МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 24444— 2013

Продукция косметическая

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ЗАЩИТЫ ОТ СОЛНЦА

Определение солнцезащитного фактора (SPF) на живых организмах (*in vivo*)

(ISO 24444:2010, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 — 92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») при участии Автономной некоммерческой организации «Национальный центр по контролю качества продукции» (АНО «Национальный центр по контролю качества продукции») на основе аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 360)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44-2013)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 24444:2010 Cosmetics — Sun Protection test methods — In vivo determination of the sun protection factor (SPF) [Косметика. Методы испытаний защиты от солнца. Определение солнцезащитного фактора (SPF) на живых организмах (*in vivo*)].

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 217 «Косметика» Международной организации по стандартизации (ISO).

В настоящем стандарте после значений единицы объема (мкл) и единицы концентрации (М), приведенных в международном стандарт, дополнительно в скобках приведены значения единицы объема ($см^3$) и единицы концентрации (моль/$дм^3$), пересчитанные в соответствии с единицами, установленными в межгосударственных стандартах.

В стандарт внесено следующее редакционное изменение: в таблице D.2 приложения D в строке «10» графе «*n*» исправлено количество субъектов с «8» на «10» в связи с опечаткой в международном стандарте.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2079-ст введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2013

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и рассмотрен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Термины и определения 1
3 Основной принцип 2
4 Испытуемые субъекты 2
4.1 Отбор испытуемых субъектов 2
4.2 Количество испытуемых субъектов 3
4.3 Область, подвергаемая испытанию 3
5 Оборудование и материалы 3
5.1 Источник ультрафиолетового излучения 3
5.2 Эталонные солнцезащитные составы 5
6 Методика 5
6.1 Основные стадии 5
6.2 Условия проведения испытаний 5
6.3 Положение испытуемых субъектов 5
6.4 Методика нанесения продукции 6
6.4.4 Способ переноса на кожу 6
6.5 Методика облучения ультрафиолетовым излучением 7
6.6 Удаление продукции 8
6.7 Методика оценки величины MED 8
7 Расчет солнцезащитного фактора и статистика 9
7.1 Расчет индивидуального солнцезащитного фактора (SPFi) 9
7.2 Расчет величины SPF продукции 9
7.3 Статистический критерий 9
7.4 Валидация испытания 9
8 Протокол испытания 10
Приложение А (обязательное) Критерии отбора испытуемых субъектов 11
Приложение В (обязательное) Определение мощности имитатора ультрафиолетового солнечного излучения 13
Приложение С (обязательное) Эталонные солнцезащитные составы для определения SPF С.1 Средние значения SPF и допустимые пределы для эталонных солнцезащитных составов 20
Приложение D (обязательное) Расчеты и статистика 26
Приложение Е (справочное) Колориметрическое определение цвета кожи и прогноз величин минимальной дозы, вызывающей эритему при отсутствии воздействия ультрафиолетового излучения 31

Введение

Уровень защиты от воздействия солнца, который обеспечивает солнцезащитная продукция, традиционно оценивают при помощи испытаний с целью определения солнцезащитного фактора (SPF), который учитывает эритемную реакцию кожи при воздействии на нее ультрафиолетового излучения. SPF — коэффициент, рассчитываемый исходя из энергии, требуемой для вызывания минимальной эритемной реакции с использованием и без использования солнцезащитной продукции на коже испытуемых добровольцев. Как правило, используют ультрафиолетовое излучение искусственных источников.

Различные стандартные методы описаны в ISO/TR 26369 [4].

Данные стандарты аналогичны, если рассматривать одни параметры, но имеют различия по другим параметрам. Различия могут приводить к расхождению результатов. Таким образом, с целью получения одинаковых значений SPF для конкретной продукции независимо от страны, где проводят ее испытания, необходима гармонизация.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Продукция косметическая

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ЗАЩИТЫ ОТ СОЛНЦА

Определение солнцезащитного фактора (SPF) на живых организмах (*in vivo*)

Cosmetics. Sun Protection test methods.
Determination of the sun protection factor (SPF) on living organisms (*in vivo*)

Дата введения — 2015 — 01 — 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения солнцезащитного фактора (SPF) косметической солнцезащитной продукции (далее — солнцезащитной продукции) на живых организмах (*in vivo*). Стандарт распространяется на косметическую продукцию, которая содержит компоненты, способные поглощать, отражать или рассеивать ультрафиолетовые лучи, и которая предназначена для нанесения на кожу человека.

Настоящий стандарт устанавливает требования для оценки способности солнцезащитной продукции защищать кожу человека от эритемы, вызванной ультрафиолетовыми лучами солнца.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

2.1 **ультрафиолетовое излучение** (ultraviolet radiation, UVR): Электромагнитное излучение в диапазоне длин волн от 290 до 400 нм.

2.1.1 **ультрафиолетовые лучи типа В** (ultraviolet B, UVB): Электромагнитное излучение в диапазоне длин волн от 290 до 320 нм.

2.1.2 **ультрафиолет лучи типа А** (ultraviolet A, UVA): Электромагнитное излучение в диапазоне длин волн от 320 до 400 нм.

Примечание — UVA II — диапазон 320–340 нм; UVA I — диапазон 340–400 нм.

2.2 **эритема** (erythema): Появление красноты на коже, вызванное ультрафиолетовым излучением.

2.3 **солнцезащитная продукция** (sunscreen products): Продукция, содержащая компоненты, способные поглощать, отражать или рассеивать ультрафиолетовые лучи, предназначенная для нанесения на кожу человека.

2.4 **минимальная эритемная доза** (minimal erythemal dose, MED): Наименьшая доза ультрафиолетового излучения (UVR), которая вызывает первичные различимые однозначные признаки эритемы с четкими границами, возникающей на большей части области, на которую воздействует ультрафиолетовое излучение, через 16 — 24 ч после облучения.

2.4.1 **MEDu:** MED для незащищенной кожи.

2.4.2 **MEDp:** MED для кожи, защищенной при помощи продукции.

2.5 **индивидуальный солнцезащитный коэффициент** (individual sun protection factor, SPFi): Отношение минимальной эритемной дозы для кожи, защищенной при помощи продукции (MEDp), к минимальной эритемной дозе для незащищенной кожи (MEDu) для одного и того же субъекта:

$$SPFi = \frac{MED(\text{защищенная кожа})}{MED(\text{незащищенная кожа})} = \frac{MEDp}{MEDu}.$$

Примечание — SPFi округляют до первого десятичного знака (см. 7.1).

2.6 **солнцезащитный фактор продукции** (sun protection factor of a product, SPF): Среднеарифметическое всех действительных значений SPFi, полученных для всех субъектов при проведении испытания.

Примечание — SPF округляют до первого десятичного знака (см. 7.2).

2.7 **область, подвергаемая испытанию** (test area): Область спины от линии лопаток до талии.

2.8 **зона, подвергаемая испытанию** (test site): Зона нанесения продукции или зона, используемая для определения MED для незащищенной кожи.

2.9 **подзоны, подвергаемые излучению** (exposure sub-sites): Облучаемые участки кожи.

2.10 **индивидуальный типологический угол** (individual typology angle, ITA°): Величина, характеризующая цвет кожи конкретного субъекта.

3 Основной принцип

Метод испытания для определения SPF — лабораторный метод, в котором используют имитатор солнечного излучения — ксеноновую дуговую лампу (или аналогичный прибор), имеющий определенную и известную мощность испускаемого излучения, с целью определения уровня защиты, обеспечиваемого солнцезащитной продукцией для кожи, от покраснения, вызываемого солнечным ультрафиолетовым излучением.

Испытание ограничивается областью спины отобранных субъектов.

Участок кожи каждого субъекта подвергают воздействию ультрафиолетового излучения без какой-либо защиты для кожи; другой участок кожи (отличный от предыдущего) подвергают аналогичному воздействию после нанесения испытуемой солнцезащитной продукции. Еще один участок подвергают воздействию излучения после нанесения солнцезащитной продукции с эталонным составом для определения SPF, значение которого используют для валидации методики.

Для определения солнцезащитного фактора ряд постепенно возрастающих замедленных эритемных реакций отмечают в серии малых подзон кожи. Эти реакции визуально оценивают на наличие покраснения через 16 — 24 ч после ультрафиолетового облучения. Заключение делает компетентный оценщик.

Минимальную эритемную дозу (MED) для незащищенной кожи (MEDu) и MED, полученную после применения солнцезащитной продукции (т. е. MED для кожи, защищенной при помощи продукции, MEDp) определяют в отношении одного и того же субъекта в тот же день. Индивидуальный солнцезащитный фактор (SPFi) для каждого испытуемого субъекта рассчитывают как отношение индивидуальной MED для кожи, защищенной при помощи продукции, к индивидуальной MED для незащищенной кожи, т. е. как MEDp/MEDu.

Солнцезащитный фактор продукции (SPF) — среднеарифметическое всех действительных величин SPFi для каждого испытуемого субъекта.

4 Испытуемые субъекты

4.1 Отбор испытуемых субъектов

4.1.1 Общие требования

Для получения информации, касающейся критериев участия субъектов в испытании, см. приложение А.

4.1.2 Фототип кожи испытуемых субъектов

Испытуемые субъекты, допущенные для участия в испытании на SPF, должны иметь только фототипы I, II или III в соответствии с [7], либо иметь величину ITA° больше 28°, определяемую колориметрическими методами (см. приложения А и Е), и не иметь загара в области, подвергаемой испытанию. В испытании на SPF не должны принимать участие субъекты, имеющие один и тот же фототип.

Каждого субъекта обследует компетентный специалист (ученый или оператор), чтобы обеспечить отсутствие условий возникновения риска для субъекта и чтобы результаты испытания не были испорчены неблагоприятными условиями воздействия на кожу, такими как повреждение кожи солнцем, следы пигментации и предысторией, включающей аномальную реакцию на солнце (см. приложение А).

4.1.3 Ограничения по возрасту

Субъекты, не достигшие совершеннолетия либо старше 70 лет, не могут быть включены в контрольную группу для испытаний на SPF.

4.1.4 Частота участия в испытаниях

Поскольку требуется значительный период времени после предыдущего испытания для исчезновения эффекта потемнения кожи, произошедшего после данного испытания, зону, подвергнутую облучению, не следует использовать в последующих испытаниях ранее, чем через два месяца, когда данное место вновь не станет светлым.

4.1.5 Вопросы этики и согласия

Все испытания должны проводиться в соответствии с [8] и национальными регламентами, касающимися исследований человека, если таковые имеются.

Все испытуемые субъекты должны дать письменное согласие на участие (заверенное подписью), подтверждающее, что они информированы.

4.2 Количество испытуемых субъектов

Минимальное количество достоверных значений SPFi должно быть 10, а максимальное количество достоверных значений SPFi должно быть 20. Для того, чтобы можно было получить от 10 до 20 достоверных результатов, максимум пять индивидуальных недостоверных результатов может быть исключено при расчете среднего SPF. Таким образом, реальное количество испытуемых субъектов должно быть не менее 10 и не более 25 (т. е. максимум 20 достоверных результатов плюс пять забракованных недостоверных результатов).

Результаты могут быть признаны недостоверными и исключены из процедуры расчета среднего SPF только в соответствии с положениями 6.7.4 или в случае несоответствия с надлежащим протоколом.

Для определения количества испытуемых субъектов необходимо принять во внимание 95 %-ный доверительный интервал (95 % CI) среднего значения SPF. Изначально в испытание должно быть включено минимум 10 испытуемых субъектов. Доверительный интервал 95 % CI среднего значения SPF для этих 10 субъектов находится в пределах ± 17 % среднего значения SPF. В противном случае количество субъектов увеличивают по одному, начиная от минимума 10, пока не будет выполняться статистический критерий 95 % CI (вплоть до максимума — 20 достоверных результатов при максимуме 25 испытуемых субъектов). Если статистический критерий не выполняется после 20 достоверных результатов при максимуме 25 субъектов, то результаты испытания аннулируют. Информация о статистических определениях, последовательной процедуре и расчетах приведена в приложении D.

4.3 Область, подвергаемая испытанию

Для испытания в качестве анатомической области выбрана спина. Зоны, подвергаемые испытанию с использованием конкретной продукции, и незащищенные зоны, подвергаемые испытанию, необходимо обозначить в пределах области спины между линией лопаток и талией.

Необходимо избегать выступов скелета и зон с большой кривизной.

5 Оборудование и материалы

5.1 Источник ультрафиолетового излучения

5.1.1 Общие требования

Спектральные характеристики используемого источника искусствен-ного излучения должны соответствовать техническим условиям, указанным в 5.1.2 и приложении В. Рекомендуется имитатор солнечного излучения — ксеноновая дуговая лампа с соответствующим набором фильтров.

5.1.2 Качество ультрафиолетового излучения

5.1.2.1 Имитатор солнечного ультрафиолетового излучения должен испускать непрерывный спектр без пропусков или экстремальных пиков излучения в ультрафиолетовом диапазоне. Мощность имитатора солнечного ультрафиолетового излучения должна быть стабильной, однородной по всему испускаемому пучку (это особенно важно для единого большого пучка) и должна проходить соответствующую фильтрацию для создания качества спектра, которое соответствует требуемым допустимым пределам (см. таблицу В.1).

5.1.2.2 Для обеспечения необходимого уровня излучения в диапазоне UVA в спектре имитатора солнечного ультрафиолетового излучения, суммарная радиометрическая доля излучения UVA II (320–340 нм) имитатора должна быть ≥ 20 % от общего ультрафиолетового излучения (290–400 нм). Кроме того, доля излучения в диапазоне UVA I (340–400 нм) должна быть ≥ 60 % от общего ультрафиолетового излучения.

5.1.2.3 Спектральные характеристики источника излучения описаны с точки зрения кумулятивной эритемной эффективности, вызываемой излучением в последовательных диапазонах длин волн от 290 нм до 400 нм. Эритемная эффективность для каждого диапазона длин волн выражена в процентах от общей эритемной эффективности в диапазоне от 290 нм до 400 нм, или в виде выраженной в процентах относительной кумулятивной эритемной эффективности (percentage relative cumulative erythemal effectiveness, % RCEE). Определение и расчет значений % RCEE приведены в приложении В, допустимые пределы приведены в таблице В.1.

5.1.3 Суммарное излучение (ультрафиолетовое, видимое и ближнее инфракрасное)

Если суммарное излучение достаточно интенсивно, субъекты могут испытывать избыточное ощущение тепла или жжения в области облучаемой кожи. Таким образом, суммарная мощность излучения не должна превышать 1600 Вт/м^2. Когда суммарная мощность излучения менее 1600 Вт/м^2, до проведения испытания на определение SPF все равно необходимо убедиться, что используется излучение (ультрафиолетового, видимого и ближнего инфракрасного) не вызывает избыточного ощущения тепла на коже.

5.1.4 Однородность пучка

5.1.4.1 В случае, когда используется источник ультрафиолетового излучения с большим пучком, и воздействию подвергают одновременно несколько подзон (т. е. как минимум две) в рамках серии облучений, варьируя время облучения, интенсивность пучка должна быть как можно более однородной. Минимальное облучение пучком при воздействии на любую подзону, должно быть не более чем на 10 % ниже, чем максимальное облучение пучком любой подзоны. Если разность превышает 10 %, необходимо сделать надлежащую компенсацию различного облучения, в плане времени облучения каждой подзоны.

5.1.4.2 В случае использования источника ультрафиолетового излучения с малым пучком, который облучает подзоны индивидуально, эритема, вызванная излучением, должна быть как можно более равномерной. Неравномерная эритема на незащищенной коже (имеющее форму наподобие полумесяца) свидетельствует о том, что излучение не является однородным и необходимо отрегулировать систему выхода излучения.

5.1.5 Поддержание и мониторинг мощности имитатора солнечного ультрафиолетового излучения

5.1.5.1 Радиометрия

Перед тем, как каждую испытуемую зону подвергать ультрафиолетовому излучению, это излучение следует измерить и зарегистрировать с помощью радиометра, откалиброванного с учетом спектрорадиометрических измерений мощности имитатора солнечного излучения.

5.1.5.2 Спектрорадиометрия

Рекомендуется, чтобы полный спектрорадиометрический контроль (UVA или UVB) мощности спектра излучения и интенсивности проводили в лаборатории по меньшей мере один раз в 18 мес или после периода работы лампы 3000 ч, а также после замены любого важного физического (оптического) элемента имитатора солнечного излучения. Периодический контроль должно выполнять компетентное лицо, имеющее должную квалификацию.

Обычное использование определенных фильтров само по себе не гарантирует, что мощность ультрафиолетового излучения имеет нужное качество. Подробные инструкции по обеспечению надлежащих характеристик мощности лампы приведены в приложении В.

5.2 Эталонные солнцезащитные составы

5.2.1 Общие требования

Данный метод контролируют путем использования одного из трех эталонных составов для верификации методики испытания. Таким образом, измерения с участием одного из установленных эталонных составов должны проводиться в тот же день, когда испытывают продукцию. Решение о том, следует ли испытывать эталонный состав с низким или высоким SPF, зависит от ожидаемой величины SPF испытуемой продукции.

5.2.2 Ожидаемое значение SPF < 20

Используют какой-либо из следующих эталонных составов: P2, P3 или P7.

Если используют эталонный состав с большим значением SPF, нет необходимости включать в испытание эталонный состав с малым значением SPF, даже если может встретиться продукция с малым значением SPF.

5.2.3 Ожидаемое значение SPF ≥ 20

Используют какой-либо из следующих эталонных составов: P2 или P3.

Если используют эталонный состав с большим значением SPF, нет необходимости включать в испытание эталонный состав с малым значением SPF, даже если может встретиться продукция с малым значением SPF.

5.2.4 Допустимые пределы SPF для эталонных составов

Допустимые диапазоны SPF для эталонного состава солнцезащитной продукции приведены в приложении C. Если среднее значение SPF, полученное в каком-либо испытании, не попадает в допустимые пределы эталонных значений, то результаты всего испытания (т. е. для всей испытуемой продукции) аннулируют. Если 95 %-ный доверительный интервал среднего значения SPF для эталонного состава солнцезащитной продукции не попадает в диапазон, определенный средним значением SPF эталонного состава солнцезащитной продукции ± 17 %, то результаты всего испытания (т. е. для всей испытуемой продукции) аннулируют.

5.2.5 Рецептуры и приготовление эталонных составов солнцезащитной продукции

Информация относительно рецептур и инструкций изготовления эталонного состава солнцезащитной продукции приведена в приложении C.

6 Методика

6.1 Основные стадии

- обозначение зон, подвергаемых испытанию, на спине субъекта;
- взвешивание продукции;
- нанесение продукции на кожу;
- период ожидания, предшествующий ультрафиолетовому облучению;
- облучение ультрафиолетовым излучением;
- оценка величины MED;
- расчеты.

6.2 Условия проведения испытаний

Нанесение продукции на кожу, облучение ультрафиолетовым излучением и оценка величины MED проводят в стационарных условиях, при этом комнатная температура должна быть в диапазоне (22 ± 4) °C.

6.3 Положение испытуемых субъектов

Все стадии в данной методике выполняют в одном и том же положении: субъект либо стоит, либо сидит, либо лежит.

Порошкообразную продукцию следует испытывать в положении «лежа», во избежание ссыпания порошкообразной продукции с наносимой поверхности.

6.4 Методика нанесения продукции

6.4.1 Общие требования

Количество наносимой продукции и равномерность ее распределения в испытуемой зоне влияет на величину и разброс результатов испытания. Поэтому весьма важно следовать рекомендациям, изложенным в 6.4.2 — 6.4.5.

6.4.2 Зоны, подвергаемые испытанию, и нанесение продукции

6.4.2.1 Зоны, подвергаемые испытанию, на которые воздействует ультрафиолетовое излучение, не должны иметь дефектов кожи и должны иметь равномерную окраску.

6.4.2.2 Минимальная область, включающая зону испытания для нанесения продукции, должна иметь площадь 30 $см^2$ и максимальная область должна иметь площадь 60 $см^2$.

6.4.2.3 Зоны, куда наносят испытуемую продукцию и эталонный состав солнцезащитной продукции, должны располагаться случайным образом на спине субъектов всей контрольной группы с целью уменьшения величины ошибки, возникающей из-за анатомических различий кожи. Зону незащищенной кожи, используемую для определения величины MEDu, выбирают случайным образом как один из видов зон для испытания, как в пределах области, подвергаемой испытанию, так и для разных субъектов.

6.4.2.4 Минимальное расстояние между границами смежных зон, подвергаемых испытанию, должно составлять 1 см.

6.4.2.5 Перед нанесением продукции область, подвергаемую испытанию, можно очистить при помощи сухого ватного тампона или аналогичного материала.

6.4.2.6 Зоны, подвергаемые испытанию, обозначают, применяя метод, который не влияет на проведение испытания и не может нанести вред субъекту, например, маркером для кожи и/или шаблоном, сделанным из негигроскопичного материала.

6.4.3 Количество наносимой продукции

6.4.3.1 Количество испытуемой продукции или эталонного состава солнцезащитной продукции, наносимой на кожу до размазывания, должно составлять (2,00 ± 0,05) мг/$см^2$.

6.4.3.2 Чувствительность весов, используемых для взвешивания тестируемой продукции должна быть не менее 0,0001 г (т.е. не менее четырех десятичных знаков).

6.4.3.3 Вся продукция должна быть однородной и при необходимости перед взвешиванием ее встряхивают с целью достижения однородной дисперсии.

6.4.3.4 При обращении с продукцией во время взвешивания и перед нанесением на кожу, предпринимают необходимые меры, чтобы избежать потерь летучих компонентов за счет испарения. Важно, чтобы в зону нанесения продукции было перенесено все количество взвешенной продукции.

6.4.3.5 Количество продукции, которое будет нанесено, взвешивают в шприце или другом приспособлении, например, в часовом стекле. Настоятельно рекомендуется применять метод взвешивания с учетом потерь.

6.4.4 Способ переноса на кожу

6.4.4.1 Общие требования

Рекомендуется использование резинового напальчника, однако, это требование не обязательное. При применении новый резиновый напальчник используют для каждой новой процедуры нанесения продукции, он не должен быть предварительно пропитан испытуемой продукцией. При использовании обнаженного пальца его необходимо очищать в период между операциями нанесения продукции.

6.4.4.2 Жидкий тип продукции (например, лосьоны, жидкости, молочко, крема, спреи и помады)

6.4.4.2.1 С целью достижения равномерного покрытия, капли продукции (приблизительно 15 капель на 30 $см^2$ и 30 капель на 60 $см^2$) следует нанести в различных точках зоны, подвергаемой испытанию, при помощи шприца/пипетки, затем их распределяют по всей зоне при помощи легкого втирания.

6.4.4.2.2 Время распределения должно быть в диапазоне (35 ± 15) с в зависимости от поверхности и легкости нанесения продукции.

6.4.4.3 Порошкообразная продукция

6.4.4.3.1 В случае порошкообразной продукции определенное количество продукции следует перенести на кожу и расположить в виде сетки, с помощью шпателя или пальца.

6.4.4.3.2 По собранной кучками порошкообразной продукции постукивают и распределяют его по зоне, подвергаемой испытанию, при помощи пальца, на который надет или не надет резиновый напальчник. Как альтернативный метод, вместо пальца можно использовать наконечник предварительно подготовленного ватного косметического аппликатора. В этом случае важно убедиться, что (2,00 ± 0,05) мг/см^2 испытуемой порошкообразной продукции остается на коже после распределения порошкообразной продукции. Это проводят путем взвешивания порошкообразной продукции, которая осталась на наконечнике ватного аппликатора.

6.4.4.3.3 Перед нанесением порошкообразной продукции, в целях содействия прилипанию пробы в месте нанесения, можно использовать очищенную воду или иной подходящий растворитель, который не обладает свойствами обеспечения защиты от ультрафиолетового излучения.

Примечание — Порошкообразная продукция представляет собой своеобразную форму косметической продукции. Описанный выше модифицированный метод применительно к порошкообразной продукции учитывает необходимость воспроизведения процедуры нанесения на кожу таким же образом, как она используется, прежде всего, не в качестве солнцезащитной.

6.4.5 Длительность высушивания между моментами нанесения и облучения ультрафиолетовым излучением

Облучение испытуемой зоны последовательностью доз ультрафиолетового излучения начинают проводить через 15–30 мин после нанесения продукции. В течение данного периода, а также периода в 24 ч после облучения, необходимо избегать любого дополнительного облучения зон ультрафиолетовым светом (искусственным или естественным).

6.5 Методика облучения ультрафиолетовым излучением

6.5.1 Облучаемые подзоны или малые участки кожи

6.5.1.1 При использовании шаблона для обозначения облучаемых подзон (например, при использовании имитатора ультрафиолетового солнечного излучения с большим пучком), шаблон должен быть из негигроскопичного материала.

6.5.1.2 Минимальная площадь каждой облучаемой подзоны — 0,5 см^2.

6.5.1.3 Минимальное расстояние между границами каждой облучаемой подзоны (малого участка) должно быть ≥ 0,8 см.

6.5.1.4 Минимальное расстояние между любой облучаемой подзоной и любой границей зоны, подвергаемой испытанию, должно быть ≥ 1 см.

6.5.1.5 Минимальное количество облучаемых подзон должно быть равно пяти для MED для незащищенной кожи (MEDu) и пяти для MED для защищенной кожи (MEDp).

6.5.2 Предварительные значения MEDu

До начала основного испытания может возникнуть необходимость определения предварительных значений MEDu, чтобы центрировать диапазоны доз ультрафиолетового излучения для облучения MEDu и MEDp. Предварительное значение MEDu определяют до испытания, т.е. значение MEDu субъекта определяют до того, как будет установлено значение MEDu путем испытания. Это осуществляют на основе предварительной серии облучений ультрафиолетовым излучением вплоть до одной недели до начала испытания.

6.5.3 Оценочное/ожидаемое значение MEDu

Значения MEDu могут быть оценены колориметрическим методом (ITA°) при отсутствии воздействия ультрафиолетового излучения (приложение Е) или спрогнозированы опытным специалистом (т. е. с учетом предыстории субъектов) (ожидаемое значение MEDu).

6.5.4 MEDu

Для каждого субъекта значения MEDu необходимо определять в тот день, когда проводят определение значений MEDp для испытуемой продукции.

6.5.5 Возрастающая прогрессия доз ультрафиолетового излучения

6.5.5.1 Для незащищенной зоны диапазон доз ультрафиолетового излучения устанавливают, применяя предварительные, оценочные или ожидаемые значения MEDu для субъектов. Не менее пяти подзон, центрированных или близких к предварительным/оценочным значениям MEDu, необходимо облучать возрастающими дозами ультрафиолетового излучения, применяя рекомендуемую геометрическую прогрессию с коэффициентом 1,25 ×. Можно применять геометрические прогрессии с коэффициентом менее 1,25 × (например, 1,2; 1,15; 1,12), но в течение испытания следует соблюдать единообразие.

6.5.5.2 Для зон, защищенных продукцией, требуемые дозы ультрафиолетового излучения определяют, используя ожидаемые значения MEDp, которые являются произведением ожидаемого значения SPF для испытуемой продукции и предварительного значения MEDu для субъекта. Не менее пяти подзон, центрированных или близких к ожидаемым значениям MEDp, необходимо облучать возрастающими дозами ультрафиолетового излучения, применяя рекомендуемую геометрическую прогрессию с коэффициентом 1,25 ×. Можно применять геометрические прогрессии с другим коэффициентом (например, 1,2; 1,15; 1,12). Для ожидаемого SPF > 25 необходимо применять геометрическую прогрессию с коэффициентом максимум 1,15. Возможно применение геометрических прогрессий с меньшим коэффициентом (например, 1,12) но в течение серии облучений следует также соблюдать единообразие.

6.6 Удаление продукции

После процедуры облучения ультрафиолетовым излучением эталонного состава и испытуемую продукцию следует аккуратно удалить надлежащим способом.

6.7 Методика оценки величины MED

6.7.1 Общие требования

Минимальную эритемную дозу для незащищенной кожи (MEDu), для кожи, защищенной путем нанесения испытуемой продукции (MEDp) и кожи, защищенной эталонным составом, определяют в один и тот же день.

6.7.2 Время оценки MED

Величину MED оценивают, когда эритемная реакция наиболее выражена, т.е. через (20 ± 4) ч после ультрафиолетового облучения (через 16 — 24 ч). В течение периода времени между ультрафиолетовым облучением и оценкой MED субъект должен избегать любого дополнительного воздействия ультрафиолетового излучения (искусственного или солнечного) на испытуемую область. Любое дополнительное воздействие такого рода на испытуемую область сделает недействительным все испытание.

6.7.3 Оценка величины MED

6.7.3.1 Величину MED оценивают визуально. Следует провести проверку качества зрения наблюдателя на предмет нормального видения цветовой гаммы. Рекомендуется проводить ежегодную проверку остроты зрения.

6.7.3.2 Визуальную оценку проводят при достаточном и равномерном освещении. Минимальное рекомендуемое значение освещенности — 450 люкс.

6.7.3.3 Определение величин MED проводят в помещении со стенами матового, нейтрального цвета.

6.7.3.4 Эритемные реакции наблюдают «слепым» методом. Оценщики эритемных реакций на любых субъектах не должны являться теми же лицами, которые осуществляли нанесение продукции или облучение. Оценщики не должны быть осведомлены о схеме испытания (имеет место рандомизация зон, подвергаемых испытанию) применительно к данному субъекту.

6.7.4 Критерии аннулирования результатов

Результаты испытаний признают недостоверными и аннулируют при следующих обстоятельствах:

- в результате серии облучений ультрафиолетовым излучением через (20 ± 4) ч не было выявлено эритемной реакции ни в одной подзоне;
- в результате серии облучений через (20 ± 4) ч эритемная реакция отсутствует выборочно;
- в результате серии облучений через (20 ± 4) ч все подзоны демонстрируют эритемную реакцию.

В случае, когда любой из вышеперечисленных критериев выполняется по отношению к серии облучений незащищенной кожи или к облучаемым зонам с эталонным составом, все результаты для всех видов продукции применительно к данному субъекту недостоверны и должны быть аннулированы.

В случае, когда любой из вышеперечисленных критериев аннулирования выполняется по отношению к серии облучений зон, защищенных испытуемой продукцией, все результаты для данной продукции на данном субъекте недостоверны и должны быть аннулированы.

Если имеются недостоверные результаты (значения MEDu или MEDp) для какой-либо продукции применительно к пяти и более субъектам, тогда все испытание для данной продукции недостоверно и должно быть аннулировано.

Если имеются недостоверные результаты для эталонного состава применительно к пяти и более субъектам, тогда все испытание недостоверно и должно быть аннулировано.

Любое дополнительное облучение ультрафиолетовым излучением области, подвергаемой испытанию, приведет к недостоверности всего испытания.

6.7.5 Выражение величин MED

Величины MED выражают в единицах энергии (Дж · м^2), или единицах MED, или единицах времени (секунды). Единицы времени можно использовать только в том случае, когда интенсивность потока излучения имитатора солнечного излучения постоянна на протяжении испытания и зарегистрирована в единицах интенсивности потока излучения.

Все измерения, касающиеся излучения, осуществляемые для конкретного исследования, следует проводить с использованием одного и того же радиометра, который предварительно откалиброван для спектрорадиометрических измерений.

7 Расчет солнцезащитного фактора и статистика

7.1 Расчет индивидуального солнцезащитного фактора (SPFi)

Величины SPFi для эталонного состава, а также для испытуемой продукции, для каждого субъекта рассчитывают по формуле

$$SPFi = \frac{MED(\text{защищенной кожи})}{MED(\text{незащищенной кожи})} = \frac{MEDp}{MEDu}.$$

Значения SPFi округляют до первого десятичного знака.

7.2 Расчет величины SPF продукции

Значения SPF для испытуемой продукции и для эталонного состава рассчитывают как среднеарифметическое всех действительных значений SPFi.

Минимальное количество достоверных значений SPFi должно быть 10, максимальное значение достоверных значений SPFi должно быть 20. Из расчета среднего SPF можно исключить максимум пять результатов, при этом каждый случай исключения должен быть обоснован. Шестой недостоверный результат автоматически делает недостоверным все испытание для данной продукции, и SPF, таким образом, не вычисляют.

Значения SPF округляют до первого десятичного знака.

7.3 Статистический критерий

Статистический критерий для всех измерений SPF состоит в том, что 95 % доверительный интервал среднего измеренного SPF должен попасть в диапазон ± 17 % измеренного среднего SPF. Это применимо к испытуемой продукции и эталонному составу.

Таким образом, реальное количество испытуемых субъектов определяют как количество (минимум 10), требуемое для получения среднего SPF для испытуемой продукции с 95 % доверительным интервалом (CI), который попадает в диапазон ± 17 % измеренного среднего SPF для испытуемой продукции, и среднего SPF для эталонного состава, которая имеет 95 % CI, который попадает в диапазон ± 17 % измеренного среднего SPF для эталонного состава.

Достаточным является только минимум 10 достоверных результатов, если выполняется статистический критерий. Если он не выполняется, количество субъектов увеличивают до тех пор, пока критерий не будет выполняться, вплоть до максимум 20 достоверных результатов.

Исчерпывающая статистическая методика для данного расчета описана в приложении D.

7.4 Валидация испытания

Среднее значение SPF для эталонного состава, используемой в испытании, должно попадать в допустимые пределы, указанные в приложении C, и соответствовать статистическому критерию ± 17 % CI, описанному в 7.3.

8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, по меньшей мере, следующую информацию:

a) идентификатор продукции и ожидаемые значения SPF;

b) информацию о субъекте (номер, имя или идентификационный код, фототип кожи или значение ITA°, возраст и пол);

c) характеристики источника ультрафиолетового излучения (соответствие величин % RCEE и интенсивность, в единицах интенсивности потока излучения);

d) используемый эталонный состав;

e) индивидуальные значения MED для незащищенной кожи, защищенной испытуемой продукцией кожи и защищенной эталонным составом кожи;

f) значения индивидуальных SPFi, выраженные в виде числа с одним десятичным знаком после запятой, в том числе все достоверные и аннулированные результаты для испытуемой продукции, а также для эталонного состава;

g) средние значения SPF, стандартные отклонения от среднего и 95 % CI;

h) отклонения от протокола, если таковые имеются;

i) идентификацию специалистов, проводивших испытание, по субъектам;

j) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Критерии отбора испытуемых субъектов

А.1 Обоснование

Опыт показывает, что по мере возрастания меланизации кожи (переходя от фототипа I к фототипу IV), доза облучения, необходимая для образования эритемы, также увеличивается, и величина SPF имеет тенденцию к снижению. Кроме того, сравнение субъектов одного и того же фототипа (I — IV), когда они не имели загара и после солнечного загара, позволило прийти к такому же заключению. Данные наблюдения наводят на мысль, что только фототипы кожи I — III следует использовать в испытании на определение SPF, и что участие субъектов с данными фототипами, имеющих загар, следует исключить.

Сравнительные исследования индивидуальных значений SPF для солнцезащитной продукции и колориметрических характеристик кожи субъектов в течение периода определения SPF показали, что значение SPF начинает существенно уменьшаться, когда индивидуальный типологический угол (ITA°) для субъектов снижается до приблизительно 28° (т. е. от кожи категории цвета «промежуточная» до «темной» кожи). Эти результаты являются обоснованием для исключения фототипа кожи IV или кожи категории цвета «темная/матовая».

Измерение цвета кожи в рамках цветового пространства определенного с помощью [6] и характеристика этого цвета с помощью значения ITA° во время проведения испытания на SPF могут позволить осуществить отбор субъектов в соответствии с их реальной реакцией на ультрафиолетовое излучение в данный момент.

А.2 Критерии отбора испытуемых субъектов

А.2.1 Фототипы кожи

Субъектов отбирают в соответствии с фототипом кожи по [7] или колориметрическим значением ITA°. Фототип кожи субъектов должен быть типа I, II, III по [7] или колориметрическое значение ITA° субъектов должно быть больше 28°.

- Определение фототипа кожи по [7] основано на условиях, когда после зимнего сезона, в течение которого не происходило облучение солнцем кожи, кожу облучают солнцем 30 — 45 мин, т. е.:

Тип I: всегда получает ожоги легко: никогда не темнеет.

Тип II: всегда получает ожоги легко: темнеет минимально.

Тип III: получает ожоги с некоторым трудом: темнеет умеренно.

Тип IV: получает ожоги минимально: всегда темнеет хорошо.

Тип V: получает ожоги редко: темнеет сильно.

Тип VI: никогда не получает ожоги: сильно пигментирована.

- Колориметрические значения ITA° и категории цвета кожи определены колориметрическими дескрипторами [10], с использованием цветового пространства CIE 1976 (L*a*b*) [6].

Категории цвета кожи	Диапазон значений ITA°
очень светлая	более 55°
светлая	более 41°, менее 55°
промежуточная	более 28°, менее 41°
темная (или матовая)	более 10°, менее 28°
коричневая	более –30°, менее 10°
черная	менее или равно –30°

где $ITA = \operatorname{arctg}\frac{L^* - 50}{b^*} \cdot \frac{180}{3{,}1416}$.

А.2.2 Медицинские и этические замечания

Рекомендуется, чтобы вновь набираемые субъекты предварительно проходили собеседование с медицинским работником, с целью установления своего медицинского статуса и пригодности для испытания, до включения в контрольную группу.

Субъекты проходят визуальную проверку компетентным специалистом перед участием в исследовании. Цвет их кожи должен быть равномерным по всей области, подвергаемой испытанию, не должно быть пигментации, родинок и тому подобных особенностей. В области, подвергаемой испытанию, не должно быть солнечных ожогов (покраснений).

Субъектов соответствующим образом информируют о целях и потенциальных рисках (непосредственных или второстепенных эффектах) исследования и о любом дискомфорте, который они могут испытывать. Каждый субъект дает письменное согласие на участие в испытаниях по определению SPF.

В случае, когда имеются сомнения в величине предварительного SPF для испытуемой продукции, сперва проводится защита кожи. В целях обеспечения защиты субъектов, рекомендуется начинать испытания с более низких значений SPF и постепенно их увеличивать.

Измерения величины SPF не должны приводить к возникновению вредных, длительных эффектов у добровольцев. Испытания должен проводить квалифицированный персонал, чтобы избежать какого бы то ни было повреждения кожи у добровольцев, проходящих испытание.

До начала любого испытания куратор исследования должен обладать достаточной информацией об испытуемой продукции.

А.2.3 Критерии отказа от включения

Перед проведением испытания необходимо проверить все критерии отказа от включения.

Субъекты автоматически исключаются из числа лиц, допускаемых в контрольную группу, при следующих условиях:

a) субъекты — дети; лица, не достигшие совершеннолетия; лица старше 70 лет;

b) беременные или кормящие женщины;

c) субъекты проходят лечение, оказывающее фотосенсибилизирующее воздействие;

d) субъекты проходят лечение с применением противовоспалительных средств;

e) субъекты имеют дерматологические проблемы;

f) субъекты имеют предысторию, включающую аномальную реакцию организма на солнечный свет;

g) субъекты пользуются солярием;

h) субъекты подвергались солнечному облучению в области спины за четыре недели до испытания на определение SPF;

i) субъекты имеют пятна, дефекты, родинки, а также повреждения кожи солнечным излучением в области, подвергаемой испытанию;

j) субъекты имеют избыток волос в области, подвергаемой испытанию.

А.2.4 Частота участия субъектов в испытаниях (интервал между двумя испытаниями)

Необходимо соблюдение достаточно длительного интервала времени между двумя последовательными процедурами облучения ультрафиолетовым излучением применительно к одной и той же испытуемой зоне, с целью устранения изменения цвета, вызванного предыдущими испытаниями. Интервал должен быть не менее двух месяцев.

Приложение В
(обязательное)

Определение мощности имитатора ультрафиолетового солнечного излучения

В.1 Введение

Целью данных технических положений является определение практических критериев определения и измерения спектрального соответствия имитаторов ультрафиолетового солнечного излучения, используемого для определения SPF, например, ксеноновой дуговой лампы.

В.2 Обоснование технических положений

В.2.1 Диапазон ультрафиолетового излучения

Поскольку ультрафиолетовые лучи являются основным фактором, ответственным за повреждение кожи солнцем, эффективность защиты от эритемы для солнцезащитной продукции испытывают в соответствующем диапазоне длин волн. Таким образом, определение спектра имитатора ультрафиолетового солнечного излучения ограничивается определением для длин волн ультрафиолетового излучения на земной поверхности, т. е. от 290 до 400 нм.

Волны, имеющие длину короче длин волн данного диапазона (менее 290 нм) не присутствуют в составе солнечного излучения у земной поверхности и их следует исключить, в то время как волны длиннее волн рассматриваемого диапазона (более 400 нм) могут вызвать нежелательные побочные эффекты (в частности, термический эффект), и их следует устранить при помощи надлежащей аппаратуры.

В.2.2 Спектры ультрафиолетового излучения солнца

Измеренные солнечные спектры опубликованы с учетом различной географической широты и высоты, и колебаний, связанных с конкретным годом, временем года, временем суток и содержанием озона.

С целью реализации данного метода, была сделана подборка серии отобранных репрезентативных спектров.

В.2.3 Соотношение между длинами волн, при которых наблюдается эритема

Эритема, вызываемая ультрафиолетовым солнечным излучением на незащищенной коже, происходит в основном из-за воздействия длин волн в диапазоне 290 — 320 нм с максимумом эффективности при длине волны около 308 нм. По этой причине некоторые предыдущие попытки стандартизировать мощность имитатора солнечного ультрафиолетового излучения были нацелены только на диапазон длин волн UVB. Вместе с тем, при тестировании продукции с высоким значением SPF, содействие эритеме, обусловленное длинами волн диапазона UVA, может стать заметным, особенно если солнцезащитная продукция защищает преимущественно от длин волн диапазона UVB. Следовательно, при стандартизации мощность имитатора солнечного ультрафиолетового излучения необходимо включить все длины волн диапазонов UVA и UVB.

В.2.4 Критерии испытания

Точность измеряемого значения SPF зависит от характеристик поглощательной способности фильтрующей системы солнцезащитной продукции, которую испытывают с учетом спектра источника. Таким образом, важно определить характеристики источника, такие как спектральное распределение его эффективности вызывать эритему, а также его совокупную спектральную плотность потока излучения.

Таким образом, спектральные характеристики источника описаны с точки зрения кумулятивной эффективности провоцирования эритемы в зависимости от последовательных диапазонов длин волн от 290 нм до 400 нм. Эффективность провоцирования эритемы для каждого диапазона длин волн выражена в процентах относительной кумулятивной эффективности провоцирования эритемы (% RCEE). Длины волн короче 290 нм следует исключить из излучения каждого источника путем применения соответствующих фильтров. Длины волн длиннее 400 нм подлежат ограничению, насколько это возможно. Их не включают в расчет величин % RCEE. Поскольку значения % RCEE и распределение пропорций UVA в спектре ультрафиолетового излучения рассчитывают как относительные проценты, спектральное излучение нет необходимости измерять в абсолютных единицах энергии; тем не менее, для определения суммарного потока излучения источника необходимы абсолютные измерения потока излучения.

В.2.5 Имитатор солнечного излучения и фильтрация

Лампа, излучающая непрерывный спектр, может быть полностью адаптирована для соблюдения допустимых пределов % RCEE для мощности для диапазона 290–400 нм, при использовании специальных оптических фильтров. В целях обеспечения равномерности формы спектра при испытании на определение SPF, рекомендуется, чтобы имитаторы солнечного ультрафиолетового излучения, имеющие ксеноновую дуговую лампу, были оснащены дихроичным фильтром ультрафиолетового излучения для минимизации инфракрасного излучения, а также фильтрами, формирующими ультрафиолетовое излучение, такими как Schott WG320 и UG11/1mm или аналогичными.

Обычный набор рекомендуемых фильтров сам по себе не предоставляет надлежащую гарантию того, что распределение мощности ультрафиолетового излучения будет нужного качества, поэтому спектральное распределение мощности подтверждают путем спектрорадиометрических измерений.

В.2.6 Допустимые пределы имитатора солнечного ультрафиолетового излучения

Пределы, заданные в единицах величин % RCEE, приведены в таблице В.1. Они определены на основе измеренного спектрального распределения выходной мощности реальных имитаторов солнечного ультрафиолетового излучения.

В.3 Принцип работы

В.3.1 Допустимые пределы имитатора солнечного ультрафиолетового излучения

Значения пределов % RCEE приведены в таблице В.1. Реальные значения % RCEE для конкретного имитатора солнечного излучения, рассчитанные на основе спектрорадиометрических измерений, должны попадать в пределы, приведенные в колонках 2 и 3 таблицы В.1 и те, которые приведены также в таблице В.2, колонки 9 и 10.

Данные практические пределы учитывают неопределенность спектрорадиометрических измерений и оптических компонентов имитаторов солнечного излучения. Они определены и ограничены, насколько это возможно.

Таблица В.1 — Допустимые пределы % RCEE для выходной мощности имитатора солнечного излучения

Диапазон спектра, нм	Измеренные значения % RCEE	
	Нижний предел	Верхний предел
< 290		< 0,1
290–300	1,0	8,0
290–310	49,0	65,0
290–320	85,0	90,0
290–330	91,5	95,5
290–340	94,0	97,0
290–400	99,9	100,0

В целях обеспечения того, чтобы соответствующее количество излучения диапазона UVA присутствовало в спектре имитатора солнечного излучения, суммарная радиометрическая часть излучения диапазона UVA II (320 –340 нм) имитатора должна быть ≥ 20 % от общего ультрафиолетового излучения (290 — 400 нм). Кроме того, излучение диапазона UVA I (340 — 400 нм) должно быть ≥ 60 % от общего ультрафиолетового излучения.

В.3.2 Качество выходной мощности имитатора солнечного ультрафиолетового излучения

В.3.2.1 Спектрорадиометрические измерения

Спектр выходной мощности имитатора солнечного ультрафиолетового излучения, включая все фильтры и оптические компоненты, измеряют при помощи спектрорадиометра. Спектрорадиометр должен быть оснащен двойным монохроматором и его разрешающая способность по полосе пропускания должна быть ≤ 2 нм (рекомендуется 1 нм), чтобы гарантировать, что в диапазоне амплитуд по меньшей мере пять десятков единиц присутствуют все энергии. Измерения необходимо проводить поэтапно, не превышая пропускную способность.

Инструмент должен быть откалиброван по эталонным источникам света для отклика на спектральное излучение, для точности длин волн (например, ртутная лампа) и для линейности ответных сигналов на всех длинах волн в диапазоне излучения, соответствующему диапазону измерений реального источника.

Единицы излучения источника должны быть единицами фактической спектральной энергии (Вт/м^2 · нм, мВт/см^2 · нм).

В.3.2.2 Радиометрические измерения

Ультрафиолетовое излучение имитатора солнечного излучения контролируют радиометром, который предварительно откалиброван для спектра источника для спектрорадиометрических измерений (см. В.3.2.1).

Доза ультрафиолетового облучения — это результат умножения величины ультрафиолетового излучения источника на продолжительность облучения. При использовании имитатора солнечного ультрафиолетового излучения с большим пучком, при одновременном воздействии излучения на несколько подзон, варьируя время воздействия, однородность пучка должна быть как можно более выраженной. Эту однородность можно измерять при помощи радиометра. Диапазон вариаций в излучении при облучении всех подзон должен быть менее 10 %. Если вариации превышают 10 %, необходимо произвести надлежащую компенсацию различных уровней излучения во время облучения каждой подзоны. Имитаторы солнечного излучения со световодом или множественными малыми пучками, при облучении всех подзон в течение одного и того же времени, но с различными величинами

излучения, следует контролировать, в целях обеспечения того, чтобы каждый пучок или световод вызывали однородную эритемную реакцию.

До процедуры облучения необходимо выждать определенное время для разогрева (обычно 10 мин), чтобы имитатор солнечного ультрафиолетового излучения стабилизировался. Это требуется для обеспечения стабильного излучения в течение всего периода работы.

В.3.2.3 Расчет в процентах относительной кумулятивной эффективности провоцирования эритемы (% RCEE)

Пример расчета для имитатора солнечного ультрафиолетового излучения — ксеноновой дуговой лампы, который соответствует техническим условиям выходной мощности, приведен в таблице В.2.

Измеренные значения спектрального излучения имитатора солнечного излучения (таблица В.2, колонка 2) умножают на стандартный спектр эритемной реакции кожи CIE (1999) для получения спектральной эффективности провоцирования эритемы имитатора солнечного ультрафиолетового излучения (колонка 5).

Эффективность провоцирования эритемы E по CIE (1999) при каждой длине волны рассчитывают в относительных единицах по формулам:

$E = 1{,}0$ для длин волн $250 \text{ нм} < \lambda \leq 298 \text{ нм}$, (3)

$E = 10^{0{,}094\,(298\,-\,\lambda)}$ для длин волн $298 \text{ нм} < \lambda \leq 328 \text{ нм}$, (4)

$E = 10^{0{,}015\,(139\,-\,\lambda)}$ для длин волн $328 \text{ нм} < \lambda \leq 400 \text{ нм}$, (5)

Значения спектральной эффективности провоцирования эритемы (колонка 5) спектра имитатора солнечного ультрафиолетового излучения затем интегрируют от 290 нм до различных последовательных эталонных длин волн (300 нм, 310 нм, 320 нм, 330 нм, 340 нм, 350 нм и 400 нм) для получения кумулятивной эффективности провоцирования эритемы для каждого диапазона длин волн (колонка 7) и суммарной эффективности провоцирования эритемы, рассчитанной вплоть до 400 нм (значение T, последний ряд, колонки 6 и 7). Интегрирование можно проводить методами приближения, такими как методы трапеций и прямоугольников, используя таблицу, с интервалами длин волн 1 нм. Приведенный пример использует метод трапеций для вычисления площадей для каждого интервала 1 нм от 280 нм до 400 нм (колонка 6), которые затем суммируют для каждой эталонной длины волны для получения значений кумулятивной эффективности провоцирования эритемы (колонка 7). В итоге, относительную кумулятивную эффективность провоцирования эритемы в процентах (% RCEE, колонка 8) рассчитывают при эталонных длинах волн как процентное отношение кумулятивной эффективности провоцирования эритемы (колонка 7) при каждой из этих длин волн к суммарному интегрированному значению при 400 нм (значение T, колонка 7).

В.3.3 Оценка соответствия

Для каждого эталонного диапазона значения % RCEE источника (таблица В.2, колонка 8) должны соответствовать значениям, приведенным в таблице В.1 (или в таблице В.2, колонки 9 и 10). Все значения должны располагаться в допустимых пределах. Если спектр имитатора солнечного ультрафиолетового излучения лежит за пределами границ любого из указанных диапазонов, с целью обеспечения соответствия техническим условиям на спектральное распределение выходной мощности необходимо отрегулировать систему фильтрации.

Кроме того, спектр имитатора солнечного излучения должен включать не более 0,1 % RCEE диапазона UVB с длинами волн короче 290 нм, в целях обеспечения того, чтобы имитатор солнечного излучения имел правильный баланс излучений UVA : UVB, выходная мощность системы лампы должна иметь ≥ 60 % излучения UVA I (340 — 400 нм) и ≥ 20 % излучения UVA II (320 — 340 нм).

Необходимо провести измерения суммарного излучения источника.

В.3.4 Регулирование выходной мощности имитатора солнечного ультрафиолетового излучения

Спектр выходной мощности имитатора солнечного ультрафиолетового излучения необходимо отрегулировать для приведения в соответствие с техническими условиями приемлемости. Это можно осуществить путем контроля срока эксплуатации ксеноновой лампы и ее замены в случае необходимости, а также путем регулировки спектральных фильтров на имитаторе, в частности, толщины короткого фильтра с ограниченной полосой пропускания.

В случае, если суммарное излучение имитатора солнечного ультрафиолетового излучения превышает величину 1600 Вт/м^2, уровень излучения обычно снижают путем уменьшения электрического тока, питающего ксеноновую лампу при условии, что ток остается в нормальном диапазоне стабильности. Если суммарное излучение регулируют таким способом, необходимо вновь провести проверку качества спектра испускания, чтобы гарантировать, что технические требования приемлемости выполнены.

Таблица В.2 — Пример расчетов: источник ультрафиолетового излучения — ксеноновая дуговая лампа и значения % RCEE

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Источник ультрафиолетового излечения		Эритемная реакция кожи (CIE-1999)	Спектр. эффективн. провоцир. эритемы	Интервал. эффективн. провоцир. эритемы	Кумулятив. эффективн. провоцир. эритемы	Имитатор солнеч.излучения % RCEE	Допустимый диапазон RCEE	
Длина волны λ, нм	Излучение {S}, Вт·м-2·нм-1	Нормировано к 320 нм	{E}	{E×S}	1/2{E×S}dl	Сумма{E×S}	Сумма {E×S}/T	Нижний предел	Верхний предел
280	1,523E-05	1,75E-06	1,00E+00	1,52E-05					
281	1,848E-05	2,12E-06	1,00E+00	1,85E-05	1,69E-05				
282	2,904E-05	3,34E-06	1,00E+00	2,90E-05	2,38E-05				
283	1,878E-05	2,16E-06	1,00E+00	1,88E-05	2,39E-05				
284	2,139E-05	2,46E-06	1,00E+00	2,14E-05	2,01E-05				
285	2,837E-05	3,26E-06	1,00E+00	2,84E-05	2,49E-05				
286	2,935E-05	3,37E-06	1,00E+00	2,94E-05	2,89E-05				
287	2,627E-05	3,02E-06	1,00E+00	2,63E-05	2,78E-05				
288	2,927E-05	3,36E-06	1,00E+00	2,93E-05	2,78E-05				
289	4,308E-05	4,95E-06	1,00E+00	4,31E-05	3,62E-05				
290	4,405E-05	5,06E-06	1,00E+00	4,40E-05	4,36E-05	2,74E-04	0,00 %	—	< 0,1 %
291	5,500E-05	6,32E-06	1,00E+00	5,50E-5	4,95E-05				
292	8,279E-05	9,52E-06	1,00E+00	8,28E-05	6,89E-05				
293	2,379E-04	2,73E-05	1,00E+00	2,38E-04	1,60E-04				
294	8,219E-04	9,45E-05	1,00E+00	8,22E-04	5,30E-04				
295	2,685E-03	3,09E-04	1,00E+00	2,68E-03	1,75E-03				
296	8,029E-03	9,23E-04	1,00E+00	8,03E-03	5,36E-03				
297	2,102E-02	2,42E-03	1,00E+00	2,10E-02	1,45E-02				
298	5,030E-02	5,78E-03	1,00E+00	5,03E-02	3,57E-02				
299	1,041E-01	1,20E-02	8,05E-01	8,39E-02	6,71E-02				
300	1,886E-01	2,17E-02	6,49E-01	1,22E-01	1,03E-01	2,29E-01	4,0 %	1 %	8,0 %
301	3,352E-01	3,85E-02	5,22E-01	1,75E-01	1,49E-01				
302	5,358E-01	6,16E-02	4,21E-01	2,25E-01	2,00E-01				
303	8,051E-01	9,25E-02	3,39E-01	2,73E-01	2,49E-01				
304	1,126E+00	1,29E-01	2,73E-01	3,07E-01	2,90E-01				
305	1,563E+00	1,80E-01	2,20E-01	3,43E-01	3,25E-01				
306	2,009E+00	2,31E-01	1,77E-01	3,56E-01	3,50E-01				
307	2,576E+00	2,96E-01	1,43E-01	3,67E-01	3,61E-01				
308	3,081E+00	3,54E-01	1,15E-01	3,54E-01	3,60E-01				
309	3,700E+00	4,25E-01	9,25E-02	3,42E-01	3,48E-01				

Продолжение таблицы В.2

310	4,248E+00	4,88E-01	7,45E-02	3,16E-01	3,29E-01	3,19E+00	55,7 %	49,0 %	65,0 %
311	4,769E+00	5,48E-01	6,00E-02	2,86E-01	3,01E-01				
312	5,384E+00	6,19E-01	4,83E-02	2,60E-01	2,73E-01				
313	5,978E+00	6,87E-01	3,89E-02	2,33E-01	2,46E-01				
314	6,399E+00	7,36E-01	3,13E-02	2,01E-01	2,17E-01				
315	6,896E+00	7,93E-01	2,52E-02	1,74E-01	1,87E-01				
316	7,250E+00	8,33E-01	2,03E-02	1,47E-01	1,61E-01				
317	7,731E+00	8,89E-01	1,64E-02	1,27E-01	1,37E-01				
318	8,060E+00	9,26E-01	1,32E-02	1,06E-01	1,16E-01				
319	8,338E+00	9,58E-01	1,06E-02	8,85E-02	9,74E-02				
320	8,700E+00	1,00E+00	8,55E-03	7,44E-02	8,15E-02	5,01E+00	87,4 %	85,0 %	90,0 %
321	8,988E+00	1,03E+00	6,89E-03	6,19E-02	6,81E-02				
322	9,320E+00	1,07E+00	5,55E-03	5,17E-02	5,68E-02				
323	9,547E+00	1,10E+00	4,47E-03	4,26E-02	4,72E-02				
324	9,755E+00	1,12E+00	3,60E-03	3,51E-02	3,89E-02				
325	9,913E+00	1,14E+00	2,90E-03	2,87E-02	3,19E-02				
326	1,015E+01	1,17E+00	2,33E-03	2,37E-02	2,62E-02				
327	1,029E+01	1,18E+00	1,88E-03	1,93E-02	2,15E-02				
328	1,042E+01	1,20E+00	1,46E-03	1,52E-02	1,73E-02				
329	1,060E+01	1,22E+00	1,41E-03	1,50E-02	1,51E-02				
330	1,071E+01	1,23E+00	1,36E-03	1,46E-02	1,48E-02	5,35E+00	93,3 %	91,5 %	95,5 %
331	1,085E+01	1,25E+00	1,32E-03	1,43E-02	1,45E-02				
332	1,099E+01	1,26E+00	1,27E-03	1,40E-02	1,42E-02				
333	1,108E+01	1,27E+00	1,23E-03	1,36E-02	1,38E-02				
334	1,120E+01	1,29E+00	1,19E-03	1,33E-02	1,35E-02				
335	1,127E+01	1,29E+00	1,15E-03	1,29E-02	1,31E-02				
336	1,135E+01	1,30E+00	1,11E-03	1,26E-02	1,28E-02				
337	1,143E+01	1,31E+00	1,07E-03	1,22E-02	1,24E-02				
338	1,149E+01	1,32E+00	1,04E-03	1,19E-02	1,21E-02				
339	1,160E+01	1,33E+00	1,00E-03	1,16E-02	1,18E-02				
340	1,166E+01	1,34E+00	9,66E-04	1,13E-02	1,14E-02	5,48E+00	95,5 %	94 %	97,0 %
341	1,176E+01	1,35E+00	9,33E-04	1,10E-02	1,11E-02				
342	1,185E+01	1,36E+00	9,02E-04	1,07E-02	1,08E-02				
343	1,189E+01	1,37E+00	8,71E-04	1,04E-02	1,05E-02				
344	1,194E+01	1,37E+00	8,41E-04	1,00E-02	1,02E-02				
345	1,196E+01	1,37E+00	8,13E-04	9,72E-03	9,88E-03				
346	1,200E+01	1,38E+00	7,85E-04	9,42E-03	9,57E-03				
347	1,204E+01	1,38E+00	7,59E-04	9,14E-03	9,28E-03				
348	1,212E+01	1,39E+00	7,33E-04	8,88E-03	9,01E-03				

Продолжение таблицы В.2

349	1,215E+01	1,40E+00	7,08E-04	8,60E-03	8,74E-03				
350	1,220E+01	1,40E+00	6,84E-04	8,34E-03	8,47E-03	5,57E+00	97,2 %		
351	1,224E+01	1,41E+00	6,61E-04	8,09E-03	8,22E-03				
352	1,230E+01	1,41E+00	6,38E-04	7,85E-03	7,97E-03				
353	1,231E+01	1,42E+00	6,17E-04	7,59E-03	7,72E-03				
354	1,229E+01	1,41E+00	5,96E-04	7,32E-03	7,46E-03				
355	1,234E+01	1,42E+00	5,75E-04	7,10E-03	7,21E-03				
356	1,233E+01	1,42E+00	5,56E-04	6,85E-03	6,98E-03				
357	1,232E+01	1,42E+00	5,37E-04	6,62E-03	6,73E-03				
358	1,234E+01	1,42E+00	5,19E-04	6,40E-03	6,51E-03				
359	1,234E+01	1,42E+00	5,01E-04	6,19E-03	6,29E-03				
360	1,233E+01	1,42E+00	4,84E-04	5,97E-03	6,08E-03	5,64E+00	98,5 %		
361	1,230E+01	1,41E+00	4,68E-04	5,75E-03	5,86E-03				
362	1,225E+01	1,41E+00	4,52E-04	5,54E-03	5,64E-03				
363	1,217E+01	1,40E+00	4,37E-04	5,31E-03	5,42E-03				
364	1,212E+01	1,39E+00	4,22E-04	5,11E-03	5,21E-03				
365	1,200E+01	1,38E+00	4,07E-04	4,89E-03	5,00E-03				
366	1,183E+01	1,36E+00	3,94E-04	4,66E-03	4,77E-03				
367	1,171E+01	1,35E+00	3,80E-04	4,45E-03	4,55E-03				
368	1,153E+01	1,33E+00	3,67E-04	4,24E-03	4,34E-03				
369	1,130E+01	1,30E+00	3,55E-04	4,01E-03	4,12E-03				
370	1,102E+01	1,27E+00	3,43E-04	3,78E-03	3,89E-03	5,69E+00	99,3 %		
371	1,073E+01	1,23E+00	3,31E-04	3,55E-03	3,66E-03				
372	1,042E+01	1,20E+00	3,20E-04	3,33E-03	3,44E-03				
373	1,005E+01	1,16E+00	3,09E-04	3,11E-03	3,22E-03				
374	9,649E+00	1,11E+00	2,99E-04	2,88E-03	2,99E-03				
375	9,370E+00	1,08E+00	2,88E-04	2,70E-03	2,79E-03				
376	8,977E+00	1,03E+00	2,79E-04	2,50E-03	2,60E-03				
377	8,597E+00	9,88E-01	2,69E-04	2,31E-03	2,41E-03				
378	8,195E+00	9,42E-01	2,60E-04	2,13E-03	2,22E-03				
379	7,707E+00	8,86E-01	2,51E-04	1,94E-03	2,03E-03				
380	7,176E+00	8,25E-01	2,43E-04	1,74E-03	1,84E-03	5,72E+00	99,8 %		
381	6,703E+00	7,70E-01	2,34E-04	1,57E-03	1,66E-03				
382	6,147E+00	7,07E-01	2,26E-04	1,39E-03	1,48E-03				
383	5,577E+00	6,41E-01	2,19E-04	1,22E-03	1,31E-03				
384	4,994E+00	5,74E-01	2,11E-04	1,06E-03	1,14E-03				
385	4,423E+00	5,08E-01	2,04E-04	9,03E-04	9,79E-04				
386	3,860E+00	4,44E-01	1,97E-04	7,61E-04	8,32E-04				
387	3,348E+00	3,85E-01	1,91E-04	6,38E-04	7,00E-04				

Окончание таблицы В.2

388	2,846E+00	3,27E-01	1,84E-04	5,24E-04	5,81E-04				
389	2,389E+00	2,75E-01	1,78E-04	4,25E-04	4,74E-04				
390	1,996E+00	2,29E-01	1,72E-04	3,43E-04	3,84E-04	5,73E+00	100,0 %		
391	1,626E+00	1,87E-01	1,66E-04	2,70E-04	3,06E-04				
392	1,297E+00	1,49E-01	1,60E-04	2,08E-04	2,39E-04				
393	1,016E+00	1,17E-01	1,55E-04	1,57E-04	1,83E-04				
394	7,810E-01	8,98E-02	1,50E-04	1,17E-04	1,37E-04				
395	5,916E-01	6,80E-02	1,45E-04	8,55E-05	1,01E-04				
396	4,438E-01	5,10E-02	1,40E-04	6,20E-05	7,37E-05				
397	3,247E-01	3,73E-02	1,35E-04	4,38E-05	5,29E-05				
398	2,312E-01	2,66E-02	1,30E-04	3,01E-05	3,70E-05				
399	1,593E-01	1,83E-02	1,26E-04	2,01E-05	2,51E-05				
400	1,073E-01	1,23E-02	1,22E-04	1,31E-05	1,66E-05	5,73E+00	100,0 %	99,9	100,0 %
	УФ-излучение (W·m-2): 8,03E+02		UVe-излучение (W·m-2·erу), T : 5,73E+00			Заключение: соответствует			

E — эффективность провоцирования эритемы.
S — излучение источника.
λ — длина волны источника.

Приложение С
(обязательное)

Эталонные солнцезащитные составы для определения SPF

С.1 Средние значения SPF и допустимые пределы для эталонных солнцезащитных составов

Эталонный солнцезащитный состав	Средние значения SPF	Стандартное отклонение (СО)	Допустимые пределы (Среднее ± 2 СО)	
			Нижний предел	Верхний предел
P2	16,1	1,2	13,7	18,5
P3	15,7	1	13,7	17,7
P7	4,4	0,2	4,0	4,8

С.2 Эталонный состав P2 (с высоким значением SPF)

С.2.1 Состав

	Ингредиент	Массовая доля (%)
Фаза 1:	ланолин	4,5
	масло семян какао	2,0
	глицерил моностеарат	3,0
	стеариновая кислота	2,0
	этилгексилдиметилПАБК (2-этилгексил-4-(диметиламино)-бензоат) (CAS 21245-02-3)	7,0
	бензофенон-3 (CAS 131-57-7)	3,0
Фаза 2:	вода	71,6
	сорбитол (жидкий на 70 %)	5,0
	триэтаноламин	1,0
	метилпарабен	0,3
	пропилпарабен	0,1
Фаза 3:	бензиловый спирт	0,5

С.2.2 Процесс изготовления

- ингредиенты фазы 1 расплавляют и перемешивают, используя пропеллерную мешалку, при температуре 77 °С — 82 °С до образования однородной массы;
- ингредиенты фазы 2 перемешивают, используя пропеллерную мешалку, при температуре 77 °С — 82 °С;
- добавляют смесь, полученную в стадии 1, к смеси, полученной в стадии 2, и перемешивают до однородного и равномерного состояния; медленно охлаждают до температуры 49 °С — 54 °С;
- к смеси, полученной на стадии 3, добавляют бензиловый спирт (фаза 3); перемешивают до однородного состояния и охлаждают до температуры 35 °С — 41 °С;
- компенсируют потери воды и гомогенизируют, избегая попадания воздуха; охлаждают до температуры 27 °С — 32 °С.

С.2.3 Физико-химические данные

Внешний вид: белая/желтоватая жидкая эмульсия.

pH: 8,0 ± 0,5

Вязкость (при 20 °С): диапазон значений: 19 000 — 33 000 мПа · с [вращающийся вискозиметр Brookfield®[1)], тип RV, тип helipath, шпиндель B, скорость 10 об/мин (0,167 $с^{-1}$), время вращения 60 с].

Примечание – Значения, приведенные выше, являются типичными для используемых материалов.

Плотность (при 20 °С): (0,970 ± 0,05) $г/см^3$.

[1)] Вращающийся вискозиметр типа RV Brookfield – торговое название продукции, поставляемой Brookfield Engineering Laboratories. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не накладывает обязательств со стороны ИСО использовать данную продукцию. Можно использовать аналогичную продукцию, если она позволяет получить аналогичные результаты.

С.2.4 Условия и срок хранения

Хранят не более 12 мес с момента изготовления, при температуре 20 °С, в сосуде, в условиях защиты от света.

С.2.5 Аналитические данные

С.2.5.1 Принцип

Состав отбирают гравиметрическим способом и растворяют в метаноле, в котором анализируемые вещества растворимы. Раствор разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ и анализируют методом ВЭЖХ с обращенной фазой.

Концентрации анализируемых веществ в пробе определяют количественно, используя смешанный внешний стандартный раствор смеси анализируемых веществ.

С.2.5.2 Реактивы

С.2.5.2.1 Бензофенон-3, производственное сырье; поставщики различные.

С.2.5.2.2 Этилгексилдиметил ПАБК, производственное сырье; поставщики различные.

С.2.5.2.3 Метанол, пригодный для ВЭЖХ.

С.2.5.2.4 Вода, свежая дистиллированная.

С.2.5.2.5 Безводная уксусная кислота, квалификации ч. д. а. или более высокой степени чистоты.

С.2.5.2.6 Раствор, содержащий 85 % метанола и 1 % уксусной кислоты (по массе).

Добавляют 10 $см^3$ безводной уксусной кислоты к 850 $см^3$ метанола и доводят водой до 1000 $см^3$. Фильтруют под вакуумом, используя 0,45 мкм мембранный фильтр из политетрафторэтилена.

С.2.5.2.7 Смешанный стандарт

Взвешивают с достаточной точностью 30 мг бензофенона-3 (С.2.5.2.1) и 70 мг октил-диметил-ПАБК в мерной колбе на 100 $см^3$, растворяют в метаноле и доводят объем метанолом до метки. Тщательно перемешивают.

С.2.5.2.8 Смешанный рабочий стандарт

Отбирают пипеткой 5 $см^3$ смешанного стандарта (С.2.5.2.7) в мерную колбу на 50 $см^3$ и доводят объем раствором (С.2.5.2.6) до метки.

С.2.5.3 Оборудование для ВЭЖХ

Инжектор: инжектируемый объем — 10,0 мкл (0,01 $см^3$).

Параметры колонки и смежные параметры:

тип — обращеннофазная, С8, 5 мкм, 4,6 мм × 250 мм или аналогичная;

подвижная фаза — раствор (С.2.5.2.6);

скорость потока — 1,5 $см^3$/мин.

Детектор:

тип — УФ;

длина волны — 308 нм [или 254 нм для определения при фиксированной длине волны (при меньшей чувствительности — меньшая избирательность)].

Данные:

количественное определение — площадь пика.

С.2.5.4 Приготовление пробы

С.2.5.4.1 Взвешивают на аналитических весах приблизительно 1 г продукции (с точностью 0,1 мг) в мерной колбе на 50 $см^3$.

С.2.5.4.2 Пробу растворяют в метаноле (С.2.5.2.3) и доводят раствор до метки.

С.2.5.4.3 Колбу подвергают воздействию ультразвука в течение 5 мин и встряхивают до полного перемешивания пробы.

С.2.5.4.4 Отбирают пипеткой 1 $см^3$ в градуированную пробирку на 10 $см^3$ и доводят объем до метки подвижной фазой ВЭЖХ.

С.2.5.4.5 Анализируют пробу и смешанный рабочий стандарт (С.2.5.2.8) при помощи обращеннофазной ВЭЖХ.

С.2.5.5 Контроль качества

С.2.5.5.1 Анализируют пробу подвижной фазы ВЭЖХ и вещество для сравнительного анализа, если оно доступно, приготовленное в соответствии с данным методом, при помощи обращеннофазной ВЭЖХ, с целью подтверждения отсутствия мешающих хроматографических пиков.

С.2.5.5.2 Анализируют три смешанных рабочих стандарта (С.2.5.2.8) при помощи обращеннофазной ВЭЖХ и рассчитывают коэффициент вариации площади пиков анализируемых веществ.

С.2.5.6 Расчеты

$$\textit{Анализируемое вещество (в процентах массовой доли)} = \frac{A}{A_{std}} \times \frac{C}{1000} \times \frac{50}{m},$$

где A — площадь пика экстракта пробы;

C — массовая концентрация анализируемого вещества в рабочем стандарте, мг/$дм^3$;

A_{std} — площадь пика анализируемого вещества в рабочем стандарте;

m — масса пробы, г.

С.2.5.7 Критерии приемлемости

Результаты анализа считаются приемлемыми, если выполняются следующие условия:

a) стандартный коэффициент вариаций ≤ 2,5 %;

b) значение выхода составляет (100 ± 5) % для всех активных веществ;

c) не имеется никаких мешающих хроматографических пиков в веществе для сравнительного анализа или в рабочем растворителе.

С.3 Эталонный состав Р3 (с высоким значением SPF)

С.3.1 Состав

	Ингредиент	Массовая доля (%)
Фаза 1:	цетеариловый спирт	2,205
	касторовое масло PEG-40	0,63
	натрия цетостеарилсульфат	0,315
	децилолеат	15,0
	этилгексилметоксициннамат (CAS 5466-77-3) (2-этилгексил-4-метоксициннамат)	3,0
	бутилметоксидибензоилметан (CAS 70356-09-1)	0,5
	пропилпарабен	0,1
Фаза 2:	вода	53,57
	фенилбензимидазолсульфоновая кислота (CAS 27503-81-7) (2-фенилбензимидазол-5-сульфоновая кислота)	2,78
	натрия гидроксид (45 %-й раствор)	0,9
	метилпарабен	0,3
	динатрия ЭДТА	0,1
Фаза 3:	вода	20,0
	карбомер (степень 980)	0,3
	натрия гидроксид (45 %-й раствор)	0,3

С.3.2 Процесс изготовления

- фазу 1 и фазу 2 нагревают до температуры 75 °С — 80 °С (при необходимости нагрев усиливают, пока раствор не станет прозрачным, и охлаждают до температуры 75 °С — 80 °С);
- фазу 1 добавляют к фазе 2, перемешивая фазу 2;
- с целью приготовления фазы 3, диспергируют карбомер в воде путем перемешивания с использованием диспергатора с ротором/статором, затем добавляют раствор гидроксида натрия для нейтрализации;
- фазу 3 добавляют к фазам 1 и 2 при перемешивании и гомогенизируют около 3 мин;
- регулируют pH с помощью гидроксида натрия или молочной кислоты и перемешивают, осуществляя полное охлаждение;
- компенсируют потери воды и гомогенизируют.

С.3.3 Физико-химические данные

Внешний вид: белая или слегка желтоватая эмульсия.

pH: 7,5 ± 0,5.

Плотность (при 20 °С): (0,970 ± 0,05) г/см^3.

Вязкость (при 20 °С): диапазон значений: 2 000 — 4 000 мПа · с [вращающийся вискозиметр Brookfield®[1)], тип RV, шпиндель 4, скорость 20 об/мин (0,333 с$^{-1}$), время вращения 60 с].

Примечание – Значения, приведенные выше, являются типичными для используемых материалов.

С.3.4 Условия и срок хранения

Хранят не более 12 мес с момента изготовления, при температуре 20 °С, в сосуде, в условиях защиты от света.

С.3.5 Аналитические данные

С.3.5.1 Принцип

Состав отбирают гравиметрическим способом и растворяют в метаноле, в котором анализируемые вещества растворимы. Раствор разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ и анализируют методом ВЭЖХ с обращенной фазой.

[1)] Вращающийся вискозиметр типа RV Brookfield – торговое название продукции, поставляемой Brookfield Engineering Laboratories. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не накладывает обязательств со стороны ИСО использовать данную продукцию. Можно использовать аналогичную продукцию, если она позволяет получить аналогичные результаты.

Концентрации анализируемых веществ в пробе определяют количественно, используя смешанный внешний стандартный раствор смеси анализируемых веществ.

С.3.5.2 Реактивы

С.3.5.2.1 Фенилбензимидазолсульфоновая кислота, производственное сырье; поставщики различные.

С.3.5.2.2 Бутилметоксидибензоилметан, производственное сырье; поставщики различные.

С.3.5.2.3 Этилгексилметоксициннамат, производственное сырье; поставщики различные.

С.3.5.2.4 Метанол, пригодный для ВЭЖХ.

С.3.5.2.5 Вода, свежая дистиллированная.

С.3.5.2.6 Безводная уксусная кислота, квалификации ч. д. а. и более высокой степени чистоты.

С.3.5.2.7 Раствор, содержащий 85 % метанола и 1 % уксусной кислоты (по массе).

Добавляют 10 $см^3$ безводной уксусной кислоты к 850 $см^3$ метанола и доводят водой до 1000 $см^3$. Фильтруют под вакуумом, используя 0,45 мкм мембранный фильтр из политетрафторэтилена.

С.3.5.2.8 Смешанный стандарт

Взвешивают 65 г фенилбензимидазолсульфоновой кислоты в мерной колбе на 100 $см^3$ и растворяют в минимальном количестве раствора 0,1 М NaOH (0,1 моль/$дм^3$). Взвешивают в колбе оставшиеся реактивы и доводят объем до метки метанолом.

бутилметоксидибензоилметан — 10 мг

этилгексилметоксициннамат — 75 мг

Примечание – Полное растворение веществ может происходить не сразу. Достичь полного растворения помогает ультразвуковая ванна, а также выдержка смеси.

С.3.5.2.9 Смешанный рабочий стандарт

Отбирают пипеткой 5 $см^3$ смешанного стандарта (С.3.5.2.8) в мерную колбу на 50 $см^3$ и доводят объем раствором (С.3.5.2.7) до метки.

С.3.5.3 Оборудование для ВЭЖХ

Инжектор: инжектируемый объем — 10 мкл (0,01 $см^3$).

Параметры колонки и смежные параметры:

тип — обращеннофазная, С8, 5 мкм, 4,6 мм × 250 мм или аналогичная;

подвижная фаза — раствор (С.3.5.2.7);

скорость потока — 1,5 мл/мин.

Детектор:

тип — УФ;

длина волны — 308 нм [или 254 нм для определения при фиксированной длине волны (при меньшей чувствительности — меньшая избирательность)].

Данные:

количественное определение — площадь пика.

С.3.5.4 Приготовление пробы

С.3.5.4.1 Взвешивают на аналитических весах приблизительно 1 г состава (с точностью 0,1 мг) в мерной колбе на 50 $см^3$.

С.3.5.4.2 Пробу растворяют в метаноле и доводят раствор до метки.

С.3.5.4.3 Колбу подвергают воздействию ультразвука в течение 5 мин и встряхивают до полного перемешивания пробы.

С.3.5.4.4 Отбирают пипеткой 1 $см^3$ в градуированную пробирку на 10 $см^3$ и доводят объем до метки подвижной фазой ВЭЖХ.

С.3.5.4.5 Анализируют пробу и смешанный рабочий стандарт при помощи обращеннофазной ВЭЖХ.

С.3.5.5 Контроль качества

С.3.5.5.1 Анализируют пробу подвижной фазы ВЭЖХ и вещество для сравнительного анализа, если оно доступно, приготовленные в соответствии с данным методом, при помощи обращеннофазной ВЭЖХ, с целью подтверждения отсутствия мешающих хроматографических пиков.

С.3.5.5.2 Анализируют три смешанных рабочих стандарта (С.3.5.2.9) при помощи обращеннофазной ВЭЖХ и рассчитывают коэффициент вариации площади пиков анализируемых веществ.

С.3.5.6 Расчеты

$$\textit{Анализируемое вещество (в процентах массовой доли)} = \frac{A}{A_{std}} \times \frac{C}{1000} \times \frac{50}{m}, \qquad (7)$$

где A — площадь пика экстракта пробы;

C — массовая концентрация анализируемого вещества в рабочем стандарте, мг/$дм^3$;

A_{std} — площадь пика анализируемого вещества в рабочем стандарте;

m — масса пробы, г.

С.3.5.7 Критерии приемлемости

Результаты анализа считаются приемлемыми, если выполняются следующие условия:

a) стандартный коэффициент вариаций ≤ 2,5 %;

b) значение выхода — 100% ± 5% для всех активных веществ;

c) не имеется никаких мешающих хроматографических пиков в веществе для сравнительного анализа или в рабочем растворителе.

С.4 Эталонный состав Р7 (с низким значением SPF)

С.4.1 Состав

	Ингредиент	Массовая доля (%)
Фаза 1:	ланолин	5,00
	гомосалат (CAS 118-56-9)	8,00
	вазелиновое масло	2,50
	стеариновая кислота	4,00
	пропилпарабен	0,05
Фаза 2:	метилпарабен	0,10
	динатрия EDTA	0,05
	пропиленгликоль	5,00
	триэтаноламин	1,00
	вода	74,30

С.4.2 Процесс изготовления и аналитический контроль

- фазу 1 и фазу 2 нагревают раздельно до температуры 77 °С и 82 °С соответственно, при постоянном перемешивании до растворения содержимого каждой фазы.

- фазу 1 медленно добавляют к фазе 2 при перемешивании. Продолжают осуществлять перемешивание до тех пор, пока образующаяся эмульсия не охладится до комнатной температуры (15 °С — 30 °С). Добавляют очищенную воду для получения 100 г стандартного препарата солнцезащитного средства.

С.4.3 Физико-химические данные

pH: 8,0 ± 0,5.

Плотность (при 20 °С): (0,970 ± 0,05) г/см^3.

Вязкость (при 20 °С): диапазон значений: 1 000 — 3 000 мПа · с [вращающийся вискозиметр Brookfield®, тип RV, шпиндель 2, скорость 10 об/мин (0,1675 с$^{-1}$), время вращения 60 с].

Примечание – Значения, приведенные выше, являются типичными для используемых материалов.

С.4.4 Условия и срок хранения

Хранят не более 12 мес с момента изготовления, при температуре 20 °С, в сосуде, в условиях защиты от света.

С.4.5 Аналитические данные

С.4.5.1 Принцип

Состав отбирают гравиметрическим способом и растворяют в метаноле. Раствор анализируют методом ВЭЖХ с обращенной фазой.

Концентрацию гомосалата в пробе определяют количественно, используя внешний стандартный раствор анализируемых веществ.

С.4.5.2 Реактивы

С.4.5.2.1 Гомосалат, производственное сырье; поставщики различные.

С.4.5.2.2 Метанол, пригодный для ВЭЖХ.

С.4.5.2.3 Вода, свежеперегнанная

С.4.5.2.4 Стандарт, 800 мг/дм^3.

Взвешивают 40 г гомосалата в мерной колбе на 50 см^3, растворяют и доводят объем до метки метанолом.

С.4.5.3 Оборудование для ВЭЖХ

Инжектор: инжектируемый объем — 10 мкл (0,01 см^3).

Параметры колонки и смежные параметры:

тип — обращеннофазная, С18, 5 мкм, 4,6 мм × 250 мм или аналогичная;

подвижная фаза — метанол;

скорость потока — 1,5 мл/мин.

Детектор:

тип — УФ;

длина волны — 308 нм [или 254 нм для определения при фиксированной длине волны (при меньшей чувствительности — меньшая избирательность)].

Данные:

количественное определение — площадь пика.

С.4.5.4 Приготовление пробы

С.4.5.4.1 Взвешивают на аналитических весах приблизительно 0,5 г состава (с точностью 0,1 мг) в мерной колбе на 50 см^3.

С.4.5.4.2 Пробу растворяют в метаноле и доводят раствор до метки.

С.4.5.4.3 Колбу подвергают воздействию ультразвука в течение 5 мин и встряхивают до полного перемешивания пробы.

С.4.5.4.4 Анализируют пробу стандарта 800 мг/дм^3 при помощи обращеннофазной ВЭЖХ.

С.4.5.5 Контроль качества

С.4.5.5.1 Анализируют пробу подвижной фазы ВЭЖХ и вещество для сравнительного анализа, если оно доступно, приготовленные в соответствии с данным методом, при помощи обращеннофазной ВЭЖХ, с целью подтверждения отсутствия мешающих хроматографических пиков.

С.4.5.5.2 Анализируют три стандарта 800 мг/дм^3 при помощи обращеннофазной ВЭЖХ и рассчитывают коэффициент вариации площади пиков анализируемых веществ.

С.4.5.6 Расчеты

$$\textit{Анализируемое вещество (в процентах массовой доли)} = \frac{A}{A_{std}} \times \frac{C}{1000} \times \frac{50}{m}, \quad (8)$$

где A — площадь пика экстракта пробы;

C — массовая концентрация анализируемого вещества в рабочем стандарте, мг/дм^3;

A_{std} — площадь пика анализируемого вещества в рабочем стандарте;

m — масса пробы, г.

С.4.5.7 Критерии приемлемости

Результаты анализа считаются приемлемыми, если выполняются следующие условия:

a) стандартный коэффициент вариаций ≤ 2,5 %;

b) значение выхода — 100 % ± 5 % для всех активных веществ;

c) не имеется никаких мешающих хроматографических пиков в веществе для сравнительного анализа или в рабочем растворителе.

Приложение D
(обязательное)

Расчеты и статистика

D.1 Основные уравнения

D.1.1 Индивидуальный солнцезащитный коэффициент (SPFi)

SPFi для каждой продукции и для каждого субъекта рассчитывают на основе значений индивидуальных MED для незащищенной кожи (MEDu) и индивидуальных MED для кожи, защищенной продукцией (MEDu), по уравнению:

$$SPFi = \frac{MEDp}{MEDu}, \quad (D.1)$$

D.1.2 Солнцезащитный коэффициент для продукции (SPF)

SPF для продукции рассчитывают как среднеарифметическое значений SPFi, полученных от общего количества n испытуемых субъектов, округляется до первого десятичного знака:

$$SPF = \frac{(\sum SPFi)}{n}. \quad (D.2)$$

Стандартное отклонение данной величины, s, рассчитывают по формуле

$$s = \sqrt{\frac{\left[\sum (SPFi^2)\right] - \left[\frac{(\sum SPFi)^2}{n}\right]}{(n-1)}}. \quad (D.3)$$

D.1.3 95 %-ный доверительный интервал

95 %-ный доверительный интервал (95 % CI) для среднего значения SPF рассчитывают по формуле

$$95\,\%CI = SPF - c \text{ к } SPF + c, \quad (D.4)$$

где c рассчитывают по уравнению:

$$c = (\text{значение } t) \times SEM = \frac{(\text{значение } t) \times s}{\sqrt{n}}$$

$$c = \frac{t \times s}{\sqrt{n}}, \quad (D.5)$$

$$CI(\%) = \frac{100 \times c}{SPF}, \quad (D.6)$$

где SEM — стандартная ошибка среднего;

n — общее количество участвующих субъектов;

t — величина t из двустороннего t-распределения (таблица D.1) при уровне вероятности $P = 0,05$ и при количестве степеней свободы $v = (n - 1)$.

Таблица D.1 — t-распределение Стьюдента

n	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
значение t	2,262	2,228	2,201	2,179	2,160	2,145	2,131	2,120	2,110	2,101	2,093

Примечание — При расчете с применением таблиц значение t можно получить по формуле $t = 2,03 + \frac{12,7}{n^{1,75}}$ (для n ≥ 4).

D.2 Экспериментальная методика расчетов

D.2.1 Последовательный метод

Испытание на SPF начинается, когда испытывают продукцию на начальной группе из n' субъектов (n' должно быть не менее 10). Индивидуальные солнцезащитные факторы (SPFi) для конкретной продукции для каждого субъекта рассчитывают по уравнению D.1.

Исходя из данных значений SPFi, по уравнению D.2 рассчитывают среднее предварительного солнцезащитного коэффициента на начальных n' субъектов ($SPF_{n'}$), а также предварительный 95 %-ный доверительный интервал (95 % CI) по уравнениям D.4, D.5 и D.6 и таблице D.1, т. е.:

$$SPF_{n'} = \frac{(\sum SPFi)}{n'}$$

$$95\,\%CI_{n'} = SPF_{n'} - c_{n'} \text{ к } SPF_{n'} + c_{n'}$$

где $c_{n'}$ рассчитывают по уравнению:

$$c_{n'} = \frac{t_{n'} \times s_{n'}}{\sqrt{n}}$$

и где $s_{n'}$ – стандартное отклонение для первых n' субъектов, рассчитанное по уравнению D.3:

$$s_{n'} = \sqrt{\frac{\left[\sum (SPFi^2)\right] - \frac{(\sum SPFi)^2}{n'}}{(n'-1)}}$$

$$CI_{n'}[\%] = \frac{100 \times c_{n'}}{SPF_{n'}}.$$

Если рассчитанный предварительный $CI_{n'}$[%] больше 17 % среднего значения предварительного $SPF_{n'}$, испытания продукции продолжают на дополнительных субъектах, пока предварительный $CI_{n'}$[%] не будет ≤ 17 % среднего значения предварительного SPF.

Если данный критерий не выполняется при участии двадцати достоверных субъектов, то все испытание проводят повторно.

D.2.2 Прогнозируемое количество субъектов, n^*

Если $P_{n'}$[%] предварительного $SPF_{n'}$ больше 0,17 $SPF_{n'}$, то прогнозируемое, вероятно общее количество субъектов, n^*, которое необходимо для выполнения статистического критерия, можно рассчитать по следующей формуле и округлить до ближайшего целого:

$$n' = \left(\frac{t_{n'} \times s_{n'}}{c_{n'}}\right)^2,$$

где $t_{n'}$ — статистическое значение t из таблицы D.1, при количестве результатов n';

$s_{n'}$ — наилучшая оценка стандартного отклонения группы (т. е. исходя из n' результатов);

$c_{n'}$ — 17 % от среднего $SPF_{n'}$, представляющий требуемый доверительный интервал.

Пример

При расчете n* после первых 10 данных используют уравнение:

$$n^* = \left(\frac{2{,}262 s_{n'}}{0{,}17 \mathrm{SPF}_{n'}} \right)^2 ,$$

т.е.

$$n^* = \left(\frac{13{,}30 s_{n'}}{\mathrm{SPF}_{n'}} \right)^2 .$$

D.3 Примеры

D.3.1 Пример 1

Таблица D.2 — это пример таблицы, в которой собраны данные, расчеты и результаты. При введении данных в электронные таблицы все расчеты могут производиться автоматически.

Таблица D.2 содержит результаты для продукции EX1 с ожидаемым значением SPF 10. После облучения десяти субъектов результаты были следующие:

$SPF_{n'}$ = 11,4

$s_{n'}$ = 2,4

$c_{n'}$ = 1,73

95 % CI_n = 9,7 — 13,1

$CI_{n'}$[%] = 15,1 %

Поскольку $CI_{n'}$[%] меньше 17 % от среднего значения SPF, нет необходимости в дальнейшем испытании, и окончательное значение SPF для продукции EX1 будет:

SPF = 11,4 с CI [%] = 15,1 %.

D.3.2 Пример 2

Таблица D.3 содержит результаты для продукции EX2 с ожидаемым значением SPF 20. После облучения десяти субъектов результаты были следующие:

$SPF_{n'}$ = 21,3

$s_{n'}$ = 6,0

$c_{n'}$ = 4,3

95 % CI_n = 17,0 — 25,6

$CI_{n'}$[%] = 20,3 %

Относительные вариации результатов выше, чем в примере 1, и статистический критерий не выполняется $РДИ_{n'}$[%] превышает 17 % от среднего значения SPF). Испытание необходимо продолжать, и вероятное суммарное количество субъектов, *n*, рассчитывают по формуле

$$n = \left(\frac{t_{n'} \times s_{n'}}{c_{n'}} \right)^2 = \left(\frac{2{,}262 \times 6{,}0}{3{,}61} \right)^2 = 14 .$$

Следовательно, дополнительно привлекают пять субъектов, и новые рассчитанные предварительные результаты будут следующие:

SPF_{15} = 21,2

s_{15} = 6,2

c_{15} = 3,4 с n = 15 и t_{15} = 2,145

95 % P_{15} = 17,8 — 24,6

$CI[\%]_{15}$ = 16,2 %

При 15 субъектах критерий выполнен ($CI_{n'}$[%] меньше 17 % от среднего значения SPF), и окончательное значение SPF для продукции EX2 будет:

SPF = 21,2 с CI [%] = 16,2 %.

Таблица D.2 — Пример расчета при наличии 10 субъектов (ожидаемое значение SPF = 10)

Таблица результатов испытания на SPF									Лаборатория:						
Код продукции: EX1			Ожидаемое значение SPF: 10 Дата:											Источник УФ-излучения: Xe MP	
	ИСПЫТАНИЕ		СУБЪЕКТЫ								РЕЗУЛЬТАТЫ			ЗАКЛЮЧЕНИЕ:	КОММЕНТАРИИ
№ субъекта	Дата облучения	Имя оператора	Код субъекта	ITA° кожи	Фототип	MEDu (МДж·см-2)	MEDp (МДж·см-2)	SPFi	SPF_n	sn'	cn'	CI n'[%] (100cn'/SPFn')	n	CI n'[%] ≤ 17 %	
1				56,4	I	19	290	15,3	—	—	—	—		—	
2				48,6	II	29	370	12,8	—	—	—	—		—	
3				58,1	I	23	230	10,0	—	—	—	—		—	
4				43,5	II	37	420	11,4	—	—	—	—		—	
5				44,0	II	29	230	7,9	—	—	—	—		—	
6				42,7	II	23	290	12,6	—	—	—	—		—	
7				34,9	III	46	370	8,0	—	—	—	—		—	
8				57,0	I	19	260	13,7	—	—	—	—		—	
9				54,8	II	29	370	12,8	—	—	—	—		—	
10				45,3	II	23	230	10,0	11,4	2,4	1,73	15,1 %	10	Соответствует	
11															
12															
13															
14															
15															
16															
17															
18															
19															
20															
ОКОНЧАТЕЛЬНЫЙ РЕЗУЛЬТАТ:			Среднее значение SPF = 11,4				s = 2,4		c = 1,7		CI [%] = 15,1 %			95 % CI: 9,7 — 13,1 (n = 10)	

Таблица D.3 — Пример расчета при наличии 15 субъектов (ожидаемое значение SPF = 20)

Таблица результатов испытания на SPF									Лаборатория:						
Код продукции: EX2			Ожидаемое значение SPF: 20 Дата:											Источник УФ-излучения: Xe MP	
	ИСПЫТАНИЕ		СУБЪЕКТЫ								РЕЗУЛЬТАТЫ			ЗАКЛЮЧЕНИЕ:	КОММЕНТАРИИ
№ субъекта	Дата облучения	Имя оператора	Код субъекта	ITA° кожи	Фототип	MEDu (МДж·см-2)	MEDp (МДж·см-2)	SPFi	SPF, n'	sn'	cn'	CI n'[%] (100cn'/SPFn')	n	CI n'[%] ≤ 17 %	
1				56,4	I	35	700	20,0	—	—	—	—		—	
2				42,5	II	44	1 094	24,9	—	—	—	—		—	
3				50,6	II	35	875	25,0	—	—	—	—		—	
4				32,8	III	68	875	12,9	—	—	—	—		—	
5				45,1	II	44	1 094	24,9	—	—	—	—		—	
6				47,9	II	35	875	25,0	—	—	—	—		—	
7				29,4	III	85	1 367	16,1	—	—	—	—		—	
8				54,3	II	44	560	12,7	—	—	—	—		—	
9				43,3	II	35	1 094	31,3	—	—	—	—		—	
10				59,9	II	44	875	19,9	21,3	6,0	4,31	20,3 %	14	Не соответствует	
11				35,0	III	68	875	12,9	20,5	6,3	4,20	20,5%	17	Не соответствует	
12				48,8	II	44	1 367	31,1	21,4	6,7	4,26	19,9 %	18	Не соответствует	
13				36,5	I	35	875	25,0	21,7	6,5	3,92	18,1 %	16	Не соответствует	
14				47,1	II	44	700	15,9	21,2	6,4	3,71	17,5 %	16	Не соответствует	
15				38,1	III	55	1 094	19,9	21,2	6,2	3,43	16,2 %	15	Соответствует	
16															
17															
18															
19															
20															
ОКОНЧАТЕЛЬНЫЙ РЕЗУЛЬТАТ:			Среднее значение SPF = 21,2				s = 6,2		c = 3,4		CI [%] = 16,2 %			95 % CI: 17,8 — 24,6 (n = 15)	

Приложение Е
(справочное)

Колориметрическое определение цвета кожи и прогноз величин минимальной дозы, вызывающей эритему при отсутствии воздействия ультрафиолетового излучения

Е.1 Введение

Стандартизированные трехкоординатные системы колориметрии и спектроколориметрии CIE, использующие цветовые пространства L*a*b/L*CH, уже давно приняты на международном уровне и валидированы. Их повседневно используют для анализа цвета, способ анализа строго коррелируется со зрением человека.

При предварительном отборе субъектов (см. приложение А) цвет кожи, охарактеризованный в терминах индивидуального типологического угла (ITA°), особенно важен. Более того, данные методики могут быть полезны для прогнозирования минимальной дозы, вызывающей эритему у субъекта, без воздействия ультрафиолетового излучения. Определение солнцезащитного коэффициента солнцезащитной продукции требует предварительной оценки значения MED субъектов, которых будут облучать источником лучей диапазонов UVA и UVB. Значения MED для различных субъектов могут существенно различаться в зависимости от меланотического состояния кожи.

Традиционная классификация фототипов [7] основана на опыте субъекта в плане чувствительности к фотохимическому покраснению и способности темнеть после первичной процедуры воздействия солнечного излучения. Тем не менее, данная классификация предоставляет субъективные и неизменные свидетельства чувствительности кожи к ультрафиолетовому излучению, которые не учитывают уровень меланизации кожи субъекта. Это может привести к неправильной интерпретации УФ-чувствительности субъекта и к применению аномальных доз ультрафиолетового излучения при определении MED. Таким образом, до проведения оценок на защищенной коже часто является предусмотрительным определение вероятного значения MED для каждого субъекта.

Определение цвета кожи в системе L*a*b*, как это определено Международной комиссией по освещению, позволяет учесть мелатоническое состояние кожи в момент проведения испытаний, а также позволяет с большей точностью провести предварительную оценку значений MED для субъекта.

Е.2 Оборудование

Е.2.1 Измерительное оборудование — отражательный колориметр, который использует цветовое пространство L*a*b* и соответствует рекомендациям CIE.

Е.2.2 Стандартная система цветов L*a*b* (CIE-1976) с источником света D65 (северный дневной свет).

Е.3 Схема работы

Е.3.1 В целях достижения достоверных результатов измерений цвета кожи, субъектов помещают в положение «лежа» на 10 мин с открытой областью, чтобы устранить покраснение и следы, вызванные за счет контакта с кожей или стресса.

Е.3.2 Во время измерений необходимо следить за тем, чтобы конусообразное отверстие чувствительного элемента отражательного колориметра имело контакт с кожей, но не оказывалось давления. Это является решающим фактором, так как ненадлежащее давление может вызвать эффект побледнения кожи, что может привести к весьма неточным результатам измерений. Необходимо выбрать эргономическое положение и провести предварительную подготовку, пока не будет получено стандартное отклонение менее 0,2 (типичным является значение 0,1) координат цвета L*, a* и b* путем повторных тройных измерений, проводимых на той же области кожи.

Е.4 Контроль типов кожи

Е.4.1 Для этой цели необходимо записать абсолютные значения L*, a* и b*. Отверстие отражательного колориметра не должно быть сужено с помощью каких-либо диафрагм.

Е.4.2 Осуществляют колориметрические измерения L*a*b* на участках, куда будет нанесена продукция и которые затем будут облучать. Рассчитывают средние значения L*, a*, b* (проводят по меньшей мере четыре измерения на спине каждого субъекта).

Е.4.3 Рассчитывают индивидуальный типологический угол, ITA°, на основе средних значений L* и b*:

$$ITA = \left\{ \operatorname{arctg} \left[\frac{(L^* - 50)}{b^*} \right] \right\} \frac{180}{3{,}14159},$$

где арктангенс выражен в радианах.

Е.4.4 Наносят соответствующие точки цвета на определенную типологическую диаграмму L^*/b^* (рисунок Е.1).

Е.4.5 Классифицируют кожу субъекта в терминах категорий «очень светлая», «светлая», «промежуточная», «темная», «коричневая», принимая во внимание значения углов, которые определяют границы между категориями:

ITA° > 55°	«очень светлая»
55° ≥ ITA° > 41°	«светлая»
41° ≥ ITA° > 28°	«промежуточная»
28° ≥ ITA° > 10°	«темная (или матовая)»
10° ≥ ITA° > –30°	«коричневая»

Е.5 Прогнозирование минимальной дозы, вызывающей покраснение

Е.5.1 Установление банка данных

Е.5.1.1 Для обеспечения внутренней калибровки, данной методике лучше всего следовать в каждой лаборатории, т. е. для каждого набора оборудования (имитатор солнечного ультрафиолетового излучения, УФ-радиометр, колориметр).

Е.5.1.2 Колориметрические значения $L^*a^*b^*$ измеряют, проводя четыре тройных измерения на спине как можно большего числа субъектов. Измерения проводят в области спины, где будут определять значения MEDu. Рассчитывают средние значения $L^*a^*b^*$.

Е.5.1.3 Рассчитывают индивидуальные типологические углы (ITA°) в соответствии с Е.4.3.

Е.5.1.4 Параллельно определяют индивидуальные значения MEDu в соответствии с общепринятой методикой.

Е.5.1.5 Для каждого субъекта наносят значения MEDu либо в единицах времени облучения, либо энергии (Дж/м^2 или мДж/см^2), либо единицы MED по отношению к соответствующему значению ITA°. Точки должны образовать равномерное облако, как это показано на рисунке Е.2.

Е.5.1.6 Чертят кривые линии, которые обозначают границы облака распределения и определяют среднюю линию наибольшего соответствия для данного облака значений (см. рисунок Е.3).

Е.5.1.7 Удаляют индивидуальные точки для получения графика ITA°/MEDu, из которого можно оценить значения MEDu новых субъектов, допущенных к испытанию. Этот график содержит линию наибольшего соответствия, а также верхнюю и нижнюю границы облака точек (см. рисунок Е.4).

Примечание — Вертикальное расстояние между двумя границами для любого ITA° примерно равно диапазону доз ультрафиолетового излучения (с 6 дозами и прогрессией 25 % или 12 %), применяемых для определения MEDu. Это означает, что диапазон доз ультрафиолетового излучения, определенный из графика, для данного значения ITA°, вероятней всего будет включать реальное значение MEDu.

Е.5.2 Оценка MEDu

Е.5.2.1 Считывают колориметрические значения $L^*a^*b^*$ на спине новых субъектов, в соответствии с Е.5.1.2.

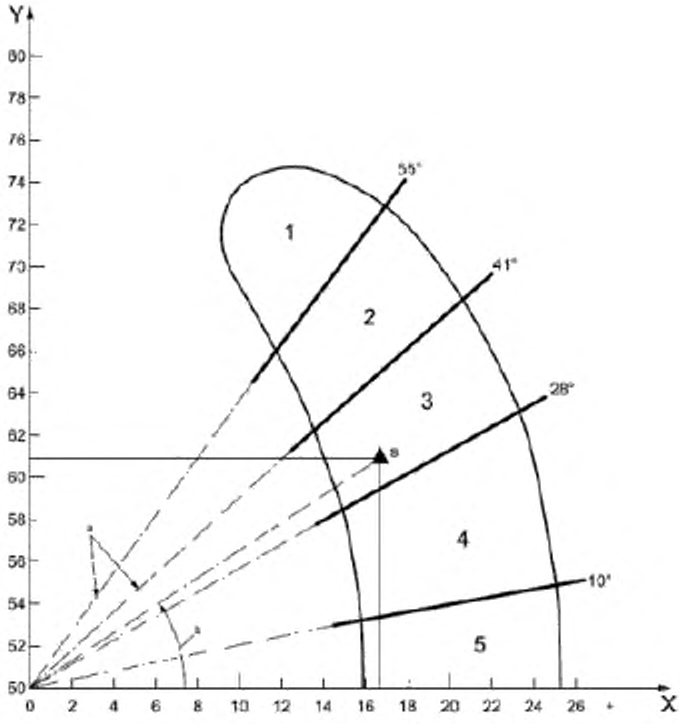
Е.5.2.2 Рассчитывают значение ITA° субъекта.

Е.5.2.3 Наносят значение ITA° на график ITA°/MEDu (см. рисунок Е.4) и чертят параллельную оси *y* линию к линии наибольшего соответствия и к двум границам.

Е.5.2.4 Чертят перпендикулярные линии на ось *y*, для получения ожидаемых значений MEDu рассматриваемого субъекта (от линии наибольшего соответствия) и возможных пределов колебаний для данного MEDu, относящегося у данному ITA° (от верхнего и нижнего пределов, ограничивающих облако). Пример приведен на рисунке Е.4, для значения ITA° +47° («светлая» кожа).

Е.5.2.5 Определяют серию доз ультрафиолетового излучения, которыми надлежит облучать субъекта таким образом, чтобы ожидаемое значение MEDu было расположено около третьей дозы.

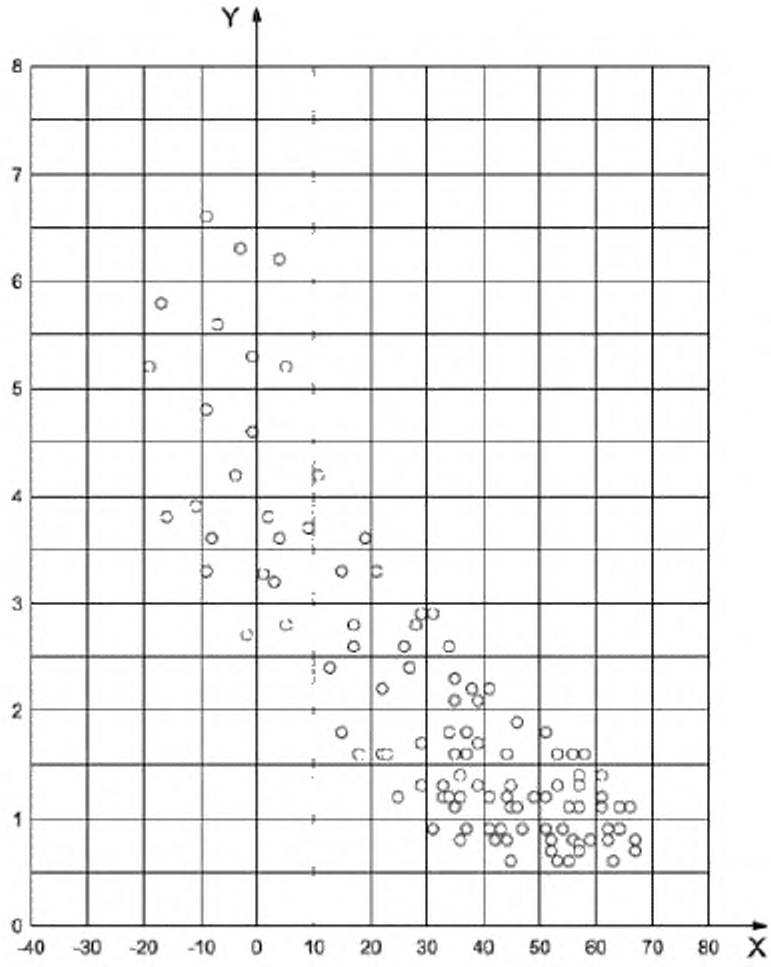
Е.5.2.6 Наносят новые точки (MEDu относительно ITA°) на рисунке Е.2 (см. Е.5.1.5).



Обозначения

X — b^* (желтая цветность)
Y — L^* (яркость)
1 — «очень светлая»
2 — «светлая»
3 — «промежуточная»
4 — «темная»
5 — «коричневая»
a — углы различной категории
b — индивидуальный типологический угол (ITA°)

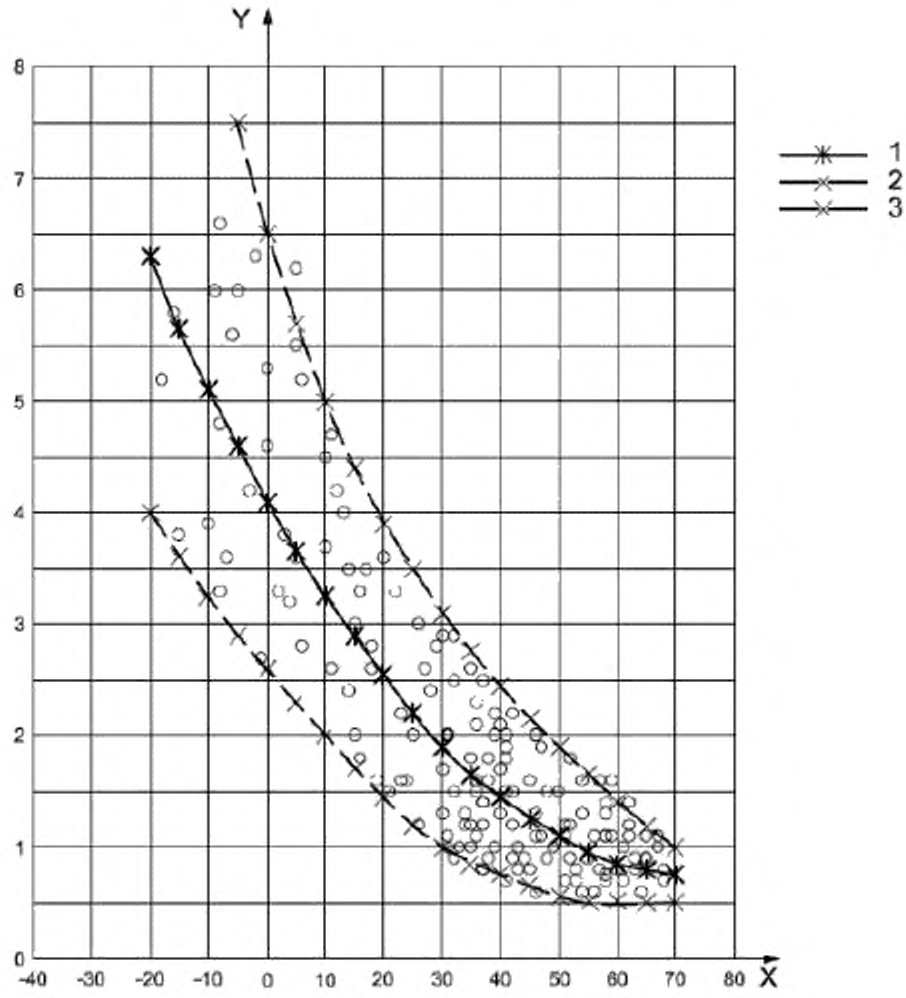
Рисунок Е.1 — Диаграмма типирования цвета кожи



Обозначения

X — ITA°
Y — индивидуальные MEDu

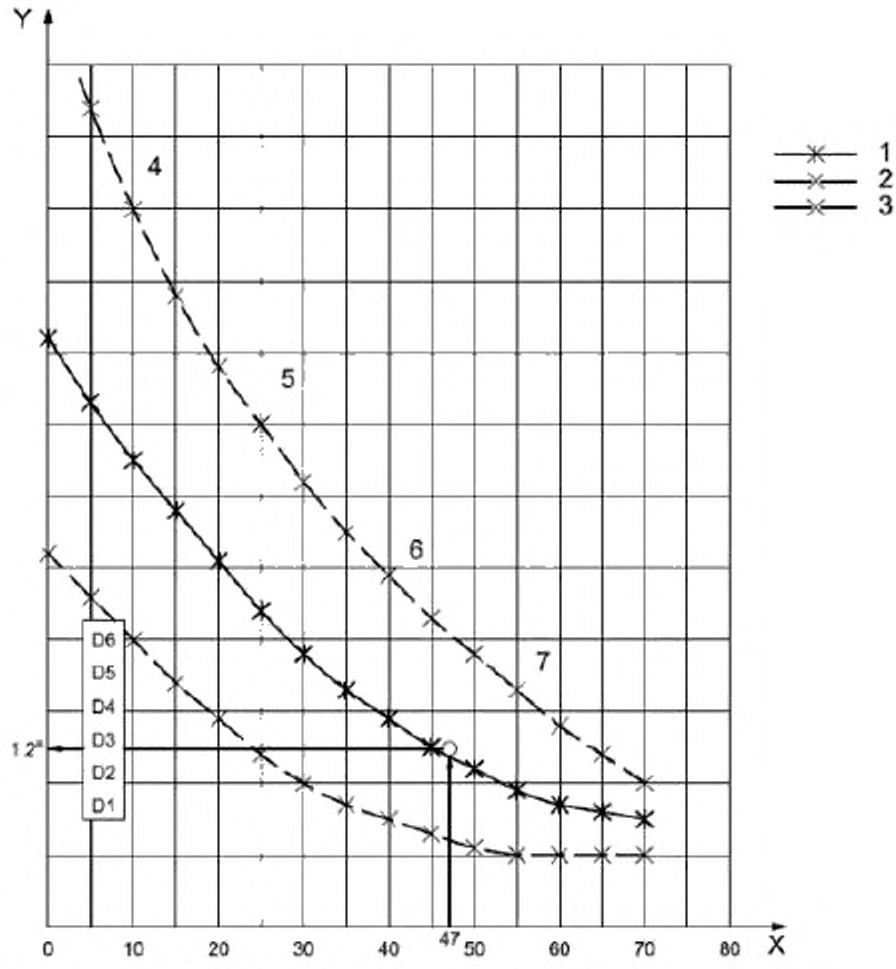
Рисунок Е.2 — График зависимости MEDu от ITA° для известных субъектов



Обозначения

X — ITA°
Y — индивидуальные MEDu
1 — линия наибольшего соответствия
2 — верхняя граница
3 — нижняя граница

Рисунок Е.3 — Построение линии наибольшего соответствия и границ



Обозначения

X — ITA°
Y — индивидуальные MEDu
1 — линия наибольшего соответствия
2 — верхняя граница
3 — нижняя граница
4 — темная
5 — промежуточная
6 — светлая
7 — очень светлая
D1 — D6 — дозы из диапазона доз ультрафиолетового излучения от 12 % до 25 % (см. примечание в E.5.1.7)
a - MEDu' = 1,2

Рисунок E.4 — Оценка MEDu

Библиография

[1] AS/NZS 2604:1998, Sunscreen products — Evaluation and classification (Солнцезашитная продукция — Оценка и классификация)

[2] International sun protection factor (SPF) test method CFFA SA, Colipa, JCIA, CTFA, 2006, (a CD-ROM showing products application procedure is included in the guidelines)

[3] Department of health and human services, FDA, USA: Sunscreen drug products for over-the-counter human use; Final monograph, Federal Register. 64/98, 27686-27693, May, 21,1999

[4] ISO/TR 26369, Cosmetics — Sun protection test methods — Review and evaluation of methods to assess the photoprotection of sun protection products (Косметика. Методы тестирования средств защиты от солнца. Обзор и методы оценки фотозащиты продуктов защиты от солнца)

[5] ICH Guidelines for Good Clinical Practice

[6] CIE Publication 15.2, CIE 1976 uniform colour spaces. Colorimetry, pp. 29-32, 1986.

[7] FITZPATRICK, T.B., The validity and practicability of sun-reactive skin types I through VI. Arch. Dermatol. **124**, pp. 869-871, 1988

[8] Declaration of Helsinki, adopted by the 18th World Medical Assembly, Helsinki, Finland, June 1964, amended by the 29th World Medical Assembly, Tokyo, Japan, October 1975, the 35th World Medical Assembly, Venice, Italy, October 1983 and by the 41th World Medical Assembly, Hong Kong, September 1989

[9] Guidelines for monitoring UV radiation sources Colipa, March 2007

[10] CHARDON, A., CRETOIS, I., HOURSEAU, C. Skin color typology and suntanning pathways. Int. J. Cosmet. Sci., **13**, pp. 191–208, 1991

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: косметическая продукция, защита от солнца, определение солнцезащитного фактора, *in vivo*

Подписано в печать 02.10.2014. Формат 60x84⅛.
Усл. печ. л. 5,12. Тираж 34 экз. Зак. 4108

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru