PROJET
Norme internationale

ISO/DIS 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

ICS: 71.100.70

ISO/TC **217**

Secrétariat: **INSO**

Début de vote:
2024-01-22

Vote clos le:
2024-04-15

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

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

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.

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.

Numéro de référence
ISO/DIS 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 et définitions 1
4 Principe 6
5 Matériels et méthodes 7
5.1 Spectrophotomètre UV in vitro 7
5.2 Substrat/plaque in vitro 7
5.3 Spécifications des spectrophotomètres à réflectance diffuse (DRS) *in vivo* 7
5.3.1 Système DRS monochromatique 7
5.3.2 Système DRS polychromatique 8
5.4 Maintenance du système DRS 8
5.4.1 Système DRS monochromatique 8
5.4.2 Système DRS polychromatique 9
5.5 Conditions d'essai 9
5.6 Méthode d'essai pour le mesurage de la réflexion 9
5.6.1 Critères d'exclusion des sujets 9
5.6.2 Couleur de peau des sujets participant à l'essai 9
5.6.3 Éthique et consentement 10
5.6.4 Préparation de l'étude 10
5.6.5 Mesurage de la réflexion de référence 10
5.6.6 Application du produit de protection solaire sur le sujet participant à l'essai 11
5.6.7 Mesurage monochromatique et polychromatique de la réflexion de la peau protégée 11
6 Mesurages par spectrophotomètre in vitro (méthodes monochromatiques et polychromatiques) 13
6.1 Mesurage *in vitro* 14
6.2 Détermination d'A_{vt0} 15
6.3 Détermination de la dose d'exposition aux UV 15
6.4 Mesurage post-irradiation des plaques enduites d'un produit de protection solaire in vitro 16
6.4.1 Calcul du spectre post-irradiation $A_{vt1}(\lambda)$ 16
6.5 Détermination de la longueur d'onde d'hybridation (méthode monochromatique) 16
6.5.1 Méthode monochromatique 16
6.5.2 Méthode polychromatique 17
7 Rapport spectral de photodégradation – *RSPD* (méthode monochromatique et polychromatique) 17
7.1 Détermination du *RSPD*(λ) 17
8 Calculs pour estimer le FPS et le FPUVA (méthode mono- et polychromatique) 18
8.1 Détermination d'$A_{HDRSi}(\lambda)$ 18
8.1.1 Détermination de $A_{DRSi}(\lambda)$ 18
8.1.2 Détermination de la valeur scalaire d'hybridation individuelle – C_{Ai} (méthodes monochromatique et polychromatique) 18
8.1.3 Détermination d'A_{DRSi} pour la méthode polychromatique 19
8.1.4 Calcul du spectre d'absorbance hybride final (méthodes mono- et polychromatique) 19

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

8.2 Calculer le FPS_i du matériau d'essai (méthodes mono et polychromatique) 20
8.3 Calculer le $FPUVA_i$ du matériau d'essai (méthodes mono et polychromatique) 20
8.4 Calcul de la longueur d'onde critique 20
8.5 Calcul de la *CW*, du *FPS* et du *FPUVA* moyens 21
8.6 Critère statistique à vérifier 22
8.6.1 Matériau de référence pour le *FPS* et le *FPUVA* 22
8.6.2 Autres calculs 22
8.7 Critères de rejet des données 22
8.7.1 Critère de rejet des données du sujet 22
8.7.2 Critère de rejet des données spécifiques au site 22
8.8 Critères d'échec de l'essai 23

9 Rapport d'essai 23
9.1 Informations générales 23
9.2 Données sous forme de tableau pour chaque sujet participant à l'essai 24

Annexe A (informative) **Organigramme d'essai des méthodes DRS monochromatique et polychromatique 25**

Annexe B (informative) **Contrôle de l'étalonnage du spectrophotomètre UV et essai de transmission de la plaque (mesurages *in vitro*) 27**

Annexe C (informative) **Mode opératoire d'étalonnage du radiomètre pour le mesurage de l'éclairement spectroradiométrique 30**

Annexe D (informative) **Spécifications des plaques d'essai 32**

Annexe E (informative) **Valeurs de calcul : spectres d'action de la PPD et de l'érythème et intensité d'éclairement spectral des sources UVA et UV-SSR 34**

Annexe F (informative) **Statistiques et calculs 38**

Annexe G (informative) **Formulations de produits de protection solaire de référence FPS et FPUVA 40**

Annexe H (informative) **Définition et exemples de résultats DRS cutanés valides 41**
Annexe I (informative) **Fibres optiques et étalonnage 43**

Annexe J (informative) **Application du produit 44**

Bibliographie 47

iTeh Standards
(https://standards.iteh.ai)
Document Preview
ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d107-42d6-a057-778145 79d020/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'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 brevets. 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).

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

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 technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*.

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.

© 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* (ISO 24444[1]) 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 (ISO 24442[2] et ISO 24443[3]).

En plus d'être très onéreuses et chronophages, les méthodes invasives impliquant des essais sur des êtres humains posent un problème d'ordre déontologique. 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* et du FPUVA *in vitro*, tel que démontré au cours de la validation de cette méthode d'essai.

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

© ISO 2024 – Tous droits réservés

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

1 Domaine d'application

La présente méthode d'essai fournit un mode opératoire pour caractériser le facteur de protection solaire (FPS), le facteur de protection contre les UVA (FPUVA) et la longueur d'onde critique (CW) des produits de protection solaire sans nécessiter de réponse biologique. La méthode a été validée pour les produits monophasés et les émulsions. Des spécifications sont données 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. Cette méthode est une alternative aux méthodes présentées dans l'ISO 24443[3] et l'ISO 24444[1].

2 Références normatives

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

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 24442:2022, *Cosmétiques — Méthodes d'essai de protection solaire — Détermination in vivo de la protection UVA d'un produit de protection solaire*[2].

ISO 24443:2021, *Cosmétiques — Détermination in vitro de la photoprotection UVA*[3].

ISO 24444:2019, *Cosmétiques — Méthodes d'essai de protection solaire — Détermination in vivo du facteur de protection solaire (FPS)*[1].

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 :

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

© ISO 2024 – Tous droits réservés

3.2
spectre d'absorbance
A(λ)
absorbance optique du produit de protection solaire à la longueur d'onde λ. Logarithme décimal de l'inverse du facteur de transmission spectrale $\tau(\lambda)$. $A(\lambda) = -\log 10\ \tau(\lambda)$

3.3
absorbance par DRS
$A_{DRS}(\lambda)$
spectre d'absorbance (320-400 nm) calculé par DRS en fonction de la longueur d'onde λ

3.4
absorbance après hybridation
$A_{HDRS}(\lambda)$
spectre d'absorbance final (290-400 nm) calculé à partir des signaux hybridés en fonction de la longueur d'onde λ après correction de la photodégradation

3.5
facteur d'étalonnage
$C_{étal}$
correction appliquée à une valeur de la grandeur mesurée pour compenser une erreur systématique

3.6
absorbance *in vitro* avant exposition aux UV (pré-irradiation)
$A_{vt0}(\lambda)$
moyenne arithmétique du spectre d'absorbance *in vitro* (290-400 nm) d'un produit de protection solaire mesuré avant exposition aux UV

3.7
absorbance *in vitro* après exposition aux UV (post-irradiation)
$A_{vt1}(\lambda)$
moyenne arithmétique du spectre d'absorbance *in vitro* (290-400 nm) d'un produit de protection solaire mesuré après exposition aux UV

3.8
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

3.9
dose
D
dose d'exposition aux UVA dans le cadre de la pré-irradiation des produits de protection solaire ($1{,}2 \times FPUVA_{DRS}$ J/cm²)

3.10
incrément de longueur d'onde
$d\lambda$
différentiel d'intégration (1 nm)

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

© ISO 2024 – Tous droits réservés

3.11
spectroscopie de réflectance diffuse
DRS
technique utilisée pour mesurer la lumière renvoyée par la peau ou réflexion diffuse. Cette technique permet de déterminer le spectre d'absorbance UVA d'un produit de protection solaire appliqué sur la peau *in vivo*

Note 1 à l'article : L'énergie UV qui est mesurée ne correspond pas à l'énergie incidente provenant de la surface de la peau ou du produit de protection solaire appliqué, mais à l'énergie qui a traversé le produit de protection solaire et la surface de la peau, où elle a été diffusée, une partie de cette énergie est alors renvoyée à la surface de la peau, après avoir de nouveau traversé le produit de protection solaire, et été détectée par la sonde optique de 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.

3.12
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 (Annexe E)

3.13
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

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

3.14
longueur d'onde d'hybridation
HW
longueur d'onde à laquelle le spectre DRS *in vivo* et le spectre d'absorbance *in vitro* sont fusionnés

ISO/FDIS 23698
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dc7bd1dd-d707-42d6-a037-77814579d020/iso-fdis-23698

3.15
intensité de réflexion de la peau non protégée à l'aide de la méthode polychromatique pour un sous-site individuel
I_n
intensité des UVA réfléchis par la peau non protégée déterminée à l'aide d'un dispositif de mesure DRS polychromatique

3.16
intensité de réflexion de la peau protégée par le produit de protection solaire à l'aide de la méthode polychromatique pour un sous-site individuel
I_p
intensité des UVA réfléchis par la peau protégée par le produit de protection solaire déterminée à l'aide d'un dispositif de mesure DRS polychromatique

3.17
exposant pour un sujet individuel
i
exposant pour les sujets individuels

© ISO 2024 – Tous droits réservés

3.18
exposant pour un sous-site individuel
j
exposant pour les sous-sites individuels

3.19
exposant pour une plaque de PMMA individuelle (mesurage *in vitro*)
k
exposant pour une plaque de PMMA individuelle (mesurage *in vitro*)

3.20
exposant pour un spot individuel de mesurage *in vitro*
l
exposant pour un spot individuel de mesurage *in vitro*

3.21
nombre de sous-sites
m
nombre de mesurages de sous-sites par site

3.22
nombre d'éléments dépendant du contexte
n
nombre d'éléments. Ces éléments peuvent être les sujets, les spots sur une plaque de PMMA ou les résultats d'essai valides. Le choix de l'élément dépend du contexte de la section

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

3.23
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) Annexe E

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

3.24
réflexion diffuse (peau traitée par le produit)
R_p (λ)
intensité du spectre de réflexion diffuse (320-400 nm) de la peau traitée par le produit

3.25
réflexion diffuse (peau non protégée)
R_n(λ)
intensité du spectre de réflexion diffuse (320-400 nm) de la peau non protégée

3.26
éclairement spectral
S(λ)
éclairement spectral de la source lumineuse utilisée pour exposer les plaques

3.27
multiplicateur scalaire pour le spectre
s
multiplicateur scalaire pour la mise à l'échelle des spectres *in vitro*

© ISO 2024 – Tous droits réservés

3.28
facteur de protection solaire par DRS hybride
FPS$_{HDRS}$
FPS d'un produit de protection solaire calculé à partir du spectre d'absorbance UV hybride ajusté par le RSPD

3.29
rapport spectral de photodégradation
RSPD(λ)
rapport des spectres d'absorbance *in vitro* (post- et pré-irradiation) représentant la photodégradation du produit de protection solaire en fonction de la longueur d'onde

3.30
écart-type
et
écart-type des valeurs de FPUVA$_{HDRSi}$ transformées par *ln* ou les valeur FPS$_{HDRSi}$ transformées (selon le contexte)

3.31
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'exposant j

3.32
site d'essai
zone définie de la peau où un matériau de protection solaire d'essai est appliqué

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

3.33
valeur t de Student
t
valeur critique du test t de Student bilatéral pour 0,05, avec n-1 degré de liberté

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

3.34
transmission par DRS
T$_{DRS}$(λ)
spectre de transmission *in vivo* (320-400 nm) d'un produit de protection solaire calculé par DRS en fonction de la longueur d'onde *λ*

3.35
transmission *in vitro* (pré-irradiation)
T$_{vt0}$(λ)
spectre de transmission *in vitro* (290-400 nm) avant exposition aux UV

3.36
transmission *in vitro* (post-irradiation)
T$_{vt1}$(λ)
spectre de transmission *in vitro* (290-400 nm) après exposition aux UV

3.37
facteur de protection UVA déterminé par DRS
FPUVA$_{DRS}$
facteur de protection initial contre les UVA d'un produit de protection solaire calculé à l'aide du spectre d'absorbance mesuré *in vivo* par DRS avant correction de la photodégradation

© ISO 2024 – Tous droits réservés

3.38
facteur de protection UVA déterminé par HDRS
***FPUVA*$_{HDRS}$**
facteur de protection contre les UVA d'un produit de protection solaire calculé à partir du spectre d'absorbance UV hybride ajusté par le RSPD

3.39
facteur de protection UVA *in vitro* avant exposition aux UV
***FPUVA*$_{vt0}$**
facteur de protection contre les UVA *in vitro* d'un produit de protection solaire calculé à l'aide du spectre d'absorbance A_{vt0}

3.40
facteur de protection UVA *in vitro* après exposition aux UV
***FPUVA*$_{vt1}$**
facteur de protection contre les UVA *in vitro* d'un produit de protection solaire calculé à l'aide du spectre d'absorbance A_{vt1}

3.41
in vitro
vt
exposant pour *in vitro*

4 Principe

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

Cette méthode offre 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, par exemple des techniques de mesurage monochromatiques et polychromatiques.

Le FPUVA peut être prédit par spectroscopie de réflectance diffuse (DRS) mesurant l'absorbance UVA de la peau (320-400 nm)[4][5][6][7] et il a été démontré qu'il était corrélé à l'évaluation *in vivo* selon l'ISO 24442[2], ainsi qu'à la détermination du FPUVA selon l'ISO 24443[3]. 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 transmission de films minces *in vitro* au moyen de la méthodologie de l'ISO 24443[3]. 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[3] 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 HDRS.

Afin d'obtenir un spectre d'absorbance UV complet, l'absorbance *in vitro* est mise à l'échelle 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 spectroscopie de réflectance diffuse hybride (HDRS) sert ensuite à calculer le facteur de protection UVA (FPUVA), le facteur de protection solaire (FPS) et la longueur d'onde critique (CW) des produits de protection solaire soumis à essai[8][9].

© ISO 2024 – Tous droits réservés

5 Matériels et méthodes

5.1 Spectrophotomètre UV in vitro

Il convient que le spectrophotomètre UV *in vitro* suive 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), un côté du substrat étant rugueux, doivent être utilisées et préparées comme spécifié à l'Annexe D.

5.3 Spécifications des spectrophotomètres à réflectance diffuse (DRS) *in vivo*

5.3.1 Système DRS monochromatique

Les mesurages DRS monochromatiques *in vivo* doivent être effectués au moyen d'un système à fibre optique bifurquée et de deux monochromateurs destinés à la réalisation des mesurages d'excitation/émission. Le système monochromatique doit être conforme aux spécifications décrites dans les Sections 5.3.1.1 à 5.3.1.5.

5.3.1.1 Monochromateurs

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 de la longueur d'onde de pic égale à 10 x la bande passante à la moitié de l'intensité de pic de la raie laser) et l'intensité de pic 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.

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

5.3.1.2 Source optique DRS

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 21 J/m^2 ne doit être dépassée sur aucun sous-site de mesure.

5.3.1.3 Fibres de collection/d'éclairage 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 à 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).

5.3.1.4 Système de détection

Il est recommandé d'utiliser un détecteur cathodique de photomultiplicateur 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 photomultiplicateur soit inférieure d'environ 40 °K à la température ambiante.

© ISO 2024 – Tous droits réservés

5.3.1.5 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 photomultiplicateur refroidi approprié. Il convient que la tension choisie du photomultiplicateur (gain) permette une sensibilité élevée à une longueur d'onde inférieure (< 320 nm) et évite une surcharge du photomultiplicateur à une longueur d'onde supérieure (> 370 nm).

5.3.2 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 à l'Annexe E (Source de rayonnement UVA), un système de fibres optiques bifurquées équipé d'une tête optique à réflectance diffuse (telle que décrite à l'Annexe I - Fibres optiques et étalonnage) et un système de photomultiplicateur offrant un spectre de réponse semblable au spectre d'action de la PPD humaine tel que décrit à l'Annexe E. Toute différence entre l'émission spectrale X du système de photomultiplicateur 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 dans les Sections 5.3.2.1 à 5.3.2.3.

5.3.2.1 Source optique DRS

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. Dans le cas du système DRS polychromatique, un filtre bloquant les UVB et un filtre bloquant la lumière visible et infrarouge doivent être utilisés pour limiter l'émission au seul rayonnement UVA conformément aux spécifications décrites à l'Annexe E (Source de rayonnement UVA). Une dose efficace d'exposition maximale de 21 J/m^2 ne doit être dépassée sur aucun sous-site de mesure. L'intensité maximale d'exposition à la surface de la peau doit être inférieure à 5 mW/cm^2.

5.3.2.2 Système de détection

Il convient 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 (Spectre d'action de la PPD).

5.3.2.3 Exigences de sensibilité

Le système doit avoir une plage de réponse linéaire d'au moins 2 500:1.

5.4 Maintenance du système DRS

5.4.1 Système DRS 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'Annexe 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.

Il convient qu'une personne formée, compétente et dûment qualifiée (interne ou externe) contrôle périodiquement l'exactitude de la longueur d'onde du système DRS et l'intensité d'émission de la fibre (au moins tous les 12 mois ou comme recommandé par les instructions du fabricant).

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

 © ISO 2024 – Tous droits réservés