียบเทียบผลการ

ตรวจวิเคราะห์ปริมาณไฮโดรควิโนนของห้องปฏิบัติการของประเทศสมาชิกอาเซียน ตามแนวทาง ISO 13528: 2005 และมาตรฐานการปฏิบัติงานของกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ SOP 06-12-004: Statistical methods for use in proficiency testing แก้ไขครั้งที่ 8 (12 มิถุนายน 2554) โดยใช้สถิติ Z-score และมีเกณฑ์พิจารณาผลวิเคราะห์ดังนี้

$|Z| \leq 2$ หมายถึง ผลวิเคราะห์อยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ

$2 < |Z| < 3$ หมายถึง ผลวิเคราะห์อยู่ในเกณฑ์ที่น่าสงสัย

$|Z| \geq 3$ หมายถึง ผลวิเคราะห์อยู่ในเกณฑ์ที่ไม่น่าพอใจ

ผลการศึกษา

ตัวอย่างการทดสอบความชำนาญ

จากการตรวจเอกลักษณ์และปริมาณของตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบความชำนาญ ผลปรากฏว่า ตัวอย่างทดสอบความชำนาญมีความเป็นเนื้อเดียวกัน คือ ตรวจพบสารไฮโดรควิโนนทั้ง 10 ตัวอย่าง และจากวิเคราะห์หาปริมาณไฮโดรควิโนน จำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ครั้ง ตรวจพบปริมาณไฮโดรควิโนนค่าเฉลี่ย 2.01% w/w RSD = 0.2% w/w และเมื่อนำมาวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดย one way ANOVA มีค่า p-value เท่ากับ 0.06 รายละเอียดตามตารางที่ 1

ผลการทดสอบความคงตัว

จากการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างทดสอบความชำนาญทั้ง 3 ชุด ชุดละ 3 ตัวอย่าง โดยตรวจวิเคราะห์ก่อนส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการ และหลังวันที่ครบกำหนดที่

ตารางที่ 1 ผลการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันของตัวอย่างสารไฮโดรควิโนน โดยใช้วิธี analysis of variance (ANOVA)

Source of Variation	SS	df	MS	F	p-value	F crit
Between Groups	0.003546	9	0.000394	2.8171	0.0611	3.0204
Within Groups	0.001399	10	0.0001399			
Total	0.004945	19				

ห้องปฏิบัติการต้องส่งผลวิเคราะห์ ตรวจพบปริมาณสารไฮโดรควิโนนในตัวอย่างทดสอบความชำนาญ (y) ในตัวอย่างชุดที่ 1 ชุดที่ 2 และชุดที่ 3 คือ 2.00, 2.01 และ 2.01 % w/w ตามลำดับ ส่วนต่างระหว่างค่าจากการทดสอบ ความคงตัวและค่าจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน (x) จะต้องมีค่าน้อยกว่า 0.3 ของค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานของการทดสอบความชำนาญที่ประเมินได้จาก Horwitz's equation (Estimate the standard deviation for proficiency assessment - $\hat{\sigma}$) ซึ่งจะต้องมีค่าน้อยกว่า $0.3 \hat{\sigma}$ รายละเอียดตามตารางที่ 2

ผลการทดสอบความชำนาญจากห้องปฏิบัติการห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอางของประเทศสมาชิกอาเซียนที่เข้าร่วมการทดสอบทั้ง 10 ประเทศ ส่งผลการตรวจ ภายในเวลาที่กำหนด คือ 31 กรกฎาคม 2554 ห้องปฏิบัติการสมาชิกทั้ง 10 ประเทศ ตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยวิธีวิเคราะห์ของอาเซียน ACM INO 03 โดยมี 9 ประเทศ รายงานการตรวจเอกลักษณ์ด้วยวิธี TLC และ HPLC 1 ประเทศ รายงานการตรวจเอกลักษณ์ด้วยวิธี HPLC และ 8 ประเทศ รายงานการตรวจปริมาณสารไฮโดรควิโนนด้วยวิธี HPLC รายละเอียดตามตารางที่ 3

ตารางที่ 2 ผลการทดสอบความคงตัวของสารไฮโดรควิโนนในตัวอย่าง

การทดสอบความคงตัวในตัวอย่าง	ปริมาณสารไฮโดรควิโนน (y) (% w/w)	$ x - y \leq 0.3 \hat{\sigma}$ ($\hat{\sigma} = 0.07$)
ชุดที่ 1 ตรวจวิเคราะห์ก่อนส่งตัวอย่างให้ห้องปฏิบัติการ (พฤษภาคม 2554)	2.00	$ 2.01 - 2.00 = 0.01$
ชุดที่ 2 ตรวจวิเคราะห์ระหว่างที่ห้องปฏิบัติการตรวจวิเคราะห์ (กรกฎาคม 2554)	2.01	$ 2.01 - 2.01 = 0.00$
ชุดที่ 3 ตรวจวิเคราะห์หลังวันที่ครบกำหนดที่ห้องปฏิบัติการต้องส่งผล (สิงหาคม 2554)	2.01	$ 2.01 - 2.01 = 0.00$

หมายเหตุ: x หมายถึง ปริมาณสารไฮโดรควิโนนจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน

y หมายถึง ปริมาณสารไฮโดรควิโนนจากการทดสอบความคงตัวในตัวอย่างชุดที่ 1, 2 และ 3

ตารางที่ 3 วิธีตรวจเอกลักษณ์และวิธีวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนนของห้องปฏิบัติการที่ร่วมศึกษา

รหัสของห้องปฏิบัติการ	วิธีตรวจเอกลักษณ์ไฮโดรควิโนนวิธี	วิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนน
1	HPLC: 250 x 4 mm, 5 μ m; $H_2O:CH_3OH=70:30$; UV 295 nm	ไม่ได้ตรวจวิเคราะห์
2	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: packed with ODS 250 x 4.6 mm, 5 μ m; $H_2O:CH_3OH 45:55$; UV 295 nm
3	TLC: 2 Developing Systems and HPLC: Restek Ultra II C18, 250 x 4.6 mm, 5 μ m; $H_2O:CH_3OH=45:55$; UV 295 nm	ไม่ได้ตรวจวิเคราะห์
4	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: Hypersil C18; $H_2O:CH_3OH=45:55$; UV 295 nm
5	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: Inertsil ODS-3; $H_2O:CH_3OH=45:55$; UV 295 nm
6	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: Inertsil ODS-3; 250 x 4.6 mm, 5 μ m; $H_2O:CH_3OH=45:55$; UV 295 nm
7	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: Apollo C8; 200 x 4.6 mm, 5 μ m; $H_2O:CH_3OH=45:55$; UV 295 nm
8	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: Luna Phenomenex C18; $H_2O:CH_3OH=45:55$; UV 295 nm
9	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: BDS Hypersil C18; $H_2O:CH_3OH=45:55$; UV 295 nm
10	TLC: 2 Developing Systems และ HPLC	HPLC: C18; 250 x 4.6 mm, 5 μ m; $H_2O:CH_3OH=5:55$; UV 295 nm

ในการตรวจเอกลักษณ์สารไฮโดรควิโนนด้วยวิธี TLC และ HPLC ประเทศสมาชิกอาเซียนรายงานว่าตรวจพบสารไฮโดรควิโนนทั้ง 10 ประเทศ ส่วนผลการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนนด้วย HPLC ของประเทศสมาชิกอาเซียนทั้ง 8 ประเทศ พบปริมาณสารไฮโดรควิโนนในช่วง 1.89 ถึง 2.13 % w/w และมีค่า Z-score อยู่ในช่วง -1.14 ถึง 1.35 มีห้องปฏิบัติการที่รายงานค่าความไม่แน่นอนขยาย รวม 4 ห้องปฏิบัติการ โดยมีค่าความไม่แน่นอนขยาย 0.02, 0.022, 0.07 และ 0.1892 % w/w รายละเอียดตามตารางที่ 4 และภาพที่ 1

วิจารณ์

แผนงานการทดสอบความชำนาญการตรวจเอกลักษณ์และวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนนในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทครีมทาหน้า ที่ดำเนินการในปี พ.ศ. 2554 มีสมาชิกที่เข้าร่วมในแผนงานนี้เป็นห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอางของประเทศสมาชิกอาเซียน รวม 10 แห่ง จาก 10 ประเทศ โดย

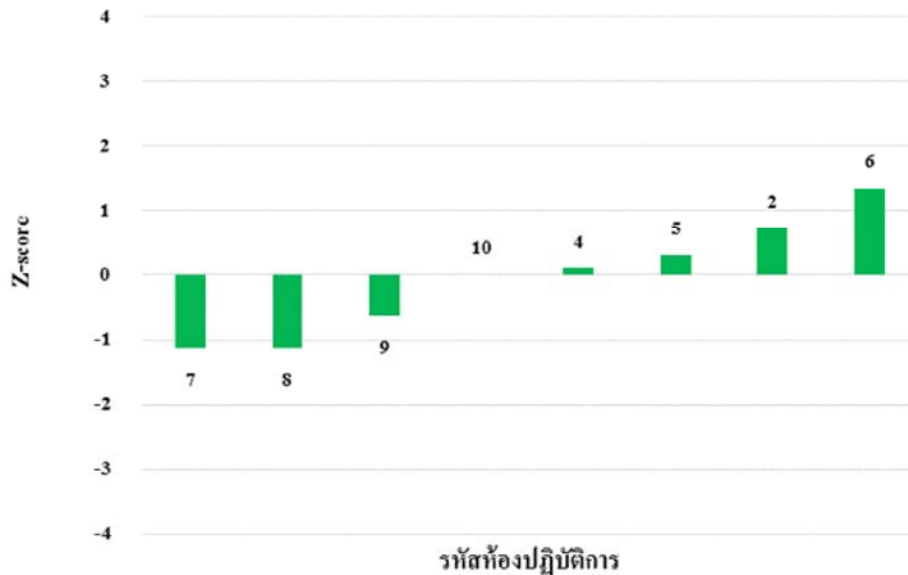
ตัวอย่างที่ใช้ในการทดสอบความชำนาญ เตรียมและวิเคราะห์ โดยห้องปฏิบัติการของสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ซึ่งเป็นห้องปฏิบัติการที่ได้รับการรับรองความสามารถห้องปฏิบัติการในการตรวจวิเคราะห์สารไฮโดรควิโนนในเครื่องสำอางทุกประเภท ตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 - 2005 มีผลการทดสอบว่า ตัวอย่างมีความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยมีค่า p-value เท่ากับ 0.06 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 และเมื่อนำผลการทดสอบความคงตัวเปรียบเทียบกับค่าจากการทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกัน พบว่ามีค่าน้อยกว่าหรือเท่ากับ 0.3 เท่าของ Estimate the standard deviation for proficiency assessment from Horwitz's equation ($\hat{\sigma}$) แสดงว่า ตัวอย่างมีความคงตัวตลอดเวลาของการดำเนินการทดสอบความชำนาญ ตั้งแต่ก่อนส่งตัวอย่างจนกระทั่งหลังวันที่ครบกำหนดส่งรายงาน

ผลการตรวจวิเคราะห์พบว่า ในการตรวจเอกลักษณ์สารไฮโดรควิโนนมีความถูกต้องทั้ง 10 ประเทศ และมี 8 ประเทศที่ส่งผลการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดร-

ตารางที่ 4 ผลการตรวจเอกลักษณ์และวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนนในตัวอย่างทดสอบความชำนาญของห้องปฏิบัติการที่ร่วมศึกษา

รหัสห้องปฏิบัติการ	ตรวจเอกลักษณ์สารไฮโดรควิโนน	วิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนน		Z-score
		ปริมาณ (%w/w)	ค่าความไม่แน่นอนขยาย (k = 2)	
1	ตรวจพบ	-	-	-
2	ตรวจพบ	2.07	0.022	0.73
3	ตรวจพบ	-	-	-
4	ตรวจพบ	2.01	-	0.10
5	ตรวจพบ	2.03	0.07	0.31
6	ตรวจพบ	2.13	0.1892	1.35
7	ตรวจพบ	1.89	0.02	-1.14
8	ตรวจพบ	1.89	-	-1.14
9	ตรวจพบ	1.94	-	-0.62
10	ตรวจพบ	2.00	-	0.00
robust mean, $\hat{\mu}$		2.01		
robust standard deviation, $\hat{\sigma}$		0.0964		

ภาพที่ 1 ผลการตรวจวิเคราะห์ไฮโดรควิโนนใน เครื่องสำอางครีมทาหน้าของห้องปฏิบัติการ ประเทศสมาชิกอาเซียนที่ดำเนินการระหว่างเดือนพฤษภาคมถึง ตุลาคม 2554



ควิโนน ที่พบในช่วง 1.89 ถึง 2.13 % w/w นั้น เมื่อวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติโดย Cochran's test ไม่พบว่ามีความ outlier จึงใช้ข้อมูลจากทั้ง 8 ห้องปฏิบัติการมาวิเคราะห์หาค่า Z-score ของแต่ละห้องปฏิบัติการ และอยู่ในเกณฑ์ที่น่าพอใจ ห้องปฏิบัติการที่ไม่ส่งผลการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนน 2 ประเทศ เนื่องจากไม่มีสารมาตรฐานจึงไม่สามารถรายงานปริมาณได้ และมีเพียงห้องปฏิบัติการ 4 ประเทศ ที่รายงานค่าความไม่แน่นอนขยาย 0.02, 0.022, 0.07 และ 0.1892 % w/w นั้น มีความแตกต่างกันทั้งที่ใช้เทคนิคเดียวกัน คือ HPLC แต่เนื่องจากการดำเนินการในครั้ง นี้ ไม่ได้กำหนดให้รายงานแหล่งของความไม่แน่นอน และวิธีการคำนวณค่าความไม่แน่นอนขยาย ซึ่งข้อมูลที่ได้รับนั้นไม่เพียงพอที่จะวิเคราะห์เปรียบเทียบทางสถิติได้ และจะได้นำไปปรับปรุงในการดำเนินงานในครั้งต่อไป

สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข ได้นำเสนอผลการดำเนินงานของประเทศไทยในการให้บริการทดสอบความชำนาญในแผนงานนี้ในการประชุมคณะกรรมการเครื่องสำอางอาเซียน ครั้งที่ 17 ณ เมืองเสียมราฐ

ราชอาณาจักรกัมพูชา เมื่อวันที่ 12 กรกฎาคม 2555⁽¹⁵⁾ ซึ่งกิจกรรมนี้เป็นการสนับสนุนห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอางของประเทศสมาชิกอาเซียนในด้านการพัฒนาศักยภาพในการตรวจวิเคราะห์เครื่องสำอางตามที่กำหนดในบทบัญญัติเครื่องสำอางแห่งอาเซียน ให้มีความสามารถอยู่ในระดับเดียวกัน เป็นการส่งเสริมให้เกิดความร่วมมือภายใต้ประชาคมเศรษฐกิจอาเซียน ซึ่งที่ประชุมเห็นชอบให้ดำเนินการอย่างต่อเนื่องเป็นประจำทุกปี ปีละ 1 ครั้ง

สรุป

เท่าที่ผ่านมา ยังไม่มีการให้บริการทดสอบความชำนาญในแผนงานการตรวจเอกลักษณ์ และวิเคราะห์ปริมาณสารไฮโดรควิโนนในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทครีมทาหน้า ดังนั้น กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ โดยสำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย จึงได้ริเริ่มให้บริการแก่ห้องปฏิบัติการเครือข่ายในประเทศ และ การให้บริการทดสอบความชำนาญดังกล่าวได้รับการรับรองความสามารถของการเป็นผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญตามมาตรฐานสากล ISO/IEC 17043 -

2010 จากหน่วยรับรอง National Association of Testing Authorities (NATA) ประเทศออสเตรเลีย และปรากฏข้อมูลของแผนงานนี้ในฐานะข้อมูลผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญ European Information System on Proficiency Testing Schemes หรือ EPTIS (www.eptis.bam.de) ซึ่งการดำเนินการนี้เป็นกิจกรรมที่เป็นประโยชน์ทั้งห้องปฏิบัติการ และผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญ (proficiency testing provider) โดยห้องปฏิบัติการด้านเครื่องสำอางของประเทศสมาชิกอาเซียนทั้ง 10 ประเทศที่เข้าร่วมทดสอบความชำนาญสามารถใช้เป็นเครื่องมือในการเสริมสร้างความเข้มแข็งในการพัฒนาและรักษาระบบการบริหารคุณภาพทางห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025 และแสดงความสามารถของห้องปฏิบัติการในด้านการตรวจวิเคราะห์สำหรับผู้ให้บริการทดสอบความชำนาญ คือ สำนักเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข เป็นกิจกรรมที่แสดงถึงความสามารถในยกระดับจากการให้บริการทดสอบความชำนาญในระดับประเทศสู่การให้บริการทดสอบความชำนาญในระดับภูมิภาคอาเซียนได้ นับเป็นกิจกรรมที่สำคัญในการเสริมบทบาทและศักยภาพในการเป็นห้องปฏิบัติการอ้างอิงของประเทศ และการศึกษาวิจัยนี้สามารถใช้เป็นรูปแบบที่ประเทศสมาชิกอาเซียนอื่นสามารถนำไปใช้ในการดำเนินงานในด้านนี้ได้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ กลุ่มควบคุมเครื่องสำอาง สำนักควบคุมเครื่องสำอางและวัตถุอันตราย สำนักงาน คณะกรรมการอาหารและยา ที่ให้ความอนุเคราะห์ตัวอย่างครีมทาหน้าเพื่อใช้ในการทดสอบความชำนาญ

เอกสารอ้างอิง

- กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์. รายงานประจำปี 2555. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์. กรุงเทพมหานคร: อรุณการพิมพ์; 2556.
- United Nations Environment Programme. International Labour Organisation. World Health Organization. International Program on Chemical Safety. Health and Safety Guide No. 101. Hydroquinone. Geneva: World Health Organization; 1996.
- ประกาศกระทรวงสาธารณสุข เรื่อง กำหนดวัตถุที่ห้ามใช้เป็นส่วนผสมในการผลิตเครื่องสำอาง (ฉบับที่ 2) ราชกิจจานุเบกษา เล่ม 126 ตอนพิเศษ 46 ง ลงวันที่ 27 มีนาคม 2552.
- The ASEAN Secretariat. Agreement on the ASEAN Harmonized Cosmetic Regulatory Scheme (AHCRS). Schedule B – ASEAN Cosmetic Directive. 2003 Sep 2; Phnom Penh, Cambodia. Jakarta: The ASEAN Secretariat; 2003.
- Sardy SL, Samhudi NS. ASEAN standards and quality: EC-ASEAN Economic Cooperation Programme on Standards, Quality and Conformity Assessment and ASEAN-EU Programme for Regional Integration Support [Internet]. Indonesia: 2004 Aug [cited 2013 Dec 27]. Available from: <http://www.asean.org/archive/ACCSQ%20-%20Bulletin%2018/Article%20-%20INDONESIA%202.pdf>
- Ramesh SV. Report of the 1st Special Experts' Meeting of the ASEAN Cosmetic Testing Laboratories Network (ACTLN); 2011 Mar 31-April 1; Nonthaburi, Thailand. Jakarta: ASEAN Secretariat; 2011. p. 1-5.
- Ramesh SV. Report of the 2nd Special Experts' Meeting of the ASEAN Cosmetic Testing Laboratories Network (ACTLN); 2011 June 21; Bandar Seri Begawan, Brunei Darussalam. Jakarta: ASEAN Secretariat; 2011. p. 1-5.
- International Organization for Standardization. ISO/IEC 17025: 2005. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. 2005. Geneva: International Organization for Standardization; 2005. p. 1-28.
- International Organization for Standardization. ISO/IEC 17043: 2010. Conformity Assessment – General Requirement for Proficiency Testing. Geneva: 2010. Geneva: International Organization for Standardization; 2010. P. 1-39.
- EPTIS Database. European Proficiency Testing Information System [Internet]. Berlin: 2011 Jun [cited 2013 Jul 31]. Available from: www.eptis.bam.de./php/eptis/index_results1.php

11. ASEAN Secretariat. ASEAN Cosmetic Method: ACM INO 03 – identification and determination of hydroquinone in cosmetic products by TLC and HPLC; 2005 Aug 31. Jakarta: ASEAN Secretariat; p. 1–5.
12. International Organization for Standardization. ISO 13528 : 2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons. 2005. Geneva: International Organization for Standardization; 2005. p. 1–66.
13. Miller JN, Miller JC. Robust methods. In: Statistics and chemometrics for analytical chemistry. 5th ed. London: Pearson Education Limited; 2005. p. 173–5.
14. Horwitz W, Britton P, Chirtel SJ. A simple method for evaluation data from an interlaboratory study. J AOAC Int 1998;81:1257–65.
15. Ramesh SV. Report of the 17th ASEAN Cosmetic Committee 2012 Jul 10–12; Siem Reap, Cambodia. Jakarta: ASEAN Secretariat; 2011. p. 1–13.

Abstract: Proficiency Testing for ASEAN Member Countries in Analyzing Hydroquinone in Facial Creams, 2011

Hansa Chaivanit, B.Sc. (Chemistry); Junya Meesri, B.Sc. (Chemistry); Sudthida Meethong, B.Sc. (Chemistry); Nawaporn Anatasinkul, M.Sc. (Hons. Statistics)

Bureau of Cosmetics and Hazardous Substances, Department of Medical Sciences, Ministry of Public Health, Thailand

Journal of Health Science 2014;23:121–29.

Proficiency testing (PT) is an important tool for strengthening the capacity of laboratories. The objective of this study was to assess and compare the performance in the detection and analysis of hydroquinone in facial creams among the ASEAN member countries. There were 10 national cosmetic laboratories from all 10 ASEAN Member Countries (AMC) participated in the study during the period from May to October 2011. In this regard, the Bureau of Cosmetics and Hazardous Substances, Department of Medical Sciences, Ministry of Public Health, Thailand, has provided a known sample for the test. It was found that all 10 AMCs reported the correct results on detection of hydroquinone by thin layer chromatography. Quantitative analysis using high pressure liquid chromatography was performed by 8 AMCs, and the results were all satisfactory. The report of this proficiency testing exercise was distributed to all the AMCs. It was also presented at the ASEAN Cosmetic Committee Meeting in July 2012; and the meeting agreed that the PT should be performed annually.

Key word: proficiency testing, ASEAN Member Countries, hydroquinone, cosmetics, facial cream