

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
24443

ISO/TC 217

Secrétariat: INSO

Début de vote:
2021-07-22

Vote clos le:
2021-09-16

Cosmétiques — Détermination *in vitro* de la photoprotection UVA

Cosmetics — Determination of sunscreen UVA photoprotection in vitro

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 24443](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/FDIS 24443:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 24443](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions, symboles et termes abrégés	1
3.1 Termes et définitions.....	1
3.2 Symboles et termes abrégés.....	2
4 Principe	3
5 Appareillage	3
5.1 Spécifications relatives au spectrophotomètre.....	3
5.2 Étalonnage du spectrophotomètre.....	4
5.3 Étalonnage de la source d'exposition aux UV.....	4
5.4 Surveillance de la source d'exposition aux UV.....	5
5.5 Étalonnage du radiomètre UVA utilisé pour contrôler l'irradiation de l'échantillon d'essai.....	6
5.6 Substrat/plaque.....	6
6 Méthode d'essai	6
6.1 Présentation du mode opératoire d'essai.....	6
6.2 Étalonnage de l'équipement et validation des plaques d'essai.....	7
6.3 Mesurages de l'absorption à travers la plaque.....	7
6.4 Application de l'échantillon.....	7
6.5 Mesurages de l'absorbance de la plaque traitée.....	8
6.6 Nombre de déterminations.....	8
6.7 Détermination du FPS calculé initial ($FPS_{in\ vitro,0}$), de la valeur «C», du FPUVA initial ($FPUVA_0$) et de la dose d'exposition aux UV.....	8
6.7.1 Détermination du FPS in vitro initial ($FPS_{in\ vitro,0}$).....	8
6.7.2 Détermination de la valeur «C».....	9
6.7.3 Détermination du facteur de protection UVA initial avant exposition aux UV ($FPUVA_0$).....	10
6.7.4 Détermination de la dose d'exposition aux UV.....	10
6.8 Exposition aux UV des plaques d'échantillons.....	10
6.9 Calcul du FPUVA des plaques après exposition de l'échantillon aux UV.....	11
6.10 Calcul de la longueur d'onde critique des plaques après exposition de l'échantillon aux UV.....	11
7 Mode opératoire utilisant la feuille de calcul du présent document	12
8 Produit de protection solaire de référence	12
8.1 Formule S2.....	12
8.2 Étalon P8.....	13
9 Rapport d'essai	13
Annexe A (normative) Étalonnage du spectrophotomètre et essai de transmission de la plaque	15
Annexe B (normative) Mode opératoire d'étalonnage du radiomètre pour le mesurage de l'irradiance spectroradiométrique	19
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	21
Annexe D (normative) Spécifications de la surface des plaques de PMMA	24
Annexe E (normative) Formulations des produits de protection solaire de référence	27
Annexe F (informative) Calculs statistiques	33

Annexe G (informative) Définition et exemples de résultats valides/Facteur «C»	36
Bibliographie	37

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 24443](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443>

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/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 392, *Cosmétiques*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 24443:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- acceptation des plaques de PMMA moulées et sablées, conformément aux spécifications décrites dans l'[Annexe D](#);
- application du produit ajustée à 1,2 mg/cm² pour les plaques sablées;
- description du geste d'application conformément aux produits soumis à essai;
- introduction d'un nouvel étalon de FPUVA élevé F8;
- introduction d'un calcul de longueur d'onde critique;
- calcul du coefficient «C» accepté à partir du FPS de screening in vivo, avec des conditions spécifiques basées sur la SEM et le pourcentage de variabilité, et la nouvelle plage proposée de 0,6 à 1,6;
- limitation de la dose de rayonnement UVA à 36 J/cm².

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document spécifie le mode opératoire permettant de déterminer le facteur de protection contre les ultraviolets (FPUVA) d'un produit de protection solaire à l'aide du FPUVA in vitro conformément aux principes recommandés par la COLIPA (Association européenne de l'industrie cosmétique) en 2011. Le résultat de cette méthode d'essai peut être utilisé pour déterminer la classification UVA de produits de protection solaire topiques conformément aux exigences réglementaires locales.

Les produits de protection solaire topiques sont principalement évalués et étiquetés par rapport à leur capacité à protéger contre les coups de soleil, à l'aide d'une méthode d'essai permettant de déterminer le facteur de protection solaire in vivo (voir ISO 24444). Cette classification permet d'évaluer la filtration des rayonnements provoquant des coups de soleil sur l'ensemble du spectre UV électromagnétique (de 290 nm à 400 nm). Cependant, connaître le facteur de protection solaire (FPS) ne fournit pas d'informations explicites sur l'ampleur de la protection fournie, en particulier dans la plage UVA du spectre (de 320 nm à 400 nm), étant donné que certains produits ont un FPS élevé, mais protègent très peu contre les UVA (par exemple un FPS 50 avec un FPUVA de seulement 3 à 4). Les professionnels de la santé ainsi que les consommateurs bien informés demandent à disposer d'informations plus détaillées sur la protection UVA fournie par leur produit de protection solaire, en plus du FPS, afin de pouvoir choisir de façon plus éclairée un produit fournissant un spectre de protection plus vaste et plus équilibré. De plus, une demande existe également en matière de prévention de la pigmentation de la peau liée aux UVA d'un point de vue culturel, même sans prendre en considération les coups de soleil. La valeur FPUVA d'un produit apporte des informations sur le niveau de protection fourni explicitement dans la partie UVA du spectre, et ce indépendamment des valeurs de FPS.

La méthode d'essai décrite dans le présent document découle principalement de la méthode d'essai FPUVA in vitro qui a été conçue par la COLIPA.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443>

Cosmétiques — Détermination in vitro de la photoprotection UVA

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie un mode opératoire in vitro pour caractériser la protection UVA apportée par les produits de protection solaire. Des spécifications sont fournies 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 de sorte à fournir une courbe d'absorbance spectrale UV à partir de laquelle des calculs et des évaluations peuvent être effectués. 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 statique pour élaborer la courbe d'absorbance des UV.

Le présent document n'est pas applicable aux produits sous forme de poudre tels que les produits en poudre compacte ou en poudre libre.

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes, définitions, symboles et termes abrégés

3.1 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:

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

3.1.1

UV

rayonnement ultraviolet

rayonnement électromagnétique dans la plage comprise entre 290 nm et 400 nm

3.1.2

UVB

ultraviolet B

rayonnement électromagnétique dans la plage comprise entre 290 nm et 320 nm

3.1.3

UVA

ultraviolet A

rayonnement électromagnétique dans la plage comprise entre 320 nm et 400 nm

Note 1 à l'article: UVA II = 320 nm à 340 nm; UVA I = 340 nm à 400 nm.

3.1.4
absorbance spectrale

$a_i(\lambda)$

logarithme de base 10 de la réciproque de la transmittance interne spectrale, $a_i(\lambda) = -\log_{10} \tau_i(\lambda)$

Note 1 à l'article: Dans le contexte de la présente norme, l'absorption ou la transmission du produit de protection solaire est utilisée.

3.1.5
irradiance

I

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

Note 1 à l'article: De 290 nm à 400 nm pour l'irradiance UVA + UVB ou de 320 nm à 400 nm pour l'irradiance UVA.

3.1.6
irradiance spectrale

$I(\lambda)$

irradiance (3.1.5) par unité de longueur d'onde, $I(\lambda)$, exprimée en $W/m^2/nm$

Note 1 à l'article: L'irradiance spectrale peut faire référence à l'essai de PPD ou à l'essai de FPS.

3.1.7
spectrophotomètre

équipement destiné à mesurer les propriétés de réflexion ou de transmission d'un matériau en fonction de la longueur d'onde limitée aux plages de rayonnements ultraviolets, visibles et infrarouges courts dans le présent document

3.1.8
spectroradiomètre

dispositif conçu pour mesurer la densité spectrale des sources lumineuses

3.1.9
radiomètre

dispositif destiné à mesurer le flux énergétique (puissance) du rayonnement électromagnétique

3.1.10
produit de protection solaire de référence

produit de protection solaire de référence utilisé pour valider le mode opératoire d'essai

3.1.11
simulateur solaire

équipement utilisé pour simuler l'irradiance et le spectre solaires

3.1.12
plaque
substrat

matériau sur lequel le produit d'essai est destiné à être appliqué

3.2 Symboles et termes abrégés

3.2.1
FPUVA
facteur de protection contre les ultraviolets A in vitro

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

3.2.2**FPS_{in vitro}****facteur de protection solaire in vitro**

facteur de protection in vitro d'un produit de protection solaire contre le rayonnement induisant un érythème, calculé par modélisation spectrale

3.2.3**longueur d'onde critique****CWL** λ_c

longueur d'onde à laquelle l'aire située sous la courbe d'absorbance représente 90 % de l'aire totale sous la courbe dans la région UV

Note 1 à l'article: Calculée à partir des données spectrales.

3.2.4**spectre d'action de l'érythème** $E(\lambda)$

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

3.2.5**spectre d'action de la PPD** $P(\lambda)$

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

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 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. Étant donné que la méthode in vivo peut soulever des problèmes d'éthique, toute méthode de FPS alternative, publiée en tant que méthode ISO, peut être utilisée.

Les échantillons sont 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.

5 Appareillage**5.1 Spécifications relatives au spectrophotomètre**

La plage de longueur d'onde du spectrophotomètre 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 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 soit conçue pour un éclairage diffus et/ou une collecte diffuse de l'irradiance transmise à travers le substrat de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) rugueux, sans ou avec la couche de produit de protection solaire étalée sur sa surface.

La taille du diamètre de l'orifice d'entrée de la sonde du spectrophotomètre 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 l'aire 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, il convient de renouveler l'essai en utilisant un instrument ayant une sensibilité et une plage dynamique plus élevées.

La lampe dans le spectrophotomètre 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 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 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 pendant le mesurage de l'absorbance du produit de protection solaire sur la plaque d'essai.

Associé à une source d'UV, le spectroradiomètre peut fournir des résultats semblables à ceux d'un spectrophotomètre.

5.2 Étalonnage du spectrophotomètre

Le spectrophotomètre doit être validé chaque 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;
- essai de linéarité du spectrophotomètre;
- essai d'exactitude de la longueur d'onde.

5.3 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 semblable que possible à l'irradiance au niveau du sol sous un soleil au zénith normalisé^[1] Tel que défini par la COLIPA^[2], le soleil de référence normalisé présente une irradiance totale de 51,4 W/m² à 63,7 W/m² et un rapport d'irradiances UVA sur UVB de 16,9 à 17,5.

Par conséquent, l'irradiance UV doit se trouver 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 spectroradiomètre	
Irradiance UV totale (de 290 nm à 400 nm)	De 40 W/m ² à 200 W/m ²
Rapport d'irradiances UVA ^a sur UVB ^b	11-22
^a De 320 nm à 400 nm.	
^b De 290 nm à 320 nm.	

Dans le cas de sources UV à faisceau large, les spectres de différents emplacements se trouvant sous le faisceau doivent être enregistrés à au moins 5 emplacements différents (un emplacement est défini pour chaque plaque) afin de tenir compte de l'uniformité.

L'uniformité doit être ≥ 90 % telle que calculée par la [Formule \(1\)](#):

$$U = (1 - (\max - \min) / (\bar{X})) \quad (1)$$

où

U est l'uniformité en pourcentage;

\bar{X} est la moyenne.

Si l'uniformité est inférieure à 90 %, il convient d'ajuster les composants optiques ou une compensation appropriée des différentes irradiances doit être appliquée au temps d'exposition de chaque plaque.

Il convient que le dispositif de source d'exposition aux UV puisse maintenir les échantillons dans la plage de 27 °C (± 2 °C) à 32 °C (± 2 °C). Il est important que la température de l'échantillon lui-même sur la plaque soit mesurée, pas seulement la température de l'air environnant. Par conséquent, le mesurage de la température doit être réalisé au niveau de la plaque.

Pour maintenir les échantillons à la température requise, un système de filtre réduisant en particulier le rayonnement infrarouge doit être utilisé pour atteindre la plage de températures spécifiée. Des plateaux rafraîchissants ou des ventilateurs doivent être utilisés afin de maintenir les plaques d'échantillons à une température inférieure à 32 °C (± 2 °C), ainsi que des dispositifs de chauffage pour les maintenir à une température supérieure à 27 °C (± 2 °C).

Il convient que le mesurage soit réalisé à l'aide d'un capteur traçable par rapport à une norme d'étalonnage nationale ou internationale, dans la plage d'utilisation.

5.4 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 12 mois ou après un temps de fonctionnement de la lampe de 2 500 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.

5.5 Étalonage du radiomètre UVA utilisé pour contrôler l'irradiation de l'échantillon d'essai

Si un radiomètre UVA est utilisé, il doit être correctement étalonné. Cela nécessite un étalonage avec les résultats de mesurage de l'irradiance UVA du spectroradiomètre utilisé pour mesurer la source d'exposition (comme durant l'étalonage annuel du simulateur solaire).

L'étalonage doit être effectué en termes d'irradiance UVA (de 320 nm à 400 nm) conformément à l'Annexe B et doit être au même niveau que celui auquel les plaques d'essai seront exposées. Une fois l'étalonage 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.

5.6 Substrat/plaque

Le substrat/la plaque est le matériau sur lequel le produit d'essai est destiné à être appliqué. Pour cette méthode, des plaques de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) ayant une face rugueuse doivent être utilisées et sont disponibles dans le commerce. Il convient de choisir la taille du substrat de sorte que l'aire d'application ne soit pas inférieure à 16 cm².

Les spécifications et la préparation relatives à ce type de plaque^{[[9]][[18]]} sont décrites dans l'Annexe D.

6 Méthode d'essai

6.1 Présentation du mode opératoire d'essai

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

6.1.2 Mesurer une plaque traitée à la glycérine ou à la vaseline¹⁾ pour obtenir un «blanc» de référence pour les mesurages ultérieurs de l'absorbance.

6.1.3 Mesurer l'absorbance in vitro du produit de protection solaire étalé sur une plaque de PMMA avant toute irradiation aux UV. Acquérir le spectre initial mAF avec les données $A_0(\lambda)$, où mAF (=10^A)

6.1.4 Procéder à l'ajustement mathématique du spectre d'absorbance UV initial en utilisant le coefficient d'ajustement «C» [voir la Formule (2) en 6.7.2] pour obtenir un FPS in vitro (sans dose d'UV) égal au FPS in vivo statique. Le FPUVA₀ initial est calculé en utilisant $A_0(\lambda)$ et C. Une dose unique d'exposition aux UV, D , est calculée, égale à $1,2 \times \text{FPUVA}_0$ en J/cm², pour chaque plaque.

6.1.5 Exposer aux UV l'échantillon qui a été utilisé en 6.1.3, en fonction de la dose d'exposition, D , calculée.

6.1.6 Mesurer l'absorbance in vitro du produit de protection solaire après exposition aux UV. Acquérir le second spectre UV avec les données $A(\lambda)$.

6.1.7 Procéder à l'ajustement mathématique du second spectre mAF (après exposition aux UV) en le multipliant par le même coefficient «C», préalablement déterminé en 6.1.4. La courbe d'absorbance ajustée résultante donne les valeurs d'absorbance finales.

1) La vaseline est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi du produit désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il peut être montré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

6.2 Étalonnage 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/spectroradiomètre à utiliser pour le mode opératoire d'essai. La validation des propriétés UV du lot de plaques d'essai de PMMA doit également être conduite tel que décrit dans l'[Annexe D](#).

6.3 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/vaseline¹ sur la face rugueuse de la plaque. Choisir la quantité de glycérine/vaseline¹ 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/vaseline¹. Mesurer l'absorbance à travers ce «blanc» et utiliser cette mesure comme mesure initiale pour les mesurages ultérieurs de l'absorbance.

Les mesurages doivent être réalisés sur le même type de plaque que celui utilisé pour le produit (moulé ou sablé) et le même lot.

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.

6.4 Application de l'échantillon

Le produit de protection solaire est appliqué sur une nouvelle plaque de PMMA rugueuse non traitée (avec la face rugueuse sur le dessus) par masse, à un taux d'application de 1,3 mg/cm² (±1,6 %) pour les plaques moulées et de 1,2 mg/cm² (±1,5 %) pour les plaques sablées.

Afin de garantir l'exactitude/la répétabilité de la dose, il convient que l'aire d'application ne soit pas inférieure à 16 cm² <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/26aaa94c-4117-474c-9895-d8deda7a7b2b/iso-fdis-24443>

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.

Il convient de peser les plaques après la phase d'application pour tout produit non volatil.

Le produit de protection solaire est appliqué sous forme d'au moins douze gouttelettes de volume approximativement égal, réparties uniformément sur la surface entière de la plaque.

Il convient que le doigtier ne soit pas utilisé pour étaler le produit sur la plaque.

L'extrémité du doigt utilisé pour étaler le produit doit être trempée dans le produit d'essai puis essuyée 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.

Le dépôt et la pesée ne doivent pas nécessiter plus de 30 s.

Il convient de ne pas utiliser pour tous les mesurages la première plaque d'essai appliquée, mais de l'utiliser pour ajuster la quantité.

Une fois le produit de protection solaire déposé à la surface de la plaque, il doit être étalé immédiatement sur l'ensemble de la surface à l'aide de légers mouvements effectués avec l'extrémité d'un doigt humain ou d'un doigt mécanique.

Il convient d'étaler le produit selon un processus en deux phases:

Tout d'abord, il convient d'étaler le produit sur l'ensemble de la surface de la plaque, à l'aide de mouvements circulaires, avec au moins quatre passages du haut vers le bas de la plaque. À la fin de