# SÉPTIMA DIRECTIVA 96/45/CE DE LA COMISIÓN

## de 2 de julio de 1996

## relativa a los métodos de análisis necesarios para comprobar la composición de los productos cosméticos

**(Texto pertinente a los fines del EEE)**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Vista la Directiva 76/768/CEE del Consejo, de 27 de julio de 1976, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros en materia de productos cosméticos [1], cuya última modificación la constituye la Directiva 95/34/CE de la Comisión [2], y, en particular, el apartado 1 de su artículo 8,

Considerando que la Directiva 76/768/CEE prevé controles oficiales de los productos cosméticos con el fin de comprobar si se respetan las condiciones previstas en las disposiciones comunitarias relativas a la composición de los productos cosméticos;

Considerando que procede establecer lo más rápidamente posible todos los métodos de análisis necesarios y que algunos de ellos ya han sido fijados con la adopción de la Directiva 80/1335/CEE de la Comisión [3], modificada por la Directiva 87/143/CEE [4], de la Directiva 82/434/CEE de la Comisión [5], modificada por la Directiva 90/207/CEE [6], y de las Directivas de la Comisión 83/514/CEE [7], 85/490/CEE [8], 93/73/CEE [9] y 95/32/CE [10];

Considerando que la identificación y determinación del 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropan-2-ol, 4-hidroxibenzoato de metilo, etilo, propilo, butilo y bencilo en los productos cosméticos constituyen una séptima etapa;

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité para la adaptación al progreso técnico de la Directiva 76/768/CEE,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

*Artículo 1*

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias a fin de que, con ocasión de los controles oficiales de los productos cosméticos, la identificación y determinación del 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropan-2-ol, 4-hidroxibenzoato de metilo, propilo, butilo y bencilo se efectúen con arreglo a los métodos descritos en el Anexo.

*Artículo 2*

1. Los Estados miembros adoptarán las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para cumplir la presente Directiva a más tardar el 30 de septiembre de 1997. Informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

2. Cuando los Estados miembros adopten dichas disposiciones, éstas harán referencia a la presente Directiva o irán acompañadas de dicha referencia en su publicación oficial. Los Estados miembros establecerán las modalidades de la mencionada referencia.

3. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión el texto de las disposiciones de Derecho interno que adopten en el ámbito regulado por la presente Directiva.

*Artículo 3*

La presente Directiva entrará en vigor el vigésimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas.*

*Artículo 4*

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 2 de julio de 1996.

*Por la Comisión*

Emma BONINO

*Miembro de la Comisión*

---

(1) DO nº L 262 de 27. 9. 1976, p. 169.
(2) DO nº L 167 de 18. 7. 1995, p. 19.
(3) DO nº L 383 de 31. 12. 1980, p. 27.
(4) DO nº L 57 de 27. 2. 1987, p. 56.
(5) DO nº L 185 de 30. 6. 1982, p. 1.
(6) DO nº L 108 de 28. 4. 1990, p. 92.
(7) DO nº L 291 de 24. 10. 1983, p. 9.
(8) DO nº L 295 de 7. 11. 1985, p. 30.
(9) DO nº L 231 de 14. 9. 1993, p. 34.
(10) DO nº L 178 de 28. 7. 1995, p. 20.

*ANEXO*

# IDENTIFICACIÓN Y DETERMINACIÓN DE 2-FENOXIETANOL, 1-FENOXIPROPAN-2-OL, 4-HIDROXIBENZOATO DE METILO, ETILO, PROPILO, BUTILO Y BENCILO EN PRODUCTOS COSMÉTICOS

## A. IDENTIFICACIÓN

### 1. Alcance y campo de aplicación

El presente método especifica un procedimiento de cromatografía en capa fina (TLC) que, en combinación con el método de determinación descrito en la sección B, permite la identificación de 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropan-2-ol, 4-hidroxibenzoato de metilo, 4-hidroxibenzoato de etilo, 4-hidroxibenzoato de propilo, 4-hidroxibenzoato de butilo y 4-hidroxibenzoato de bencilo en productos cosméticos.

### 2. Principio

Los conservantes, se extraen con acetona, de la muestra del cosmético acidificada. Una vez filtrada, se mezcla la disolución acetónica con agua y se precipitan los ácidos grasos en medio alcalino en forma de sales cálcicas. La mezcla alcalina acetona/agua, se extrae con dietileter para eliminar las sustancias lipifílicas. Tras su acidificación, se extraen los conservantes con dietileter. Se depositan gotas de una alícuota del extracto en dietiléter sobre una placa de capa fina recubierta de silicagel. Una vez desarrollada la placa, se examina bajo luz UV; rociar con reactivo Millon.

### 3. Reactivos

3.1. Consideración general

Todos los reactivos usados deben ser de pureza analítica. El agua debe ser destilada o de una pureza igual o superior a ésta.

3.2. Acetona

3.3. Dietiléter

3.4. n-Pentano

3.5. Metanol

3.6. Ácido acético glacial

3.7. Ácido clorhídrico, c(HCl) = 4mol/l

3.8. Disolución de hidróxido de potasio, c(KOH) = 4mol/l

3.9. Cloruro de cálcio dihidrato ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$)

3.10. Reactivo de detección: reactivo de Millon

El reactivo de Millon [nitrato de mercurio(II)], es una disolución preparada y comercializada (Fluka 69820)

3.11. 2-Fenoxietanol

3.12. 1-Fenoxipropan-2-ol

3.13. 4-Hidroxibenzoato de metilo (metilparabén)

3.14. 4-Hidroxibenzoato de etilo (etilparabén)

3.15. 4-Hidroxibenzoato de n-propilo (propilparabén)

3.16. 4-Hidroxibenzoato de n-butilo (butilparabén)

3.17. 4-Hidroxibenzoato de bencilo (bencilparabén)

3.18. Disoluciones de referencia

Se preparan disoluciones al 0,1 % (m/V) en metanol, de cada una de las sustancias de referencia 3.11, 3.12, 3.13, 3.14, 3.15, 3.16 y 3.17.

3.19. Disolvende de revelado

Se mezclan 88 volúmenes de n-pentano con 12 volúmenes de ácido acético glacial.

4. **Aparatos**

Equipo habitual de laboratorio y

4.1. Baño de agua que pueda mantener una temperatura de 60 °C

4.2. Cubeta de cromatografía (no revestido de papel de filtro)

4.3. Lámpara de luz ultravioleta, 254 nm

4.4. Placas para capa fina de 20 cm × 20 cm, recubiertas con silicagel 60 $F_{254}$, con zona de concentración (Merck, nº 11798, Darmstadt o equivalente).

4.5. Estufa que pueda mantener temperaturas de 105 °C

4.6. Secador de pelo de aire caliente

4.7. Rodillo para pintar de lana, de una longitud aproximada de 10 cm, con un diámetro externo de aproximadamente 3,5 cm. El grosor de la capa de lana debe ser de 2-3 mm. Si fuera necesario se recortará la lana. (Véase la nota 5.2).

4.8. Tubos de vidrio de 50 ml con tapón de rosca

4.9. Placa calefactora eléctrica con termostato de temperatura. Ajuste de la temperatura aproximadamente a 80 °C. La placa caliente debe cubrirse con una placa de aluminio de 20 cm × 20 cm y un grosor de unos 6 mm para obtener una distribución uniforme del calor.

5. **Procedimiento**

5.1. Preparación de la muestra

Pesar aproximadamente 1g de muestra en un tubo de vidrio de 50 ml con tapón de rosca. Añadir 4 gotas de disolución de ácido clorhídrico (3.7) y 40 ml de acetona.

Para los productos cosméticos muy básicos, como el jabón de tocador, añadir 20 gotas de disolución de ácido clorhídrico. Cerrar el tubo, calentar suavemente la mezcla, hasta unos 60 °C, para facilitar la extracción de los conservantes en la fase acetónica y agitar enérgicamente durante un minuto. Medir el pH de la disolución con papel indicador de pH y ajustar 3 con disolución de ácido clorhídrico. Volver a agitar enérgicamente durante un minuto.

Enfriar la disolución a temperatura ambiente y filtrar a través de un filtro de papel en un erlenmeyer. Transferir 20 ml de filtrado a un erlenmeyer de 200 ml, añadir 60 ml de agua y mezclar. Ajustar hasta el pH de la mezcla aproximadamente a 10, con disolución de hidróxido de potásio (3.8), usando papel indicador de pH.

Añadir 1g de cloruro de cálcio dihidrato (3.9) y agitar enérgicamente. Filtrar la disolución a través de filtro de papel en un embudo de separación de 250 ml que contiene 75 ml de dietiléter y agitar enérgicamente durante 1 minuto. Dejar que se separen las fases y transferir la fase acuosa a un erlenmeyer de 200 ml. Ajustar el pH de la disolución aproximadamente a 2, con disolución de ácido clorhídrico, usando papel indicador de pH. A continuación añadir 10 ml de dietiléter y se agita enérgicamente durante 1 minuto. Se deja que se separen las fases y se transfieren unos 2 ml de la capa de dietiléter a un vial de 5 ml.

5.2. Cromatografía en capa fina

Colocar una placa de TLC (4.4) sobre la placa de aluminio calentada (4.9). Aplicar 10 ml de cada una de las disoluciones de referencia (3.18) y 100 ml de la o las disoluciones de muestra (5.1), sobre una línea en la zona de concentración de la placa.

Si se desea, se puede utilizar una corriente de aire para facilitar la evaporación del disolvente. Retirar la placa de TLC de la placa calefactora y dejar enfriar a temperatura ambiente. Transferir 100 ml de la fase móvil (3.19) a una cubeta de cromatografía. Colocar inmediatamente la placa de TLC en la cámara insataurada y dejar eluir a temperatura ambiente, hasta que el frente del disolvente haya recorrido unos 15 cm desde la línea de aplicación. Sacar la placa de la cubeta y secar en una corriente de aire caliente, con un secador de pelo.

Examinar la placa bajo luz UV (4.3) y marcar la posición de las manchas. Calentar la placa durante 30 minutos en una estufa (4.5) a 100 °C para eliminar el exceso de ácido acético. Visualizar los conservantes en el cromatograma con reactivo de Millon (3.10), para lo cual se sumerge el rodillo de pintor (4.7) en el reactivo y se extiende sobre la placa de TLC hasta que ésta esté bien húmeda.

*Nota:* Las manchas pueden visualizarse también, aplicando cuidadosamente una gota de reactivo de Millon, sobre cada una de las manchas marcadas a la luz ultravioleta.

Los ésteres del ácido 4-hidroxibenzoico aparecen como manchas rojas; el 2-fenoxietanol y el 1-fenoxipropan-2-ol como manchas amarillas. Nótese, no obstante, que el propio ácido 4-hidroxibenzóico, que puede estar presente en las muestras como conservante o como producto de descomposición de los parabenes, también aparecerá como una mancha roja (véanse las notas 7.3 y 7.4).

6. **Identificación**

Calcular el $R_f$ de cada mancha. Comparar los valores de $R_f$, el comportamiento bajo luz UV y el color tras visualización de las manchas obtenidas, con la disolución de muestra, y las obtenidas con las disoluciones de referencia. Obtener conclusiones preliminares sobre la identidad de los conservantes. Si se observa la presencia de parabenes, debe seguirse el procedimiento de HPLC descrito en la sección B. Se combinaran los resultados obtenidos por TLC y HPLC, para confirmar la presencia de 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropan-2-ol y parabenes.

7. **Observaciones**

7.1. Debido a la toxicidad del reactivo de Millon, éste se aplicará según el método descrito. No es recomendable pulverizarlo.

7.2. Otros compuestos con grupos hidroxilos pueden producir también colores con el reactivo de Millon. Se puede encontrar una tabla de colores y de valores de $R_f$ obtenidos para algunos conservantes, utilizando este procedimiento de TLC en: N. de Kruijf, M.A.H. Rijk, L.A. Pranato-Soetardhi y A. Schouten (1987) *Determination of preservatives in cosmetic products I:Thin layer chromatographic procedure for the identification of preservatives in cosmetic products* (J. Chomatoghraphy 410, 395-411).

7.3. Los valores de $R_f$ que figuran en la siguiente tabla, son una indicación de los valores que pueden obtenerse:

| Compuesto | $hR_f$ | Color |
|---|---|---|
| ácido 4-hidroxibenzoico | 11 | rojo |
| metilparabén | 12 | rojo |
| etilparabén | 17 | rojo |
| propilparabén | 21 | rojo |
| butilparabén | 26 | rojo |
| bencilparabén | 16 | rojo |
| 2-fenoxietanol | 29 | amarillo |
| 1-fenoxipropan-2-ol | 50 | amarillo |

7.4. No se consigue separar el ácido 4-hidroxibenzoico y el metilparabén ni el bencilparabén y el etilparabén. La identificación de dichos compuestos debe confirmarse por el método de HPLC descrito en la sección B y comparando los tiempos de retención obtenidos con la muestra y los patrones.

B. DETERMINACIÓN

1. **Alcance y campo de aplicación**

El presente método especifica un procedimiento para determinar 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropan-2-ol, 4-hidroxibenzoato de metilo, 4-hidroxibenzoato de etilo, 4-hidroxibenzoato de propilo 4-hidroxibenzoato de butilo y 4-hidroxibenzoato de bencilo en productos cosméticos.

2. **Definición**

Las cantidades de conservante determinadas con este método se expresan como porcentaje en masa.

3. **Principio**

Acidificar la muestra por adición de ácido sulfúrico y suspender en una mezcla de etanol/agua. Tras calentar suavemente la mezcla, para que se funda la fase lipídica y aumente la extracción cuantitativa, filtrar la mezcla.

Los conservantes en el filtrado, se determinan por HPLC en fase reversa utilizando 4-hidroxibenzoato de isopropilo como patrón interno.

4. **Reactivos**

4.1. Consideración general

Todos los reactivos deben ser de pureza analítica y apropiados para HPLC, cuando proceda. El agua debe ser destilada o de una pureza igual o superior a ésta.

4.2. Etanol absoluto

4.3. 2-Fenoxietanol

4.4. 1-Fenoxipropan-2-ol

4.5. 4-Hidroxibenzoato de metilo (metilparabén)

4.6. 4-Hidroxibenzoato de etilo (etilparabén)

4.7. 4-Hidroxibenzoato de n-propilo (propilparabén)

4.8. 4-Hidroxibenzoato de isopropilo (isopropilparabén)

4.9. 4-Hidroxibenzoato de n-butilo (butilparabén)

4.10. 4-Hidroxibenzoato de bencilo (bencilparabén)

4.11. Tetrahidrofurano

4.12. Metanol

4.13. Acetonitrilo

4.14. Ácido sulfúrico, $c(H_2SO_4) = 2 mol/l$

4.15. Mezcla de etanol/agua:

mezclar 9 volúmenes de etanol (4.2) y 1 volumen de agua.

4.16. Solución patrón interno

Pesar con exactitud, unos 0,25 g de isopropilparabén (4.8), transferir a un matraz aforado, disolver y enrasar con la mezcla de etanol/agua (4.15).

4.17. Fase móvil: mezcla de tetrahidrofurano/agua/metanol/acetonitrilo

Mezclar 5 volúmenes de tetrahidrofurano, 60 volúmenes de agua, 10 volúmenes de metanol y 25 volúmenes de acetonitrilo.

4.18. Disolución madre de conservantes

Pesar, con exactitud, aproximadamente 0,2 g de 2-fenoxietanol 0,2 g de 1-fenoxipropan-2-ol, 0,05 g de metilparabén, 0,05 g de etilparabén, 0,05 g de propilparabén, 0,05 g de butilparabén y 0,025 g de bencilparabén, en un matraz aforado de 100 ml, disolver y diluir hasta volumen con la mezcla de etanol/agua.

La disolución conservada en nevera es estable durante una semana.

4.19. Disoluciones patrón de conservantes

Pipetear respectivamente 20,00 ml, 10,00 ml, 5,00 ml, 2,00 ml y 1,00 ml de disolución madre (4.18) a matraces aforados de 50 ml. Añadir a cada matraz 10,00 ml de disolución patrón interno (4.16) y 1,0 ml de disolución de ácido sulfúrico (4.14) y enrasar con la mezcla de etanol/agua. Estas disoluciones han de prepararse en el momento de su utilización.

## 5. Aparatos

Equipo habitual de laboratorio y:

5.1. Baño de agua que pueda mantener una temperatura de 60 °C ± 1 °C.

5.2. Cromatógrafo de líquidos equipado con un detector de UV, longitud de onda 280 nm.

5.3. Columna analítica:

Acero inoxidable, 25 cm × 4,6 mm de diámetro interno (o 12,5 cm × 4,6 mm d.i.) rellena con Nucleosil 5C18 o equivalente (véase 10.1).

5.4. Tubos de vidrio de 100 ml con tapón de rosca

5.5. Esquirlas de carborundo, tamaño 2-4 mm, o equivalente

## 6. Procedimiento

6.1. Preparación de la muestra

6.1.1. Preparación de la muestra sin adición de patrón interno

Pesar aproximadamente 1,0 g de muestra en un tubo de vidrio de 100 ml con tapón de rosca. Pipetear en el tubo 1,0 ml de disolución de ácido sulfúrico (4.14) y 50,0 ml de mezcla de etanol/agua (4.15). Añadir aproximadamente 1 g de esquirlas (5.5), cerrar el tubo y agitar enérgicamente hasta obtener una suspensión homogénea.

Agitar durante un minuto como mínimo. Colocar el tubo durante 5 minutos en un baño de agua (5.1) a 60 °C ± 1 °C para facilitar la extracción de los conservantes en la fase etanólica.

Enfriar inmediatamente el tubo en una corriente de agua fría y guardar el extracto en la nevera durante 1 hora. Filtrar el extracto a través de un filtro de papel. Transferir unos 2 ml de filtrado a un vial de 5 ml. Guardar los extractos en la nevera y realizar la determinación por HPLC en las 24 horas siguientes.

6.1.2. Preparación de la muestra con adición de patrón interno

Pesar con precisión de tres decimales 1,0 g ± 0,1 g de muestra (a gramos) en un tubo de vidrio de 100 ml con tapón de rosca.

Pipetear en el tubo 1,0 ml de disolución de ácido sulfúrico y 40,0 ml de la mezcla etanol/agua. Añadir aproximadamente 1 g de esquirlas y exactamente 10,00 ml de disolución patrón interno. Cerrar el tubo y agitar energicamente hasta obtener una suspensión homogénea.

Agitar durante 1 minuto como mínimo. Colocar el tubo durante 5 minutos en un baño de agua a 60 °C ± 1 °C, para facilitar la extración de los conservantes en la fase etanólica.

Enfriar inmediatamente el tubo en una corriente de agua fría y guardar el extracto en la nevera durante 1 hora. Filtrar el extracto a través de un de filtro papel.

Transferir unos 2 ml de filtrado a un vial de 5 ml (disolución de ensayo). Guardar los extractos en la nevera y realizar la determinación por HPLC en las 24 horas siguientes.

6.2. Cromatografía de líquidos

6.2.1. Condiciones cromatográficas

— Fase móvil: mezcla de tetrahidrofurano/agua/metanol/acetonitrilo (4.17)

— Flujo: 1,5 ml/minuto

— Longitud de onda de detección: 280 nm

6.2.2. Calibración

Inyectar 10 µl de cada una de las disoluciones patrón de conservante (4.19). En los cromatogramas obtenidos se determinan los cocientes entre las alturas de los picos de las disoluciones patrón de conservante y la del pico del patrón interno. Para cada conservante se representa la curva de dichos cocientes en función de las concentraciones de disolución patrón.

6.2.3. Determinación

Inyectar en el cromatógrafo 10 µl de disolución de muestra sin patrón interno (6.1.1) y registrar el cromatograma.

Inyectar 10 µl de una de las soluciones patrón de conservante (4.19) y registrar el cromatograma. Comparar los cromatogramas obtenidos. Si en el cromatograma del extracto de la muestra (6.1.1) no hay ningún pico que tenga aproximadamente el mismo tiempo de retención que el isopropilparabén (patrón interno recomendado), inyectar 10 µl de disolución de muestra con patrón interno (6.1.2). Registrar el cromatograma y medir las alturas de los picos.

Si en el cromatograma de la disolución de muestra, se observa un pico de interferencia con un tiempo de retención aproximadamente igual al del isopripilparabén, deberá elegirse otro patrón interno. Si uno de los conservantes analizados estuviera ausente en el cromatograma de la muestra, puede usarse como patrón interno alternativo.

Calcular los cocientes entre las alturas de los picos de los conservantes investigados y la altura del pico del patrón interno.

Comprobar que para la disoluciones patrón utilizadas en el procedimiento de calibración, se obtiene una respuesta lineal.

Comprobar si los cromatogramas obtenidos con una disolución patrón y con la disolución de muestra cumplen los siguientes requisitos:

— la separación entre picos, del par menos separado, debe ser como mínimo 0,90. (Para definición de separación de picos, véase figura 1).

separación de los picos (p)

$p = f/g$

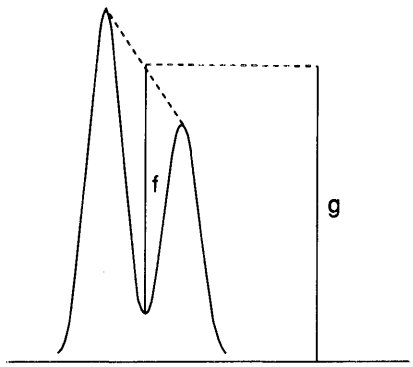
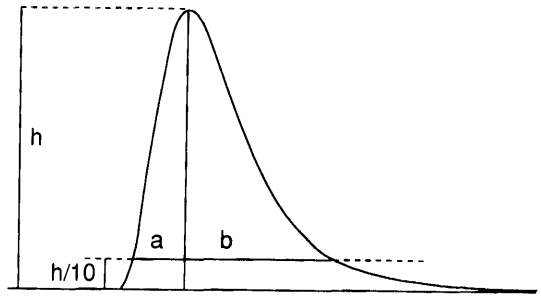



**Figura 1:** Separación de picos

Si no se alcanza la separación requerida, debe usarse una columna más eficaz o ajustar la composición de la fase móvil, para cumplir con el requisito.

— El factor de asimetría $A_s$ de todos los picos obtenidos debe estar comprendido entre 0,9 y 1,5. (Para definición del factor de asimetría de los picos, véase figura 2). Se recomienda registrar el cromatograma, para la determinación del factor de asimetría, una velocidad de registro de 2 cm/minuto como mínimo.

Factor de asimetría ($A_s$)




$A_s = b/a$

**Figura 2:** Factor de asimetría de los picos

— Debe obtenerse una línea de base estable.

7. **Cálculo**

La curva de calibración (6.2.2) y los cocientes entre las alturas de los picos de los conservantes analizados y la altura del pico del patrón interno, se utilizan para calcular la concentración de los conservantes en la disolución de muestra. Calcular el contenido en 2-fenoxietanol, 1-fenoxipropan-2-ol, 4-hidroxibenzoato de metilo, 4-hidroxibenzoato de etilo, 4-hidroxibenzoato de propilo, 4-hidroxibenzoato de butilo y 4-hidroxibenzoato de bencilo, $w_i$, como el porcentaje en peso (% m/m), utilizando la fórmula siguiente:

$$\% \, w_i \, (m/m) = \frac{b_i}{200 \times a}$$

en la cual:

$b_i$ = concentración (µg/ml) de conservante i en la solución de ensayo leida de la curva de calibración

a = masa (g) de la porción de ensayo.

8. **Repetibilidad** (1)

Véanse las observaciones, 10.5

9. **Reproducibilidad** (1)

Véanse las observaciones, 10.5

10. **Observaciones**

10.1. Fase estacionaria

El comportamiento de los solutos en lo relativo a retención en las determinaciones por HPLC, depende fuertemente del tipo, marca e historial de la fase estacionaria. De los resultados obtenidos con las disoluciones patrón (véanse las observaciones 6.2.3), puede deducirse si la columna utilizada es adecuada para separar los conservantes analizados. Como material de relleno de la columna, se ha comprobado que, además del propuesto, también son apropiados Hypersil ODS y Zorbax ODS.

Para obtener la separación requerida, también puede optimizarse la composición recomendada de la fase móvil.

10.2. Longitud de onda de detección

En la determinación de la robusted del método descrito, se ha comprobado que una ligera variación en la longitud de onda de detección puede tener un efecto significativo sobre los resultados.

En consecuencia, debe controlarse cuidadosamente este parámetro durante el análisis.

(1) ISO 5725.

10.3. Interferencias

En las condiciones descritas en este método, eluyen también muchos otros compuestos, como conservantes y aditivos de cosméticos. Los tiempos de retención de una gran cantidad de conservantes mencionados en el Anexo VI de la Directiva del Consejo, relativa a los productos cosméticos se recogen en N. de Kruijf, A., Schouten, M.A.H. Rijk y L.A. Pranato-Soetardhi (1989) *Determination of preservatives in cosmetic products II. High-performance liquid chromatographic identification* (J. Chromatography 469, 317-398).

10.4. Para proteger la columna analítica puede emplearse una precolumna apropiada.

10.5. Este método ha sido investigado en un estudios colaborativo en el que participaron 9 laboratorios. Se analizaron 3 muestras. La tabla siguiente recoge, para cada una de las tres muestras, las medidas en % m/m (m), repetibilidades (r) y reproducibilidades (R) halladas para los analitos que contenían:

| muestra | | 2-fenoxi-etanol | 1-fenoxi-propan-2-ol | metilparabén | etilparabén | propilparabén | butilparabén | bencilparabén |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| crema vitaminada | m | 1,124 | | 0,250 | 0,0628 | 0,031 | 0,0906 | |
| | r | 0,016 | | 0,018 | 0,0035 | 0,0028 | 0,0044 | |
| | R | 0,176 | | 0,030 | 0,0068 | 0,0111 | 0,0034 | |
| crema de día | m | 1,196 | | 0,266 | 0,076 | | | |
| | r | 0,040 | | 0,003 | 0,002 | | | |
| | R | 0,147 | | 0,022 | 0,004 | | | |
| crema de masaje | m | | 0,806 | | | 0,180 | 0,148 | 0,152 |
| | r | | 0,067 | | | 0,034 | 0,013 | 0,015 |
| | R | | 0,112 | | | 0,078 | 0,012 | 0,016 |