

Première édition
2010-11-15

Version corrigée
2011-02-01

**Cosmétiques — Méthodes d'essai de
protection solaire — Détermination in
vivo du facteur de protection solaire
(FPS)**

*Cosmetics — Sun protection test methods — In vivo determination of
the sun protection factor (SPF)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 24444:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010>



Numéro de référence
ISO 24444:2010(F)

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 24444:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Termes et définitions	1
3 Principe général	2
4 Sujets participant à l'essai	3
4.1 Sélection des sujets participant à l'essai	3
4.2 Nombre de sujets participant à l'essai.....	4
4.3 Zone d'essai.....	4
5 Appareillage et matériels.....	4
5.1 Source de rayonnement ultraviolet.....	4
5.2 Formulations solaires de référence	5
6 Mode opératoire	6
6.1 Principales étapes.....	6
6.2 Conditions d'essai.....	6
6.3 Position des sujets participant à l'essai.....	7
6.4 Méthode d'application des produits.....	7
6.5 Mode opératoire d'exposition aux UV.....	8
6.6 Élimination du produit	9
6.7 Mode opératoire d'évaluation de la DEM.....	9
7 Calcul du facteur de protection solaire et statistiques	11
7.1 Calcul du FPS individuel (FPSi).....	11
7.2 Calcul du FPS d'un produit	11
7.3 Critère statistique.....	11
7.4 Validation de l'essai	11
8 Rapport d'essai.....	12
Annexe A (normative) Critères de sélection pour les sujets participant à l'essai	13
Annexe B (normative) Définition de l'émission d'un simulateur solaire de rayonnement UV.....	16
Annexe C (normative) Formulations solaires de référence à FPS donnés.....	24
Annexe D (normative) Calculs et statistiques.....	34
Annexe E (informative) Détermination colorimétrique du type de couleur de peau et prédiction de la dose érythémale minimale (DEM) sans exposition aux UV	40
Bibliographie	47

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 24444 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*.

La présente version corrigée de l'ISO 24444:2010 inclut plusieurs corrections terminologiques.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010>

Introduction

Le niveau de protection solaire apporté par des produits solaires est traditionnellement estimé en utilisant l'essai de détermination du Facteur de Protection Solaire ou FPS, qui utilise la réponse érythémale de la peau au rayonnement ultraviolet (UV). Le FPS est un rapport calculé à partir des énergies requises pour induire une réponse érythémale minimale avec ou sans application de produit solaire filtrant sur la peau de volontaires humains. Il utilise un rayonnement ultraviolet provenant habituellement d'une source artificielle.

Différentes méthodes normalisées sont disponibles et sont décrites dans le Rapport technique ISO/TR 26369^[4].

Toutes ces normes sont similaires en ce qui concerne certains paramètres mais diffèrent par d'autres. Les différences peuvent conduire à des écarts de résultats. Par conséquent, une harmonisation est nécessaire pour obtenir la même valeur de FPS pour un seul et même produit, quel que soit le pays où il est soumis à essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 24444:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 24444:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fec1d7008e/iso-24444-2010>

Cosmétiques — Méthodes d'essai de protection solaire — Détermination in vivo du facteur de protection solaire (FPS)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination in vivo du Facteur de Protection Solaire (FPS) des produits solaires. La présente Norme internationale peut s'appliquer à des produits qui contiennent tout composant pouvant absorber, refléter ou diffuser les rayons ultraviolets (UV) et qui sont destinés à être mis en contact avec la peau humaine.

Elle fournit une base pour l'évaluation des produits solaires destinés à la protection de la peau humaine contre un érythème ou un coup de soleil induits par les rayons ultraviolets solaires.

2 Termes et définitions

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

2.1 rayonnement ultraviolet UV

rayonnement électromagnétique dans la plage de 290 nm à 400 nm

2.1.1 ultraviolet B UVB

rayonnement électromagnétique dans la plage de 290 nm à 320 nm

2.1.2 ultraviolet A UVA

rayonnement électromagnétique dans la plage de 320 nm à 400 nm

NOTE UVA II = 320 nm à 340 nm, UVA I = 340 nm à 400 nm.

2.2 érythème

rougissement de la peau provoqué par un rayonnement UV

2.3 produit solaire

produit contenant tout composant pouvant absorber, réfléchir ou diffuser les rayons UV, qui est destiné à être mis en contact avec la peau humaine

2.4 dose érythémale minimale DEM

plus petite dose de rayonnement ultraviolet (UV) qui produit le premier érythème perceptible non ambigu, présentant des bords réguliers et apparaissant sur la majeure partie du site d'exposition aux UV, dans les 16 h à 24 h suivant l'exposition aux UV

2.4.1

DEMn

DEM sur une peau non protégée

2.4.2

DEMp

DEM sur une peau protégée par un produit

2.5

facteur de protection solaire individuel

FPSi

rapport de la dose érythémale minimale sur la peau protégée par le produit (DEMp) sur la dose érythémale minimale sur la peau non protégée (DEMn) du même sujet:

$$FPSi = \frac{DEM(\text{peau protégée})}{DEM(\text{peau non protégée})} = \frac{DEMp}{DEMn}$$

NOTE Le FPSi est exprimé avec un chiffre après la virgule (voir 7.1).

2.6

facteur de protection solaire d'un produit

FPS

moyenne arithmétique de toutes les valeurs individuelles valides de FPSi obtenues à partir de tous les sujets de l'essai

NOTE Le FPS est exprimé avec un chiffre après la virgule (voir 7.2).

2.7

zone d'essai

dos, entre les omoplates et la taille

[ISO 24444:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fcc1d7008e/iso-24444-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fcc1d7008e/iso-24444-2010>

2.8

site d'essai

site où un produit est appliqué ou bien site utilisé pour la détermination de la DEM sur une peau non protégée

2.9

sous-site d'exposition

petite zone exposée de la peau

2.10

angle typologique individuel

ITA°

valeur caractérisant la couleur de peau du sujet

3 Principe général

La méthode d'essai de détermination du FPS est une méthode de laboratoire qui utilise un simulateur solaire avec lampe à arc au xénon (ou un équivalent) ayant une émission définie et connue pour déterminer la protection fournie par des produits solaires sur la peau humaine contre un érythème induit par les rayons ultraviolets solaires.

L'essai est limité à la zone du dos de sujets humains sélectionnés.

Une partie de la peau de chaque sujet est exposée à de la lumière ultraviolette sans aucune protection et une autre zone (différente) est exposée après l'application du produit solaire soumis à essai. Une autre partie est exposée après l'application d'une formulation solaire à FPS de référence, qui est utilisée pour la validation de l'essai.

Pour déterminer le facteur de protection solaire, des séries incrémentales de réponses érythémiales retardées sont induites sur un certain nombre de petits sous-sites sur la peau. Ces réponses sont évaluées visuellement afin de rechercher la présence d'une rougeur de 16 h à 24 h après l'exposition UV, selon l'appréciation d'un évaluateur compétent.

La dose érythémale minimale (DEM) pour une peau non protégée (DEM_n) et la DEM obtenue après l'application d'un produit solaire (c'est-à-dire la DEM pour la peau protégée par le produit, DEM_p) doit être déterminée sur le même sujet le même jour. Un facteur de protection solaire individuel (FPS_i) pour chaque sujet participant à l'essai est calculé comme étant le rapport de la DEM individuelle sur la peau protégée par le produit divisée par la DEM individuelle sur la peau non protégée, c'est-à-dire DEM_p/DEM_n.

Le facteur de protection solaire pour le produit (FPS) est la moyenne arithmétique de tous les résultats de FPS_i valides de chaque sujet de l'essai.

4 Sujets participant à l'essai

4.1 Sélection des sujets participant à l'essai

4.1.1 Généralités

En ce qui concerne les critères d'inclusion et d'exclusion de sujets, se référer à l'Annexe A.

4.1.2 Phototypes des sujets participant à l'essai

Seuls les sujets correspondant aux phototypes I, II ou III selon Fitzpatrick^[7] ou ayant une valeur ITA° > 28° conformément aux méthodes colorimétriques (voir Annexes A et E) et ne présentant pas de bronzage sur la zone d'essai doivent être inclus dans l'essai de détermination du FPS. Il convient que les sujets participant à l'essai n'aient pas tous le même phototype. [ISO 24444:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-30c18700c18e/iso-24444-2010)

Il convient qu'un scientifique ou un technicien compétent examine chaque sujet pour s'assurer qu'il n'y a pas de condition qui pourrait mettre le sujet dans une situation de risque et que l'issue de l'essai ne peut pas être compromise par des conditions défavorables de la peau telles que des lésions provoquées par le soleil, des marques de pigmentation et un historique antérieur de réponses anormales au soleil (voir Annexe A).

4.1.3 Limites d'âge

Les sujets qui ne sont pas en âge de donner leur consentement ou ayant plus de 70 ans ne doivent pas être inclus dans le groupe participant à l'essai de détermination du FPS.

4.1.4 Fréquence de la participation à un essai

Un intervalle de temps suffisant après un essai précédent est nécessaire pour permettre la disparition du bronzage de la peau résultant de cet essai précédent. Il convient donc qu'un site d'essai qui a été exposé aux UV ne soit pas soumis à un essai ultérieur avant que deux mois ne se soient écoulés et avant que la peau du site ne soit redevenue nette.

4.1.5 Éthique et consentement

Tous les essais doivent être effectués conformément à la déclaration d'Helsinki^[8] et, le cas échéant, aux réglementations nationales se rapportant aux études sur les êtres humains.

Un consentement éclairé, écrit et signé doit être obtenu de tous les sujets participant à des essais.

4.2 Nombre de sujets participant à l'essai

Le nombre de résultats de FPSi valides doit être au minimum de 10 et au maximum de 20. Pour obtenir entre 10 et 20 résultats valides, un maximum de cinq résultats invalides individuels peuvent être exclus du calcul du FPS moyen. Par conséquent, le nombre réel de sujets sélectionnés pour participer à l'essai sera compris entre un minimum de 10 et un maximum de 25 sujets (c'est-à-dire un maximum de 20 résultats valides plus 5 résultats invalides rejetés).

Des résultats peuvent être déclarés invalides et être exclus du calcul du FPS moyen seulement si les critères de rejet de 6.7.4 ou une non-conformité vis-à-vis du protocole sont constatés.

Pour déterminer le nombre de sujets participant à l'essai, l'intervalle de confiance de 95 % (95 % IC) sur le FPS moyen doit être pris en compte. Un minimum de 10 sujets doit être soumis à essai. L'essai doit être considéré valide pour les 10 premiers sujets si l'intervalle des 95 % de IC du FPS moyen est compris dans une plage de ± 17 % du FPS moyen. S'il n'est pas compris dans les ± 17 % du FPS moyen, le nombre de sujets est augmenté progressivement à partir du nombre minimal de 10 jusqu'à ce que le critère statistique de l'intervalle de confiance à 95 % soit respecté (jusqu'à un maximum de 20 résultats valides provenant d'un maximum de 25 sujets participant à l'essai). Si le critère statistique n'a pas été satisfait après 20 résultats valides provenant d'un maximum de 25 sujets, alors l'essai doit être rejeté. Pour des détails sur les définitions statistiques, la méthode séquentielle et les calculs, se référer à l'Annexe D.

4.3 Zone d'essai

Le dos est la région anatomique choisie pour la zone d'essai. Les sites d'essai de produits individuels et le site d'essai non protégé doivent être délimités à l'intérieur de la région entre les omoplates et la taille.

Il convient d'éviter les protubérances du squelette et les zones présentant des courbures importantes.

5 Appareillage et matériels

ISO 24444:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fcc1d7008e/iso-24444-2010>

5.1 Source de rayonnement ultraviolet

5.1.1 Généralités

La source de rayonnement artificiel utilisée doit respecter les spécifications spectrales de source telles qu'elles sont décrites en 5.1.2 et dans l'Annexe B. Un simulateur solaire à arc au xénon comportant des filtres appropriés est recommandé.

5.1.2 Qualité du rayonnement ultraviolet

5.1.2.1 Le spectre d'émission du simulateur de rayonnement UV solaire doit être continu, c'est-à-dire qu'il ne doit présenter aucune absence ni aucun pic extrême d'émission dans la région UV. L'émission du simulateur solaire UV doit être stable dans le temps, uniforme sur toute l'étendue du faisceau émis (cela est particulièrement important pour un grand faisceau unique) et être filtrée de manière appropriée pour créer une qualité spectrale qui respecte les limites d'acceptation requises (voir Tableau B.1).

5.1.2.2 Pour assurer que des quantités appropriées de rayonnement UVA sont incluses dans le spectre du simulateur de rayonnement UV solaire, la proportion radiométrique totale de l'éclairement dans le domaine des UVA II (de 320 nm à 340 nm) doit être supérieure ou égale à 20 % de l'éclairement total par les UV (de 290 nm à 400 nm). En outre, l'éclairement du domaine UVA I (de 340 nm à 400 nm) doit être supérieur ou égal à 60 % de l'éclairement total des UV.

5.1.2.3 La spécification spectrale de la source est décrite en termes d'efficacité érythémale cumulée par bandes de longueur d'onde successives < 290 nm jusqu'à 400 nm. L'efficacité érythémale du rayonnement dans chaque bande de longueur d'onde est exprimée comme étant un pourcentage de l'efficacité érythémale totale < 290 nm jusqu'à 400 nm, d'où le nom d'efficacité érythémale cumulée relative en pourcentage

(% EECR). La définition et le calcul des valeurs en % EECR sont décrits dans l'Annexe B et les limites d'acceptation sont données dans le Tableau B.1.

5.1.3 Éclairement total (rayonnements UV, visible et proche infrarouge)

Si l'éclairement total est élevé, une sensation excessive de chaleur ou de douleur peut être induite dans la peau exposée des sujets. Par conséquent, l'éclairement total ne doit pas dépasser $1\,600\text{ W/m}^2$. Lorsque l'éclairement total est inférieur à $1\,600\text{ W/m}^2$, il doit tout de même être confirmé, avant d'exécuter un essai de détermination du FPS, que l'éclairement utilisé (rayonnements UV, visible et proche infrarouge) n'induit pas une sensation excessive de chaleur sur la peau.

5.1.4 Uniformité du faisceau

5.1.4.1 Lorsqu'une source UV à large faisceau est utilisée pour exposer simultanément plusieurs sous-sites (c'est-à-dire au moins 2 sous-sites) dans une série d'expositions en faisant varier le temps d'exposition, l'éclairement doit être aussi uniforme que possible. L'éclairement minimal, au niveau de tous les sous-sites, ne doit pas être inférieur de plus de 10 % à l'éclairement maximal au niveau d'un sous-site quelconque. Si l'écart dépasse 10 %, alors il convient d'effectuer, pour tenir compte de la différence d'éclairement, une compensation appropriée en ce qui concerne la durée d'exposition de chaque sous-site.

5.1.4.2 Pour une source de faisceau UV étroit, qui expose les sous-sites individuellement, l'érythème généré suite à l'exposition doit être aussi uniforme que possible. Un érythème non uniforme sur une peau non protégée (par exemple en forme de demi-lune) indique que l'éclairement n'est pas uniforme et que le système de délivrance doit être corrigé.

iTeh STANDARD PREVIEW

5.1.5 Maintenance et surveillance de l'émission du simulateur solaire de rayonnement UV

5.1.5.1 Radiométrie

ISO 24444:2010

Avant l'exposition aux UV de chaque site d'essai, il convient de mesurer et d'enregistrer l'éclairement UV avec un radiomètre étalonné par rapport à un mesurage spectroradiométrique de l'émission du simulateur solaire.

5.1.5.2 Spectroradiométrie

Il est recommandé qu'une vérification spectroradiométrique complète (UVA et UVB) du spectre et de l'éclairement soit effectuée par le laboratoire au moins une fois tous les 18 mois ou après un temps de fonctionnement de la lampe de 3 000 h et après avoir changé tout composant optiquement important du simulateur solaire. Il convient que cette inspection périodique soit menée par une personne compétente ayant les qualifications appropriées.

La simple utilisation de filtres spécifiques n'est pas en elle-même une garantie suffisante quant à la qualité de l'émission des UV. L'Annexe B donne des instructions détaillées pour assurer une émission de lampe correcte.

5.2 Formulations solaires de référence

5.2.1 Généralités

La méthode est contrôlée par l'utilisation de l'une des trois formulations filtrantes solaires de référence afin de vérifier la méthode d'essai. Par conséquent, l'une des formulations de référence spécifiées doit être mesurée le même jour que les produits qui sont soumis à essai. Le fait d'utiliser une formulation de référence à FPS faible ou élevé dépend du FPS attendu des produits soumis à essai.

5.2.2 FPS attendu < 20

L'une quelconque des formulations solaires de référence suivantes doit être utilisée: P2, P3 ou P7.

Si une formulation de référence à FPS élevé est utilisée, alors il n'est pas nécessaire d'inclure également la formulation de référence à FPS faible dans l'essai, même si des produits soumis à essai peuvent avoir un FPS faible.

5.2.3 FPS attendu \geq 20

L'une des formulations solaires de référence suivantes doit être utilisée: P2 ou P3.

Si une formulation de référence à FPS élevé est utilisée, il n'est pas nécessaire d'inclure également la formulation de référence à FPS faible dans l'essai, même si des produits soumis à essai peuvent avoir un FPS faible.

5.2.4 Limites d'acceptation de FPS pour les formulations solaires de référence

Les plages d'acceptation de FPS concernant les formulations solaires de référence sont indiquées dans l'Annexe C. Si le FPS moyen obtenu dans un essai ne se trouve pas dans les limites d'acceptation des valeurs de référence, alors l'essai dans son intégralité (c'est-à-dire tous les produits soumis à essai) doit être rejeté. Si l'intervalle de confiance à 95 % sur le FPS moyen pour le produit solaire de référence se trouve en dehors de la plage définie par la moyenne du FPS du produit de référence ± 17 %, alors l'essai dans son intégralité (c'est-à-dire tous les produits soumis à essai) doit être rejeté.

iTeh STANDARD PREVIEW

5.2.5 Formulations et préparation des formulations solaires de référence

L'Annexe C donne les détails des formules et les instructions de fabrication pour les formulations de référence.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/258eb7ce-0d19-48d5-a1de-60fcc1d7008e/iso-24444-2010>

6 Mode opératoire

6.1 Principales étapes

Les principales étapes sont:

- délimitation des sites d'essai sur le dos du sujet;
- pesée du produit;
- application du produit;
- période d'attente avant une exposition aux UV;
- exposition aux UV;
- évaluation de la DEM;
- calculs.

6.2 Conditions d'essai

Il convient de réaliser l'application du produit, les expositions aux UV et l'évaluation de la DEM dans des conditions stables, la température ambiante de la pièce étant maintenue entre (22 ± 4) °C.

6.3 Position des sujets participant à l'essai

Toutes les étapes du mode opératoire doivent être exécutées dans la même position: position debout, assise ou sur le ventre.

NOTE Il convient de soumettre à essai une poudre dans la position sur le ventre afin d'empêcher que les échantillons ne tombent de la surface.

6.4 Méthode d'application des produits

6.4.1 Généralités

La quantité de produit appliquée et l'uniformité de l'étalement sur les sites d'essai ont une incidence sur l'amplitude et la variabilité des résultats d'essai. Il est par conséquent très important de suivre les recommandations indiquées ci-dessous.

6.4.2 Sites d'essai et application des produits

6.4.2.1 Les sites d'essai sélectionnés pour une exposition aux UV doivent être exempts de défauts et avoir une couleur uniforme.

6.4.2.2 L'aire totale minimale pour un site d'essai destiné à l'application d'un produit doit être de 30 cm² et l'aire maximale doit être de 60 cm².

6.4.2.3 Les emplacements des sites d'essai des produits soumis à essai et du produit de référence doivent être répartis de manière aléatoire sur le dos de l'ensemble des sujets du groupe d'essai afin de réduire l'erreur découlant des différences anatomiques de la peau. Il convient que le site d'essai sur peau non protégée, utilisé pour déterminer la DEMnp, soit choisi de manière aléatoire comme étant l'un des sites d'essai sur toute la zone d'essai et sur tous les sujets.

6.4.2.4 Il doit y avoir une distance minimale de 1 cm entre les bords des sites d'essai adjacents.

6.4.2.5 Avant l'application du produit, la zone d'essai peut être nettoyée en utilisant un tampon en coton sec ou un équivalent.

6.4.2.6 Les sites d'essai doivent être délimités par une méthode qui n'a aucune incidence sur l'essai ou qui ne nuit pas au sujet, par exemple avec un marqueur pour la peau et/ou un gabarit fait à partir d'un matériau non absorbant.

6.4.3 Quantité de produit appliquée

6.4.3.1 Les quantités de produit soumis à essai et de formulation solaire de référence appliquées sur la peau avant l'étalement doivent être de $(2,00 \pm 0,05)$ mg/cm².

6.4.3.2 Il convient que la balance utilisée pour peser les produits soit capable de peser à 0,000 1 g près, c'est-à-dire à 0,1 mg près.

6.4.3.3 Il convient que tous les produits soient homogènes et qu'ils soient agités si cela est nécessaire, avant la pesée, pour assurer une dispersion uniforme.

6.4.3.4 Lors de la manipulation du produit durant la pesée ou avant l'application sur la peau, prendre des mesures appropriées afin d'empêcher une perte par évaporation de composants volatils. Il est important que la quantité du produit pesé soit totalement transférée au site d'application du produit.

6.4.3.5 La quantité de produit à appliquer est pesée dans une seringue ou dans un autre dispositif tel qu'un verre de montre. Une méthode de pesée par double pesée (pesée différentielle avant/après) est fortement recommandée.

6.4.4 Mode de délivrance

6.4.4.1 Généralités

L'utilisation d'un doigtier est optionnelle, mais est recommandée. Lorsqu'il en est employé un, un nouveau doigtier doit être utilisé pour chaque nouvelle application de produit et il convient qu'il ne soit pas saturé à l'avance avec le produit d'essai. Si l'application se fait par doigt nu, il convient que le doigt soit nettoyé entre les applications de produits.

6.4.4.2 Produits du type liquide (par exemple lotions, liquides, laits, crèmes, sprays et sticks)

6.4.4.2.1 Pour contribuer à une couverture uniforme, il convient que des gouttelettes (approximativement 15 pour 30 cm², 30 pour 60 cm²) du produit soient déposées sur le site d'essai en utilisant une seringue/pipette, puis étalées sur tout le site d'essai avec une légère pression.

6.4.4.2.2 Il convient que la durée d'étalement soit dans la plage de (35 ± 15) s selon la surface et la facilité d'étalement du produit.

6.4.4.3 Poudres

6.4.4.3.1 Dans le cas de produits en poudre, il convient que des aliquotes de poudre soient transférées sur la peau selon une forme de grille, en utilisant une spatule ou un doigt.

6.4.4.3.2 La poudre accumulée est tapotée et ensuite étalée sur tout le site d'essai en utilisant un doigt, avec ou sans doigtier. En variante, le bout d'un tampon applicateur cosmétique préchargé peut être utilisé au lieu du doigt. Dans ce cas, il est important de vérifier que (2,00 ± 0,05) mg/cm² du produit en poudre soumis à essai demeure sur la peau après l'étalement, en pesant la poudre restant sur le bout du tampon applicateur.

6.4.4.3.3 De l'eau purifiée ou un autre solvant approprié, qui n'a pas de propriétés de protection contre les UV, peut être appliqué sur la peau avant l'application de la poudre pour faciliter l'adhérence de l'échantillon sur le site d'application.

NOTE Les poudres représentent une forme unique de produit cosmétique. La méthode modifiée qui leur est applicable et qui est décrite ci-dessus prend en considération la nécessité d'avoir une application reproductible sur la peau.

6.4.5 Temps de séchage entre l'application et l'exposition aux UV

L'exposition du site d'essai à la série de doses d'UV doit commencer 15 min à 30 min après l'application du ou des produits. Toute exposition extrinsèque des sites d'essai à de la lumière UV (artificielle ou naturelle) doit être évitée au cours de cette période et pendant une période de 24 h après l'exposition.

6.5 Mode opératoire d'exposition aux UV

6.5.1 Sous-sites d'exposition ou petites zones de peau exposées

6.5.1.1 Lorsqu'un gabarit est utilisé pour délimiter les sous-sites d'exposition (par exemple simulateur de rayonnement UV solaire à large faisceau), il convient d'utiliser un gabarit non absorbant.

6.5.1.2 L'aire minimale de chaque sous-site d'exposition est de 0,5 cm².

6.5.1.3 La distance minimale entre les bords de chaque sous-site (petite surface) d'exposition doit être au moins de 0,8 cm.

6.5.1.4 La distance entre tous les sous-sites d'exposition et tous les bords du site d'essai doit être au moins de 1 cm.

6.5.1.5 Le nombre de sous-sites d'exposition utilisés doit être au minimum de 5 pour la DEM sur la peau non protégée (DEMn) et de 5 pour la DEM sur la peau protégée (DEMp).

6.5.2 DEMn provisoire

Avant de commencer l'essai principal, il peut être nécessaire de déterminer une DEMn provisoire afin de cibler les plages de doses d'UV pour les expositions de DEMn et de DEMp. Une DEMn provisoire est un pré-essai dans lequel la DEMn d'un sujet est déterminée avant d'établir la DEMn de l'essai. Cela est exécuté en appliquant une série préliminaire d'expositions aux UV jusqu'à une semaine avant l'essai.

6.5.3 DEMn estimée/anticipée

La DEMn peut être estimée par une technique colorimétrique (ITA°) sans exposition aux UV (Annexe E) ou être prédite par un technicien expérimenté (c'est-à-dire d'après l'historique des sujets) (DEMn anticipée).

6.5.4 DEMn

Pour chaque sujet, la DEMn sur la peau non protégée doit être déterminée le même jour que la DEMp sur la peau protégée par un produit soumis à essai.

6.5.5 Progression incrémentale des doses d'UV

6.5.5.1 Pour le site non protégé, la plage de doses d'UV appliquées doit être établie en utilisant la DEMn provisoire du sujet, la DEMn estimée ou la DEMn anticipée. Un minimum de 5 sous-sites centrés sur la DEMn provisoire/estimée ou les plus proches possibles de cette dernière, doivent être exposés avec des doses d'UV incrémentales en utilisant une progression géométrique recommandée de 1,25 ×. D'autres progressions géométriques inférieures à 1,25 × peuvent être utilisées (par exemple 1,2, 1,15, 1,12) mais il convient qu'elles soient cohérentes durant tout l'essai.

6.5.5.2 Pour les sites protégés par un produit, les doses d'UV délivrées sont définies par la DEMp estimée, qui est le produit de la multiplication du FPS escompté du produit soumis à essai par la DEMn provisoire pour le sujet. Un minimum de 5 sous-sites centrés sur la DEMp attendue, ou les plus proches possibles de cette dernière, doivent être exposés à des doses d'UV incrémentales en utilisant une progression géométrique recommandée de 1,25 ×. D'autres progressions géométriques peuvent être utilisées (par exemple 1,2, 1,15, 1,12). Une progression géométrique maximale de 1,15 doit être utilisée pour un FPS escompté supérieur à 25 (> 25). Des progressions géométriques plus faibles (par exemple 1,12) peuvent être utilisées mais doivent également être cohérentes durant toute la séquence d'exposition.

6.6 Élimination du produit

Après les expositions aux UV, les produits de référence et les produits soumis à essai peuvent être éliminés en douceur, en utilisant un moyen approprié.

6.7 Mode opératoire d'évaluation de la DEM

6.7.1 Généralités

La dose érythémale minimale pour une peau non protégée (DEMn), celle pour la peau protégée par le produit soumis à essai (DEMp) et la DEMp pour la formulation solaire de référence doivent toutes être déterminées le même jour.

6.7.2 Temps d'évaluation de la DEM

La DEM doit être évaluée lorsque la réponse érythémale est optimale, c'est-à-dire (20 ± 4) h après l'exposition aux UV (entre 16 h et 24 h). Au cours de l'intervalle de temps entre l'exposition aux UV et l'évaluation de la DEM, le sujet doit éviter toute exposition supplémentaire aux UV (lumière UV artificielle ou lumière du soleil) de la zone exposée. Toute exposition supplémentaire de la zone d'essai invalidera l'essai entier.