
Détermination in vitro de la photoprotection UVA

Determination of sunscreen UVA photoprotection in vitro

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 24443:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31-bf8bfa06817c/iso-24443-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31-bf8bfa06817c/iso-24443-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24443:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31-bf8bfa06817c/iso-24443-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Principe	2
4 Appareillage	3
4.1 Spécifications relatives au spectrophotomètre UV	3
4.2 Étalonnage du spectrophotomètre UV	3
4.3 Étalonnage de la source d'exposition aux UV	3
4.4 Surveillance de la source d'exposition aux UV	4
4.5 Étalonnage du radiomètre UVA utilisé pour contrôler l'irradiation de l'échantillon d'essai	4
4.6 Substrat/plaque	4
5 Méthode d'essai	4
5.1 Présentation du mode opératoire d'essai	4
5.2 Étalonnage de l'équipement et validation des plaques d'essai	5
5.3 Mesurages de l'absorption à travers la plaque	5
5.4 Application de l'échantillon	5
5.5 Mesurages de l'absorbance de la plaque traitée	6
5.6 Nombre de déterminations	6
5.7 Détermination du FPS calculé initial (FPS_{in vitro}), de la valeur «C», du FPUVA initial (FPUVA₀) et de la dose d'exposition aux UV	6
5.8 Exposition aux UV	8
5.9 Mesurage du spectre d'absorbance ajusté final	8
5.10 Calcul du FPUVA des plaques après exposition de l'échantillon aux UV	8
6 Mode opératoire utilisant la feuille de calcul de la présente Norme internationale	9
7 Formulation du produit de protection solaire de référence S2	9
8 Rapport d'essai	10
Annexe A (normative) Étalonnage du spectrophotomètre UV et contrôle de transmission de la plaque	11
Annexe B (normative) Mode opératoire d'étalonnage du radiomètre/spectroradiomètre pour le mesurage du flux	16
Annexe C (normative) Valeurs de calcul: Spectres d'action de la PPD et de l'érythème et intensité de l'irradiance spectrale des sources UVA et UV-SSR	18
Annexe D (normative) Spécifications de la surface des plaques d'essai de PMMA	21
Annexe E (normative) Produit de protection solaire de référence S2	23
Annexe F (informative) Calculs statistiques	28
Bibliographie	31

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 24443 a été élaborée par le Comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 24443:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31-bf8bfa06817c/iso-24443-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31-bf8bfa06817c/iso-24443-2012>

Détermination in vitro de la photoprotection UVA

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale d'essai spécifie un mode opératoire in vitro pour caractériser la protection UVA apportée par des produits de protection solaire. Des spécifications sont données pour permettre de déterminer les caractéristiques d'absorbance spectrale de la protection UVA de façon reproductible.

Afin de déterminer les paramètres de protection UVA pertinents, la méthode a été mise au point pour fournir une courbe d'absorbance spectrale UV à partir de laquelle des calculs et des évaluations peuvent être effectués. Les résultats de ce mode opératoire de mesure peuvent être utilisés pour d'autres calculs exigés par les autorités réglementaires locales. Ces calculs comprennent le calcul du facteur de protection contre les ultraviolets A (FPUVA) [corrélé au FPUVA in vivo du mode opératoire d'essai de pigmentation persistante (PPD)], de la longueur d'onde critique et de la proportionnalité de l'absorbance des UVA. Ces calculs sont facultatifs et sont liés aux exigences d'étiquetage locales des produits de protection solaire. Cette méthode repose sur les résultats du FPS in vivo pour élaborer la courbe d'absorbance des UV.

La présente Norme internationale n'est pas applicable aux produits en poudre tels que les produits en poudre compacte ou en poudre libre.

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1

facteur de protection UVA in vitro FPUVA

facteur de protection UVA in vitro d'un produit de protection solaire contre le rayonnement UVA calculé mathématiquement par modélisation spectrale in vitro

2.2

calcul in vitro du FPS

FPS_{in vitro}

facteur de protection d'un produit solaire contre le rayonnement provoquant l'érythème calculé par modélisation spectrale

2.3

spectre d'action de l'érythème

$E(\lambda)$

effets relatifs des bandes spectrales individuelles d'une source d'exposition pour une réponse érythémale

NOTE Voir Références [1] et [2].

2.4

spectre d'action de PPD

$P(\lambda)$

effets relatifs des bandes spectrales individuelles d'une source d'exposition pour une réponse de pigmentation persistante

NOTE Voir Références [1] et [2].

2.5

absorbance monochromatique

A_λ
l'absorbance du produit de protection solaire à la longueur d'onde λ est corrélée à la transmittance du produit de protection solaire, T_λ , par

$$A_\lambda = -\log(T_\lambda)$$

où la transmittance, T_λ , est la fraction de l'intensité UV incidente transmise par le film de protection solaire.

2.6

irradiance

I
puissance par unité de surface, exprimée en W/m^2 ; pour une plage définie de longueurs d'onde

EXEMPLES De 290 nm à 400 nm pour l'irradiance UVA + UVB ou de 320 nm à 400 nm pour l'irradiance UVA.

2.7

irradiance spectrale pour les essais du FPS ou de la PPD

$I(\lambda)$
irradiance par unité de longueur d'onde, $I(\lambda)$, exprimée en $W/m^2/nm$

2.8

spectrophotomètre

instrument qui mesure les propriétés d'absorbance (ou transmission) d'un milieu d'essai en fonction de la longueur d'onde

2.9

spectroradiomètre

instrument qui mesure l'irradiance spectrale (intensité en watts par unité de surface par nanomètre) de sources électromagnétiques

NOTE Dans la présente Norme internationale, il est limité aux plages de rayonnements ultraviolet, visible et infrarouge court.

2.10

radiomètre

instrument qui mesure l'irradiance dans une bande large de longueurs d'onde (intensité en watts par unité de surface) de sources électromagnétiques

NOTE Dans la présente Norme internationale, il est limité aux plages de rayonnements ultraviolet, visible et infrarouge court.

3 Principe

L'essai est fondé sur l'évaluation de la transmittance UV à travers un film mince d'échantillon de produit de protection solaire étalé sur un substrat rugueux, avant et après exposition à une dose contrôlée de rayonnement à partir d'une source d'exposition aux UV définie. Étant donné que plusieurs variables ne peuvent pas être contrôlées à l'aide des techniques spectroscopiques sur film mince habituelles, chaque série de données de transmission pour le produit de protection solaire est mathématiquement ajustée de façon que les données FPS in vitro obtiennent la valeur FPS in vivo mesurée qui avait été déterminée par des essais in vivo. Les échantillons sont ensuite exposés à une dose mesurée spécifique de rayonnement UV pour tenir compte des caractéristiques de photostabilité du produit d'essai. Il a été démontré que les données d'absorbance spectrale qui en résultent constituent une représentation utile de la largeur et de l'intensité des caractéristiques de protection UVA du produit de protection solaire soumis à essai. Le mode opératoire de modélisation mathématique a été obtenu de façon empirique pour être corrélé aux résultats d'essai in vivo (pigmentation persistante) chez l'homme.

4 Appareillage

4.1 Spécifications relatives au spectrophotomètre UV

La plage de longueur d'onde du spectrophotomètre UV doit couvrir la bande spectrale de 290 nm à 400 nm. L'incrément de la longueur d'onde doit être de 1 nm.

Il convient qu'un spectrophotomètre UV qui ne comporte pas un monochromateur après l'échantillon d'essai emploie un filtre de réjection de la fluorescence.

Il convient que l'optique d'entrée du spectrophotomètre UV soit conçue pour collecter l'ensemble de l'irradiance diffuse transmise à travers le substrat de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) rugueux, sans ou avec la couche de protection solaire étalée sur sa surface. La taille du diamètre de l'orifice d'entrée de la sonde du spectrophotomètre UV doit être inférieure à la taille du spot lumineux à mesurer au niveau de l'échantillon (afin de tenir compte du rayonnement parasite). Il convient que la surface de chaque site de lecture soit au moins égale à 0,5 cm² afin de réduire la variabilité entre les lectures et de compenser le manque d'uniformité de la couche de produit. Il convient que l'exactitude de la longueur d'onde se trouve dans la plage 1 nm, telle que vérifiée à l'aide d'un filtre holmium (voir Annexe A). La capacité d'un instrument à mesurer exactement l'absorbance est limitée par la sensibilité de l'instrument. La plage dynamique minimale nécessaire pour cette méthodologie est de 2,2 unités d'absorbance telle que déterminée conformément à l'Annexe A. Il convient que l'absorbance maximale mesurée soit comprise dans la plage dynamique du dispositif utilisé. Si les mesurages produisent des courbes d'absorbance qui dépassent la limite supérieure déterminée du spectrophotomètre UV, il convient de renouveler l'essai en utilisant un instrument ayant une sensibilité et une plage dynamique plus élevées.

La lampe dans le spectrophotomètre UV utilisée lors du mesurage de la transmittance doit émettre un rayonnement continu sur la plage de 290 nm à 400 nm. Il convient par ailleurs que le niveau d'irradiance soit suffisamment faible, de sorte que la photostabilité du produit ne soit pas indûment remise en question (une lampe à arc au xénon est une solution qui convient). Par conséquent, il convient que la dose d'UV pendant un cycle de mesure ne dépasse pas 0,2 J/cm².

NOTE Un spectrophotomètre UV est utilisé pour mesurer les propriétés d'absorbance du produit de protection solaire sur les plaques d'essai. Un spectroradiomètre est utilisé pour mesurer la répartition d'énergie spectrale et l'intensité de la source d'exposition UV ou le spectrophotomètre UV pendant le mesurage de l'absorbance du produit de protection solaire sur la plaque d'essai.

4.2 Étalonnage du spectrophotomètre UV

Le spectrophotomètre UV doit être validé à des intervalles réguliers (intervalle recommandé au moins tous les mois) en mesurant des matériaux de référence.

Un essai réalisé en trois parties est nécessaire tel que décrit dans l'Annexe A:

- plage dynamique du spectrophotomètre UV;
- essai de linéarité du spectrophotomètre UV;
- essai d'exactitude de la longueur d'onde.

4.3 Étalonnage de la source d'exposition aux UV

L'irradiance spectrale au niveau du plan d'exposition de la source d'exposition aux UV utilisée pour l'irradiation (pour tenir compte de toute photo-instabilité) doit être aussi similaire que possible à l'irradiance au niveau du sol sous un soleil au zénith normalisé^[5] tel que défini par la COLIPA (1994)^[6] ou dans la DIN 67501^[7]. Il est nécessaire que l'irradiance UV se trouve dans les limites d'acceptation suivantes (mesuré à la distance de l'échantillon).

Tableau 1 — Spécifications de la source d'exposition aux UV

Spécifications de la source d'exposition UV telle que mesurée avec un spectrophotomètre	
Irradiance UV totale (de 290 nm à 400 nm)	(40 W/m ² à 200 W/m ²)
Rapport d'irradiance des UVA ^a sur les UVB ^b	8:22
^a De 320 nm à 400 nm.	
^b De 290 nm à 320 nm.	

Il convient que le dispositif de source d'exposition aux UV puisse maintenir les échantillons à une température comprise dans la plage de 25 °C à 35 °C. Il est important que la température de l'échantillon lui-même soit mesurée et non simplement la température de l'air environnant. Pour maintenir les échantillons à une température ne dépassant pas 35 °C, il convient d'utiliser un système de filtre réduisant en particulier le rayonnement IR, pour atteindre la plage de températures spécifiée. Il convient également d'utiliser des plateaux rafraîchissants ou des ventilateurs pour les plaques d'échantillons afin de maintenir la température en dessous de 35 °C ainsi que des dispositifs de chauffage pour maintenir les échantillons au-dessus de 25 °C.

4.4 Surveillance de la source d'exposition aux UV

L'émission de la source d'exposition UV utilisée pour l'exposition doit être vérifiée par un expert dûment qualifié (au moins) tous les 18 mois ou après un temps de fonctionnement de la lampe de 3 000 h afin de respecter les limites d'acceptation données. Il convient que l'inspection soit conduite avec un spectroradiomètre étalonné par rapport à une lampe normalisée traçable conformément à une norme d'étalonnage nationale ou internationale. En plus de l'inspection spectroradiométrique, l'intensité de la source d'exposition UV utilisée pour l'exposition doit être vérifiée avant chaque utilisation. Pour cela, il est possible d'utiliser un spectroradiomètre ou un radiomètre doté d'une sensibilité dans les UVA, étalonné pour le même spectre d'exposition aux UV que celui utilisé pour l'étape d'exposition du mode opératoire, en appliquant le coefficient d'étalonnage pour ajuster la différence entre le radiomètre UVA et le spectroradiomètre de référence.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31->

4.5 Étalonnage du radiomètre UVA utilisé pour contrôler l'irradiation de l'échantillon d'essai

Si un radiomètre UVA est utilisé, il faut qu'il ait été correctement étalonné. Cela nécessite un étalonnage par rapport au spectroradiomètre utilisé pour mesurer la source d'exposition (comme durant l'étalonnage annuel du simulateur solaire). Il faut que l'étalonnage soit effectué en termes d'irradiance UVA (de 320 nm à 400 nm) et qu'il se fasse au même niveau que celui auquel les plaques d'essai seront exposées. Une fois l'étalonnage avec le spectroradiomètre terminé, le radiomètre UVA peut être utilisé pour déterminer les doses d'UV à utiliser quotidiennement dans le mode opératoire d'exposition. L'Annexe B fournit le mode opératoire d'étalonnage étape par étape.

4.6 Substrat/plaque

Le substrat/la plaque est le matériau sur lequel le produit d'essai est destiné à être appliqué. Cette méthode utilise des plaques de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) ayant une face rugueuse disponibles dans le commerce. Une plaque spécifique a été validée pour cette méthode d'essai, et les spécifications et la préparation de ce type de plaque^[9] sont décrites dans l'Annexe D. Il convient de choisir la taille du substrat de sorte que la zone d'application ne soit pas inférieure à 16 cm².

5 Méthode d'essai

5.1 Présentation du mode opératoire d'essai

5.1.1 Conduire l'étalonnage et la validation de l'équipement d'essai, y compris du spectrophotomètre UV utilisés pour mesurer la transmission/l'absorbance, du radiomètre (ou du spectroradiomètre) utilisé pour mesurer la source d'exposition aux UV et vérifier les propriétés de transmission des plaques d'essai tel que décrit dans l'Annexe D.

- 5.1.2** Mesurer une plaque traitée à la glycérine pour obtenir un «blanc» de référence pour les mesurages ultérieurs de l'absorbance.
- 5.1.3** Mesurer l'absorbance in vitro du produit de protection solaire étalé sur une plaque de PMMA avant toute irradiation aux UV. Acquérir les données du spectre d'absorbance UV initiale $A_0(\lambda)$.
- 5.1.4** Procéder à l'ajustement mathématique du spectre d'absorbance UV initiale en utilisant le coefficient d'ajustement «C» (voir le calcul en 5.7.2) pour obtenir un FPS in vitro (sans dose d'UV) égal au FPS in vivo. Le FPUVA₀ est calculé en utilisant $A_0(\lambda)$ et C.
- 5.1.5** Calculer une seule dose d'exposition, D, aux UV, égale à $1,2 \times \text{FPUVA}_0$ en J/cm².
- 5.1.6** Exposer aux UV l'échantillon qui a été utilisé en 5.1.3, en fonction de la dose d'exposition, D, calculée.
- 5.1.7** Mesurer l'absorbance in vitro du produit de protection solaire après exposition aux UV. Acquisition du second spectre UV avec les données $A(\lambda)$.
- 5.1.8** Procéder à l'ajustement mathématique du second spectre d'absorbance (après exposition aux UV) en le multipliant par le même coefficient d'ajustement «C», préalablement déterminé en 5.1.4. La courbe d'absorbance ajustée résultante donne les valeurs d'absorbance finales.

NOTE Les valeurs d'absorbance UV doivent être utilisées pour les calculs.

5.2 Étalonage de l'équipement et validation des plaques d'essai

Les modes opératoires d'essai décrits dans l'Annexe A servent à valider l'exactitude, la linéarité de la longueur d'onde ainsi que les limites d'absorbance du spectrophotomètre UV/spectroradiomètre à utiliser pour le mode opératoire d'essai. La validation des propriétés UV des plaques d'essai de PMMA doit également être conduite tel que décrit dans l'Annexe D.

5.3 Mesurages de l'absorption à travers la plaque

Il est nécessaire de déterminer l'absorbance des rayonnements UV en préparant un «blanc» de plaque de PMMA. Préparer un «blanc» en étalant quelques microlitres de glycérine sur la face rugueuse de la plaque. Choisir la quantité de glycérine de sorte que la surface entière soit complètement recouverte (approximativement 15 µl pour une plaque de 50 mm × 50 mm). Il convient d'éviter tout excédent de glycérine. Mesurer l'absorbance à travers ce «blanc» et utiliser cette mesure comme mesure initiale pour les mesurages ultérieurs de l'absorbance.

NOTE De nombreux spectrophotomètres ont des fonctions «mesure initiale» permettant d'incorporer automatiquement cette mesure initiale dans les calculs des mesurages ultérieurs de l'absorbance.

5.4 Application de l'échantillon

Le produit de protection solaire est appliqué sur une nouvelle plaque de PMMA rugueuse non traitée (sur le dessus de la face rugueuse) par masse, à un taux d'application de 1,3 mg/cm². Afin de garantir l'exactitude/la répétabilité de la dose, il convient que la zone d'application ne soit pas inférieure à 16 cm². La dose d'application peut être déterminée en mesurant la différence de masse de la pipette avant et après l'application du produit, ou sinon, en se fondant sur des mesurages volumétriques tenant compte de la densité spécifique de l'échantillon d'essai. Dans ce cas, il convient, si possible, d'utiliser une pipette automatique.

Le produit de protection solaire est appliqué sous forme de nombreuses petites gouttelettes de volume approximativement égal, réparties uniformément sur la surface entière de la plaque. Il est recommandé de ne pas utiliser de doigtier pour étaler le produit sur la plaque. Il convient de tremper l'extrémité du doigt utilisé pour étaler le produit dans le produit d'essai puis de l'essuyer pour retirer tout excédent de produit avant de l'appliquer et de l'étaler sur la plaque. L'extrémité du doigt utilisé pour étaler le produit doit être nettoyée entre les différents produits d'essai.

Une fois le produit de protection solaire déposé à la surface de la plaque, il convient de l'étaler immédiatement sur l'ensemble de la surface à l'aide de légers mouvements effectués avec l'extrémité d'un doigt (sans doigtier).

Il est recommandé d'étaler le produit selon un processus en deux phases. Pour commencer, il convient de répartir le produit sur l'ensemble de la zone aussi rapidement que possible (en moins de 30 s), à l'aide de petits mouvements circulaires accompagnés d'une pression minimale. Ensuite, il est recommandé d'étaler l'échantillon sur la surface de la plaque en alternant des mouvements horizontaux et verticaux avec une pression modérée mais augmentée. Il convient que la seconde phase dure 20 s à 30 s.

Cet échantillon traité doit être laissé à sécher pendant au moins 30 min dans l'obscurité à la même température que celle des conditions d'exposition aux UV (si dans les conditions d'exposition de la source aux UV la température est de 35 °C, il convient alors que la température soit également de 35 °C dans les conditions de séchage ou si dans les conditions d'exposition de la source UV la température est de 25 °C, il convient alors que la température soit également de 25 °C dans les conditions de séchage).

5.5 Mesurages de l'absorbance de la plaque traitée

La plaque traitée est placée dans le trajet optique du spectrophotomètre UV et l'absorbance des rayonnements UV à travers l'échantillon est déterminée pour chaque longueur d'onde de 290 nm à 400 nm, par pas de 1 nm. Il est possible de réaliser un ou plusieurs mesurages de l'absorbance pour chaque plaque et la valeur moyenne pour chaque plaque doit être déterminée.

5.6 Nombre de déterminations

Au moins 4 plaques préparées avec le produit de protection solaire soumis à essai doivent être utilisées pour établir les caractéristiques de protection de l'échantillon d'essai. Des plaques supplémentaires doivent être ajoutées à l'échantillonnage si l'intervalle de confiance à 95 % est supérieur à 17 % de la valeur moyenne du FPUVA jusqu'à ce que l'intervalle de confiance (IC) à 95 % soit inférieur à 17 % de la valeur moyenne du FPUVA. Les modes opératoires de calculs sont décrits dans l'Annexe F.

Free STANDARD REVIEW
(standards.iteh.ai)

5.7 Détermination du FPS calculé initial (FPS_{in vitro}), de la valeur «C», du FPUVA initial (FPUVA₀) et de la dose d'exposition aux UV [ISO 24443:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31-bf8bfa06817c/iso-24443-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18a8555f-5118-42a1-9d31-bf8bfa06817c/iso-24443-2012>

5.7.1 Détermination du FPS_{in vitro}

Le spectre de la source de rayonnement UV du simulateur solaire (UV-SSR), $I(\lambda)$, (voir Annexe C) est multiplié par la valeur de sensibilité du spectre d'action de l'érythème correspondant, $E(\lambda)$, (voir Annexe C) à cette longueur d'onde pour obtenir l'efficacité érythémale (ou flux érythémale) à cette longueur d'onde. L'efficacité érythémale qui en résulte est intégrée sur la plage de 290 nm à 400 nm. Les valeurs de transmission du produit de protection solaire à chaque longueur d'onde sont multipliées par l'efficacité érythémale à cette longueur d'onde et intégrées sur le même intervalle de longueurs d'onde pour obtenir l'efficacité érythémale transmise à travers le produit d'essai. Le rapport de ces deux intégrales est la valeur du FPS calculé in vitro.

Le calcul du FPS_{in vitro} est donné par l'Équation (1):

$$FPS_{in\ vitro} = \frac{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A_0(\lambda)} \times d\lambda} \tag{1}$$

où

$E(\lambda)$ est le spectre d'action de l'érythème^[1] (voir Annexe C);

$I(\lambda)$ est l'irradiance spectrale de la source d'UV (SSR pour les essais du FPS) (voir Annexe C);

$A_0(\lambda)$ est l'absorbance monochromatique moyenne de la couche de produit d'essai avant exposition aux UV;

$d\lambda$ est l'intervalle de longueur d'onde (1 nm).

NOTE Cette valeur FPS calculée ne peut pas être utilisée comme un résultat FPS_{in vitro}.

5.7.2 Détermination de la valeur «C»

Les valeurs de la courbe d'absorbance initiale sont multipliées par une valeur d'ajustement «C» jusqu'à ce que les valeurs du FPS calculé in vitro soient égales au FPS mesuré in vivo. Cela est accompli selon un processus de calcul itératif. Les valeurs de l'absorbance initiale multipliées par cette valeur «C» forment la courbe d'absorbance du produit de protection solaire ajustée qui est utilisée pour déterminer la valeur du FPUVA₀ initial et la dose d'exposition. Le calcul du FPS ajusté in vitro (FPS_{in vitro,adj}) et la détermination du coefficient d'ajustement «C» s'effectuent à l'aide de l'Équation (2):

$$\text{FPS}_{\text{in vitro,adj}} = \text{FPS}_{\text{in vitro}} = \frac{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A_0(\lambda)C} \times d\lambda} \quad (2)$$

où

$E(\lambda)$, $I(\lambda)$, $A_0(\lambda)$ et $d\lambda$ sont définis dans l'Équation (1).

Ce calcul se fonde sur la loi de Lambert-Beer $E = E_0 e^{-cd}$ qui concerne des solutions idéales. Malgré le fait que les produits de protection solaire en film mince ne se comportent pas comme des solutions idéales, ce calcul s'est avéré satisfaisant pour cette application spécifique^{[10][11]}.

La valeur «C» est généralement comprise entre 0,8 et 1,6 pour obtenir une interprétation valide. Si elle se trouve en dehors de cette plage, il convient de préparer de nouveaux échantillons pour valider les observations originales. La valeur «C» pour la référence S2 doit être comprise dans cette plage de 0,8 à 1,6 ou il convient de modifier le mode opératoire d'application pour l'atteindre.

5.7.3 Détermination du facteur de protection UVA initial avant exposition aux UV (FPUVA₀)

La valeur du FPUVA₀ est calculée afin de déterminer la dose d'exposition aux UV. Elle est calculée de manière similaire à celle du calcul du FPS_{in vitro}. Le spectre d'intensité pour une source de rayonnement UVA [$I(\lambda)$] (tel que décrit dans l'Annexe C) est multiplié à chaque longueur d'onde par les valeurs du spectre d'action pour la pigmentation persistante [$P(\lambda)$] afin d'obtenir l'énergie efficace de pigmentation persistante à cette longueur d'onde. L'énergie efficace de pigmentation persistante qui en résulte est intégrée sur la plage de 320 nm à 400 nm. Les valeurs de transmission du produit d'essai à chaque longueur d'onde sont multipliées par l'énergie efficace de pigmentation persistante à chaque longueur d'onde afin d'obtenir l'énergie efficace de pigmentation persistante transmise à travers le produit d'essai tel que donné dans l'Équation (3). Le rapport de ces deux intégrales est la valeur du FPUVA₀ in vitro:

$$\text{FPUVA}_0 = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A_0(\lambda)C} \times d\lambda} \quad (3)$$

où

$P(\lambda)$ est le spectre d'action de la PPD (voir Annexe C);

$I(\lambda)$ est l'irradiance spectrale reçue de la source d'UVA (UVA de 320 nm à 400 nm pour les essais de la PPD) (voir Annexe C);

- $A_0(\lambda)$ est l'absorbance monochromatique moyenne de la couche de produit d'essai avant exposition aux UV;
- C est le coefficient d'ajustement préalablement déterminé dans l'Équation (2);
- $d\lambda$ est l'intervalle de longueur d'onde (1 nm).

5.7.4 Détermination de la dose d'exposition aux UV

La dose d'exposition aux UV, D , est la valeur du FPUVA₀ multipliée par un facteur de 1,2 en J/cm².

$$D = \text{FPUVA}_0 \times 1,2 \text{ J/cm}^2 \tag{4}$$

L'échantillon est exposé au rayonnement UV de l'ensemble du spectre, mais la dose est définie par la teneur en UVA.

NOTE Le facteur 1,2 J/cm² est fondé sur les résultats de l'essai de validation de l'étude multicentrique ISO^[8].

5.8 Exposition aux UV

ATTENTION — Il convient que le personnel qui travaille avec ce système d'irradiation soit correctement protégé contre les rayons UV (par exemple avec des lunettes, des gants, etc.).

Exposer les plaques d'échantillons au rayonnement de la source d'exposition aux UV. Durant l'exposition, il convient que les échantillons soient maintenus à une température comprise entre 25 °C et 35 °C à la même température que celle utilisée pendant la période de séchage. Il convient de fixer les plaques de PMMA sur un fond sombre non réflecteur d'UV pour réduire l'exposition par réflexion. Veiller à ce que la source d'exposition aux UV ne s'éteigne pas lorsque les échantillons sont placés sous la lampe (sinon assurer lors du rallumage que l'irradiance est la même que celle mesurée avant que la lampe soit éteinte).

5.9 Mesurage du spectre d'absorbance ajusté final

Mesurer à nouveau l'absorbance des échantillons d'essai après l'exposition aux UV sur les mêmes spots que ceux qui ont été mesurés avant l'exposition aux UV en utilisant la même méthode qu'en 5.5. Les valeurs de l'absorbance finale sont égales aux valeurs de l'absorbance observée après l'exposition aux UV multipliées par la valeur « C » déterminée en 5.7.2.

$$A_f(\lambda) = A_e(\lambda)C$$

où

- A_e est l'absorbance monochromatique moyenne de la couche de produit d'essai après exposition aux UV;
- A_f est l'absorbance monochromatique moyenne finale de la couche de produit d'essai.

5.10 Calcul du FPUVA des plaques après exposition de l'échantillon aux UV

Il faut calculer le FPUVA à partir de l'Équation (5) pour chaque plaque individuelle en utilisant le mesurage unique ou la moyenne de plusieurs mesurages sur cette plaque.

$$\text{FPUVA} = \frac{\int_{\lambda = 320}^{\lambda = 400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda = 320}^{\lambda = 400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A_e(\lambda)C} \times d\lambda} \tag{5}$$

où