
**Cosmétiques — Lignes directrices
relatives aux essais de stabilité des
produits cosmétiques**

Cosmetics — Guidelines on the stability testing of cosmetic products

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 18811:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 18811:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
CP 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principes de base de la stabilité cosmétique	2
5 Aspects à prendre en compte au cours des essais de stabilité	3
5.1 Généralités.....	3
5.2 Étape/taille des lots soumis à essai.....	3
5.3 Modes opératoires d'essai et conditions.....	4
5.3.1 Principe.....	4
5.3.2 Température et humidité.....	5
5.3.3 Cycle de température et/ou d'humidité.....	6
5.3.4 Vibration.....	6
5.3.5 Centrifugation.....	7
5.3.6 Exposition à la lumière (photosensibilité).....	7
5.4 Altérations physiques, physico-chimiques et chimiques.....	8
5.4.1 Phénomènes de déstabilisation physique de différents types de produits.....	8
5.4.2 Processus de déstabilisation chimique.....	9
5.4.3 Phénomènes de déstabilisation.....	10
5.4.4 Méthodes d'essai spécifiques.....	11
5.5 Aspects microbiologiques.....	13
5.5.1 Généralités.....	13
5.5.2 Paramètres microbiologiques.....	13
5.5.3 Conditions d'essai.....	14
5.5.4 Spécifications microbiologiques.....	14
5.5.5 Interprétation des résultats.....	14
5.6 Interaction avec l'emballage.....	15
5.6.1 Informations générales.....	15
5.6.2 Types de matériaux d'emballage et principales évaluations possibles.....	15
5.6.3 Récipients sous pression (aérosols).....	15
6 Conclusions de l'essai de stabilité	15
6.1 Évaluation.....	15
6.2 Rapport.....	16
Bibliographie	17

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*.

Introduction

Les études de stabilité sont destinées à évaluer la capacité d'un produit à conserver ses propriétés physiques, chimiques et microbiologiques, ainsi que sa fonctionnalité et ses propriétés sensorielles souhaitées lorsqu'il est stocké et utilisé dans des conditions appropriées par le consommateur. Plus simplement, l'objectif d'une étude de stabilité est de déterminer la durée de conservation d'un produit et d'évaluer si un produit contenu dans son emballage est stable lorsqu'il est soumis aux conditions de commercialisation dans lesquelles il est vendu et utilisé. Les « conditions de commercialisation » comprennent la distribution (le transport), le stockage en entrepôt et les conditions d'utilisation.

Par conséquent, l'étude de stabilité peut être considérée comme indispensable pour garantir la qualité du produit. Des essais de stabilité sur les produits cosmétiques sont requis pour:

- obtenir des recommandations relatives à la formulation du produit et au matériau d'emballage approprié;
- optimiser la formulation et le processus de fabrication;
- déterminer les conditions de transport, de stockage, de mise en rayon et d'utilisation;
- estimer et confirmer la durée de conservation;
- assurer la sécurité de l'utilisateur.

Le présent document identifie des références facilement accessibles pour évaluer la stabilité des produits cosmétiques sur le marché. Son objectif est de fournir une ressource pour la sélection des essais de stabilité appropriés. Bien que les présentes lignes directrices offrent un bon point de départ pour évaluer les nouveaux produits et technologies, une adaptation des essais peut encore être nécessaire pour tenir compte des différences entre les types de produits et leurs formulations.

[ISO/TR 18811:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 18811:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018>

Cosmétiques — Lignes directrices relatives aux essais de stabilité des produits cosmétiques

1 Domaine d'application

Le présent document fournit des lignes directrices pour les essais de stabilité des produits cosmétiques. Il examine des références bibliographiques facilement accessibles qui offrent une ressource pour l'évaluation de la stabilité des produits cosmétiques. Cette revue des lignes directrices disponibles qui évaluent la stabilité des produits cosmétiques peut être utilisée comme cadre technique/scientifique afin d'identifier les méthodes les plus appropriées pour l'évaluation de la stabilité des produits cosmétiques.

Le présent document n'est pas destiné à spécifier les conditions, les paramètres ou les critères des essais de stabilité.

Compte tenu de la grande diversité des produits cosmétiques, des conditions de stockage et d'utilisation, il est impossible de définir un moyen unique d'évaluer la stabilité des produits. Par conséquent, il appartient au fabricant de spécifier et de justifier le protocole de stabilité régissant les méthodes d'essai, leurs spécifications et les conditions dans lesquelles les produits seront soumis à essais.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

3.1

évaluation de la stabilité accélérée

étude qui accélère les processus de déstabilisation naturels sous l'effet de facteurs intrinsèques ou extrinsèques et qui permet de prédire le comportement à long terme

Note 1 à l'article: En règle générale, des modes opératoires physico-chimiques, mécaniques ou thermiques sont utilisés.

3.2

évaluation de la stabilité en temps réel

étude qui surveille l'état d'un produit afin de déterminer l'évolution temporelle de toute altération de ce dernier dans des conditions raisonnablement prévisibles de stockage et d'utilisation

Note 1 à l'article: Souvent appelée « essai à long terme » ou « essai de stabilité normalisé ».

3.3

stabilité

capacité d'un produit cosmétique à résister aux changements ou variations de ses propriétés initiales au fil du temps dans des conditions déclarées ou raisonnablement prévisibles de stockage et d'utilisation

Note 1 à l'article: Voir Référence [1].

3.4

critères de stabilité

écarts par rapport aux propriétés initiales ou comportement au stade de la production considérés comme acceptables

Note 1 à l'article: Voir Référence [1].

3.5

paramètres de mesure de la stabilité

propriétés/paramètres de l'état ou du comportement d'un produit cosmétique qu'il convient de surveiller conformément aux qualités spécifiques exigées pour le produit

Note 1 à l'article: Voir Référence [1].

3.6

durée de conservation

période recommandée durant laquelle un produit cosmétique peut être conservé après sa production et pendant laquelle la qualité définie du produit reste acceptable dans les conditions prévues de distribution, de stockage, de mise en rayon et d'utilisation

Note 1 à l'article: Voir Référence [1].

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Principes de base de la stabilité cosmétique

La conception, la formulation et le processus de fabrication des produits cosmétiques doivent satisfaire à des demandes et exigences générales et spécifiques de voies de distribution, et plus particulièrement d'utilisateurs. Les spécifications, la fonctionnalité et l'esthétique doivent être préservées, c'est-à-dire être stables tout au long du cycle de vie d'un produit.

Les produits cosmétiques manufacturés sont des matrices complexes qui subissent des altérations spontanées pour atteindre le minimum d'énergie libre conformément à la deuxième loi de la thermodynamique[2]. Ces « causes intrinsèques » peuvent être d'origine physique, physico-chimique ou chimique[3]. De nombreux processus et réactions peuvent conduire, dans les « conditions de commercialisation », à un écart par rapport aux propriétés initiales du produit cosmétique au moment de sa fabrication. Cet écart peut être causé par des effets thermodynamiques internes ou externes[1], un impact microbiologique[4][5] ou des interactions avec l'emballage[6] et peut, à terme, conduire à une perte de la fonctionnalité spécifiée du produit et/ou de ses attributs esthétiques. Cela influe sur l'aptitude à l'utilisation, la durée de conservation et la mise sur le marché. Les processus de déstabilisation du produit original peuvent également être induits, renforcés ou amplifiés par des facteurs extrinsèques (externes). Par exemple, des changements d'état peuvent être déclenchés par une perte ou un gain d'énergie thermique, la lumière et le rayonnement UV, un apport en énergie mécanique (tel qu'une vibration ou une pression), une consommation d'oxygène, l'humidité, une interaction avec un contenant/système de fermeture (emballage), et la prolifération de micro-organismes[3].

Les cosmétiques sont de différentes natures; certains sont constitués de plusieurs phases, des phases dispersées et une phase continue, et peuvent être classés comme suspensions ou émulsions. Les suspensions sont des particules solides dispersées dans une phase liquide. Les émulsions sont composées de deux phases liquides, habituellement huile dans l'eau (H/E) ou eau dans l'huile (E/H). Les dispersions cosmétiques sont généralement très complexes et peuvent contenir plusieurs phases.

Un essai de stabilité vise à fournir des informations sur l'état/le comportement des produits cosmétiques dans un contenant/emballage dans les différentes conditions auxquelles ils peuvent être soumis à compter de leur date de fabrication jusqu'à la fin de leur période d'utilisation recommandée[7][8][9]. L'état

d'un produit cosmétique et de sa stabilité dépend de nombreux paramètres physiques, physico-chimiques et chimiques interdépendants, ainsi que de l'interaction avec l'environnement; par conséquent, sa nature se révèle d'une grande complexité. En général, ils peuvent être globalement classés en processus mécaniques, thermiques, de diffusion, induits par une force d'interaction ou externes^{[1][7][10][11]}. Il n'existe aucune méthode ou technique universelle pour quantifier tous les aspects de la stabilité en raison de la complexité des différents modes de déstabilisation. Par conséquent, il est toujours nécessaire de spécifier des paramètres de mesure de la stabilité et des critères d'acceptation précis.

Après détermination du ou des paramètres de mesure de la stabilité, il est nécessaire de sélectionner des méthodes d'essai de stabilité appropriées pour surveiller l'altération du produit au fil du temps. Il est recommandé de sélectionner des méthodes qui ne requièrent pas de préparation d'échantillons (par exemple, dilution) et qui quantifient la cinétique de la déstabilisation du produit d'une manière directe en s'appuyant sur un ou plusieurs paramètres de mesure^[1]. Des mesurages en temps réel peuvent être réalisés à l'aide d'observations visuelles classiques, de techniques sensorielles ou en utilisant différentes techniques de mesure qui présentent des avantages de par leur caractère quantitatif, objectif, traçable, reproductible et accessible^[1]. Les techniques de scannerisation et de résolution spatiale sont notamment appropriées pour détecter la séparation de phases et aider à faire la distinction entre séparation de phases et changements de phase^{[1][7][10][11]}.

Dans le cas de produits très stables, il convient d'utiliser des techniques analytiques présentant une haute résolution/sensibilité et des modes opératoires peuvent être requis pour accélérer l'altération dans le but de réduire le temps de détection et de répondre ainsi aux critères de stabilité prédéfinis^{[1][11]}. Les approches d'accélération typiques sont des approches mécaniques (par exemple, haute gravité par centrifugation) ou des températures de stockage élevées pendant un temps donné. L'essai d'efficacité de conservation (challenge test) est destiné à soumettre à essai les propriétés microbiologiques dans des conditions accélérées^{[3][5]}. Cependant, en raison de l'interdépendance des propriétés physiques, physico-chimiques et chimiques des émulsions ou suspensions cosmétiques, des méthodes d'accélération appropriées peuvent être sélectionnées et vérifiées dans le cadre d'essai d'un produit spécifique^{[1][11]}.

ISO/TR 18811:2018

Outre les méthodes directes, des méthodes d'essai corrélatives sont utilisées, lesquelles se concentrent sur la détermination d'un paramètre unique de l'état d'un produit qui est connu pour être en corrélation avec la stabilité du produit^[1]. La taille moyenne des particules/gouttelettes ou le potentiel zêta sont des exemples de paramètres typiques mesurés et comparés à des valeurs acceptables prédéfinies. Ces quantités représentent l'état au moment du mesurage et ne donnent aucune information d'ordre cinétique. Ces modes opératoires d'essai peuvent être utilisés pour l'évaluation de la qualité d'un produit spécifié, mais, en raison de la complexité de l'état des produits cosmétiques, aucune base théorique n'existe à l'heure actuelle pour prédire l'évolution temporelle de toute altération d'un produit en s'appuyant sur un paramètre unique obtenu à un moment donné quelconque. En outre, la plupart de ces techniques de mesure exigent la préparation d'échantillons et, souvent, la dilution de produits^[1].

En raison de la complexité globale de la formulation du produit cosmétique, il convient de faire preuve de prudence lors de l'évaluation de la stabilité et de la prédiction de sa durée de conservation, et il convient que les propriétés des constituants soient prises en compte et comprises, de même que le comportement du produit et les facteurs qui l'influencent^[1].

5 Aspects à prendre en compte au cours des essais de stabilité

5.1 Généralités

Les principaux aspects à prendre en compte lors de l'évaluation de la stabilité des produits cosmétiques sont énumérés de 5.2 à 5.6. Des recommandations sont fournies sur la base de l'étude des sources pertinentes citées dans le texte.

5.2 Étape/taille des lots soumis à essai

En travaillant sur un nouveau produit d'une marque (nouvelle formule, nouveau processus de fabrication, nouvel emballage) pour lequel aucun ensemble de connaissances substantiel n'est donc

disponible, il peut être approprié de réaliser plusieurs études de stabilité indépendantes, généralement appelées « essais préliminaires ». Il appartient au fabricant de décider du nombre de lots, du volume de leur production à soumettre aux essais de stabilité et à quelle étape du cycle de développement du projet ceux-ci sont réalisés[7][12][9][13].

La stabilité du produit final (formule finale, processus de fabrication final, emballage final) peut être démontrée avant sa commercialisation. Une évaluation de la stabilité accélérée peut être réalisée avant la commercialisation afin de prédire la durée de conservation du produit. Suite à la commercialisation, la confirmation de la durée de conservation est obtenue par des essais de stabilité à long terme sur des formulations représentatives.

Des variations mineures entre les produits soumis aux essais de stabilité et le produit commercialisé peuvent être acceptables s'il est considéré qu'elles n'ont pas d'impact négatif sur les caractéristiques et l'intégrité du produit, mais il est nécessaire que cela soit documenté et justifié[9].

Les pratiques courantes acceptables comprennent, sans toutefois s'y limiter:

- l'utilisation d'échantillons de formulation dès l'étape de développement pour les essais préliminaires;
- l'utilisation de lots de taille pilote au lieu d'échelle de production pour certains produits spécifiques ne pouvant pas être mis à l'échelle et pour lesquels le processus de fabrication est considéré comme équivalent[13][14];
- l'utilisation d'un emballage non étiqueté ou d'un emballage de forme différente, lorsque la taille de l'emballage, le système de fermeture et le matériau restent inchangés ou lorsque le matériau décoratif reste de la même nature, mais avec une conception différente (par exemple, même encre, mais avec une impression différente).

Les méthodes des extrêmes et de la matrice[14] sont également des pratiques acceptables, mais il convient de les documenter et de les justifier afin de garantir que le protocole d'étude de stabilité couvrira l'ensemble du portefeuille de produit et fournira suffisamment d'informations (par exemple, teintes multiples, taille de l'emballage)[13][14][15].

5.3 Modes opératoires d'essai et conditions

5.3.1 Principe

L'objectif général d'un essai de stabilité est de déterminer si un produit donné, dans le contenant dans lequel il est commercialisé, présente une durée de conservation appropriée dans les conditions de commercialisation dans lesquelles il est vendu[16].

Les essais de stabilité peuvent être d'une durée suffisante pour couvrir le stockage, le transport et l'utilisation ultérieure, ainsi que pour garantir la sécurité et la qualité.

Pour chaque type de formule, les fabricants peuvent sélectionner les critères d'essai pertinents en fonction de leur expérience et évaluer ces critères à une ou plusieurs températures.

En raison de la grande diversité des produits cosmétiques et de leur complexité intrinsèque, des essais de stabilité normalisés ne peuvent pas toujours être prescrits[7]. Des modes opératoires d'essai en temps réel et accélérés sont utilisés pour obtenir les informations désirées. Du fait de leurs cycles de développement courts, la plupart des cosmétiques requièrent des protocoles d'essai accélérés pour permettre de prédire les paramètres de stabilité dans un délai plus bref. Pour atteindre ces critères d'évaluation, certains échantillons sont maintenus dans des conditions d'essai conçues pour accélérer les changements qui peuvent se produire et certains sont conservés dans des conditions normales. Les conditions d'essai renvoient aux différentes conditions de fabrication ou de stockage (lot par exemple) ou à la combinaison de conditions (par exemple, fermetures de contenant) à étudier[10]. La durée de conservation recommandée peut être estimée à l'aide d'essais de stabilité accélérés et peut être confirmée par des essais en temps réel (de stabilité à long terme)[13].

Tandis que la durée de conservation est déterminée par la stabilité du produit, le profil de stabilité global est constitué de plusieurs composants, tels que:

- la stabilité chimique et physique inhérente au produit; et
- les possibles interactions entre le produit (contenu) et son emballage primaire.

Afin d'obtenir les informations souhaitées telles qu'elles sont recommandées, des paramètres d'essai normalisés/à long terme et accélérés sont exposés de [5.3.2](#) à [5.3.6](#).

5.3.2 Température et humidité

NOTE Voir Références [\[10\]](#) et [\[16\]](#).

Des conditions accélérées et à long terme peuvent être utilisées. La condition à long terme est réalisée dans des conditions de stockage normales (par exemple, température ambiante contrôlée), tandis que les essais accélérés sont réalisés dans des conditions de contrainte (par exemple, température ambiante élevée), avec l'objectif d'augmenter la vitesse de dégradation potentielle [\[3\]](#)[\[7\]](#)[\[8\]](#)[\[9\]](#)[\[10\]](#)[\[12\]](#)[\[13\]](#)[\[16\]](#).

Dans le présent document, il est supposé que toutes les conditions de température et d'humidité de stockage peuvent subir une variation, par exemple de ± 3 °C et ± 5 % HR.

Les conditions d'essai accélérées peuvent varier et il convient de les établir en s'appuyant sur des corrélations avec les conditions de stockage en temps réel pour la région ou le marché spécifique. Des références aux conditions d'essai accélérées couramment utilisées pour soumettre à essai les produits cosmétiques sont disponibles dans la Bibliographie. La température utilisée et la durée dépendront du type de produit [\[3\]](#)[\[7\]](#)[\[10\]](#)[\[13\]](#)[\[16\]](#)[\[17\]](#)[\[18\]](#)[\[19\]](#).

Les échantillons conservés à des températures élevées représentent un degré d'accélération plus constant et rendent les prédictions de stabilité plus précises. Les lignes directrices relatives à la stabilité des cosmétiques énumèrent différentes conditions de stockage et durées pour les essais de stabilité accélérés [\[3\]](#)[\[16\]](#)[\[17\]](#)[\[19\]](#). [s.iteh.ai/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018](https://www.iso.org/standards/catalog/standards/sist/468b2ea9-b412-4573-9dbd-682dd5de3fc4/iso-tr-18811-2018)

- (30 ± 2) °C;
- (37 ± 2) °C;
- (40 ± 2) °C;
- (45 ± 2) °C;
- (50 ± 2) °C.

Les durées varient d'une semaine à trois mois. L'humidité relative peut être ambiante [\[16\]](#) ou contrôlée, telle que 37 °C à 40 °C / 75 % à 80 % HR [\[9\]](#)[\[17\]](#).

Des conditions alternatives de température et d'humidité peuvent être utilisées, y compris une condition intermédiaire de (30 ± 2) °C et 65 % HR [\[9\]](#)[\[14\]](#)[\[20\]](#). Les conditions d'essai et les durées peuvent être ajustées lorsque cela se justifie pour couvrir les conditions de distribution et de stockage du produit [\[9\]](#)[\[18\]](#).

Une instabilité peut être causée soit par des réactions chimiques, soit par des processus physiques, et souvent par une combinaison des deux. Ces altérations se produisent plus rapidement et à des températures plus élevées, mais le degré d'accélération est variable, car celui-ci dépend des constantes de vitesse spécifiques, qui sont souvent inconnues. Il convient d'accorder une attention particulière à l'interprétation des résultats en cas d'utilisation de températures très éloignées de la température ambiante, car les changements observés sont susceptibles de ne jamais se produire aux températures normales du marché. L'utilisation d'une température modérément élevée, par exemple entre 37 °C et 40 °C, est une condition plus réaliste pour prédire la stabilité sur le marché [\[10\]](#)[\[17\]](#).

Les essais avec une humidité relative basse ou élevée sont normalement des essais de l'emballage et non du produit. Ils sont utilisés soit pour montrer l'effet du stockage sur le contenant dans des conditions