PROJET FINAL
Norme internationale

ISO/FDIS 23698

Cosmétiques — Mesurage de l'efficacité des produits de protection solaire par spectroscopie de réflectance diffuse

Cosmetics — Measurement of the sunscreen efficacy by diffuse reflectance spectroscopy

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d107-42d6-a037-77814579d020/iso-fdis-23698

ISO/TC **217**

Secrétariat: **INSO**

Début de vote:
2024-08-26

Vote clos le:
2024-10-21

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

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 COM-MERCIALES, 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.

Numéro de référence
ISO/FDIS 23698:2024(fr)

© ISO 2024

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d107-42d6-a037-77814579d020/iso-fdis-23698

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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 et symboles 1
- 3.1 Termes et définitions 1
- 3.2 Symboles 4

4 Principe 5

5 Appareillage et méthode d'essai 6
- 5.1 Spectrophotomètre UV *in vitro* 6
- 5.2 Substrat/plaque *in vitro* 6
- 5.3 Spécifications des spectromètres de réflectance diffuse (DRS) *in vivo* 6
  - 5.3.1 Source de lumière optique 6
  - 5.3.2 Fibres d'éclairage/de collecte DRS 6
  - 5.3.3 Système de détection 6
  - 5.3.4 Exigences de sensibilité 6
  - 5.3.5 Monochromateurs du système DRS monochromatique 7
  - 5.3.6 Système DRS polychromatique 7
- 5.4 Maintenance des systèmes DRS 7
  - 5.4.1 Système monochromatique 7
  - 5.4.2 Système polychromatique 7
- 5.5 Méthode d'essai 7
  - 5.5.1 Généralités 7
  - 5.5.2 Critères d'exclusion des sujets 7
  - 5.5.3 Couleur de peau des sujets participant à l'essai 8
  - 5.5.4 Fréquence de participation aux essais 8
  - 5.5.5 Nombre de sujets participant à l'essai 8
  - 5.5.6 Éthique et consentement 8
  - 5.5.7 Préparation de l'étude 8
  - 5.5.8 Mesurage de la réflexion diffuse de la peau non protégée 9
  - 5.5.9 Formation du technicien chargé de l'application d'un produit de protection solaire 9
  - 5.5.10 Application du produit de protection solaire sur le sujet participant à l'essai 10
  - 5.5.11 Mesurages de la réflexion diffuse de la peau protégée 10

6 Mesurages *in vitro* par spectrophotomètre 12
- 6.1 Généralités 12
- 6.2 Préparation des mesurages *in vitro* 12
  - 6.2.1 Plaque PMMA de référence «à blanc» 12
  - 6.2.2 Application du produit 12
  - 6.2.3 Étalement du produit 13
  - 6.2.4 Étalement de produits à base d'alcool 13
- 6.3 Mesurage *in vitro* 14
- 6.4 Détermination de A_{vt0} 14
- 6.5 Détermination de la dose d'exposition aux UV 14
- 6.6 Mesurage post-irradiation des plaques enduites d'un produit de protection solaire *in vitro* 15
  - 6.6.1 Généralités 15
  - 6.6.2 Calcul du spectre post-irradiation $A_{vt1}(\lambda)$ 15
- 6.7 Détermination de la longueur d'onde d'hybridation 15
  - 6.7.1 Système monochromatique 15
  - 6.7.2 Système polychromatique 16

7 Rapport spectral de photodégradation (R_{SPD}) 16

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview
ISO/FDIS 23698

© ISO 2024 – Tous droits réservés

7.1 Généralités ... 16
7.2 Détermination du $R_{SPD}(\lambda)$ ... 16

8 Calculs pour estimer le FPS et le FPUVA ... 17
8.1 Détermination de $A_{HDRSi}(\lambda)$ ... 17
8.1.1 Détermination de $A_{DRSi}(\lambda)$ (système monochromatique) ... 17
8.1.2 Détermination de A_{DRSi} (système polychromatique) ... 17
8.1.3 Détermination de la valeur scalaire individuelle d'hybridation, C_{Ai} ... 18
8.1.4 Calcul du spectre d'absorbance hybride final ... 18
8.2 Calculer le FPS_{HDRSi} du produit d'essai ... 19
8.3 Calculer le $FPUVA_i$ du produit d'essai ... 19
8.4 Calcul de la longueur d'onde critique ... 19
8.5 Calcul de la moyenne et des écarts-types pour le FPS et le FPUVA ... 20
8.6 Critère statistique ... 21
8.7 Produits de référence pour le FPS et le FPUVA ... 21
8.7.1 Établissement du FPS et du FPUVA pour la revendication de produit ... 21
8.7.2 Autres calculs ... 21
8.8 Critères de rejet des données ... 22
8.8.1 Critère de rejet des données du sujet ... 22
8.8.2 Critère de rejet des données spécifiques au site ... 22
8.9 Critères d'échec de l'essai ... 22

9 Rapport d'essai ... 22
9.1 Généralités ... 22
9.2 Données sous forme de tableau pour chaque sujet participant à l'essai ... 23

Annexe A (informative) **Organigramme d'essai des méthodes DRS monochromatique et polychromatique ... 24**

Annexe B (normative) **Contrôle de l'étalonnage du spectrophotomètre UV et essai de transmittance de la plaque (mesurages *in vitro*) ... 26**

Annexe C (normative) **Étalonnage de l'irradiance du simulateur solaire et du mode opératoire du radiomètre ... 30**

Annexe D (normative) **Spécifications de la plaque et de la surface d'essai ... 36**

Annexe E (normative) **Valeurs de calcul — Spectres d'action de la PPD et de l'érythèmeet intensité d'irradiance spectrale des sources UVA et UV-SSR ... 38**

Annexe F (normative) **Statistiques et calculs ... 41**

Annexe G (normative) **FPS, FPUVA et longueur d'onde critique des formulations de produits de protection solaire de référence ... 44**

Annexe H (informative) **Définition et exemples de résultats DRS cutanés valides ... 45**

Annexe I (normative) **Fibres optiques et étalonnage ... 47**

Annexe J (normative) **Application du produit ... 48**

Annexe K (Normative) **Rapport d'essai ISO 23698 — Exemple ... 51**

Bibliographie ... 53

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview
ISO/FDIS 23698

© ISO 2024 – Tous droits réservés

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité 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).

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.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview
ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d107-42d6-a037-77814579d020/iso-fdis-23698

© ISO 2024 – Tous droits réservés

Introduction

L'exposition au rayonnement ultraviolet (RUV) solaire constitue la principale source environnementale de lésions aiguës et chroniques de la peau humaine. Favorisé en grande partie par l'exposition aux rayons du soleil, le cancer de la peau est la forme la plus courante de cancer touchant le corps. La protection contre l'exposition aux rayonnements solaires UVB et UVA représente, par conséquent, un enjeu majeur de santé publique. L'utilisation de produits de protection solaire appliqués topiquement est au cœur des programmes holistiques de protection des consommateurs contre les RUV, qui comprennent aussi l'utilisation de chapeaux et d'habits appropriés, visant à réduire le plus possible l'exposition au soleil.

Le facteur de protection solaire (FPS) a de tout temps été mesuré au moyen d'une méthode *in vivo* (voir l'ISO 24444) afin de communiquer le niveau de protection fourni par les produits de protection solaire contre les RUV à l'origine d'érythèmes solaires. D'autres méthodes d'essai ont été mises au point et fournies pour évaluer l'étendue et l'intensité de la protection dans la partie UVA du spectre solaire (voir l'ISO 24442 et l'ISO 24443).

La méthode d'essai décrite dans le présent document est une alternative aux méthodes décrites dans l'ISO 24443 et l'ISO 24444.

Les méthodes invasives reposant sur des essais menés sur des êtres humains sont problématiques sur le plan éthique, chronophages et très onéreuses. Par conséquent, les scientifiques souhaitent depuis longtemps élaborer des méthodes alternatives afin d'évaluer à la fois l'étendue et l'intensité de la protection assurée par les produits de protection solaire qui ne nécessitent pas la mise en œuvre de modes opératoires invasifs et qui offrent une sensibilité d'essai ainsi qu'une exactitude équivalentes aux méthodes d'essai *in vivo* existantes.

La méthode par spectroscopie de réflectance diffuse hybride décrite ici permet une évaluation optique non invasive de la protection qu'offrent les produits de protection solaire appliqués topiquement, tels qu'utilisés par les consommateurs, qui est mesurée *in situ* sur la peau humaine et ne nécessite pas de réponse physiologique ni n'inflige de lésions corporelles au sujet participant à l'essai. L'association de mesures spectroscopiques *in vitro* sur le spectre complet des produits de protection solaire et de mesures optiques de la transmission des produits de protection solaire dans les UVA sur la peau humaine permet d'obtenir un spectre hybride pour une évaluation complète tant de l'étendue que de l'intensité de la protection des produits de protection solaire dans les régions à la fois des UVB et des UVA du spectre du soleil, qui est étroitement corrélée aux résultats d'essai du FPS *in vivo*, du FPUVA *in vitro* et de la longueur d'onde critique, ce qui démontre l'équivalence entre cette méthode d'essai et les méthodes décrites dans l'ISO 24444 et l'ISO 24443.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

© ISO 2024 – Tous droits réservés

Cosmétiques — Mesurage de l'efficacité des produits de protection solaire par spectroscopie de réflectance diffuse

1 Domaine d'application

Le présent document fournit un mode opératoire pour caractériser le facteur de protection solaire (FPS), le facteur de protection UVA (FPUVA) et la longueur d'onde critique (CW) des produits de protection solaire sans nécessiter de réponse biologique. La méthode d'essai est applicable aux produits monophasés et aux émulsions. La méthode n'a pas été évaluée pour une utilisation avec des produits de protection solaire sous forme de poudre.

Le présent document fournit des spécifications pour permettre la détermination des caractéristiques absolues d'absorbance spectrale d'un produit de protection solaire sur la peau et ainsi estimer la protection contre les UVA et les érythèmes solaires. Il 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.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

3 Termes, définitions et symboles

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 https://www.electropedia.org/

3.1.1
absorbance
A
mesure de l'énergie bloquée, soit par absorption optique, soit par réflexion/diffusion physique

3.1.2
spectre d'absorbance
$A(\lambda)$
absorbance optique du produit de protection solaire à la longueur d'onde λ

Note 1 à l'article: Logarithme décimal de l'inverse de la transmittance spectrale τ(λ). $A(\lambda) = -[\log_{10} \tau(\lambda)]$.

3.1.3
absorbance par spectroscopie de réflectance diffuse
absorbance par DRS
$A_{DRS}(\lambda)$
spectre d'absorbance calculé par DRS en fonction de la longueur d'onde λ

Note 1 à l'article: Le spectre d'absorbance applicable à la présente norme se situe entre 320 nm et 400 nm.

© ISO 2024 – Tous droits réservés

3.1.4
absorbance après hybridation
$A_{HDRS}(\lambda)$
spectre d'absorbance final calculé à partir des signaux hybridés en fonction de la longueur d'onde λ après correction de la photodégradation

Note 1 à l'article: Le spectre d'absorbance final se situe entre 290 nm et 400 nm.

3.1.5
facteur d'étalonnage
$C_{étal}$
correction appliquée à une valeur de la grandeur mesurée pour compenser un effet systématique connu

3.1.6
spectre d'absorbance UV *in vitro* pré-irradiation
absorbance *in vitro* avant exposition aux UV (pré-irradiation)
$A_{vt0}(\lambda)$
moyenne arithmétique du spectre d'absorbance *in vitro* d'un produit de protection solaire mesuré avant exposition aux UV

Note 1 à l'article: Le spectre d'absorbance se situe entre 290 nm et 400 nm.

3.1.7
spectre d'absorbance UV *in vitro* post-irradiation
absorbance *in vitro* après exposition aux UV (post-irradiation)
$A_{vt1}(\lambda)$
moyenne arithmétique du spectre d'absorbance *in vitro* d'un produit de protection solaire mesuré après exposition aux UV

Note 1 à l'article: Le spectre d'absorbance se situe entre 290 nm et 400 nm.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

3.1.8
constante d'hybridation
C_{Ai}
facteur scalaire permettant d'ajuster un spectre *in vitro* $A_{vt1}(\lambda)$ à chaque longueur d'onde par rapport à l'A_{DRSi} individuelle

ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d107-42d6-a037-77814579d020/iso-fdis-23698

3.1.9
longueur d'onde critique
CW
λc
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

3.1.10
dose
D
dose d'exposition énergétique aux UVA dans le cadre de la pré-irradiation des produits de protection solaire (1,2 x $FPUVA_{DRS}$ J/cm^2)

3.1.11
incrément de longueur d'onde
$d\lambda$
différentiel d'intégration (1 nm)

3.1.12
spectroscopie de réflectance diffuse
DRS
technique utilisée pour mesurer la lumière ré-émise par la peau ou réflexion diffuse

Note 1 à l'article: Cette technique permet de déterminer le spectre d'absorbance UVA d'un produit de protection solaire appliqué sur la peau *in vivo*.

© ISO 2024 – Tous droits réservés

Note 2 à l'article: Le terme «lumière» est utilisé de façon générique pour décrire les rayonnements électromagnétiques des longueurs d'onde UV et visibles du spectre optique dans l'ensemble du document. Il est différencié au besoin dans certaines sections spécifiques du document.

Note 3 à l'article: L'énergie UV mesurée ne correspond pas à l'énergie réfléchie par la surface de la peau ou par le produit de protection solaire appliqué. L'énergie UV mesurée traverse le produit de protection solaire, atteint la surface de la peau et s'y disperse. Une partie de cette énergie est renvoyée une seconde fois à la surface de la peau par le produit de protection solaire et captée par la sonde optique DRS. Le terme «réflexion diffuse» est utilisé tout au long de ce document alors que l'utilisation historique du terme «réflectance» a eu la priorité dans la littérature publiée.

3.1.13
spectre d'action de l'érythème
E(λ)
effets relatifs des bandes spectrales individuelles d'une source d'exposition entraînant une réponse érythémale sur la peau

Note 1 à l'article: Voir l'Annexe E.

3.1.14
spectroscopie de réflectance diffuse hybride
HDRS
méthode permettant d'évaluer la protection fournie par un produit de protection solaire appliqué sur la peau *in vivo* en mesurant le facteur de protection UVA par DRS et la partie UVB du spectre par spectroscopie *in vitro* de films minces, et en fusionnant les deux spectres de façon à obtenir un spectre d'absorbance hybride

Note 1 à l'article: Les distributions spectrales déterminées par les deux méthodes différentes sont fusionnées pour constituer l'absorption spectrale hybride $A_{\mathrm{HDRS}}(\lambda)$.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

3.1.15
longueur d'onde d'hybridation
HW
λ_{HW}
longueur d'onde à laquelle le spectre DRS *in vivo* et le spectre d'absorbance *in vitro* sont fusionnés

3.1.16
spectre d'action de la pigmentation persistante
spectre d'action de la PPD
P(λ)
effets relatifs sur les bandes spectrales individuelles d'une source d'exposition entraînant une pigmentation persistante (PPD)

ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d107-42d6-a037-77814579d020/iso-fdis-23698

Note 1 à l'article: Voir l'Annexe E.

3.1.17
facteur de protection solaire par DRS hybride
$\mathrm{FPS_{HDRS}}$
FPS d'un produit de protection solaire calculé à partir du spectre d'absorbance UV hybride ajusté par le rapport spectral de photodégradation (RSPD) (λ)

3.1.18
rapport spectral de photodégradation (λ)
$R_{\mathrm{SPD}}(\lambda)$
rapport des spectres d'absorbance in vitro (post-irradiation et pré-irradiation) représentant la photodégradation du produit de protection solaire en fonction de la longueur d'onde

Note 1 à l'article: Le spectre RSPD(λ) se situe entre 290 nm et 400 nm.

3.1.19
sous-site
zone au sein d'un site d'essai où la sonde DRS est placée afin de réaliser le mesurage individuel de la réflexion diffuse cutanée indiquée par l'indice j

© ISO 2024 – Tous droits réservés

3.1.20
site d'essai
zone définie de la peau où un produit de protection solaire d'essai est appliqué et où des mesurages par DRS sont effectués

3.21
valeur t de Student
t
valeur critique du test t de Student bilatéral pour 0,05, avec n-1 degré de liberté

3.1.22
spectre de transmittance par DRS
$T_{DRS}(\lambda)$
spectre de transmittance *in vivo* d'un produit de protection solaire calculé par DRS en fonction de la longueur d'onde λ

Note 1 à l'article: Le spectre de transmittance *in vivo* se situe entre 320 nm et 400 nm.

3.1.23
facteur de protection UVA déterminé par DRS
$FPUVA_{DRS}$
facteur de protection UVA initial d'un produit de protection solaire calculé à l'aide du spectre d'absorbance mesuré *in vivo* par DRS avant correction de la photodégradation

3.1.24
facteur de protection UVA déterminé par HDRS
$FPUVA_{HDRS}$
facteur de protection UVA d'un produit de protection solaire calculé à partir du spectre d'absorbance UV hybride ajusté par le RSPD(λ)

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

3.2 Symboles

I_u	irradiance des UVA ré-émis par la peau non protégée déterminée à l'aide d'un dispositif de mesure DRS polychromatique
I_p	irradiance des UVA ré-émis par la peau protégée par le produit de protection solaire déterminée à l'aide d'un dispositif de mesure DRS polychromatique
i	indice pour un sujet individuel
ITA°	angle typologique individuel
$I_{rad,UVA}$	irradiance UVA étalonnée
j	indice pour les sous-sites d'essai individuels
k	indice pour les plaques de PMMA individuelles (mesurage *in vitro*)
l	nombre de mesurages d'un sous-site sur une plaque de PMMA
m	indice pour les spots individuels de mesurage *in vitro*
n	nombre d'éléments dépendant du contexte (ces éléments peuvent être les sujets, les spots sur une plaque de PMMA ou les résultats d'essai valides)
$R_p(\lambda)$	irradiance du spectre de réflexion diffuse (320 nm à 400 nm) de la peau traitée par le produit
$R_u(\lambda)$	irradiance du spectre de réflexion diffuse (320 nm à 400 nm) de la peau non protégée
s_i	multiplicateur scalaire pour l'ajustement des spectres *in vitro* pour un individu

© ISO 2024 – Tous droits réservés

$S(\lambda)$ irradiance spectrale de la source lumineuse utilisée pour exposer les plaques

stdev, σ écart-type des valeurs de $FPUVA_{HDRSi}$ transformées par ln ou les valeurs FPS_{HDRSi} transformées (selon le contexte)

$T_{vt0}(\lambda)$ spectre de transmittance *in vitro* (290 nm à 400 nm) avant exposition aux UV

$T_{vt1}(\lambda)$ spectre de transmittance *in vitro* (290 nm à 400 nm) après exposition aux UV

$FPUVA_{DRS}$ facteur de protection UVA initial d'un produit de protection solaire calculé à l'aide du spectre d'absorbance mesuré *in vivo* par DRS avant correction de la photodégradation

$FPUVA_{HDRS}$ facteur de protection UVA d'un produit de protection solaire calculé à partir du spectre d'absorbance UV hybride ajusté par le RSPD

$FPUVA_{vt0}$ facteur de protection UVA *in vitro* d'un produit de protection solaire calculé à l'aide du spectre d'absorbance A_{vt0}

$FPUVA_{vt1}$ facteur de protection UVA *in vitro* d'un produit de protection solaire calculé à l'aide du spectre d'absorbance A_{vt1}

vt indice pour *in vitro*

λ_c longueur d'onde critique (incluant le facteur d'étalonnage)

$\lambda_{c'}$ longueur d'onde critique brute

λ_{HW} longueur d'onde d'hybridation

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

4 Principe

Cette méthode fournit un mode opératoire d'essai hybride (*in vitro* et *in vivo*) pour caractériser la protection UV apportée par les préparations de protection solaire. Les principaux résultats de ce mode opératoire d'essai sont des mesures des caractéristiques d'absorbance spectrale d'un produit de protection solaire. Différentes approches sont disponibles pour générer des spectres d'absorbance hybrides, telles que des techniques de mesurage monochromatiques et polychromatiques.

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/...-a037-77814579d020/iso-fdis-23698

Le FPUVA peut être prédit par spectroscopie de réflectance diffuse (DRS) mesurant l'absorbance UVA de la peau (320 nm à 400 nm) et il a été démontré qu'il était corrélé à l'évaluation *in vivo* selon l'ISO 24442 (voir également les Références [5] et [6]), ainsi qu'à la détermination du FPUVA selon l'ISO 24443 (voir les Références [7] à [13]). En raison des caractéristiques d'absorbance UVB élevée de la couche cornée et de l'épiderme, la peau humaine ne renvoie pas suffisamment de rayonnement UVB pour effectuer des mesurages d'absorbance. Par conséquent, la «forme» de l'absorbance spectrale dans la région des UVB doit être évaluée séparément par spectroscopie de transmittance de films minces *in vitro*. Afin de prendre en compte la photo-instabilité des produits de protection solaire soumis à évaluation, la même approche que celle utilisée dans l'ISO 24443 est appliquée. Un film mince d'échantillon de produit de protection solaire *in vitro* est soumis à une dose contrôlée de rayonnement solaire simulé pour déterminer la forme du spectre après exposition aux UV qui permet d'ajuster le spectre d'absorbance par spectroscopie de réflectance diffuse hybride (HDRS).

Afin d'obtenir un spectre d'absorbance UV complet, l'absorbance *in vitro* est ajustée pour correspondre aux valeurs d'absorbance DRS, puis la portion UVB *in vitro* est mathématiquement rattachée à la portion UVA à partir de la technique DRS. Ce spectre d'absorbance par HDRS sert ensuite à calculer le FPUVA, le FPS et la longueur d'onde critique (CW) des produits de protection solaire soumis à essai[10],[11].

Il convient que les échantillons soumis à essai n'aient pas de FPS ou FPUVA cible, ni d'autre description de la catégorie de protection.

© ISO 2024 – Tous droits réservés

5 Appareillage et méthode d'essai

5.1 Spectrophotomètre UV *in vitro*

Le spectrophotomètre UV *in vitro* doit suivre les spécifications et le mode opératoire d'étalonnage décrits à l'Annexe B.

5.2 Substrat/plaque *in vitro*

Le substrat/la plaque est le matériau sur lequel le produit soumis à essai est appliqué pour la partie *in vitro* de cette méthode. Des plaques de polyméthacrylate de méthyle (PMMA), avec un côté du substrat rugueux, doivent être utilisées et préparées comme spécifié dans l'Annexe D.

5.3 Spécifications des spectromètres de réflectance diffuse (DRS) *in vivo*

Les éléments communs aux systèmes DRS monochromatiques et polychromatiques sont les suivants.

5.3.1 Source de lumière optique

Il est recommandé d'utiliser une lampe au xénon à arc court émettant un rayonnement continu sur la plage de 290 nm à 400 nm. Une dose efficace d'exposition maximale de 10 J/m^2 ne doit être dépassée sur aucun sous-site de mesure. L'irradiance maximale d'exposition à la surface de la peau doit être inférieure à 5 mW/cm^2. L'étalonnage des radiomètres pour cette évaluation doit être effectué conformément à l'Annexe C. L'irradiance spectrale de la source d'éclairage doit être évaluée une fois par an afin de valider le fait que l'irradiance et la dose maximales d'exposition ne sont pas dépassées pendant le mesurage d'un sous-site.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview
ISO/FDIS 23698

5.3.2 Fibres d'éclairage/de collecte DRS

Il est recommandé d'utiliser une sonde à fibres optiques bifurquées en silice fondue de qualité UV composée d'un agencement de fibres tel que décrit dans l'Annexe I, avec une longueur de sonde commune d'environ 1,5 m et deux bras courts de 0,5 m (un pour l'excitation et l'autre pour l'émission). La surface de la sonde optique commune doit être inférieure à 1,2 cm^2. Le faisceau commun doit comporter plus de 800 fibres individuelles avec un rapport entre les fibres d'éclairage et les fibres de collecte compris entre 45:55 et 55:45.

Faisceaux de fibres optiques annulaires: le faisceau de fibres d'éclairage au centre doit être séparé de 200 µm des fibres de collecte qui l'entourent.

Faisceaux de fibres optiques aléatoires: plus de 95 % des fibres d'éclairage doivent être adjacentes à une fibre de collecte avec un espacement minimal de 280 µm entre les centres des fibres adjacentes. Voir l'Annexe I pour la configuration des fibres.

5.3.3 Système de détection

Il est recommandé d'utiliser un détecteur cathodique de photomultiplicateur (PMT) bi-alcalin. Afin d'obtenir un meilleur rapport signal sur bruit, il est recommandé de refroidir le détecteur (c'est-à-dire à −20 °C). Il convient que la température du PMT soit inférieure d'environ 40 °C à la température ambiante.

5.3.4 Exigences de sensibilité

La détection en réponse linéaire doit être d'au moins 5 décades (100 000:1), (6 décades [1 000 000:1] étant recommandées) dans la plage de 290 nm à 400 nm. Cela peut généralement être obtenu à l'aide d'un spectrophotomètre à double monochromateur offrant un bon rejet de la lumière parasite et d'un PMT refroidi approprié. Il convient que la tension choisie du photomultiplicateur (gain) permette une sensibilité élevée à des longueurs d'onde inférieures (<320 nm) et évite une surcharge du photomultiplicateur à des longueurs d'onde supérieures (>370 nm).

© ISO 2024 – Tous droits réservés

5.3.5 Monochromateurs du système DRS monochromatique

Les monochromateurs utilisés pour l'excitation ou l'émission peuvent être des monochromateurs simples ou doubles d'une exactitude de longueur d'onde de ±0,1 nm. Le rapport entre la lumière parasite (à une distance du pic de longueur d'onde correspondant à 10 fois la largeur à mi-hauteur de l'intensité de la raie laser) et l'intensité d'une raie laser doit être inférieur à 5×10^{-5}. De plus, des filtres doivent être installés pour empêcher toute lumière visible de pénétrer dans le détecteur du photomultiplicateur. Le système doit être conforme aux spécifications décrites de 5.3.1 à 5.3.4.

5.3.6 Système DRS polychromatique

Des mesurages DRS polychromatiques *in vivo* doivent être effectués en utilisant une source lumineuse dotée d'une sortie spectrale telle que décrite dans l'Annexe E et d'un système de détection PMT offrant un spectre de réponse semblable au spectre d'action de la pigmentation persistante (PPD) humaine tel que décrit dans l'Annexe E. Toute différence entre l'émission spectrale X du système de détection PMT de la source et l'émission spectrale X du spectre d'action de la PPD humaine de la source doit être corrigée au moyen d'un programme de calcul des erreurs de mesure spectrale. Le système doit être conforme aux spécifications décrites de 5.3.1 à 5.3.4.

Il est recommandé d'ajouter un filtre bloquant la lumière visible («verre noir») devant un détecteur cathodique de photomultiplicateur à large spectre afin d'éliminer le mesurage de la fluorescence visible à l'aide du système DRS polychromatique et de s'assurer que la forme du spectre d'action du détecteur soit semblable au spectre d'action de la PPD de la peau tel que décrit à l'Annexe E.

5.4 Maintenance des systèmes DRS

5.4.1 Système monochromatique

L'exactitude de la longueur d'onde doit être vérifiée régulièrement soit à l'aide d'un filtre d'oxyde d'holmium (conformément à l'Article B.2), soit à l'aide d'une lampe à vapeur de mercure basse pression, d'une lampe à «quartz froid» ou d'une lampe équivalente selon les modes opératoires d'étalonnage usuels.

Un contrôle périodique de l'exactitude de la longueur d'onde du système DRS et l'irradiance d'émission de la fibre, au moins une fois par an, doit être effectué à l'aide d'un équipement étalonné par une personne formée, compétente et dûment qualifiée (interne ou externe). Le faisceau de fibres optiques doit être contrôlé au moins une fois par an afin de valider la conformité à 5.3.2 et de vérifier l'absence de fibres cassées.

5.4.2 Système polychromatique

Le faisceau d'éclairage du système DRS polychromatique doit être vérifié périodiquement pour garantir la conformité aux spécifications décrites pour la source de rayonnement UVA dans l'Annexe E. Un contrôle spectroradiométrique du spectre doit être réalisé au moins une fois par an par une personne formée, compétente et dûment qualifiée (interne ou externe) en utilisant un système étalonné par rapport à une lampe étalon nationale ou internationale traçable. Le faisceau de fibres optiques doit être contrôlé au moins une fois par an afin de valider la conformité à 5.3.2 et de vérifier l'absence de fibres cassées.

5.5 Méthode d'essai

5.5.1 Généralités

Il est recommandé de procéder aux mesurages DRS et à l'évaluation de l'application du produit dans des conditions stables à une température ambiante maintenue à (23 ± 3) °C.

5.5.2 Critères d'exclusion des sujets

Les critères d'exclusion doivent faire l'objet d'une vérification avant l'essai.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

Les conditions suivantes doivent automatiquement interdire l'inclusion d'un sujet dans le groupe d'essai:

a) enfants et personnes qui n'ont pas l'âge légal de consentement;

b) sujets présentant des affections dermatologiques systémiques dans la zone d'essai (y compris des nævi dysplasiques);

c) sujets ayant une pilosité excessive dans la zone d'essai le jour de l'essai (les poils peuvent être rasés jusqu'à 3 jours avant le jour de l'essai ou être coupés ou tondus le jour de l'essai);

d) sujets présentant un angle typologique individuel (ITA°) moyen < 28°;

e) sujets s'étant vu appliquer une certaine dose d'UV sur les sites d'essai (c'est-à-dire FPS [ISO 24444], FPUVA [ISO 24442], essais d'allergie au soleil ou de phototoxicité, ou bronzage) au cours des 8 dernières semaines et présentant des marques de pigmentation ou un érythème sur les sites d'essai.

5.5.3 Couleur de peau des sujets participant à l'essai

Les sujets participant à l'essai doivent avoir une valeur d'ITA° ≥ 28°, telle que déterminée par des méthodes colorimétriques avec les mêmes critères d'acceptation pour tous les sujets dans chacune des trois bandes d'ITA° (28° à 40°, 41° à 55° et ≥ 56° comme indiqué en 5.1.2 de l'ISO 24444:2019). L'ITA° moyen des sujets composant un groupe participant à l'essai doit être compris entre 41° et 55°. Dans la mesure du possible, inclure des sujets présentant un ITA° compris dans chacune des trois bandes d'ITA°, à savoir de 28° à 40°, de 41° à 55° et > 56° (la valeur d'ITA° doit être tronquée pour supprimer les chiffres non significatifs). Lorsque cela n'est pas possible, deux bandes parmi les trois bandes d'ITA° décrites dans la phrase précédente doivent comporter au moins trois individus chacune.

Les sites d'essai sélectionnés pour les mesurages DRS doivent être exempts de défauts et de poils, et présenter une couleur uniforme, sans variation d'ITA° supérieure à 5° les uns par rapport aux autres ou avec une différence d'ITA° < 5° au sein d'un site d'essai donné et exempt de poils. Les poils peuvent être rasés jusqu'à 3 jours avant la date de l'essai, mais pas plus tard. Si nécessaire, les poils peuvent être tondus ou coupés aux ciseaux à la date de l'essai.

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview

5.5.4 Fréquence de participation aux essais

Les sujets peuvent participer à un essai HDRS tous les sept jours maximum (pour s'assurer de l'élimination du produit de protection solaire appliqué).

ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d107-42d6-a037-778145 79d020/iso-fdis-23698

5.5.5 Nombre de sujets participant à l'essai

Des résultats valides pour au moins 10 sujets sont requis. Le nombre maximal de résultats valides doit être de 20. En vue d'obtenir entre 10 et 20 résultats valides, au maximum cinq résultats individuels peuvent être exclus du calcul des valeurs moyennes en s'appuyant sur une analyse des valeurs statistiques aberrantes (voir l'Annexe F).

5.5.6 Éthique et consentement

Tous les essais doivent être effectués conformément à la déclaration d'Helsinki.[14] Un consentement éclairé, écrit et signé doit être obtenu de tous les sujets participant aux essais et conservé.

5.5.7 Préparation de l'étude

Tous les équipements destinés à être utilisés pour mesurer et exposer les échantillons doivent être mis sous tension pour une période de chauffe d'au moins 20 min avant la mise en œuvre des modes opératoires de mesurage ou conformément aux instructions du fabricant.

Les dispositifs utilisés pour appliquer une quantité mesurée de produit sur la peau (par exemple, micropipettes, seringues, nacelles de pesée, etc.) doivent délivrer 2,00 mg/cm^2 ± 0,05 mg/cm^2 de produit de protection solaire. Un doigtier doit être utilisé pour étaler le produit de protection solaire sur la peau pour tous les produits, sauf dans les cas où l'utilisation d'un doigtier compromet l'application uniforme du

© ISO 2024 – Tous droits réservés