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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 24443— 2023

ПРОДУКЦИЯ ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ СОЛНЦЕЗАЩИТНАЯ

Метод определения величины защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А *in vitro*

(ISO 24443:2021, Cosmetics — Determination of sunscreen UVA photoprotection *in vitro*, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2026

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт метрологии» (БелГИМ) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 25 сентября 2023 г. № 165-П)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2025 г. № 1824-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 24443—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2027 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 24443:2021 «Косметика. Определение *in vitro* степени фотозащиты от ультрафиолетовых лучей спектра А» («Cosmetics — Determination of sunscreen UVA photoprotection *in vitro*», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе межгосударственных стандартов.

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

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 24443—2016

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».

© ISO, 2021
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2026



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины, определения, символы и сокращения 1
4 Сущность метода 2
5 Аппаратура 3
6 Проведение испытания 5
7 Обработка результатов испытаний с помощью электронных таблиц 10
8 Эталонная солнцезащитная продукция 10
9 Протокол испытания 11
Приложение A (обязательное) Калибровка спектрофотометра и испытание на пропускание пластины 12
Приложение B (обязательное) Калибровка радиометра по интенсивности излучения спектрорадиометра 15
Приложение C (обязательное) Значения, используемые для вычислений: спектры действия PPD, спектры эритемного действия, спектральная плотность интенсивности падающего излучения UVA и UV-SSR 16
Приложение D (обязательное) Характеристики поверхности испытательных PMMA-пластин 20
Приложение E (обязательное) Рецептуры эталонной солнцезащитной продукции 22
Приложение F (справочное) Статистические вычисления 26
Приложение G (справочное) Определение и примеры достоверных результатов/значение C 28
Библиография 29

Введение

Настоящий стандарт устанавливает метод определения величины защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А (UVA-излучения) солнцезащитной продукции *in vitro* в соответствии с принципами, рекомендованными Европейской ассоциацией косметической промышленности (COLIPA) в 2011 году. Результаты, полученные при применении этого метода испытания, могут быть использованы для UVA-классификации солнцезащитной продукции для наружного применения в соответствии с требованиями национального законодательства.

Солнцезащитная продукция для наружного применения, как правило, оценивается и маркируется в соответствии с ее способностью защищать кожу от солнечных ожогов, используя метод испытания *in vivo* для определения солнцезащитного фактора [19]. Данный показатель позволяет оценить фильтрацию излучения, вызывающего солнечные ожоги, в пределах электромагнитного UV-спектра 290—400 нм. Однако знание значения показателя солнцезащитного фактора (SPF) не дает четкого представления о степени защиты в спектральном диапазоне UVA (от 320 до 400 нм), поскольку может существовать продукция с высоким SPF и незначительной защитой от UVA (например, SPF 50 с UVA-PF всего 3–4). Среди медицинских работников, а также осведомленных потребителей существует потребность в более подробной информации о защите от ультрафиолетового излучения, обеспечиваемой солнцезащитной продукцией, в дополнение к SPF для того, чтобы сделать более осознанный выбор продукции, обеспечивающей наиболее сбалансированную защиту в широком диапазоне спектра. Кроме того, существует потребность в предотвращении потемнения кожи, вызванного UVA-излучением, даже без солнечного ожога. Значение показателя UVA-PF продукции позволяет получить информацию о степени защиты, обеспечиваемой именно в UVA-части спектра, независимо от значений SPF.

Метод испытания, изложенный в настоящем стандарте, большей частью основан на методе испытания *in vitro* UVA-PF, разработанном COLIPA.

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 ПАРФЮМЕРНО-КОСМЕТИЧЕСКАЯ СОЛНЦЕЗАЩИТНАЯ

Метод определения величины защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А *in vitro*

Cosmetics sun protection.
Method for determining the value of the protective factor from ultraviolet radiation of spectrum A *in vitro*

Дата введения — 2027—01—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения величины защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А *in vitro* (UVA-излучения) солнцезащитной продукции. Установленные требования позволяют определять спектральные характеристики поглощения для защиты от UVA воспроизводимым образом.

С целью определения соответствующих параметров защиты от UVA-излучения метод настоящего стандарта предусматривает построение кривой спектрального поглощения ультрафиолетового излучения, с помощью которой можно провести ряд вычислений и оценок. Они включают определение защитного фактора от ультрафиолетовых лучей спектра А (UVA-PF) [который коррелируется с UVA-PF *in vivo*, полученным в результате метода тестирования стойкого потемнения пигмента (PPD)], критической длины волны и линейной зависимости UVA-поглощения. Определение данных показателей требуется в том случае, если это предусмотрено национальным законодательством по маркировке солнцезащитной продукции. Метод настоящего стандарта основывается на использовании полученных результатов определения солнцезащитного фактора (SPF) *in vivo* для масштабирования кривой поглощения UV-излучения.

Настоящий стандарт не распространяется на порошкообразную продукцию, такую как компактная и рассыпчатая пудра.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте нормативные ссылки отсутствуют.

3 Термины, определения, символы и сокращения

3.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

ISO и IEC поддерживают терминологическую базу данных, используемую в целях стандартизации, по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра стандартов ISO: gost.e-ecolog.ru ;
- Электропедия IEC: gost.e-ecolog.ru .

3.1.1 **ультрафиолетовое излучение;** UV-излучение (UV; ultraviolet radiation): Электромагнитное излучение в диапазоне длин волн от 290 до 400 нм.

3.1.2 **ультрафиолетовое излучение спектра В;** UVB-излучение (UVB; ultraviolet B): Электромагнитное излучение в диапазоне длин волн от 290 до 320 нм.

Издание официальное

3.1.3 **ультрафиолетовое излучение спектра А;** UVA-излучение (UVA; ultraviolet A): Электромагнитное излучение в диапазоне длин волн от 320 до 400 нм.

Примечание — UVA II = 320—340 нм; UVA I = 340—400 нм.

3.1.4 **спектральное поглощение *ai* (λ)** (spectral absorbance; *ai* (λ)): Десятичный логарифм величины, обратной спектральному коэффициенту внутреннего пропускания, *ai* (λ) = −log10 ti (λ).

Примечание — В контексте настоящего стандарта используется поглощение или пропускание солнцезащитной продукции.

3.1.5 **интенсивность излучения *I*** (irradiance; *I*): Плотность потока излучения для определенного диапазона длин волн, приходящаяся на единицу площади и выраженная в Вт/м^2.

Примечание — От 290 до 400 нм — интенсивность излучения UVA + UVB; от 320 до 400 нм — интенсивность излучения UVA.

3.1.6 **спектральная плотность интенсивности падающего излучения *I* (λ)** (spectral irradiance; *I* (λ)): Интенсивность излучения (3.1.5) на единицу длины волны *I* (λ), выраженная в Вт/м^2/нм.

Примечание — Спектральная плотность интенсивности падающего излучения может относиться к исследованию PPD или SPF.

3.1.7 **спектрофотометр** (spectrophotometer): Оборудование для измерения свойств отражения или пропускания материала в зависимости от длины волны, ограниченной в настоящем стандарте ультрафиолетовым, видимым и коротким инфракрасным диапазонами.

3.1.8 **спектрорадиометр** (spectroradiometer): Прибор, предназначенный для измерения спектральной плотности источников света.

3.1.9 **радиометр** (radiometer): Прибор для измерения лучистого потока (мощности) электромагнитного излучения.

3.1.10 **эталонная солнцезащитная продукция** (product reference sunscreen): Солнцезащитная продукция, используемая для валидации метода испытаний.

3.1.11 **имитатор солнечного излучения** (solar simulator): Оборудование, используемое для имитации солнечного излучения и спектра.

3.1.12 **пластина; подложка** (plate, substrate): Материал, на который наносится испытуемая продукция.

3.2 Символы и сокращения

3.2.1 **защитный фактор от ультрафиолетового излучения спектра А, определенный методом *in vitro*;** UVA-PF (UVA-PF; *in vitro* ultraviolet A protection factor): Коэффициент защиты солнцезащитной продукции от UVA-излучения, который может быть получен математически при спектральном моделировании *in vitro*.

3.2.2 **солнцезащитный фактор *in vitro*;** $SPF_{in\ vitro}$ ($SPF_{in\ vitro}$; *in vitro* sun protection factor): Коэффициент защиты *in vitro* солнцезащитной продукции от солнечного излучения, вызывающего появление эритемы (покраснение кожи), вычисленный при спектральном моделировании.

3.2.3 **критическая длина волны λ*c*;** CWL (critical wavelength; CWL; λ*c*): Длина волны, при которой площадь под кривой поглощения составляет 90 % от общей площади под кривой в UV-области спектра.

Примечание — Рассчитано по спектральным данным.

3.2.4 **спектр эритемного действия *E* (λ)** (erythema action spectrum; *E* (λ)): Относительные воздействия источника излучения в отдельных спектральных диапазонах, приводящие к появлению эритемы.

3.2.5 **спектр действия PPD *P* (λ)** (PPD action spectrum; *P* (λ)): Относительные воздействия источника излучения в отдельных спектральных диапазонах, приводящие к стойкому потемнению пигмента.

4 Сущность метода

Метод основан на оценке коэффициента пропускания UV-излучения тонким слоем солнцезащитной продукции, распределенной по шероховатой подложке, до и после воздействия регулируемой дозой излучения, генерируемой определенным источником UV-излучения.

Из-за некоторых параметров, которые нельзя контролировать с помощью обычных тонкопленочных спектроскопических методов, каждый набор данных о коэффициенте пропускания солнцезащитной

продукции математически коррелируется таким образом, чтобы данные определения SPF *in vitro* были такими же, как и при измерении значения SPF методом *in vivo*. Поскольку при применении метода *in vivo* может потребоваться учет этических факторов, можно использовать любой альтернативный метод определения SPF, опубликованный как метод ISO.

Затем образцы подвергают воздействию определенной измеренной дозы UV-излучения для определения характеристик фотостабильности исследуемой продукции.

Получающиеся в результате данные спектрального поглощения показывают, что они являются полезными для представления защитных свойств тестируемой солнцезащитной продукции от UVA-излучения. Процедура математического моделирования была получена эмпирическим путем, чтобы установить соотношение с результатами, получаемыми методом *in vivo* (стойкое потемнение пигмента) с участием человека.

5 Аппаратура

5.1 Технические требования к спектрофотометру

Диапазон длин волн спектрофотометра должен охватывать диапазон 290–400 нм. Шаг увеличения длины волны должен составлять 1 нм.

Спектрофотометр, не оснащенный монохроматором, после испытуемого образца должен быть оборудован режекторным фильтром, подавляющим флуоресценцию.

Входные оптические компоненты спектрофотометра должны быть рассчитаны для рассеянного света и/или концентрирования рассеянного излучения, проходящего через шероховатую подложку из полиметилметакрилата (PMMA), с нанесенным и без нанесенного слоя солнцезащитной продукции на ее поверхности. Размер диаметра входного порта спектрофотометра должен быть меньше размера светового пятна, измеряемого на уровне пробы (чтобы учесть рассеянный свет). Площадь каждого участка для считывания должна быть не менее 0,5 $см^2$ в целях уменьшения расхождений показаний и компенсации неоднородности слоя продукции. Длина волны должна быть установлена с точностью до 1 нм, что проверяется с помощью гольмийсодержащего фильтра (см. приложение А). Способность прибора точно измерять поглощение ограничена его чувствительностью. В соответствии с приложением А минимальный требуемый динамический диапазон для данного метода составляет 2,2 единицы поглощения. Максимальное измеряемое поглощение должно быть в пределах динамического диапазона применяемого устройства. Если при проведении измерений получают кривую поглощения, которая выходит за верхний предел спектрофотометра, продукция должна пройти испытания повторно, используя прибор, обладающий более высокими чувствительностью и динамическим диапазоном.

Лампа спектрофотометра, применяемая при измерении коэффициента пропускания, должна испускать излучение с непрерывным спектром в диапазоне длин волн от 290 до 400 нм, а уровень интенсивности излучения должен быть достаточно низким, чтобы фотостабильность продукции не была сильно нарушена (для данных целей пригодной является ксеноновая лампа). Поэтому в течение одного цикла испытаний доза ультрафиолетового излучения не должна превышать 0,2 $Дж/см^2$.

Примечание — Спектрофотометр используют для измерения свойств поглощения солнцезащитной продукции, нанесенной на испытательные пластины. Спектрорадиометр используют для измерения спектрального распределения энергии и интенсивности UV-излучения источника или спектрофотометра при измерении поглощения солнцезащитной продукции на испытательной пластине.

В сочетании с UV-источником спектрорадиометр может обеспечивать получение результатов, аналогичных для спектрофотометра.

5.2 Калибровка спектрофотометра

Спектрофотометр необходимо проверять через постоянные интервалы времени (рекомендуемая периодичность проверки — каждый месяц) путем измерения эталонных материалов.

Проверку проводят согласно приложению А, контролируя:

- динамический диапазон спектрофотометра;
- линейность спектрофотометра;
- точность длины волны.

5.3 Калибровка источника UV-облучения

Спектральная плотность интенсивности падающего излучения на плоскости экспонирования источника UV-облучения, который используется для облучения (с учетом любой фотонестабильности),

должна быть по своему значению как можно ближе к интенсивности излучения на уровне земли при стандартном положении солнца в зените [1]. Как определено COLIPA [2], стандартный источник солнечного излучения имеет общую интенсивность излучения от 51,4 до 63,7 Вт/м^2 и соотношение интенсивности излучения UVA:UVB от 16,9 до 17,5. Поэтому интенсивность ультрафиолетового излучения должна находиться в следующих допустимых пределах, измеренных на расстоянии от образца.

Таблица 1 — Технические характеристики источника UV-облучения

Характеристики источника UV-облучения, измеряемые спектрорадиометром	
Общая интенсивность UV-излучения (290—400 нм)	40—200 Вт/м^2
Соотношение интенсивности UVA- [a] и UVB-излучения [b]	11:22
[a] 320—400 нм. [b] 290—320 нм.	

В случае источников UV-излучения с широким пучком спектры под пучком лучей должны быть записаны по крайней мере в пяти разных местах (место определяется для каждой пластины), чтобы учесть однородность.

Однородность должна составлять ≥ 90 %, что вычисляется по формуле (1)

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

где U — однородность в процентах;

$\overline{X}$ — среднее значение.

Если однородность составляет менее 90 %, необходимо отрегулировать оптические компоненты или выполнить соответствующую корректировку для учета различной интенсивности излучения во время воздействия на каждую пластину.

Источник UV-облучения должен поддерживать температуру испытуемых образцов в пределах от 27 °C (±2 °C) до 32 °C (±2 °C). Важно, чтобы была измерена температура непосредственно пробы на пластине, а не только температура окружающего воздуха. Поэтому измерение температуры должно проводиться на уровне пластины.

Для поддержания образцов при требуемой температуре следует использовать систему фильтров, которая особенно снижает инфракрасное излучение для достижения заданного диапазона температур. Охлаждающие лотки для пластин с образцами или вентиляторы должны использоваться для поддержания температуры ниже 32 °C (±2 °C), а нагревательные устройства — для поддержания температуры образцов на уровне 27 °C (±2 °C) или выше.

Измерения должны проводиться с использованием датчика, который является прослеживаемым по отношению к национальному или международному калибровочному эталону в пределах диапазона использования.

5.4 Контроль источника UV-облучения

UV-облучение источника, воздействующего на испытуемые образцы, должно проверяться на соответствие установленным допустимым пределам квалифицированным специалистом не реже, чем через каждые 12 мес, или после 2500 ч работы лампы. Проверка должна проводиться с помощью спектрорадиометра, откалиброванного посредством стандартного источника света, имеющего прослеживаемость к национальному или международному калибровочному эталону. В дополнение к проверке с помощью спектрорадиометра следует проверять интенсивность UV-облучения источника перед каждым использованием. Данная проверка может проводиться с помощью спектрорадиометра либо радиометра, чувствительного к UVA-излучению, откалиброванного для такого же спектра источника UV-облучения, какой используется при проведении испытания на стадии экспонирования, применяя калибровочный коэффициент для корректировки расхождений показаний UVA-радиометра и образцового спектрорадиометра.

5.5 Калибровка UVA-радиометра, используемого для контроля облучения испытуемого образца

UVA-радиометр (в случае его использования) должен быть соответствующим образом откалиброван. Для этого необходимо, чтобы он был откалиброван по результатам измерения UVA-излучения спектрорадиометром, который используется для измерения источника облучения (как при ежегодной калибровке имитатора солнечного излучения).

Калибровка должна проводиться в диапазоне UVA-излучения (от 320 до 400 нм) в соответствии с приложением B и на том же уровне, как при экспонировании испытательных пластин. После проведения калибровки с использованием спектрорадиометра UVA-радиометр может использоваться для определения доз ультрафиолетового излучения, которыми будут воздействовать во время ежедневных процедур облучения.

5.6 Подложка/пластина

Подложка/пластина — это материал, на который наносят солнцезащитную продукцию. В данном методе применяют PMMA-пластины, имеющиеся в продаже, одна сторона которых является шероховатой. Размер пластин должен быть выбран таким образом, чтобы площадь нанесения продукции была не менее 16 $см^2$.

Технические характеристики и подготовка пластин данного типа ([9], [18]) описаны в приложении D.

6 Проведение испытания

6.1 Описание процедуры испытания

6.1.1 Проводят калибровку и проверку испытательного оборудования, в том числе спектрофотометра, используемого для измерения коэффициента пропускания/поглощения, и UVA-радиометра (или спектрорадиометра), используемого для измерения UV-излучения источника, а также проверяют коэффициент пропускания испытательных пластин, как описано в приложении D.

6.1.2 Проводят измерения пластины, обработанной глицерином или вазелином (Vaseline®)[1)] для контрольной холостой пробы, результаты которых будут использоваться при последующих измерениях поглощения.

6.1.3 До измерения интенсивности UV-излучения проводят определение поглощения *in vitro* солнцезащитной продукции, нанесенной на PMMA-пластину. Получают исходный спектр mAF с помощью данных A_0 (λ), где mAF (= 10^A).

6.1.4 Проводят аналитическое уравнивание исходного спектра UV-поглощения, используя коэффициент C (см. формулу (2) вычислений по 6.7.2) для достижения SPF *in vitro* (без дозы UV), равного измеренному статическому SPF, рассчитанному методом *in vivo*. Исходный UVA-PF_0 рассчитывают, используя A_0 (λ) и C. Для каждой пластины рассчитывают однократную дозу UV-облучения D, равную 1,2 × UVA-PF_0 в $Дж/см^2$.

6.1.5 Воздействуют рассчитанной дозой (D) UV-облучения на тот же образец, что и в 6.1.3.

6.1.6 Измеряют поглощение испытуемой солнцезащитной продукции методом *in vitro* после воздействия UV-излучением. Получают второй UV-спектр со значениями *A* (λ).

6.1.7 Проводят аналитическое уравнивание второго спектра поглощения (после воздействия UV-излучением) путем умножения на коэффициент C, предварительно определенный согласно 6.1.4. Полученная в результате кривая поглощения представляет собой окончательные скорректированные значения поглощения.

6.2 Калибровка оборудования и проверка пластин для испытаний

Процедуры, описанные в приложении A, проводят для проверки точности установки длины волны, линейности и пределов диапазона поглощения спектрофотометра/спектрорадиометра, применяемого при проведении испытаний. Также должна проводиться проверка характеристик партии PMMA-пластин в соответствии с приложением D.

6.3 Измерения поглощения пластины

Сначала необходимо определить поглощение UV-излучения холостой PPMA-пластиной. Данную пластину подготавливают, распределяя несколько микролитров глицерина/вазелина по ее шероховатой стороне. Количество глицерина должно быть таким, чтобы глицерин полностью покрывал поверхность пластины (приблизительно 15 мкл для пластины размером 50 × 50 мм).

Следует избегать избыточного нанесения глицерина/вазелина. Измеряют поглощение этой холостой пластины и используют его в качестве базового значения для последующих измерений поглощения.

[1)] Vaseline® является примером подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация дана для удобства пользователей настоящего стандарта и не означает одобрения ISO названного продукта. Аналогичные продукты могут использоваться, если можно подтвердить, что они приводят к одинаковым результатам.

Измерения должны проводиться на пластинах того же типа, что и пластины, используемые для продукции (полученные в процессе литья или после пескоструйной обработки) из одной и той же партии.

Примечание — Многие спектрофотометры имеют функции базового значения и автоматически учитывают данное базовое значение в вычислениях при последующих измерениях поглощения.

6.4 Нанесение проб

Солнцезащитную продукцию определенной массы наносят на шероховатую сторону ранее не использовавшейся PMMA-пластины (пластину располагают шероховатой стороной вверх), при расходе 1,3 мг/см^2 (±1,6 %) для пластин, полученных в процессе литья, и 1,2 мг/см^2 (±1,5 %) для пластин после пескоструйной обработки.

Для обеспечения точности и воспроизводимости дозы площадь поверхности нанесения должна быть не менее 16 см^2.

Масса дозы может быть определена по разности масс пипетки до и после нанесения продукции; или масса дозы может быть рассчитана исходя из определенного объема испытуемой продукции и ее плотности. При возможности для данной цели должны быть использованы автоматические пипетки вытеснительного типа.

Пластины должны быть взвешены после этапа нанесения любой нелетучей продукции.

Солнцезащитная продукция наносится в виде не менее двенадцати маленьких капель приблизительно одинакового объема, равномерно распределенных по всей поверхности пластины.

Не рекомендуется применять резиновый напальчник для нанесения продукции на пластину.

Кончик пальца, которым наносят продукцию на пластину, окунают в испытуемую продукцию, затем удаляют ее избыток, аккуратно вытирая палец, перед тем, как нанести продукцию на пластину. Кончик пальца, используемого для нанесения, необходимо очищать перед нанесением продукции другого наименования.

Нанесение продукции и взвешивание не должны занимать более 30 с.

Первая испытуемая пластина не должна использоваться для всех измерений, она используется для корректировки количества.

После нанесения солнцезащитной продукции на поверхность пластины ее сразу же необходимо распределить по всей поверхности кончиком пальца легкими мазками или механическим устройством.

Продукцию распределяют в два этапа:

Сначала необходимо распределить продукцию по всей площади пластины, используя круговые движения с минимум четырьмя проходами от верха до низа пластины. В конце первого прохода необходимо сделать поворот пластины (¼ оборота) для чередования проходов с минимальным давлением и повторить это движение не менее трех раз (около 30 с).

Затем продукцию втирают в поверхность пластины чередующимися горизонтальными и вертикальными мазками, повторяя не менее трех раз попеременные проходы с умеренным, но повышенным давлением. Второй этап должен длиться около 30 с при повышенном умеренном давлении.

Для спиртсодержащей или масляной продукции процесс приготовления образцов происходит следующим образом:

Сначала необходимо распределить средство по всей площади пластины, используя круговые движения с минимум четырьмя проходами от верха до низа пластины. В конце первого прохода необходимо сделать поворот пластины (¼ оборота) для чередования проходов с минимальным давлением и повторить это движение не менее трех раз (около 20—25 с).

Затем продукцию втирают в поверхность пластины чередующимися горизонтальными и вертикальными мазками, повторяя не менее двух раз попеременные проходы с умеренным, но повышенным давлением. Второй этап должен длиться около 20 с при повышенном умеренном давлении.

Для всех видов продукции обработанные пластины должны быть высушены в течение от 30 до 60 мин в темноте при температуре, при которой будет проводиться UV-облучение (т. е. если воздействие источника UV-излучения будет осуществляться при 30 °C, то температура сушки также должна составлять 30 °C; или если воздействие источника UV-излучения будет при 27 °C, то температура сушки также должна составлять 27 °C).

Аэрозольная продукция, поставляемая в баллоне под давлением, должна быть сначала дегазирована путем прокола очень маленького отверстия в баллоне, чтобы сбросить все давление, а затем выдержана в течение не менее 24 ч при комнатной температуре, прежде чем получить доступ к жидкости для испытания.

6.5 Измерения поглощения пластины с нанесенной продукцией

Пластину с нанесенной продукцией помещают на оптическом пути источника излучения спектрофотометра, поглощение UV-излучения образца определяется для каждой длины волны в диапазоне от 290 до 400 нм с шагом 1 нм. Поглощение каждой пластины может определяться один или несколько раз (при необходимости), в последнем случае за результат определения принимают среднее арифметическое значение всех измерений.

6.6 Количество определений

Для установления защитных свойств испытуемой продукции испытанию подвергают не менее четырех пластин с нанесенной солнцезащитной продукцией. Дополнительные пластины с продукцией следует использовать, если 95 %-ный доверительный интервал (CI) превышает 17 % от среднего значения величины UVA-PF, до тех пор, пока 95 %-ный CI не станет меньше 17 % от среднего значения UVA-PF. Методика вычислений приведена в приложении F.

6.7 Определение исходного значения SPF ($SPF_{in\ vitro,0}$), значения C, исходного значения UVA-PF ($UVA\text{-}PF_0$) и дозы UV-облучения

6.7.1 Определение исходного SPF методом *in vitro* ($SPF_{in\ vitro,0}$)

Спектр источника UV-излучения имитатора солнечного излучения $I(\lambda)$ (см. приложение C) умножают на соответствующее значение чувствительности спектра эритемного воздействия $E(\lambda)$ (см. приложение C) на данной длине волны для получения на этой длине волны эффективной энергии, которая вызывает солнечный ожог. Полученную интенсивность излучения, вызывающую солнечный ожог, интегрируют в диапазоне длин волн от 290 до 400 нм. Значение коэффициента пропускания солнцезащитной продукции для каждой длины волны умножают на эффективную эритемную энергию при данной длине волны и интегрируют в том же диапазоне, чтобы получить эффективную энергию, которая при прохождении через испытуемую продукцию будет приводить к солнечному ожогу. Отношение этих двух интегралов представляет собой рассчитанное *in vitro* значение SPF.

$SPF_{in\ vitro}$ вычисляют по формуле (2)

$$SPF_{in\ vitro,\ 0} = \frac{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-A_0(\lambda)}\cdot d\lambda}, \quad (2)$$

где $E(\lambda)$ — спектр эритемного действия [1] (см. приложение C);

$I(\lambda)$ — спектральная плотность интенсивности падающего излучения, полученная от источника UV-излучения (SSR для определения SPF) (см. приложение C);

$A_0(\lambda)$ — среднее значение поглощения монохроматического излучения слоем испытуемой продукции, определенное до воздействия на нее UV-излучением;

$d\lambda$ — шаг длины волны (1 нм).

Примечание — Данное рассчитанное значение SPF не может быть использовано ни как ожидаемое значение SPF, ни как результат SPF *in vitro*.

6.7.2 Определение значения C

Значения исходной кривой поглощения умножают на скалярную величину C до тех пор, пока рассчитанные *in vitro* значения SPF не будут равны измеренным *in vivo* значениям SPF. Могут использоваться средние значения SPF, определенные *in vivo*, полученные из значений SPF при скрининговых испытаниях (не менее 5 подходящих субъектов) или при полных испытаниях (не менее чем 10 подходящих субъектов), при проведении которых применялся опубликованный метод ISO.

Экстраполяция по результатам скрининга возможна, если конечное (полное) испытание имеет SEM (стандартная ошибка среднего значения) не более 3,8, а изменчивость значений SPF, определенных *in vivo*, не превышает 17 %.

Поскольку метод *in vivo* может вызывать вопросы этического характера, может применяться любой альтернативный метод определения SPF, опубликованный в качестве метода ISO.

Это достигается в процессе повторяющихся вычислений. Значения исходного поглощения, умноженные на величину C, составляют скорректированную кривую поглощения солнцезащитной продукции, которая используется для определения значения исходного UVA-PF_0 и дозы облучения. Формула (3) приведена для вычисления скорректированного SPF *in vitro* ($SPF_{in\ vitro,adj}$) и определения поправочного коэффициента C

$$SPF_{in\ vitro,\ adj} = \frac{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-A_0(\lambda)C}\cdot d\lambda}, \quad (3)$$

где $E(\lambda)$, $I(\lambda)$, $A_0(\lambda)$ и $d\lambda$ — см. пояснения к формуле (2).

Данные вычисления основаны на законе Ламберта — Бера, применимом только к идеальным растворам. Несмотря на то что солнцезащитная продукция, распределенная тонкой пленкой, не проявляет свойств идеального раствора, было доказано, что в данном конкретном случае можно использовать для вычислений формулу (2), [10], [11].

Как для испытуемой, так и для эталонной солнцезащитной продукции S2 или P8 значение C должно находиться в пределах от 0,6 до 1,6 для достоверной интерпретации, а кривые поглощения не должны иметь искажений (см. приложение G). Если оно выходит за пределы этого диапазона, пластина исключается и подготавливается новая пластина, при этом требуется:

- адаптация процедуры нанесения при соблюдении всех требований по нанесению;
- увеличение температуры при соблюдении всех температурных требований;
- замена типа пластины при соблюдении всех характеристик подложки/пластины.

6.7.3 Определение исходного значения защитного фактора UVA перед началом воздействия UV-излучением ($UVAPF_0$)

Исходное значение UVA-PF_0 вычисляют с целью определения дозы воздействия UV-излучением. Вычисления аналогичны вычислениям при определении исходного $SPF_{in\ vitro}$. Интенсивность спектра источника UVA-излучения $I(\lambda)$ (см. приложение C) для каждой длины волны умножают на значение чувствительности спектра при определении стойкого потемнения пигмента $P(\lambda)$ для получения энергии, вызывающей потемнение пигмента при данной длине волны. Полученная в результате интенсивность излучения, вызывающая потемнение пигмента, интегрируется в диапазоне длин волн от 320 до 400 нм. Значения исходного поглощения испытуемой продукции при каждой длине волны используют для вычисления эффективной интенсивности для каждой длины волны, чтобы получить результирующую энергию, вызывающую потемнение пигмента, пропускаемую через испытуемую продукцию, согласно формуле (4). Отношение этих двух интегралов представляет собой исходное значение UVA-PF_0 *in vitro*

$$UVA\text{-}PF_0 = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-A_0(\lambda)}\cdot d\lambda}, \quad (4)$$

где $P(\lambda)$ — спектр действия PPD (см. приложение C);

$I(\lambda)$ — спектральная плотность интенсивности падающего излучения, полученная от источника UVA-излучения (UVA от 320 до 400 нм для определения PPD) (см. приложение C);

$A_0(\lambda)$ — среднее поглощение монохроматического излучения слоем испытуемой продукции до воздействия на нее UV-излучением;

C — поправочный коэффициент, предварительно определенный по формуле (3);

$d\lambda$ — шаг длины волны (1 нм).

6.7.4 Определение дозы UV-облучения

Доза UV-облучения D — это значение UVA-PF_0, умноженное на коэффициент 1,2, Дж/см^2, согласно формуле (5)

$$D = UVA\text{-}PF_0 \cdot 1{,}2. \quad (5)$$

Образец обрабатывают полным спектром UV-излучения, но доза определяется только UVA-частью спектра. Доза предварительного излучения должна быть ограничена максимальным значением 36 Дж/см^2 (для определения UVA-PF$_0$ — максимальное значение 30 Дж/см^2).

Примечание — Коэффициент 1,2 Дж/см^2 получен в результате круговых межлабораторных испытаний, проведенных ISO [8].

6.8 Воздействие UV-излучением

Предупреждение — Персонал, работающий с данной системой облучения, должен быть соответствующим образом защищен от воздействия UV-излучением (очки, перчатки и т. д.).

Подвергают воздействию UV-излучением пластины с испытуемой продукцией. Во время воздействия температура образцов должна поддерживаться в диапазоне от 27 °C (±2 °C) до 32 °C (±2 °C) и быть равной температуре, при которой проводился процесс сушки. Пластины из PMMA должны быть закреплены выше неотражающего UV-фона, обусловленного каждой пластиной, чтобы уменьшить обратное экспонирование. Необходимо убедиться, что источник UV-излучения не отключается при размещении образцов под лампой (в случае отключения, при перезапуске, обеспечивают такое же испускаемое излучение, какое было до выключения лампы).

После UV-облучения повторно измеряют поглощение испытуемых образцов в тех же местах, где проводились измерения поглощения до воздействия UV-излучением, как в 6.5. Окончательные значения поглощения равны наблюдаемым значениям поглощения после воздействия UV-излучением, умноженным на значение C, определенное по формуле (3).

См. формулу (6)

$$A_f(\lambda) = A_e(\lambda) \cdot C, \tag{6}$$

где A_e — среднее поглощение монохроматического излучения слоем испытуемой продукции после воздействия на нее UV-излучением;

A_f — окончательное среднее монохроматическое поглощение испытуемой продукции.

6.9 Вычисление значения UVA-PF пластин после UV-облучения образца

UVA-PF вычисляют по формуле (7) для каждой отдельной пластины, используя результат однократного испытания пластины или среднее значение нескольких результатов испытаний данной пластины.

$$\text{UVA-PF} = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \cdot I(\lambda) \cdot d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \cdot I(\lambda) \cdot 10^{-A_e(\lambda)C} \cdot d\lambda}, \tag{7}$$

где $P(\lambda)$ — спектр действия PPD (см. приложение C);

$I(\lambda)$ — спектральная плотность интенсивности падающего излучения, полученная от источника UVA-излучения (UVA от 320 до 400 нм для определения PPD) (см. приложение C);

$A_e(\lambda)$ — среднее поглощение монохроматического излучения слоем испытуемой продукции после воздействия на нее UV-излучением;

C — поправочный коэффициент, предварительно определенный по формуле (3);

$d\lambda$ — приращение длины волны (с шагом 1 нм).

6.10 Определение критической длины волны пластин после UV-облучения образца

Критическая длина волны λc — это длина волны, при которой площадь под кривой поглощения составляет 90 % от общей площади под кривой в UV-области спектра. Математически это выражается формулой (8)

$$\int_{\lambda=290}^{\lambda c} A_e(\lambda) \cdot d\lambda = 0{,}9 \cdot \int_{\lambda=290}^{\lambda=400} A_e(\lambda) \cdot d\lambda, \tag{8}$$

где $A_e(\lambda)$ — среднее значение поглощения при каждой длине волны после воздействия UV-излучением;

$d\lambda$ — интервал длины волны между измерениями.

Критическая длина волны выражается целым числом (выделенной целой частью числа) в нанометрах (нм).

Другие параметры защиты могут быть вычислены с использованием окончательной кривой поглощения (см. 6.9) по усмотрению.

7 Обработка результатов испытаний с помощью электронных таблиц

Вычисления, приведенные в формулах 2—8, могут выполняться автоматически с помощью электронной таблицы «ISO 24443 — UVA Calculation.xls», приведенной на сайте gost.e-ecolog.ru iso/24443/ed-2/en, посредством следующих операций.

7.1 В разделе «Как использовать» («How to use») кратко описано использование данной электронной таблицы.

7.2 Вводят дату, данные, идентифицирующие оператора, продукцию и партию, определенный SPF испытуемой продукции, тип спектрофотометра, тип пластины и номер партии, тип устройства для UV-облучения, исходную интенсивность излучения источника UVA-облучения, а также поправочный коэффициент интенсивности излучения «Y» (см. приложение В) в ячейки желтого цвета электронной таблицы на вкладке «SPF AND PPD».

7.3 Измеряют и вводят данные спектра mAF (от 290 до 400 нм) для каждого необлученного образца пластины в соответствующее место на вкладке электронной таблицы под названием «RAW mAF Data».

7.4 Возвращаются на вкладку «SPF AND PPD» и нажимают кнопку «ADJUSTMENT: “C” CALCULATION» для расчета коэффициента C, после чего для каждой отдельной пластины записывается интенсивность UV-облучения и время воздействия.

7.5 Воздействуют излучением на пластину с нанесенной солнцезащитной продукцией в течение заданного времени для получения соответствующей дозы UV-облучения для каждой пластины.

7.6 Измеряют поглощение каждой отдельно взятой облученной пластины. Измерения, проводимые после UV-облучения, должны проводиться на том же месте (или местах), где проводились измерения поглощения до воздействия UV-излучением.

7.7 Вводят результаты испытаний mAF после воздействия UV-излучением для каждой пластины в соответствующие ячейки электронной таблицы на вкладке «RAW mAF Data».

7.8 Когда введение всех данных для первых четырех пластин будет завершено, появится вкладка таблицы «SPF AND PPD», в которой будут представлены обобщенные результаты для испытуемого образца. Если значение UVA-PF при 95 % CI составляет менее 17 % от среднего значения UVA-PF, дополнительных пластин не требуется, а окончательные результаты будут представлены в графической форме и в виде таблиц. В противном случае должны быть добавлены дополнительные образцы, как указано выше, пока не будет обеспечено соответствие критерию испытания.

8 Эталонная солнцезащитная продукция

8.1 Эталонная солнцезащитная продукция S2

Контроль метода проводят посредством эталонной солнцезащитной продукции. Для этой цели должна быть использована эталонная солнцезащитная продукция S2, описанная в приложении Е. Результаты испытаний UVA-PF эталонной продукции S2 должны находиться в пределах диапазона, указанного ниже (см. таблицу 2), определенного при проведении испытаний *in vivo*, в противном случае испытание считается недействительным и его следует повторить. SPF, равный 16, должен использоваться в качестве значения SPF *in vivo* для эталонной продукции S2 при дальнейших вычислениях.

Таблица 2 — Предельные значения результатов испытания UVA-PF

Параметр	Нижнее предельное значение	Верхнее предельное значение
UVA-PF	10,7	14,7
CWL (нм)	378	382

Периодичность испытаний эталонной продукции S2 должна составлять один раз в месяц, так же как и для калибровки спектрофотометра.

8.2 Эталонная солнцезащитная продукция P8

Контроль метода проводят посредством эталонной солнцезащитной продукции. Для этой цели должна быть использована эталонная солнцезащитная продукция P8, описанная в приложении E, когда ожидаемое значение UVA-PF составляет 20 или более. Результаты испытаний UVA-PF эталонной продукции P8 должны находиться между верхним и нижним предельными значениями диапазона, указанного ниже, определенного при проведении испытаний *in vivo*, в противном случае испытание считается недействительным и его следует повторить. SPF, равный 63,1, должен использоваться в качестве значения SPF *in vivo* для эталонной продукции P8 при дальнейших вычислениях.

Таблица 3 — Предельные значения результатов испытания UVA-PF

Параметр	Нижнее предельное значение	Верхнее предельное значение
UVA-PF	19,1	23,1
CWL (нм)	378	381

Периодичность испытаний эталонной продукции P8 должна составлять один раз в месяц, так же как и для калибровки спектрофотометра.

9 Протокол испытания

Протокол испытания по определению спектра поглощения солнцезащитной продукции должен содержать следующую информацию:

a) описание используемого оборудования, указание его изготовителя и модели со сводными данными о системе калибровки, приведенными в настоящем стандарте в соответствии с форматом, указанным в A.6;

b) калибровочный коэффициент Y, используемый для корректировки результатов измерения UVA-радиометра с результатами измерения источника облучения стандартным спектрорадиометром (см. 5.5 и B.3.10);

c) сведения об изготовителе пластин и номере (коде) партии, а также характеристика профиля, как определено в приложении D;

d) среднее значение поглощения UV-излучения для каждой длины волны в заданном диапазоне длин волн (шаг длины волны 1 нм) испытуемого образца (может быть предусмотрена графа для значения поглощения до и после воздействия UV-излучением);

e) указание об измеренном методом *in vivo* солнцезащитном факторе (SPF), используемом для вычислений, с указанием метода (скрининг или полное испытание);

f) постоянную C;

g) интенсивность UVA-излучения (Вт/м^2) и среднюю дозу UVA-излучения, используемую для облучения испытуемого образца;

h) исходные данные об эталонной солнцезащитной продукции S2/P8 с указанием даты проведения ее испытания;

i) идентификационные данные испытуемой продукции и дату проведения испытания;

j) информацию о лице, проводившем испытание;

k) среднее значение UVA-PF$_0$ и среднее значение UVA-PF, выраженное до одного десятичного знака (округленное), со стандартным отклонением, 95 % CI и 17 % от среднего значения;

l) критическую длину волны, выраженную целым числом (выделенной целой частью числа) в нанометрах (нм);

m) индивидуальные данные для каждой пластины;

n) могут быть представлены результаты дополнительных вычислений, полученных на основании значений поглощения [см. перечисление d)].

Приложение А
(обязательное)

Калибровка спектрофотометра и испытание на пропускание пластины

А.1 Общие положения

В данном приложении установлены требования к точности длины волны, линейности и динамическому диапазону UV-спектрофотометра. Для большей ясности и в целях стандартизации формата протокола электронная таблица приведена на сайте gost.e-ecolog.ru как часть настоящего стандарта.

А.2 Точность длины волны

А.2.1 Гольмиевый оксидный фильтр

Толщина фильтра не должна превышать 3 мм, содержание оксида гольмия должно быть в количестве, достаточном для обеспечения абсолютной калибровки длины волны с использованием пика поглощения при длине волны, равной 361 нм.

А.2.2 Метод

А.2.2.1 На вкладке «Как использовать» («How to use») кратко описано использование электронной таблицы «ISO 24443 — UV Spectcalib.xls», приведенной на сайте gost.e-ecolog.ru

А.2.2.2 Вводят дату, данные, идентифицирующие оператора, модель UV-анализатора, поставщика и серийный номер, модель гольмиевого оксидного фильтра, поставщика и номер партии в электронную таблицу испытаний (желтые ячейки на вкладке «Spectro Control».

А.2.2.3 Помещают гольмиевый оксидный фильтр на пути образца и измеряют поглощение излучения в диапазоне от 290 до 400 нм. Проводят измерения относительно воздуха на оптическом пути холостого образца. Измерение повторяют трижды. Накапливают данные и значения поглощения переносят на вкладку «Manual Data» электронной таблицы, ячейки C8–E118. Результаты автоматически отобразятся в сводном листе калибровки системы, приведенном на сайте gost.e-ecolog.ru (см. рисунок А.2), и будут аналогичны результатам, показанным на рисунке А.1.

А.2.2.4 Отклонения измеренной полосы от эталонного значения в UV-диапазоне прибора не должны превышать 1 нм. Пример спектра калибровки показан на рисунке А.1 ниже. Зарегистрированная длина волны пика должна быть 360, 361 или 362 нм либо прибор должен быть откалиброван для получения одного из данных значений длин волн.

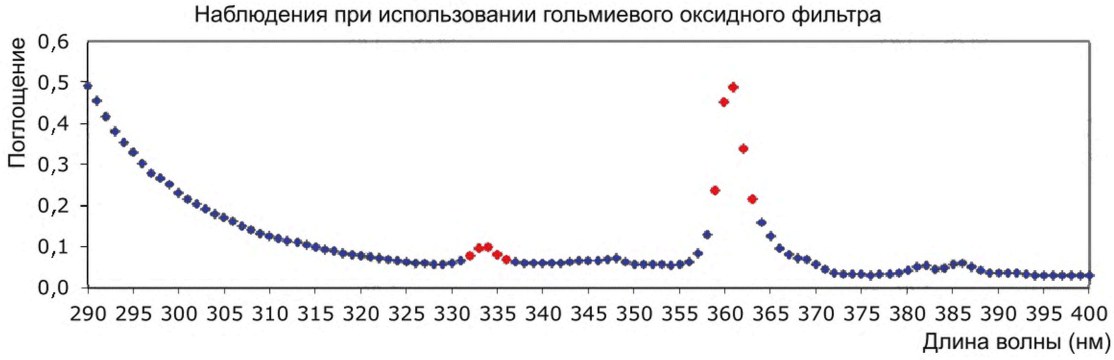


Рисунок А.1 — При установке гольмиевого оксидного фильтра

А.3 Линейность

А.3.1 Стандартные пластины

Пластины вырезают из большого листа UV-стабилизированного полиметилметакрилата (PMMA) (обеспечивающего одинаковые оптические свойства для каждой пластины). Пластины изготавливают таким образом, чтобы соответствовать спектрам поглощения наиболее распространенной солнцезащитной продукции. Процесс литья позволяет обеспечивать достаточно однородное распределение UV-поглощающего материала по отношению к пленке испытуемой эмульсии, наносимой вручную.

Благодаря стабильному и стандартизованному поглощению, а также свойствам диффузного рассеяния данные пластины очень удобны в качестве стандартных эмульсий, используемых для проверки и сравнения приборов, используемых для определения степени UV-защиты методом *in vitro*, для внутри- и межлабораторных целей.

Выбирают две прозрачные UV-стабилизированные PMMA-стандартные пластины. Пик поглощения этих стандартных пластин при длине волны 340 нм должен быть в пределах 1,1 и 1,5 единиц поглощения (AU). Обозначают первую пластину как слайд А, а вторую — как слайд В.

А.3.2 Оценка линейности

А.3.2.1 На вкладке «Как использовать» («How to use») кратко описано использование электронной таблицы «ISO 24443 — UV Spectcalib.xls», приведенной на сайте gost.e-ecolog.ru

А.3.2.2 Вводят дату, данные, идентифицирующие оператора, модель UV-анализатора, поставщика и серийный номер, модель пластин, поставщика и номер партии в электронную таблицу (желтые ячейки на вкладке «Spectro Control». Помещают слайд А на оптическом пути UV-спектрофотометра. Проводят измерение относительно воздуха на незаполненном оптическом пути. Проводят измерения в двух повторностях и вводят данные в таблицу на вкладке «Manual Data», ячейки H8:I118.

А.3.2.3 Помещают слайд В на оптическом пути UV-спектрофотометра. Проводят измерение относительно воздуха на незаполненном оптическом пути. Проводят измерения в двух повторностях и вводят данные в таблицу на вкладке «Manual Data», ячейки J8:K118.

А.3.2.4 Помещают оба слайда (А и В) верхними шероховатыми сторонами друг к другу и измеряют комбинированное поглощение (при длине волн от 290 до 400 нм). Проводят измерения в двух повторностях и вводят данные в таблицу на вкладке «Manual Data», ячейки L8:M118.

А.3.2.5 Результаты автоматически появляются на вкладке «Spectro Control», в таблице «ISO 24443 — UV Spectcalib.xls», приведенной на сайте gost.e-ecolog.ru (см. рисунок А.2).

А.4 Определение предельного динамического диапазона поглощения

Электронная таблица «Spectcalib.xls», приведенная на сайте gost.e-ecolog.ru, также позволяет вычислить максимальный предельный диапазон поглощения спектрофотометра, основанный на отклонении результатов измерений двух пластин.

Если отклонение превышает 0,1 единицы оптической плотности, определяется предельный динамический диапазон и результаты автоматически появляются в сводном листе калибровки системы, приведенном в настоящем стандарте (см. рисунок А.2). Минимальный диапазон составляет 2,2 единицы оптической плотности.

А.5 Характеристика испытательных PMMA-пластин

А.5.1 Основные положения

Пластины из PMMA, используемые в качестве подложки при испытаниях солнцезащитной продукции, должны отвечать минимальным требованиям пропускания.

Пластина, полученная в процессе литья, должна иметь коэффициент пропускания > 60 % при 290 нм, > 69 % при 300 нм и > 81 % при 320 нм.

Пластина, подвергнутая пескоструйной обработке, должна иметь коэффициент пропускания > 72 % при 290 нм, > 75 % при 300 нм и > 81 % при 320 нм.

А.5.2 Метод

А.5.2.1 На вкладке «Как использовать» («How to use») кратко описано использование электронной таблицы «ISO 24443 — UV Spectcalib.xls», приведенной на сайте gost.e-ecolog.ru

А.5.2.2 Вводят дату, данные идентифицирующие оператора, модель UV-анализатора, поставщика и серийный номер, тип подложки, поставщика и номер партии в таблицу испытаний (желтые ячейки на вкладке «Plate Transmission»).

А.5.2.3 Устанавливают базовую линию UV-спектрофотометра с пустыми ячейками (без образца). Наносят кончиком пальца приблизительно 15 мг глицерина или модифицированного раствора глицерина/вазелина® на шероховатую поверхность пластины PMMA. Удаляют излишки глицерина/вазелина® кончиком пальца.

А.5.2.4 Устанавливают подготовленную пластину в позицию для измерений и измеряют в трех повторностях коэффициент пропускания (%) пластины. Записывают и вводят данные в таблицу на вкладке «Manual Data» в соответствующие ячейки R8:T118.

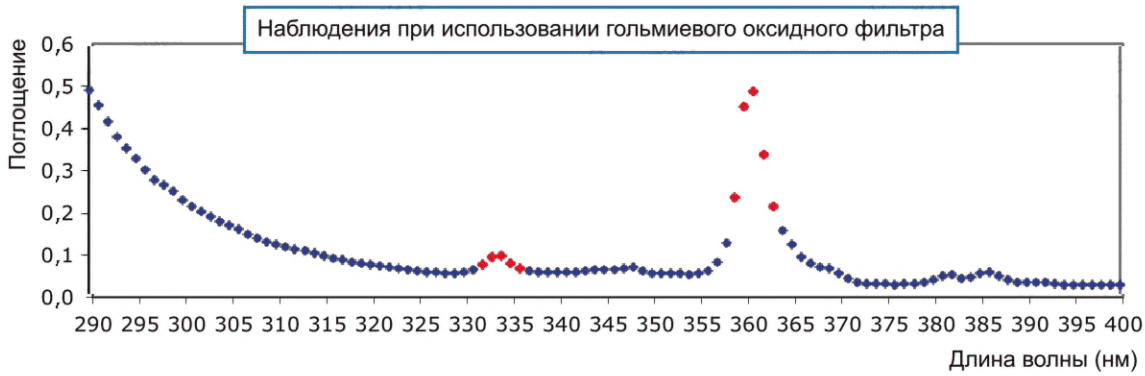
А.5.2.5 Результаты автоматически появляются во вкладке «Plate Transmission» в соответствии с типом подложки.

А.6 Запись результатов

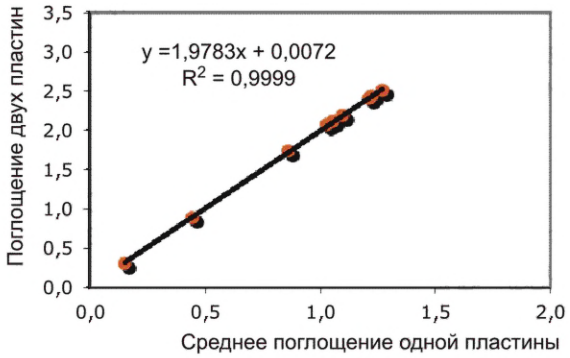
Результаты калибровки должны записываться в формате, указанном в электронной таблице «Summary».

	ПИК
Стандартная длина волны (нм)	361
Измененная длина волны (нм)	361
Пиковое значение	0,485
Предел +/-	0

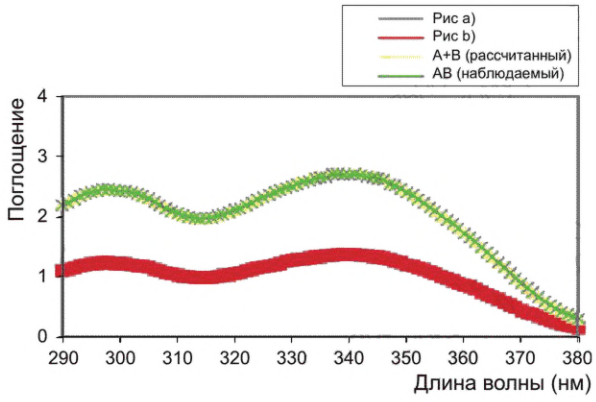
Результат
выдержал испытание



	Предел	Измерение	Результат
Аддитивность (DO)	2,2	2,71	Выдержал испытание
Линейность (%)	85	99,3	Выдержал испытание
Поглощение пластины (340 нм)	1,1–1,5	1,37	Выдержал испытание



a) Корреляция калибровочных PMMA-пластин по схеме «одна против двух»



b) Определение динамического диапазона

Рисунок А.2 — Сводный лист калибровки системы

Приложение В
(обязательное)

Калибровка радиометра по интенсивности излучения спектрорадиометра

В.1 Цель процедуры калибровки

Целью процедуры является калибровка радиометра, используемого для измерения источника UV-облучения, для получения точной дозы воздействия на этапе проверки фотостабильности в рамках протокола испытаний солнцезащитной продукции UVA *in vitro*.

В.2 Краткое описание процедуры

Измерение интенсивности излучения спектрорадиометра сначала проводится в UV-диапазоне источника излучения 290—400 нм. Перекрестно калиброванный датчик UVA-радиометра помещают в ту же позицию экспонирования, что и спектрорадиометр, и проводят измерение интенсивности излучения на плоскости экспонирования. Используя данные об интенсивности излучения спектрорадиометра, энергию на каждой длине волны с интервалом 1 нм интегрируют в диапазоне от 320 до 400 нм, чтобы получить интенсивность UVA-излучения спектрорадиометра. Интенсивность UVA-излучения спектрорадиометра делят на значение интенсивности излучения, измеренное с помощью UVA-радиометра, для получения коэффициента калибровки *Y*, который применяется для умножения всех последующих результатов измерений источника UVA-излучения, используемого в данной процедуре, UVA-радиометром.

В.3 Поэтапная процедура

В.3.1 Необходимо использовать спектрорадиометр с действующей калибровкой, прослеживаемой до национального или международного калибровочного эталона в диапазоне 290—400 нм.

В.3.2 Устанавливают базовую оптику спектрорадиометра в соответствующее положение в плоскости экспонирования испытуемых PMMA-пластин.

В.3.3 Включают источник UV-излучения и дают ему прогреться в течение не менее 20 мин.

В.3.4 Сканируют спектральную плотность интенсивности падающего излучения с помощью спектрорадиометра в диапазоне 290—400 нм, с последовательным увеличением длины волны на 1 нм.

В.3.5 Интегрируют спектральную плотность интенсивности падающего излучения в диапазоне от 320 до 400 нм для определения общей интенсивности UVA-излучения источника излучения спектрорадиометра в плоскости экспонирования образцов PMMA-пластин. Его обозначают — $IUVA_{spec}$.

В.3.6 Отводят датчик спектрорадиометра от источника излучения.

В.3.7 Помещают UVA-радиометр, подлежащий калибровке, в то же положение, что и спектрорадиометр, так, чтобы калибруемая контрольная матрица радиометра находилась в том же положении, что и базовая оптика спектрорадиометра, облучаемая источником UV-излучения.

В.3.8 Измеряют интенсивность излучения источника UVA-радиометром. Его обозначают — $IUVA_{rad}$.

В.3.9 Вычисляют коэффициент калибровки с помощью формулы (В.1)

$$Y = IUVA_{spec} / IUVA_{rad}. \quad (B.1)$$

В.3.10 Последующие результаты измерения источника UV-излучения с помощью UVA-радиометра умножают на коэффициент Y для получения скорректированной интенсивности UVA-излучения ($UVA_{cal,irr}$)

$$UVA_{cal,irr} = IUVA_{rad} \cdot Y. \quad (B.2)$$

В.3.11 Поправочный коэффициент калибровки *Y* можно ввести непосредственно в электронную таблицу испытания методом *in vitro* на UVA. Исходное значение радиометра (без учета поправочного коэффициента) также вводят в эту таблицу для вычисления скорректированной интенсивности UV-облучения.

Приложение С
(обязательное)

Значения, используемые для вычислений: спектры действия PPD, спектры эритемного действия, спектральная плотность интенсивности падающего излучения UVA и UV-SSR

Таблица С.1 — Спектры действия PPD, спектры эритемного действия, спектральная плотность интенсивности падающего излучения UVA и UV-SSR

Длина волны, нм	Спектр действия PPD	Спектр эритемного действия	Источник UV-SSR, Вт/м^2/нм	Источник UVA-облучения, Вт/м^2/нм
290	–	1,0000E+00	8,741E-06	–
291	–	1,0000E+00	1,450E-05	–
292	–	1,0000E+00	2,659E-05	–
293	–	1,0000E+00	4,574E-05	–
294	–	1,0000E+00	1,006E-04	–
295	–	1,0000E+00	2,589E-04	–
296	–	1,0000E+00	7,035E-04	–
297	–	1,0000E+00	1,678E-03	–
298	–	1,0000E+00	3,727E-03	–
299	–	8,0538E-01	7,938E-03	–
300	–	6,4863E-01	1,478E-02	–
301	–	5,2240E-01	2,514E-02	–
302	–	4,2073E-01	4,176E-02	–
303	–	3,3884E-01	6,223E-02	–
304	–	2,7290E-01	8,690E-02	–
305	–	2,1979E-01	1,216E-01	–
306	–	1,7701E-01	1,615E-01	–
307	–	1,4256E-01	1,989E-01	–
308	–	1,1482E-01	2,483E-01	–
309	–	9,2470E-02	2,894E-01	–
310	–	7,4473E-02	3,358E-01	–
311	–	5,9979E-02	3,872E-01	–
312	–	4,8306E-02	4,311E-01	–
313	–	3,8905E-02	4,884E-01	–
314	–	3,1333E-02	5,121E-01	–
315	–	2,5235E-02	5,567E-01	–
316	–	2,0324E-02	5,957E-01	–
317	–	1,6368E-02	6,256E-01	–
318	–	1,3183E-02	6,565E-01	–
319	–	1,0617E-02	6,879E-01	–

Продолжение таблицы С.1

Длина волны, нм	Спектр действия PPD	Спектр эритемного действия	Источник UV-SSR, Вт/м^2/нм	Источник UVA-облучения, Вт/м^2/нм
320	1,000E+00	8,5507E-03	7,236E-01	4,843E-06
321	9,750E-01	6,8865E-03	7,371E-01	8,466E-06
322	9,500E-01	5,5463E-03	7,677E-01	1,356E-05
323	9,250E-01	4,4668E-03	7,955E-01	2,074E-05
324	9,000E-01	3,5975E-03	7,987E-01	3,032E-05
325	8,750E-01	2,8973E-03	8,290E-01	4,294E-05
326	8,500E-01	2,3335E-03	8,435E-01	5,738E-05
327	8,250E-01	1,8793E-03	8,559E-01	7,601E-05
328	8,000E-01	1,5136E-03	8,791E-01	9,845E-05
329	7,750E-01	1,4125E-03	8,951E-01	1,215E-04
330	7,500E-01	1,3646E-03	9,010E-01	1,506E-04
331	7,250E-01	1,3183E-03	9,161E-01	1,811E-04
332	7,000E-01	1,2735E-03	9,434E-01	2,132E-04
333	6,750E-01	1,2303E-03	9,444E-01	2,444E-04
334	6,500E-01	1,1885E-03	9,432E-01	2,833E-04
335	6,250E-01	1,1482E-03	9,571E-01	3,186E-04
336	6,000E-01	1,1092E-03	9,663E-01	3,589E-04
337	5,750E-01	1,0715E-03	9,771E-01	3,980E-04
338	5,500E-01	1,0351E-03	9,770E-01	4,387E-04
339	5,250E-01	1,0000E-03	9,967E-01	4,778E-04
340	5,000E-01	9,6605E-04	9,939E-01	5,198E-04
341	4,938E-01	9,3325E-04	1,007E+00	5,608E-04
342	4,876E-01	9,0157E-04	1,012E+00	5,998E-04
343	4,814E-01	8,7096E-04	1,011E+00	6,384E-04
344	4,752E-01	8,4140E-04	1,021E+00	6,739E-04
345	4,690E-01	8,1283E-04	1,025E+00	7,123E-04
346	4,628E-01	7,8524E-04	1,033E+00	7,468E-04
347	4,566E-01	7,5858E-04	1,034E+00	7,784E-04
348	4,504E-01	7,3282E-04	1,040E+00	8,180E-04
349	4,442E-01	7,0795E-04	1,027E+00	8,427E-04
350	4,380E-01	6,8391E-04	1,045E+00	8,754E-04
351	4,318E-01	6,6069E-04	1,042E+00	9,044E-04
352	4,256E-01	6,3826E-04	1,040E+00	9,288E-04
353	4,194E-01	6,1660E-04	1,039E+00	9,486E-04
354	4,132E-01	5,9566E-04	1,043E+00	9,733E-04

Продолжение таблицы С.1

Длина волны, нм	Спектр действия PPD	Спектр эритемного действия	Источник UV-SSR, Вт/м^2/нм	Источник UVA-облучения, Вт/м^2/нм
355	4,070E-01	5,7544E-04	1,046E+00	9,863E-04
356	4,008E-01	5,5590E-04	1,035E+00	1,009E-03
357	3,946E-01	5,3703E-04	1,039E+00	1,028E-03
358	3,884E-01	5,1880E-04	1,027E+00	1,045E-03
359	3,822E-01	5,0119E-04	1,035E+00	1,062E-03
360	3,760E-01	4,8417E-04	1,037E+00	1,078E-03
361	3,698E-01	4,6774E-04	1,025E+00	1,086E-03
362	3,636E-01	4,5186E-04	1,023E+00	1,098E-03
363	3,574E-01	4,3652E-04	1,016E+00	1,095E-03
364	3,512E-01	4,2170E-04	9,984E-01	1,100E-03
365	3,450E-01	4,0738E-04	9,960E-01	1,100E-03
366	3,388E-01	3,9355E-04	9,674E-01	1,093E-03
367	3,326E-01	3,8019E-04	9,648E-01	1,087E-03
368	3,264E-01	3,6728E-04	9,389E-01	1,082E-03
369	3,202E-01	3,5481E-04	9,191E-01	1,071E-03
370	3,140E-01	3,4277E-04	8,977E-01	1,048E-03
371	3,078E-01	3,3113E-04	8,725E-01	1,026E-03
372	3,016E-01	3,1989E-04	8,473E-01	9,953E-04
373	2,954E-01	3,0903E-04	8,123E-01	9,703E-04
374	2,892E-01	2,9854E-04	7,840E-01	9,367E-04
375	2,830E-01	2,8840E-04	7,416E-01	9,057E-04
376	2,768E-01	2,7861E-04	7,148E-01	8,757E-04
377	2,706E-01	2,6915E-04	6,687E-01	8,428E-04
378	2,644E-01	2,6002E-04	6,280E-01	8,058E-04
379	2,582E-01	2,5119E-04	5,863E-01	7,613E-04
380	2,520E-01	2,4266E-04	5,341E-01	7,105E-04
381	2,458E-01	2,3442E-04	4,925E-01	6,655E-04
382	2,396E-01	2,2646E-04	4,482E-01	6,115E-04
383	2,334E-01	2,1878E-04	3,932E-01	5,561E-04
384	2,272E-01	2,1135E-04	3,428E-01	4,990E-04
385	2,210E-01	2,0417E-04	2,985E-01	4,434E-04
386	2,148E-01	1,9724E-04	2,567E-01	3,876E-04
387	2,086E-01	1,9055E-04	2,148E-01	3,363E-04
388	2,024E-01	1,8408E-04	1,800E-01	2,868E-04
389	1,962E-01	1,7783E-04	1,486E-01	2,408E-04

Окончание таблицы С.1

Длина волны, нм	Спектр действия PPD	Спектр эритемного действия	Источник UV-SSR, Вт/м^2/нм	Источник UVA-облучения, Вт/м^2/нм
390	1,900E-01	1,7179E-04	1,193E-01	2,012E-04
391	1,838E-01	1,6596E-04	9,403E-02	1,640E-04
392	1,776E-01	1,6032E-04	7,273E-02	1,311E-04
393	1,714E-01	1,5488E-04	5,532E-02	1,028E-04
394	1,652E-01	1,4962E-04	4,010E-02	7,897E-05
395	1,590E-01	1,4454E-04	2,885E-02	5,975E-05
396	1,528E-01	1,3964E-04	2,068E-02	4,455E-05
397	1,466E-01	1,3490E-04	1,400E-02	3,259E-05
398	1,404E-01	1,3032E-04	9,510E-03	2,302E-05
399	1,342E-01	1,2589E-04	6,194E-03	1,581E-05
400	1,280E-01	1,2162E-04	4,172E-03	1,045E-05

Стандартный источник солнечного излучения имеет общую интенсивность UV-излучения от 51,4 до 63,7 Вт/м^2 [6], [7], соотношение интенсивности облучения UVA к интенсивности облучения UVB — от 16,9 до 17,5.

Приложение D
(обязательное)

Характеристики поверхности испытательных PMMA-пластин

D.1 Тип испытательной пластины

PMMA-пластина с шероховатой поверхностью, полученной в процессе литья, со следующими параметрами поверхности (диапазоном верхних и нижних предельных значений) была выбрана для применения в данном методе испытания *in vitro* в результате круговых межлабораторных испытаний. Другие пластины, например подвергнутые пескоструйной обработке, могут быть использованы, если они соответствуют параметрам профиля, описанным в D.2

D.2 Профиль поверхности подложки

Характеристики профиля поверхности подложек были измерены для нескольких партий на соответствие установленным критериям, рекомендованным в данном разделе.

Профилометр

- Бесконтактный топографический анализ поверхности может быть проведен с помощью устройства, состоящего из оптического датчика, контроллера движения, стола поступательного перемещения x-y и снабженного микротопографическим программным обеспечением.
- Рекомендуется оптический датчик, в основу которого положен принцип хроматической аберрации белого цвета и который обеспечивает высокое разрешение не менее 10 нм по вертикали и 1 мкм по горизонтали.

Измерение

- Площадь поверхности не менее X = 10 мм и Y = 5 мм с интервалами не менее 15 мкм.
- В зависимости от типа датчика и частоты рекомендуется скорость не менее 1000 мкм/с.

Аналитические операторы

- Заполняют неизмеренные точки, придавая плавность кривой, рассчитанной на основе соседних точек.
- Метод сглаживания на плоскости путем вычитания наименьших квадратов.
- Преобразование в серию путем получения в горизонтальном направлении всех профилей поверхности для параметров профиля 2D.

Исходя из характеристик профилометра, необходимо использовать гауссовы фильтры размером 0,8 мм.

Параметры профиля

Ra (мкм):	Среднее арифметическое отклонение профиля шероховатости
Rv (мкм):	Максимальная глубина впадины профиля в пределах базовой длины
Rdq (°):	Среднеквадратичный наклон профиля в пределах базовой длины
A1 (мкм^2/мм):	Верхняя область, т. е. площадь остальных пиков, выступающих над средним профилем ± ядро
Ssc (L/мкм):	Средняя арифметическая кривизна вершины поверхности, которая указывает на среднюю форму пиков и впадин
Vvv (мм^3/м^2):	Объем пустот впадин, т. е. объем остальных впадин под средним профилем ± ядро

Параметры профиля подложки пластины

При использовании критериев согласно D.2 характеристики воспроизводимости от пластины к пластине должны соответствовать топографическим параметрам контрольных карт, описанным ниже.

Альтернативные критерии топографических параметров могут быть получены путем использования того же технологического принципа профилометра (бесконтактный топографический анализ поверхности), но с другим (i) оптическим датчиком, другими (ii) условиями измерения, (iii) аналитическими операторами или (iv) микротопографическим программным обеспечением. Эти альтернативные контрольные карты могут считаться действительными только после того, как пользователь для нескольких партий продемонстрирует, что альтернатива пригодна и обеспечивает получение эквивалентных и коррелирующих результатов измерений, которые достигаются при использовании первичных критериев [17], [18].

PMMA-пластина, полученная в процессе литья:

Ra (мкм) = 4,853 ± 0,501

Rv (мкм) = 13,042 ± 0,989

Rdq (°) = 11,122 ± 2,032

A1 (мкм^2/мм) = 239,750 ± 70,165

Ssc (1/мкм) = 0,033 ± 0,021

Vvv (мм^3/м^2) = 1,044 · 10^{-4} ± 9,76 · 10^{-5}.

PMMA-пластина, подвергнутая пескоструйной обработке:

Ra (мкм) = 4,188 ± 0,514

Rv (мкм) = 11,402 ± 2,499

Rdq (°) = 11,004 ± 1,938

A1 (мкм^2/мм) = 238,252 ± 72,663

Ssc (1/мкм) = 0,032 ± 0,015

Vvv (мм^3/м^2) = 8,701 · 10^{-4} ± 2,325 · 10^{-4}.

D.3 Оптические характеристики подложки

D.3.1 Требования к коэффициенту пропускания (см. А.5)

Коэффициент пропускания представительных образцов от каждой партии PMMA-пластин определяют для обеспечения их соответствия техническим требованиям. Профилированную поверхность испытуемой пластины необходимо обработать чистым глицерином, или модифицированным раствором глицерина (см. таблицу D.2), или вазелином®.

Таблица D.2 — Модифицированный раствор глицерина

Ингредиент	% (масс.)
Глицерин BP/USP/JP	90,0
Раствор лаурилсульфата натрия (SLS) (водный раствор SLS с массовой долей 1 %)	10,0

D.3.2 Метод

D.3.2.1 Подготавливают стандартную PMMA-пластину, нанося приблизительно 15 мг чистого глицерина, или модифицированного раствора глицерина, или вазелина® в виде тонкой непрерывной пленки на шероховатую сторону пластины. Предметное стекло должно быть прозрачным после обработки. Удаляют излишек глицерина/вазелина® кончиком пальца.

D.3.2.2 Помещают пластину на оптическом пути спектрофотометра. Измеряют коэффициент пропускания (от 290 до 400 нм) относительно воздуха в качестве стандартного оптического пути.

D.3.3 Минимальные значения коэффициента пропускания

Предельные значения коэффициента пропускания обработанной в процессе литья PMMA-пластины:

290 нм: > 60 % T

300 нм: > 69 % T

320 нм: > 81 % T.

Предельные значения коэффициента пропускания подвергнутой пескоструйной обработке PMMA-пластины:

290 нм: > 60 % T

300 нм: > 69 % T

320 nm: > 81 % T.

Приложение Е
(обязательное)

Рецептуры эталонной солнцезащитной продукции

Е.1 Среднее значение UVA-PF и его допустимые предельные значения для эталонной солнцезащитной продукции

Среднее и допустимые предельные значения защитного фактора эталонной солнцезащитной продукции S2 и P8, используемой для контроля данного метода испытаний, приведены в таблице Е.1.

Таблица Е.1 — Среднее значение UVA-PF и допустимые предельные значения для эталонной солнцезащитной продукции

Эталонная солнцезащитная продукция	Среднее значение	Среднее значение	Допустимые предельные значения	
Рецептура	SPF	UVA-PF	Нижнее предельное значение	Верхнее предельное значение
S2	16,0	12,7	10,7	14,7
P8	63,1	21,1	19,1	23,1

Е.2 Рецептура и приготовление эталонной солнцезащитной продукции S2

Рецептура и процедура приготовления, приведенные ниже, характеризуют количественный состав и процесс смешения ингредиентов эталонной солнцезащитной продукции S2, используемой для контроля метода испытания.

Таблица Е.2 — Рецептура эталонной продукции S2

Ингредиенты	Масс. % от общей массы
Фаза 1 (водная)	
Вода	62,43
Пропиленгликоль	1,00
Ксантановая камедь	0,60
Карбомер	0,15
Динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты	0,08
Фаза 2 (масляная)	
Октокрилен	3,00
Бутил метоксидибензоилметан	5,00
Этилгексил метоксициннамат	3,00
Бис-этилгексилоксифенол-метоксифенил триазин	2,00
Цетиловый спирт	1,00
Стеарет-21	2,50
Стеарет-2	3,00
Дикаприлил карбонат	6,50
Децил кокоат	6,50
Феноксиэтанол (и)	1,00
Метилпарабен (и)	Соответствующее количество
Этилпарабен (и)	Соответствующее количество

Окончание таблицы Е.2

Ингредиенты	Масс. % от общей массы
Бутилпарабен (и)	Соответствующее количество
Пропилпарабен (и)	Соответствующее количество
Фаза 3	
Циклопентасилоксан	2,00
Триэтаноламин	0,23

Е.2.1 Приготовление продукции

Е.2.1.1 Основные положения

Процесс приготовления должен включать следующие пять этапов:

Е.2.1.2 Нагревают до 75 °С фазу 1 и фазу 2 отдельно друг от друга.

Е.2.1.3 Медленно добавляют масляную фазу 2 в водную фазу 1, перемешивая фазу 1.

Е.2.1.4 Охлаждают смесь до 40 °С, не прекращая перемешивание.

Е.2.1.5 Добавляют фазу 3 в смесь фаз 1 и 2, не прекращая перемешивание.

Е.2.1.6 Возмещают потерю воды и доводят смесь до однородного состояния.

Е.2.2 Характеристики

Эталонная солнцезащитная продукция S2 должна иметь следующие характеристики:

- цвет: от белого до светло-желтого;
- pH: 6,5 ± 0,5;
- плотность: 0,96—1 г/см^3;
- вязкость: 7000—12 000 (вязкость измеряют, используя вискозиметр Брукфильда типа DV-II со шпинделем B[1)]) при 20 об/мин в течение 60 с.

Е.2.3 Хранение и срок годности

Условия хранения и срок годности эталонной солнцезащитной продукции S2 составляют 12 мес с даты изготовления при температуре < 30 °С в стеклянном сосуде или плотно укупоренном пакете, защищенном от света.

Е.2.4. Аналитические данные

Е.2.4.1 Основные положения

Методика проверки эталонной солнцезащитной продукции S2 описана ниже.

Е.2.4.2 Сущность метода

Отбирают пробу продукции гравиметрически и растворяют в этаноле, в котором растворимы анализируемые ингредиенты. Фильтруют и анализируют раствор с помощью хроматографа, используя микропористую силикагелевую колонку, смесь воды и этанола в качестве подвижной фазы. Концентрации анализируемых ингредиентов в пробе определяют относительно смеси растворов внешних стандартов анализируемых ингредиентов.

Е.2.4.3 Химические продукты/реактивы

Для определений используют следующие химические продукты и реактивы:

- абсолютированный этанол (для ВЭЖХ);
- вода ультравысокой чистоты (для ВЭЖХ);
- фосфорная кислота, 85 %, аналитической степени чистоты;
- этилгексил метоксициннамат;
- бутил метоксидибензоилметан;
- октокрилен;
- бис-этилгексилоксифенол-метоксифенил триазин.

Е.2.4.4 Аппаратура (жидкостный хроматограф высокого давления)

Аппаратура, необходимая для проведения аналитических измерений эталонной солнцезащитной продукции S2, включает следующее:

- **инжектор**, обеспечивающий впрыскивание пробы объемом 10,0 мкл;
- **колонка**, например, серии Waters Symmetry Shield C18[2)], 5 мкм, длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм и скоростью потока 1,2 мл/мин[2].

Градиент колонки должен быть следующим: 37 % А и 63 % В от 0 до 12 мин, 100 % В от 12 до 22 мин, 100 % В от 22 до 25 мин, 37 % А и 63 % В от 25 до 26 мин и 37 % и 63 % В от 26 до 30 мин;

- **элюент А**, вода ультравысокой чистоты, подкисленная H_3PO_4;

[1)] Waters Symmetry Shield C18 является примером подходящего продукта, имеющегося в продаже. Эта информация дана для удобства пользователей настоящего стандарта и не означает одобрения ISO этого продукта.

[2)] Градиент колонки должен быть следующим: 37 % А и 63 % В от 0 до 12 мин, 100 % В от 12 до 22 мин, 100 % В от 22 до 25 мин, 37 % А и 63 % В от 25 до 26 мин и 37 % и 63 % В от 26 до 30 мин.

- **элюент В**, абсолютированный этанол (для ВЭЖХ);
- **UV-детектор**, длина волны 312 нм;
- **данные**, т. е. количественно определенные площади пиков.

Е.2.4.5 Методика

Для определения активных ингредиентов эталонной защитной продукции S2 выполняют следующие операции:

Е.2.4.5.1 Используя аналитические весы, взвешивают с точностью до 0,1 мг в мерной колбе вместимостью 25 мл приблизительно 50 мг эталонной продукции.

Е.2.4.5.2 Доводят объем этанолом до метки.

Е.2.4.5.3 Перемешивают с помощью вихревой мешалки и в случае, если продукция не растворяется, гомогенизируют в ультразвуковой бане до получения однородной консистенции.

Е.2.4.5.4 Фильтруют через дисковый фильтр из поливинилиденфторида с размером отверстий 0,45 мкм.

Е.2.4.5.5 Анализируют раствор пробы эталонной продукции и смешанный рабочий раствор стандартов методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Е.2.4.6 Контроль качества

Для проверки качества аналитического метода выполняют следующее:

Е.2.4.6.1 Анализируют пробу подвижной фазы для ВЭЖХ и плацебо (при наличии), приготовленного в соответствии с Е.2.4.2, методом обращенно-фазовой ВЭЖХ, чтобы подтвердить отсутствие мешающих хроматографических пиков.

Е.2.4.6.2 Вводят раствор пробы эталонной продукции три раза в хроматограф и вычисляют коэффициент вариации площадей пиков анализируемых ингредиентов.

Е.2.4.7 Вычисления

Процентное содержание анализируемого ингредиента вычисляют по формуле (Е.1)

$$\frac{M \cdot h \cdot 2{,}5}{P \cdot H}, \qquad \text{(Е.1)}$$

где M — масса анализируемого ингредиента, мг;

P — масса пробы, мг;

h — площадь пика анализируемого ингредиента на хроматограмме пробы;

H — площадь пика анализируемого ингредиента на хроматограмме раствора стандартов.

Е.2.4.8 Критерии приемки

Результаты аналитических определений являются приемлемыми при следующих условиях:

- стандартный коэффициент вариации ≤ 2,5 %;
- процент извлечения составляет 95 % — 105 % от количества, указанного в рецептуре;
- на хроматограмме пробы плацебо или подвижной фазы отсутствуют мешающие пики.

Е.3 Эталонная продукция Р8 с высокой степенью защиты

В данном разделе приведена рецептура, описана процедура приготовления, количественное определение состава и процесс смешения, необходимые для приготовления эталонной солнцезащитной продукции Р8, используемой для контроля метода испытания.

Таблица Е.3 — Эталонная солнцезащитная продукция Р8

Ингредиенты	Масс. % от общей массы
Фаза 1 (масляная)	
Цетилстеариловый эфир-12	1,00
С12-15 Алкил бензоат	7,00
Изопропилпальмитат	5,00
Этилгексилметоксициннамат	5,00
Бис-этилгексилоксифенол метоксифенил триазин	3,00
Этилгексил салицилат	3,00
Фаза 2 (водная)	
Вода	47,30
Динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты	0,20
Хлорфенезин	0,30

Окончание таблицы Е.3

Ингредиенты	Масс. % от общей массы
Феноксиэтанол	1,00
Фаза 3	
Вода и акрилаты/бегенет-25 метакрилат сополимер (23 % — 28 % акрилаты/бегенет-25 метакрилат сополимер)	1,20
Фаза 4	
Вода и гидроксид натрия (30 % NaOH)	Довести до pH = 7
Фаза 5	
Циклогексасилоксан, циклопентасилоксан	6,00
Фаза 6	
Метилен-бис-бензотриазолил-тетраметилбутилфенол (нано), вода, децил глюкозид, пропиленгликоль, камедь ксантановая (50 % МВВТ)	20,00

Е.3.1 Приготовление продукции

Е.3.1.1 Нагревают фазы 1 и 2 до 80 °С в отдельных сосудах. Перемешивают каждую фазу до однородности.

Е.3.1.2 При перемешивании добавляют фазу 1 при 80 °С в фазу 2 при 80 °С.

Е.3.1.3 Сразу же добавляют фазу 3 с помощью гомогенизатора. Перемешивают до получения однородной массы.

Е.3.1.4 Доводят pH до 7 с помощью фазы 4. Перемешивают с помощью гомогенизатора до получения однородной массы.

Е.3.1.5 Охлаждают смесь до 60 °С и добавляют фазу 5. Перемешивают до получения однородной массы.

Е.3.1.6 Охлаждают смесь до комнатной температуры и добавляют фазу 6, не прекращая перемешивания. Перемешивают до получения однородной массы.

Е.3.1.7 Компенсируют потерю воды и доводят смесь до однородного состояния, избегая попадания воздуха.

Е.3.2 Характеристики

Е.3.2.1 Внешний вид: крем белого цвета.

Е.3.2.2 Значение pH (25 °С): 7,0 ± 0,3.

Е.3.2.3 Вязкость: 16 000—19 000 $мПа^{-1}$ (вязкость измеряют, используя вискозиметр Брукфильда типа DV-III Ultra со шпинделем RV-5) при 10 об/мин.

Е.3.2.4 Плотность: 0,97—1 $г/см^3$

Е.3.3 Аналитический метод

Наличие UV-фильтров может быть определено с помощью аналитического метода EN 16344[1)].

Е.3.4 Хранение и срок годности

Хранят эталонную продукцию при температуре 20 °С в защищенном от света флаконе. На этикетке упаковки должен быть указан срок годности, предусмотренный техническими условиями производителя, и надпись «Предназначен только для лабораторного использования».

[1)] Принят ГОСТ EN 16344—2016.

Приложение F
(справочное)

Статистические вычисления

F.1 Определение защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А отдельной пластины (UVA-PF$_i$)

UVA-PF$_i$ каждой пластины вычисляют с помощью электронной таблицы

$$\text{UVA-PF}_i = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-A_e(\lambda)C}\cdot d\lambda}. \quad (F.1)$$

F.2 Определение защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А солнцезащитной продукции

UVA-PF солнцезащитной продукции представляет собой среднее арифметическое значений UVA-PF$_i$ отдельных пластин, полученных из общего количества (n) использованных пластин, выраженное с точностью до первого десятичного знака

$$\text{UVA-PF} = \frac{\sum \text{UVA-PF}_i}{n}. \quad (F.2)$$

Стандартное отклонение определяют по формуле (F.3)

$$s = \sqrt{\left\{\sum\left(\text{UVA-PF}_i\right)^2 - \left[\left(\sum \text{UVA-PF}_i\right)^2 \div n\right]\right\} \div (n-1)}. \quad (F.3)$$

F.3 Доверительный интервал 95 %

Доверительный интервал 95 % (95 % CI) для среднего значения UVA-PF определяют по формуле (F.4)

$$95\ \%\ \text{CI} = \text{от (UVA-PF} - c\text{) до (UVA-PF} + c\text{)}. \quad (F.4)$$

c и CI [%] вычисляют как

$$c = t \cdot s \div \sqrt{n}, \quad (F.5)$$

$$\text{CI}[\%] = 100 \cdot c \div \text{UVA-PF}, \quad (F.6)$$

где s — стандартное отношение;

n — общее количество использованных пластин;

t — значение t от двустороннего t-распределения Стьюдента из таблицы F.1 при уровне вероятности $p = 0{,}05$ и степенях свободы $v = (n - 1)$.

Таблица F.1 — Таблица двухстороннего t-распределения Стьюдента

n	4	5	6	7	8	9	10
значение t	3,182	2,776	2,571	2,447	2,365	2,306	2,262

Примечание — В случае вычислений с использованием крупноформатных электронных таблиц значение t можно смоделировать следующим образом: $t = 2{,}03 + 12{,}7/n^{1{,}75}$ (для $n \geq 4$).

F.4 Экспериментальная методика расчета

F.4.1 Порядок выполнения испытания

Испытание по определению UVA-PF начинают, проводя испытание солнцезащитной продукции на исходном наборе, состоящем из n' пластин (должно быть использовано не менее четырех пластин). Значения UVA-PF$_i$ продукции для каждой пластины вычисляют по формуле (F.1).

Используя значения UVA-PF$_i$, вычисляют предварительное среднее значение UVA-PF для исходного набора из n' пластин (UVA-PF$_n$) по формуле (F.2) при доверительном интервале 95 % (95 % CI$_{n'}$), используя формулы (F.4), (F.5), (F.6) и t-таблицы Стьюдента (см. таблицу F.1):

$$\text{UVA-PF}_{n'} = \sum \text{UVA-PF}_i / n', \quad (F.7)$$

$$95\ \%\ \text{CI}_{n'} = \text{от UVA-PF}_{n'} - c_{n'} \text{ до UVA-PF}_{n'} + c_{n'}, \quad (F.8)$$

$c_{n'}$ вычисляют как

$$c_{n'} = t_{n'} \cdot s_{n'} \div \sqrt{n'}, \tag{F.9}$$

где $s_{n'}$ — стандартное отклонение первых n' пластин, вычисленное по формуле (F.3)

$$s_{n'} = \sqrt{\left\{\sum(\text{UVA-PF}_i)^2 - \left[(\sum \text{UVA-PF}_i)^2 \div n'\right]\right\} \div (n' - 1)}, \tag{F.10}$$

$$\text{CI}_{n'}[\%] = 100 \cdot c_{n'} \div \text{UVA-PF}_{n'}. \tag{F.11}$$

Если вычисленный предварительный $\text{CI}_{n'}$ [%] больше 17 % от предварительного среднего значения $\text{UVA-PF}_{n'}$, продолжают испытание солнцезащитной продукции на дополнительных пластинах до тех пор, пока предварительный $\text{CI}_{n'}$ [%] не будет менее 17 % от предварительного среднего значения UVA-PF. Если соответствие критерию не достигнуто после испытания 10 подходящих пластин, повторяют все испытание.

F.4.2 Предполагаемое количество пластин *n

Если $\text{CI}_{n'}$ [%] предварительного $\text{UVA-PF}_{n'}$ превышает 17 % UVA-PF_{n}, то в этом случае предполагаемое вероятное общее число пластин n^*, необходимое для обеспечения соответствия статистическому критерию, можно вычислить по следующей формуле, причем результат округляют до ближайшего целого числа:

$$n^* = (t_{n'} \cdot s_{n'} / C_{n'})^2, \tag{F.12}$$

где $t_{n'}$ — статистическое значение из t-таблицы Стьюдента или формулы (F.7) для n' результатов;

$s_{n'}$ — наилучшее значение стандартного отклонения совокупности (т. е. от n' результатов);

$\text{CI}_{n'}$ — 17 % от среднего значения $\text{UVA-PF}_{n'}$, представляет собой требуемый доверительный интервал.

Пример*

Если n^* вычисляют после получения первых десяти результатов, то:

$$n^* = \left(2{,}262_{s_{n'}} \div 0{,}17\text{UVA-PF}_{n'}\right)^2, \tag{F.13}$$

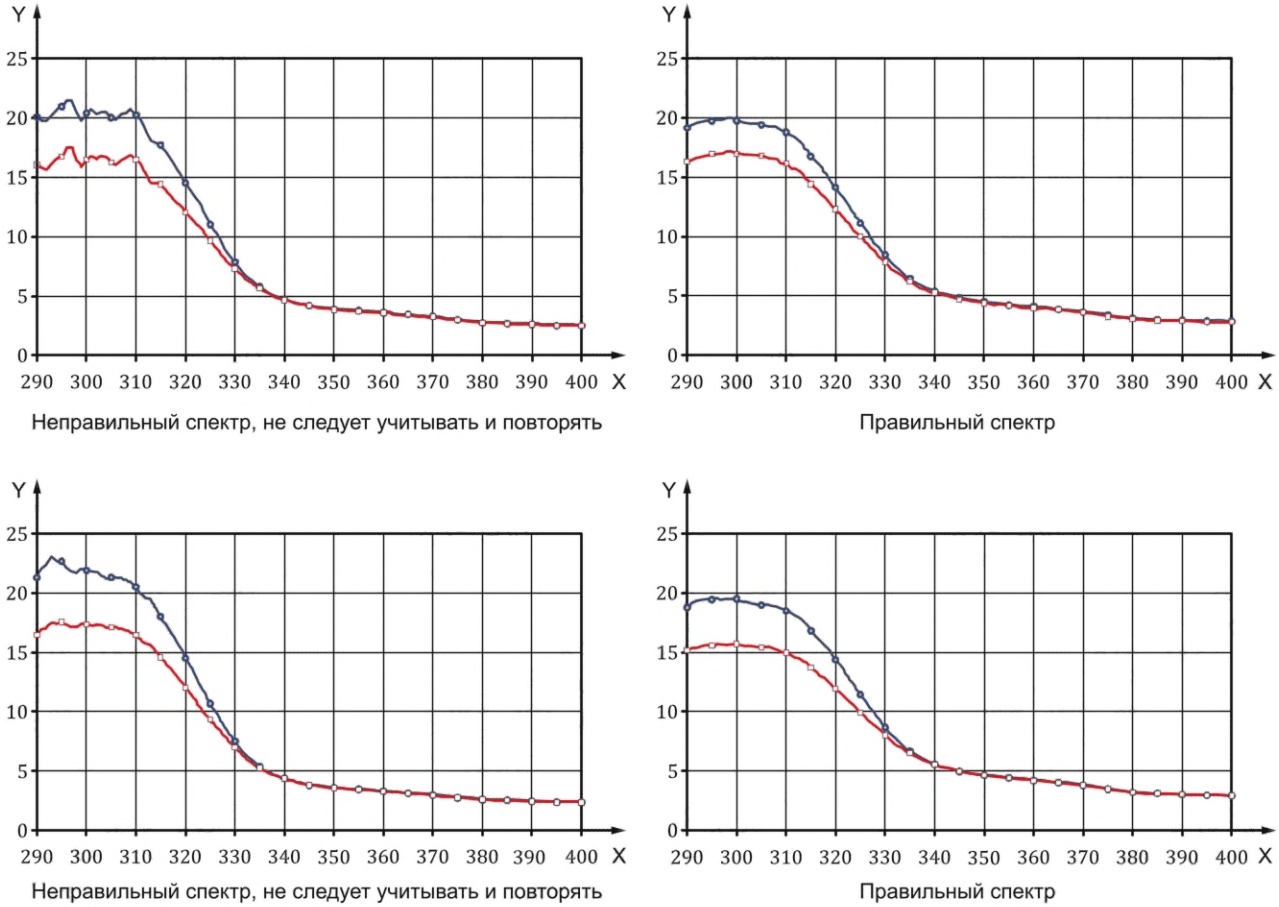
$$n^* = \left(13{,}30_{s_{n'}} \div \text{UVA-PF}_{n'}\right)^2. \tag{F.14}$$

* В данном примере (в связи с наличием формул) не используется полужирный курсив и уменьшенный размер шрифта, которыми в соответствии с ГОСТ 1.5—2001 (пункт 4.11.2) в стандартах выделяют примеры.

Приложение G
(справочное)

Определение и примеры достоверных результатов/значение C

Достоверный результат для вычисления UVA (*in vitro*), особенно в отношении точности значения C, получается при отсутствии искажения спектра поглощения в части UVB (290—320 нм).



X — λ (нм);
Y — скорректированное нормированное среднее значение mAF (I)

Рисунок G.1 — Примеры спектра

Библиография

[1] ISO/CIE 17166 Erythema reference action spectrum and standard erythema dose (Эталонный спектр эритемного действия и стандартная эритемная доза)

[2] McKinlay, A.F. And Diffey, B.L. A reference action spectrum for ultraviolet induced erythema in human skin. CIE J (1987) 6: pp. 17—22 (Эталонный спектр действия при эритеме кожи человека, индуцированной ультрафиолетом. Журнал CIE)

[3] Chardon, A., Moyal, D., Hourseau, C., *PPD*-Action Spectrum Persistent Pigment Darkening Response as a Method for Evaluation of Ultraviolet A Protection Assays in Sunscreens — Development, Evaluation, and Regulatory Aspects (1997), pp. 559—582 (Спектр действия PPD. Реакция на стойкое потемнение пигмента как метод оценки исследований защиты от UVA-излучения солнцезащитной продукции. Разработка, оценка и нормативно-правовые аспекты)

[4] Moyal, D., Chardon, A., Kollias, N., *UVA* protection efficacy of sunscreens can be determined by the persistent pigment darkening (PPD) method (part 2), *Photodermatol Photoimmunol Photomed* (2000) 16: pp. 250—255 (Эффективность UVA-защиты солнцезащитных средств можно определить методом стойкого потемнения пигмента (часть 2))

[5] Bernhard, G., Mayer, B., Seckmeyer, G., Moise, A. Measurement of spectral solar irradiance in tropical Australia, J. Geophys Res (1997) 102: pp. 8719—8730 (Измерение спектрального солнечного излучения в тропической Австралии)

[6] COLIPA (European Cosmetic Toiletry and Perfumery Association), SPF Test Method (1994) (COLIPA (Европейская ассоциация косметической промышленности). Метод определения SPF (1994))

[7] ISO/TC 217/HU 7 In vitro UVA Ring Test Report, 2009 (Протокол кругового испытания UVA *in vitro*)

[8] Pissavini, M., Marguerie, S., Dehais, A., Ferrero, L., and Zastrow, L. Characterizing Roughness: A New Substrate to Measure SPF Cosmet. Toiletries (2009) 9: pp. 56—62 (Определение характеристик шероховатости: новая подложка для измерения SPF косметической продукции)

[9] Matts, P.J., et al. COLIPA in vitro UVA method: a standard and reproducible measure of sunscreen UVA protection, Int. J. Cosmet Sci., (2010): pp. 35—46 (Метод COLIPA UVA *in vitro*: стандартное и воспроизводимое определение защиты от UVA-излучения солнцезащитной продукции)

[10] COLIPA (European Cosmetics Association) method for the *in vitro* determination of UVA protection provided by sunscreen products (2009) (COLIPA (Европейская ассоциация косметической промышленности). Метод определения *in vitro* защиты от UVA-излучения, обеспечиваемой солнцезащитной продукцией (2009))

[11] ISO/IEC 17025 * General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. (Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий)

[12] Guidelines for monitoring UV radiation sources Colipa, March 2007 (Руководство по мониторингу источников UV-излучения, COLIPA, март 2007 г.)

[13] Marc Pissavini, Olivier Doucet, Olivier Brack. Interpretation of SPF In vivo Results: Analysis and Statistical Explanation Cosmetics & Toiletries® magazine Vol. 126, No. 3/March 2011 (Интерпретация результатов исследования SPF *in vivo*: анализ и статистическое объяснение. Журнал Cosmetics & Toiletries® Vol. 126, № 3/март 2011 г.)

[14] UV Index monitoring in Europe. Schmalwieser AW et al. Photochem Photobiol Sci. (2017) (Мониторинг UV-индекса в Европе)

[15] Review of the Global Solar UV Index 2015 Workshop Report. Gies P et. al. Health Phys. (2018) (Обзор отчета о семинаре «Глобальный солнечный UV-индекс 2015»)

[16] Knuschke et. all. Bundesamt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin, Schutzkomponenten bei solarer UV-Exposition — Forschungs-Projekt F2036, 2015) (Федеральное управление по охране труда и здоровья. Защитные компоненты для солнечного UV-излучения — исследовательский проект F2036, 2015)

[17] Pissavini, M., Marguerie, S., Dehais, A., Ferrero, L., and Zastrow, L. Characterizing Roughness: A New Substrate to Measure SPF Cosmet. Toiletries (2009) 9: pp. 56—62 (Определение характеристик шероховатости: новая подложка для измерения SPF косметической продукции гигиенического назначения (2009))

[18] Mika S., Lutz D. and Guy C. Sandblasting to improve the reproducibility of *in vitro* sunscreen evaluation, Cosmet. Toilettries (2014) 3: pp. 30—36 (Пескоструйная обработка для улучшения воспроизводимости оценки *in vitro* солнцезащитных средств. Косметические средства. Туалетные принадлежности (2014))

[19] ISO 24444 ** Cosmetics — Sun protection test methods — *In vivo* determination of the sun protection factor (SPF) (Продукция косметическая. Методы испытаний защиты от солнца. Определение *in vivo* солнцезащитного фактора (SPF))

---

* Действует ГОСТ ISO/IEC 17025—2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».

** Действует ГОСТ ISO 24444—2013 «Продукция косметическая. Методы испытаний защиты от солнца. Определение солнцезащитного фактора (SPF) на живых организмах (*in vivo*)».

УДК 665.58:006:354 МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: продукция парфюмерно-косметическая, солнцезащитный фактор, ультрафиолетовое излучение, UV-фильтры

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 13.01.2026. Подписано в печать 12.02.2026. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,18. Уч.-изд. л. 3,34.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru