ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ ISO 24443-2016

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ СОЛНЦЕЗАЩИТНАЯ

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

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ СОНЦААХОЎНАЯ

Метад вызначэння in vitro велічыні ахоўнага фактару ад ультрафіялетавага выпраменьвання спектра А

(ISO 24443:2012, IDT)

Издание официальное



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 89-П от 27 июля 2016 г.)

За принятие стандарта 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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 24443:2012 Determination of sunscreen UVA photoprotection in vitro (Определение in vitro степени фотозащиты от ультрафиолетовых лучей спектра А солнцезащитных средств).

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

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования международного стандарта с целью применения обобщающего понятия в наименовании стандарта в соответствии с ГОСТ 1.5-2001.

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 августа 2016 г. № 66 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 апреля 2017 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПРОДУКЦИЯ КОСМЕТИЧЕСКАЯ СОЛНЦЕЗАЩИТНАЯ
Метод определения in vitro величины защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А

ПРАДУКЦЫЯ КАСМЕТЫЧНАЯ СОНЦААХОЎНАЯ
Метад вызначэння in vitro велічыні ахоўнага фактару ад ультрафіялетавага выпраменьвання спектра А

Cosmetics
Determination of value sunscreen UVA protection factor in vitro

Дата введения — 2017-04-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод (in vitro) определения величины защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А (UVA излучения) солнцезащитной продукции.

Метод настоящего стандарта позволяет получить кривую спектрального поглощения, с помощью которой можно провести ряд вычислений и оценок. Они включают определение защитного фактора от ультрафиолетовых лучей спектра А (UVAPF) [который коррелируется с UVAPF, полученным методом (*in vivo)* «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 результатов in vivo определения солнцезащитного фактора (SPF) для масштабирования кривой поглощения ультрафиолетового (UV) излучения.

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

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

2.1 **Защитный фактор от ультрафиолетового излучения спектра А, определенный методом *in vitro*** (*in vitro* UVA protection factor), **UVAPF** — коэффициент защиты солнцезащитной продукции от UVA излучения, который может быть получен математически при *in vitro* спектральном моделировании.

2.2 **Численное значение SPF, определенное методом in vitro** (*in vitro* calculation of SPF), $\mathbf{SPF_{in\ vitro}}$ — коэффициент защиты солнцезащитной продукции от солнечного излучения, вызывающего появление эритемы (покраснения кожи), вычисленный при спектральном моделировании.

2.3 **Спектр эритемного действия** (action spectrum for erythema), $E(\lambda)$ — относительные воздействия источника излучения в отдельных спектральных диапазонах, приводящие к появлению эритемы.

Примечание — См. библиографические ссылки [1] и [2].

2.4 **Спектр действия PPD** (стойкое потемнение пигмента) (action spectrum for PPD), $P(\lambda)$ — относительные воздействия источника излучения в отдельных спектральных диапазонах, приводящие к стойкому потемнению пигмента.

Примечание — См. библиографические ссылки [3] и [4].

2.5 **Монохроматическое поглощение** (monochromatic absorbance), $A(\lambda)$ — поглощение солнцезащитной продукцией при длине волны λ, обусловленное коэффициентом пропускания T_γ солнцезащитной продукции, вычисляемое по формуле

$$A_\lambda = -\log(T_\lambda),$$

где коэффициент пропускания T_λ — это доля интенсивности падающего излучения, пропускаемого слоем солнцезащитной продукции.

Издание официальное

2.6 **Интенсивность излучения** (irradiance), *I* — плотность потока излучения, приходящаяся на единицу площади, для определенного диапазона длин волн, выраженная в Вт/м^2.

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

2. Спектральная плотность интенсивности падающего излучения при определении SPF или PPD (spectral irradiance for SPF testing or PPD testing), $I(\lambda)$ — плотность потока излучения на единицу длины волны $I(\lambda)$, выраженная в Вт/м^2/нм

2.8 **Спектрофотометр** (spectrophotometer) — прибор, который измеряет свойства поглощения (или пропускания) испытуемой среды в зависимости от длины волны

2.9 **Спектрорадиометр** (spectroradiometer) — прибор, который измеряет спектральную плотность интенсивности падающего излучения (интенсивности в ваттах на единицу площади на нанометр) электромагнитных источников

Примечание — В настоящем стандарте спектр ограничивается ультрафиолетовым, видимым и коротким инфракрасным диапазонами.

2.10 **Радиометр** (radiometer) — прибор, который измеряет интенсивность излучения в широком диапазоне частот (интенсивность в ваттах на единицу площади) электромагнитных источников

Примечание — В настоящем стандарте спектр ограничивается ультрафиолетовым, видимым и коротким инфракрасным диапазонами

3 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 *in vitro* определения SPF были такими же, как и при измерении значения SPF методом *in vivo*. 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 о защитных свойствах 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.

4 Аппаратура

4.1 Технические требования к UV спектрофотометру

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

UV спектрофотометр, не оснащенный монохроматором, позади испытуемого образца должен быть оборудован фильтром, подавляющим флуоресценцию.

Входные оптические компоненты UV-спектрофотометра должны быть рассчитаны для рассеянного света и/или концентрирования рассеянного пропущенного излучения, проходящего через шероховатую подложку из полиметилметакрилата (PMMA), с нанесенным и без нанесенного слоя солнцезащитной продукции на ее поверхности. Размер диаметра входного порта UV спектрофотометра должен быть меньше размера светового пятна, измеряемого на уровне пробы (чтобы учесть рассеянный свет). Площадь каждого места 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 точно измерять поглощение ограничена чувствительностью прибора. 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 UV спектрофотометра, продукция должна пройти испытания повторно на приборе, обладающем более высокими чувствительностью и динамическим диапазоном.

Лампа UV спектрофотометра, применяемая при измерении коэффициента поглощения, 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 UV излучения не должна превышать 0,2 Дж/см^2.

Примечание — UV спектрофотометр используют для измерения свойств поглощения солнцезащитной продукции, нанесенной на испытательные пластины. Спектрорадиометр используют для измерения распределения спектральной энергии и интенсивности UV излучения источника или UV спектрофотометра во время измерения поглощения солнцезащитной продукции, нанесенной на испытательные пластины.

4.2 Калибровка UV спектрофотометра

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

Проверку проводят согласно приложению А, контролируя:

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

4.3 Калибровка источника UV излучения

Спектральная плотность интенсивности падающего излучения на плоскости экспонирования источника UV излучения, 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 [5], как определено в соответствии с [6] или [7]. Интенсивность UV излучения должна находиться в следующих допустимых пределах (измеренных на расстоянии от образца).

Таблица 1 — Технические характеристики источника UV излучения

Характеристики источника УФ излучения, измеряемые спектрорадиометром	
Общая интенсивность UV излучения (290 нм — 400 нм)	40 Вт/м^2 — 200 Вт/м^2
Соотношение интенсивности UVA [a] и UVB [b] излучения	8:22
[a] 320 нм – 400 нм. [b] 290 нм – 320 нм.	

Источник UV излучения должен поддерживать температуру испытуемых образцов в пределах от 25 °С до 35 °С. Важно, чтобы была измерена температура самого образца, а не температура окружающей среды. Для поддержания температуры испытуемых образцов, меньшей или равной 35 °С, следует применять систему фильтров, которая значительно уменьшает ИК-излучение, для достижения указанного температурного диапазона. Для поддержания температуры испытуемых пластин с нанесенной продукцией ниже 35 °С должны применяться охлаждающие лотки или вентиляторы, а для поддержания температуры образцов, равной или превышающей 25° С, используют нагревающие устройства.

4.4 Контроль источника UV излучения

UV излучение источника, воздействующего на испытуемые образцы, должно проверяться на соответствие установленным допустимым пределам квалифицированным специалистом не реже чем через каждые 18 мес или после 3 000 ч работы лампы. Проверка должна проводиться при помощи спектрорадиометра, откалиброванного посредством стандартного источника света, имеющего прослеживаемость к национальному или международному калибровочному эталону. В дополнение к проверке с помощью спектрорадиометра следует проверять интенсивность источника UV излучения перед каждым использованием. Данная проверка может проводиться при помощи спектрорадиометра либо радиометра, чувствительного к UVA излучению, откалиброванного для такого же спектра источника UV излучения, какой используется при проведении испытания на стадии экспонирования, применяя калибровочный коэффициент для корректировки расхождений показаний UVA радиометра и образцового спектрорадиометра.

4.5 Калибровка UVA радиометра, используемого для контроля облучения испытуемого образца

UVA радиометр (в случае его использования) должен быть соответствующим образом откалиброван при помощи спектрорадиометра, применяемого для измерения излучения источника (как при ежегодной калибровке имитатора солнечного излучения). Калибровка должна проводиться в диапазоне UVA излучения (от 320 нм до 400 нм) и на том же уровне, как при экспонировании испытательных пластин. После калибровки с использованием спектрорадиометра UVA радиометр может использоваться для определения доз UV излучения, которыми будут воздействовать во время ежедневных процедур облучения. В Приложении В пошагово изложена процедура калибровки.

4.6 Подложка/пластина

Подложка/пластина — это материал, на который наносят солнцезащитную продукцию. В данном методе применяют PMMA пластины, одна сторона которых является шероховатой, имеющиеся в продаже. Для данного метода испытаний были утверждены конкретные пластины; технические характеристики и подготовка данных пластин [9] описаны в Приложении D. Размер пластин должен быть выбран таким образом, чтобы площадь нанесения продукции была не менее 16 см^2.

5 Метод испытания

5.1 Описание методики проведения испытания

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

5.1.2 Проводят пробные измерения пластины, обработанной глицерином, для контрольной «холостой пробы», результаты которых будут использоваться при последующих измерениях поглощения.

5.1.3 До измерения интенсивности UV излучения проводят in vitro определение поглощения солнцезащитной продукции, нанесенной на PMMA пластину. Получают исходный спектр UV поглощения со значениями A0(λ).

5.1.4 Проводят аналитическое уравнивание исходного спектра UV поглощения, используя коэффициент «C» (см. вычисления в 5.7.2) для получения солнцезащитного фактора продукции (SPF), рассчитанного методом in vitro (не UV дозы), равного SPF, рассчитанному методом in vivo. Исходный UVAPF0 рассчитывают, используя A0(λ) и C.

5.1.5 Однократная доза UV излучения, D, вычисляется как 1,2 × UVAPF0, Дж/см^2.

5.1.6 Воздействуют рассчитанной дозой (D) UV излучения на тот же образец, что и в 5.1.3.

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

5.1.8 Проводят аналитическое уравнивание второго спектра поглощения (после воздействия UV излучением) путем умножения на коэффициент «C», предварительно определенный в 5.1.4. Полученная в результате кривая поглощения представляет собой окончательные скорректированные значения поглощения.

Примечание — Для вычислений должны использоваться значения поглощения UV излучения.

5.2 Калибровка оборудования и проверка пластин для испытаний

Процедуры, описанные в Приложении А, проводят для проверки точности установки длины волны, линейности и пределов диапазона поглощения UV спектрофотометра/спектрорадиометра, применяемого для проведения испытаний. Также должна проводиться оценка показателей PMMA пластин в соответствии с Приложением D.

5.3 Расчет коэффициента поглощения пластины сравнения

Сначала необходимо определить поглощение UV излучения «холостой» PPMA пластиной. Данную пластину подготавливают, распределяя несколько микролитров глицерина 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. Измеряют поглощение этой «холостой» пластины и используют его в качестве базового значения в дальнейших испытаниях.

Примечание — Многие спектрофотометры имеют функции «базовое значение» и автоматически учитывают данное базовое значение в расчетах при последующих измерениях поглощения.

5.4 Приготовление образцов

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. 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.

Солнцезащитную продукцию наносят большим количеством мелких капель приблизительно одинакового объема, которые распределяют равномерно 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.

После нанесения солнцезащитной продукции на поверхность пластины ее сразу же необходимо распределить кончиком пальца непосредственно по всей поверхности легкими мазками (не используя резиновый напальчник). Продукцию распределяют в два этапа. Сначала продукцию распределяют по всей поверхности как можно быстрее (менее чем за 30 с) небольшими круговыми движениями с минимальным давлением. Затем продукцию втирают в поверхность пластины чередующимися горизонтальными и вертикальными мазками с умеренно повышенным давлением. Второй этап должен занять от 20 до 30 с.

Подготовленный образец должен сохнуть не менее 30 мин в темноте при температуре, при которой будет проводиться UV облучение (т. е. если воздействие источника UV излучения будет осуществляться при 35 °С, то температура сушки также должна составлять 35 °С; или если воздействие источника UV излучения будет при 25 °С, то температура сушки также должна составлять 25 °С).

5.5 Измерение поглощения пластины с нанесенной продукцией

Пластину с нанесенной продукцией помещают на оптическом пути источника излучения UV спектрофотометра, поглощение UV излучения образца определяется для каждой длины волны в диапазоне от 290 нм 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.

5.6 Количество определений

Для получения достоверных результатов, характеризующих защитные свойства испытуемой продукции, испытанию подвергают не менее 4 пластин с нанесенной солнцезащитной продукцией. Дополнительные пластины с продукцией следует использовать, если 95%-ный доверительный интервал (CI) превышает 17 % от среднего значения величины UVAPF, до тех пор, пока 95%-ный CI не станет меньше 17 % от среднего значения UVAPF. Методика расчета изложена в Приложении F.

5.7 Определение исходного значения SPF ($SPF_{in\ vitro}$), значения «C», исходного значения UVAPF ($UVAPF_0$) и дозы UV-излучения

5.7.1 Определение $SPF_{in\ vitro}$

Спектр имитатора солнечного UV излучения (UV-SSR), $I(\lambda)$, (см. Приложение C) умножают на соответствующее значение чувствительности спектра эритемного действия, $E(\lambda)$, (см. Приложение C), при данной длине волны для получения при данной длине волны эффективной энергии, которая вызывает солнечный ожог. Полученную интенсивность излучения, вызывающую солнечный ожог, интегрируют в диапазоне длин волн от 290 нм до 400 нм. Коэффициент 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 будет являться значением SPF, рассчитанным методом *in vitro*.

$SPF_{in\ vitro}$ вычисляют по формуле (1):

$$SPF_{in\cdot vitro} = \frac{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-A_0(\lambda)}\cdot d\lambda}, \quad (1)$$

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

$I(\lambda)$ — спектральная плотность интенсивности падающего излучения UV источника (SSR для определения SPF) (см. Приложение С);

$A_0(\lambda)$ — 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 в качестве результата $SPF_{in\ vitro}$.

5.7.2 Определение значения «C»

Умножают значения исходной кривой поглощения на скалярную величину *«C»*, если значение SPF, рассчитанное методом *in vitro*, не равно SPF, рассчитанному методом *in vivo*. 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 $UVAPF_0$ и дозы облучения. Формула (2) приведена для вычисления откорректированного SPF *in vitro*, ($SPF_{in\ vitro,\ adj}$) и определения поправочного коэффициента «*C*»:

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

где $E(\lambda)$, $I(\lambda)$, $A_0(\lambda)$ и $d\lambda$ — см. пояснения к формуле (1).

Данные вычисления основаны на законе Ламберта-Бера $E = E_0 \cdot e^{-cd}$, применимого 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].

Для корректной интерпретации величина «*C*», как правило, находится в пределах от 0,8 до 1,6. Если «*C*» находится за пределами данного диапазона, должны быть подготовлены новые образцы для проверки исходных эмпирических данных. Величина «*C*» для эталонной продукции S2 также должна находиться в пределах от 0,8 до 1,6 или методика проведения испытания должна быть изменена для получения корректного значения.

5.7.3 Определение исходного UVAPF перед началом воздействия UV излучением ($UVAPF_0$)

Исходное значение $UVAPF_0$ вычисляют с целью определения дозы воздействия UV излучения. Расчеты аналогичны расчетам при определении исходного $SPF_{in\ vitro}$. Интенсивность спектра источника UVA излучения, $I(\lambda)$, (см. Приложение С) для каждой длины волны умножают на значение чувствительности спектра при определении стойкого потемнения пигмента, $P(\lambda)$, чтобы получить энергию, вызывающую потемнение пигмента при данной длине волны. Полученная в результате интенсивность излучения, вызывающая потемнение пигмента, интегрируется в диапазоне длин волн от 320 нм до 400 нм. Значения исходного поглощения тестируемой 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 (3). Отношение этих двух интегралов представляет собой исходное значение $UVAPF_0$ *in vitro*:

$$UVAPF_0 = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-A_0(\lambda)C}\cdot d\lambda}, \quad (3)$$

где $P(\lambda)$ — спектр действия PPD (см. Приложение С);

$I(\lambda)$ — спектральная плотность интенсивности падающего излучения источника UVA излучения (UVA от 320 нм до 400 нм для определения PPD) (см. Приложение С);

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

C — поправочный коэффициент, определенный ранее по формуле (2);

$d\lambda$ — шаг длины волны (1 нм).

5.7.4 Определение дозы воздействия UV излучением

Доза воздействия UV излучением, D, это — значение $UVAPF_0$, умноженное на коэффициент 1,2, в Дж/см^2:

$$D = UVAPF_0 \times 1{,}2 \quad (4)$$

Образец обрабатывают полным спектром UV излучения, но доза определяется только UVA частью спектра.

Примечание — Коэффициент 1,2 Дж/см^2 получен в результате круговых межлабораторных испытаний, проведенных ISO TC 217 [8].

5.8 Воздействие UV излучением

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

Подвергают воздействию UV излучения испытуемые пластины. Во время воздействия температура образцов должна поддерживаться в диапазоне от 25 °С до 35 °С и равняться температуре, при которой проводился процесс сушки. PMMA пластины должны быть установлены поверх неотражающей UV излучение подложки, которая должна находиться позади каждой пластины, чтобы снизить 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).

5.9 Измерение окончательного откорректированного спектра поглощения

После UV воздействия повторно измеряют поглощение испытуемых образцов, измерение проводят в тех же местах, в каких проводились измерения перед воздействием UV излучением (см. 5.5). Окончательные значения поглощения должны равняться значениям поглощения, полученным после UV воздействия, умноженным на коэффициент «C», определенный в 5.7.2.

$$A_f(\lambda) = A_e(\lambda)C,$$

где A_e — среднее монохроматическое поглощение излучения слоем испытуемой продукции после UV воздействия;

A_f — окончательное среднее монохроматическое поглощение испытуемой продукции.

5.10 Вычисление значения UVAPF пластин после UV облучения образца

UVAPF вычисляют по формуле (5) для каждой отдельной пластины, используя результат однократного испытания пластины или среднее значение нескольких результатов испытаний данной пластины.

$$UVAPF = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-A_e(\lambda)C}\cdot d\lambda}, \quad (5)$$

где $P(\lambda)$ — спектр действия PPD (см. Приложение С);

$I(\lambda)$ — спектральная плотность интенсивности падающего излучения источника UVA излучения (UVA от 320 нм до 400 нм для определения PPD) (см. Приложение С);

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

C — поправочный коэффициент, определенный ранее по формуле (2);

$d\lambda$ шаг длины волны (1 нм).

Другие показатели, характеризующие солнцезащитные свойства продукции, также могут быть вычислены с помощью окончательной кривой поглощения (см. 5.9).

6 Обработка результатов испытаний с помощью электронных таблиц

6.1 Вычисления, приведенные в 5.1.4– 5.1.8, могут выполняться автоматически при помощи электронных таблиц, описанных в настоящем стандарте, посредством следующих операций.

6.2 Вводят наименование продукции, дату, данные, идентифицирующие оператора и SPF *in vivo* испытуемой продукции, тип спектрального анализатора, тип источника UV излучения, исходную интенсивность излучения источника UVA излучения, а также поправочный коэффициент интенсивности излучения «Y» (см. Приложение B) в соответствующие ячейки электронной таблицы на вкладке «Начинайте здесь».

6.3 Измеряют и вводят полученные значения поглощения до воздействия UV излучением первых четырех пластин с нанесенной продукцией в соответствующие ячейки электронной таблицы на вкладках «Пластина # 0». Нажимают на кнопку «ОК, данные введены, переход к следующему этапу» после каждого ввода.

6.4 Интенсивность UV излучения во время воздействия и время воздействия записывают на вкладке «Результаты #» для каждой отдельной пластины.

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

6.6 Измеряют поглощение каждой из пластин. Измерения, проводимые после воздействия UV излучением, должны выполняться в том же месте (или местах), где проводились измерения поглощения до воздействия UV излучением.

6.7 Вводят результаты испытаний после воздействия UV излучением для каждой пластины в соответствующие ячейки таблицы на вкладке «Пластина # UV». Нажимают на кнопку «ОК, данные введены, переход к следующему этапу».

6.8 На вкладке таблицы «РЕЗУЛЬТАТЫ (Пластина #)» будут показаны данные результатов для каждой отдельной пластины.

6.9 Когда введение всех данных для первых четырех пластин будет завершен, появится вкладка таблицы «Отчет», в которой будут представлены обобщенные результаты для испытуемого образца. Если значение UVAPF при 95 % CI составляет менее 17 % от среднего значения UVAPF, никаких дополнительных пластин не требуется, а окончательные результаты будут представлены в графической форме и в виде таблиц. В противном случае, должны быть последовательно добавлены дополнительные образцы, как описано выше. Появятся дополнительные листы для ввода данных дополнительных пластин, которые заполняются, как указано выше, пока не будет обеспечено соответствие критерию испытания.

7 Эталонная солнцезащитная продукция S2

Контроль метода проводят посредством эталонной солнцезащитной продукции. Для этой цели должна быть использована эталонная солнцезащитная продукция S2, описанная в приложении E. Результаты испытаний UVAPF эталонной продукции S2 должны находиться в пределах диапазона, указанного ниже (таблица 2), определенного при проведении *in vivo* испытаний, 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 UVAPF

Параметр	Нижний предел	Верхний предел
UVAPF	10.7	14.7

Периодичность испытаний эталонной продукции S2 устанавливается в соответствии с внутренними документами пользователя и/или ISO/IEC 17025.

8 Протокол испытаний

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

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

b) калибровочный коэффициент «Y», используемый для корректировки результатов измерения источника излучения UVA радиометра стандартным спектрорадиометром (4.5 и B.3.10);

c) сведения об изготовителе пластин и номере (коде) партии;

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 измеренного методом *in vivo* солнцезащитного фактора (SPF), используемого для вычислений;

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 с указанием даты проведения ее испытания;

i) идентификационные данные испытуемой продукции;

j) информацию о лице, проводившем испытание;

k) могут быть представлены результаты дополнительных вычислений, полученных на основании значений поглощения [см. 8 d)].

Приложение А
(обязательное)

Калибровка UV спектрометра 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 электронные таблицы рассматриваются как часть настоящего стандарта.

А.2 Точность длины волны

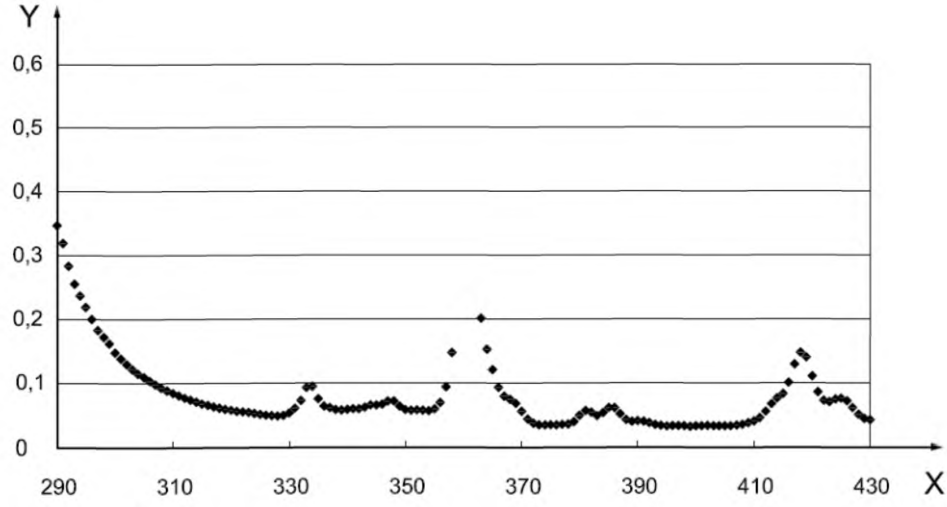
А.2.1 Гольмиево-оксидный фильтр

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 Помещают гольмиево-оксидный фильтр на пути образца и измеряют поглощение излучения в диапазоне от 290 нм до 430 нм. Проводят измерения относительно воздуха на оптическом пути «холостого» образца. Измерение повторяют трижды. Накапливают данные и значения поглощения в закладке «Точность длины волны с использованием гольмиевого фильтра» в приведенной ниже электронной таблице «UVSpectcalib.xls» в колонках B–D. Нажимают на кнопку с назначенным макросом в ячейке «P28», чтобы активировать функцию проверки пика. Результаты автоматически отобразятся в сводном листе калибровки системы, приведенном в настоящем стандарте (см. рисунок А.2), и будут аналогичны результатам, показанным на рисунке А.1.

А.2.2.2 Отклонения длины волны от стандартного значения в UV диапазоне прибора не должны превышать 1 нм. Пример спектра калибровки показан на графике ниже. Отчетная длина волны пика должна быть 360, 361 или 362, либо прибор должен быть откалиброван для получения одного из данных значений длин волн.



X — длина волны (нм)
Y — поглощение

Рисунок А.1 — При установке гольмиево-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), полученного стандартным методом литья. 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 методом *in vitro* степени UV защиты, для внутри- и межлабораторных целей.

А.3.2 Оценка линейности

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 и помещают ее на оптическом пути в UV спектрофотометра. Проводят измерения относительно воздуха на незаполненном оптическом пути. Проводят измерения в двух повторностях (от 290 нм до 380 нм) и вводят данные в таблицу на вкладке «Испытание на линейность», ячейки B8:C98.

Обозначают вторую пластину как Слайд В и помещают ее на оптическом пути UV спектрофотометра. Проводят измерение относительно воздуха на незаполненном оптическом пути. Проводят измерение в двух повторностях и вводят данные в таблицу на вкладке «Испытание на линейность», ячейки D8:E98. Совмещают оба слайда (А и В) верхними шероховатыми сторонами друг к другу и измеряют общее поглощение (при длине волн от 290 нм до 380 нм). Измерение проводят относительно воздуха на незаполненном оптическом пути. Проводят измерение в 4 повторностях и вводят данные в таблицу на вкладке «Испытание на линейность», ячейки F8:I98. Результаты автоматически появятся в сводном листе калибровки системы, приведенном в настоящем стандарте (см. рисунок А.2).

А.4 Определение предельного динамического диапазона поглощения

Электронная таблица также позволяет вычислить максимальный предельный диапазон поглощения UV спектрофотометра, основанный на отклонении результатов измерений двух пластин. Если отклонение превышает 0,1 AU, 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 AU.

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.

А.5.2 Метод

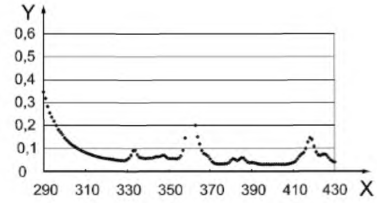
Устанавливают базовую линию UV спектрофотометра с пустыми ячейками (без образца). Наносят кончиком пальца приблизительно 15 мг глицерина или модифицированного раствора глицерина на шероховатую поверхность PMMA пластины. Удаляют излишки глицерина на пластине кончиком пальца. Устанавливают подготовленную пластину в позицию для измерений и измеряют поглощение (или % пропускания) пластины. Записывают и вводят данные в таблицу на вкладке «Пропускание пластины» в соответствующем столбце В для значений поглощения или столбце С для значений % пропускания. Пластина должна иметь пропускание > 60 % при 290 нм, > 69 % при 300 нм и > 81 % при 320 нм. Результаты автоматически отображаются в сводном листе калибровки системы, приведенном в настоящем стандарте, как показано на рисунке А.2.

А.6 Запись результатов

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

Прибор: Дата	0 Март 31,2011				Проверен (кем): Подпись:	0 0
Испытание на пропускание пластины		Изготовитель пластины:		0	Партия №	0
нм 290 300 320	Предельные значения > 60 % > 69 % > 81 %	65.5 % 70.9 % 82.1 %	Выдержали испытание			
Точность длины волны спектрофотометра						
		Пик 1				
Стандартная длина волны		361				
Измеренная длина волны		361				
Значение пика		0,433				
Предел: ± 1		ФАКТИЧЕСКИЙ				

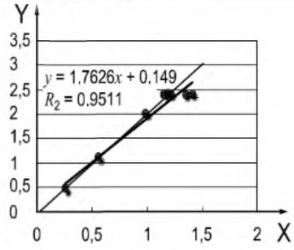
Рисунок А.2 — Сводный лист калибровки системы (1 из 2)



X — длина волны (нм)
У — поглощение

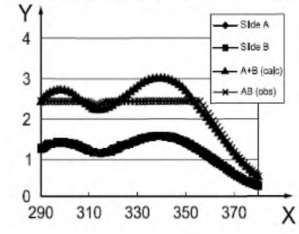
Наблюдения при использовании гольмиево-оксидного фильтра

Испытание линейности спектрофотометра			
			Предел
Предельный динамический диапазон	2,41	Выдержал испытание	2,2
Предел линейности	92,50	Выдержал испытание	85



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

X — среднее поглощение одной пластины
У — поглощение двух пластин (расположенных друг около друга)



b) Определение динамического диапазона

X — длина волны (нм)
У — поглощение
Примечание — calc. = рассчитанный, obs. = наблюдаемый

Рисунок А.2 — Сводный лист калибровки системы (2 из 2)

Приложение В
(обязательное)

Процедура калибровки радиометра

В.1 Цель процедуры калибровки

Целью процедуры является калибровка радиометра, используемого для измерения источника UV излучения, с целью воздействия точными дозами излучения при проверке фотостабильности солнцезащитной продукции методом in vitro.

В.2 Краткое описание процедуры

Измерение интенсивности излучения спектрорадиометра сначала проводится в UV диапазоне источника излучения (290 нм – 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 нм 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 коэффициент 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, имеющий прослеживаемость со стандартным источником излучения в диапазоне 290 нм – 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 излучения источника с помощью спектрорадиометра в диапазоне 290 нм – 400 нм, с последовательным увеличением длины волны на 1 нм.

В.3.5 Интегрируют спектральную плотность интенсивности излучения в диапазоне от 320 нм до 400 нм для того, чтобы определить общую интенсивность 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 следующим образом:

$$Y = IUVA_{spec}/IUVA_{rad}.$$

В.3.10 Последующие результаты измерения источника UV излучения с помощью UVA радиометра умножают на коэффициент *Y* для получения скорректированной интенсивности UVA излучения.

Скорректированная интенсивность UVA излучения = $IUVA_{rad} \times Y$

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

Приложение С
(обязательное)

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

Таблица С1 — Спектры действия PPD, спектры эритемного действия, спектральная интенсивность излучения UVA и UV-SSR

Длина волны, нм	Спектр действия PPD	Спектр эритемного действия	Источник UV-SSR, Вт/м^2/нм	Источник UVA излучения, 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	—
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

Продолжение таблицы С1

Длина волны, нм	Спектр действия PPD	Спектр эритемного действия	Источник UV-SSR, Вт/м^2/нм	Источник UVA излучения, Вт/м^2/нм
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
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

Окончание таблицы С1

Длина волны, нм	Спектр действия PPD	Спектр эритемного действия	Источник UV-SSR, Вт/м^2/нм	Источник UVA излучения, Вт/м^2/нм
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
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

Стандартная суммарная интенсивность солнечного UV излучения составляет от 51,4 до 63,7 Вт/м^2 [6], [7], соотношение интенсивности излучения UVA к интенсивности излучения UVB — от 16,9 до 17,5.

Приложение D
(обязательное)

Показатели поверхности испытательных PMMA пластин

D.1 Тип испытательной пластины

PMMA пластины с шероховатой поверхностью, полученной в процессе литья, со следующими показателями (диапазоном верхних и нижних предельных значений) были выбраны для данного *in vitro* метода испытания в результате круговых межлабораторных испытаний.

D.2 Профиль поверхности подложки

Измеряют характеристики профиля поверхности подложки [9], площадью не менее 10 мм × 5 мм с интервалами в 15 мкм. Бесконтактный топографический анализ поверхности может быть проведен с помощью лабораторного устройства, состоящего из оптического датчика, контроллера движения, стола поступательного перемещения x–y и снабженного микротопографическим программным обеспечением. Рекомендуется использовать датчик в основу которого положен принцип хроматической аберрации дневного света, который обеспечивает высокое разрешение: 10 нм по вертикали и 1 мкм по горизонтали.

Параметры профиля поверхности должны быть рассчитаны по среднему значению различных проанализированных характеристик (Ra, R_v, R_{dq}, A_1, SS_c, V_w).

D.3 Параметры профиля пластины

PMMA пластины можно подготовить в процессе литья, чтобы они имели параметры поверхности, удовлетворяющие требованиям при измерении соответствующими приборами [9]:

Таблица D.1 — Заданные значения, верхние и нижние предельные значения

Показатель	*Ra*	*Rv*	*Rdq*	*A1*	*SSc*	*Vw*
Заданное значение	4,853	13,042	11,122	239,750	0,033	1,044E-06
Верхнее предельное значение	5,170	13,669	12,411	284,256	0,046	1,663E-06
Нижнее предельное значение	4,535	12,414	9,833	195,244	0,020	4,248E-07

D.4 Оптические характеристики пластины

D.4.1 Требования к коэффициенту пропускания (см. A.5)

Коэффициент пропускания представительных образцов от каждой партии PMMA пластин определяют, чтобы обеспечить их соответствие техническим требованиям. Профилированную поверхность испытуемой пластины необходимо обработать чистым глицерином или раствором модифицированного глицерина, приведенных в Таблице D.2.

Таблица D.2 — Раствор модифицированного глицерина

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

D.4.2 Метод

D.4.2.1 Подготавливают стандартную PMMA пластину, нанося приблизительно 15 мг чистого глицерина или раствора модифицированного глицерина в виде тонкой непрерывной пленки на шероховатую сторону пластины. Слайд должен быть прозрачным после обработки. Удаляют излишек глицерина кончиком пальца.

D.4.2.2 Помещают пластину на оптическом пути UV спектрофотометра. Измеряют коэффициент пропускания (от 290 нм до 400 нм) относительно воздуха, используемого в качестве стандартного оптического пути.

D.4.3 Минимальные значения пропускания

Предельные значения пропускания обработанной пластиной:
290 нм: > 60% Т.
300 нм: > 69% Т.
320 нм: > 81% Т.

Приложение Е
(обязательное)

Эталонная UVA солнцезащитная продукция S2

Е.1 Среднее значение UVAPF и его допустимые предельные значения для эталонной солнцезащитной продукции S2

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

Таблица Е.1 — Средний UVAPF и его допустимые предельные значения для эталонной солнцезащитной продукции S2

Эталонная солнцезащитная продукция	Среднее значение	Среднее значение	Допустимые предельные значения	
Состав	SPF	UVAPF	Нижнее предельное значение	Верхнее предельное значение
S2	16,0	12,7	10,7	14,7

Е.2 Рецептура и приготовление эталонной 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 — Состав эталонной продукции S2

Ингредиенты	масс. % от общей массы
Фаза 1 (водная)	
Вода	62,43
Пропиленгликоль	1,00
Ксантановая камедь	0,60
Карбомер, например Carbopol Ultrez 10[a]	0,15
Двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты	0,08
Фаза 2 (масляная)	
Октокрилен	3,00
Бутил метоксидибензоилметан	5,00
Этилгексил метоксициннамат	3,00
Бис-этилгексилоксифенол	2,00
Метоксифенил триазин	
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)	
Этилпарабен (и)	
Бутилпарабен (и)	
Пропилпарабен (и)	
Фаза 3	
Циклопентасилоксан	2,00
Триэтаноламин	0,23

[a] Carbopol Ultrez 10 пример подходящего продукта, имеющегося в продаже. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего документа и не означает, что ISO рекомендует именно это продукт.

Е.3 Приготовление продукции

Процесс приготовления должен включать следующие пять этапов:
Е.3.1 Нагревают до 75 °С отдельно друг от друга смешанные ингредиенты фазы 1 и фазы 2.
Е.3.2 Добавляют медленно масляную фазу 2 в водную фазу 1, перемешивая фазу 1.
Е.3.3 Охлаждают смесь до 40 °С, не прекращая перемешивание.
Е.3.4 Добавляют ингредиенты фазы 3 в смесь фаз 1 и 2, не прекращая перемешивание.
Е.3.5 Возмещают потерю воды и доводят смесь до однородного состояния.

Е.4 Органолептические и физико-химические показатели

Солнцезащитная продукция S2 должна иметь следующие показатели:
Е.4.1 Цвет: от белого до бледно-желтого.
Е.4.2. pH: 6,5±0,5.
Е.4.3 Плотность: 0,96 г/см^3 — 1 г/см^3.
Е.4.4 Вязкость: 7000 — 12000 (вязкость измеряют, используя вискозиметр Брукфильда типа DV-II со шпинделем В [1)], при 20 об/мин в течение 60 с.

Е.5 Хранение и срок годности

Срок годности эталонной продукции S2 — 12 мес с даты изготовления, ее следует хранить при 20 °С в стеклянном сосуде или плотно укупоренном пакете в защищенном от света месте.

Е.6 Аналитические данные

Е.6.1 Основные положения

Методика проверки эталонной солнцезащитной продукции S2 описана ниже.

Е.6.2 Сущность метода

Отбирают пробу продукции гравиметрическим методом и растворяют в этаноле (в котором растворимы анализируемые ингредиенты). Фильтруют и анализируют раствор при помощи 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.6.3 Реактивы

Для определений используют следующие химические продукты и реактивы.
Е.6.3.1 **Абсолютированный этанол** (для ВЭЖХ).
Е.6.3.2 **Вода высокой степени чистоты** (для ВЭЖХ).
Е.6.3.3 **Фосфорная кислота**, 85 %, аналитической степени чистоты.
Т.6.3.4 **Этилгексил метоксициннамат.**
Е.6.3.5 **Бутил метоксидибензоилметан.**
Е.6.3.6 **Октокрилен.**
Е.6.3.7 **Бис-этилгексилоксифенол-метоксифенил триазин.**

Е.7 Аппаратура (жидкостный хроматограф высокого давления)

Аппаратура, необходимая для проведения аналитических измерений активнодействующих ингредиентов эталонной солнцезащитной продукции S2, включает следующее:
Е.7.1 **Инжектор,** обеспечивающий впрыскивание пробы объемом 10,0 мкл.

---

[1] Вискозиметр Брукфильда типа DV-II со шпинделем В — является примером продукта, имеющегося в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанного продукта со стороны ISO.

E.7.2 **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 [3].

E.7.3 **Элюент А,** вода, подкисленная H_3PO_4.

E.7.4 **Элюент В,** абсолютированный этанол (для ВЭЖХ).

E.7.5 **УФ детектор,** длина волны 312 нм.

E.7.6 **Данные,** т. е. количественно определенные площади пиков.

E.8 Методика

Для определения активнодействующих ингредиентов эталонной солнцезащитной продукции S2 выполняют следующие операции.

E.8.1 Используя аналитические весы, взвешивают с точностью до 0,1 мг в мерной колбе вместимостью 25 мл приблизительно 50 мг эталонной продукции.

E.8.2 Доводят объем этанолом до метки.

E.8.3 Перемешивают при помощи вихревой мешалки и в случае, если продукция не растворяется, гомогенизируют в ультразвуковой бане до получения однородной консистенции.

E.8.4 Фильтруют через дисковый фильтр из поливинилиденфторида с размером отверстий 0,45 мкм.

E.8.5 Анализируют раствор пробы и смешанный рабочий раствор стандартов методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

E.9 Контроль качества

Для проверки качества аналитического метода выполняют следующее.

E.9.1 Анализируют пробу подвижной фазы для ВЭЖХ и плацебо (при наличии), приготовленного в соответствии с E.8, методом обращенно-фазовой ВЭЖХ, чтобы подтвердить отсутствие мешающих хроматографических пиков.

E.9.2 Вводят рабочий раствор стандартов три раза в хроматограф и вычисляют коэффициент вариации площадей пиков анализируемых ингредиентов.

E.10 Вычисления

Процентное содержание анализируемого ингредиента вычисляют по следующей формуле:

$$\frac{M \cdot h \cdot 2{,}5}{P \cdot H}$$

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.

E.11 Критерии приемки

Результаты аналитических определений являются приемлемыми при следующих условиях:

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

[2] Waters Symmetry Shield C18 — является примером продукта, имеющегося в продаже. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой указанного продукта со стороны ISO.

[3] Градиент колонки должен быть следующим: 37 % A и 63 % B в течение 0–12 мин, 100 % B в течение 12–22 мин, 100 % B в течение 22–25 мин, 37 % A и 63 % B в течение 25–26 мин и 37 % и 63 % B в течение 26–30 мин.

Приложение F
(справочное)

Статистические данные и вычисления

F.1 Определение защитного фактора от ультрафиолетового излучения спектра А отдельной пластины (UVAPFi)

UVAPFi каждой пластины вычисляют при помощи электронной таблицы:

$$UVAPFi = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda)\cdot I(\lambda)\cdot 10^{-Ae(\lambda)C}\cdot d\lambda}, \quad (F.1)$$

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

UVAPF солнцезащитной продукции представляет собой среднее арифметическое значений $UVAPF_i$ общего количества (n) пластин, выраженное с точностью до первого десятичного знака:

$$UVAPF = \frac{\sum UVAPF_i}{n}, \quad (F.2)$$

Стандартное отклонение определяют по формуле (F.3):

$$s = \sqrt{\frac{\sum (UVAPFi)^2 - \left[\sum (UVAPFi)^2 / n\right]}{(n-1)}}, \quad (F.3)$$

F.3 Доверительный интервал 95%

Доверительный интервал 95 % (95 % CI) для среднего значения UVAPF определяют по формуле (F.4):

95 % CI = от (UVAPF – c) до (UVAPF + c) (F.4)

c вычисляют как: c = (значение t) · SEM = (значение t) · $s/\sqrt{n}$

$$c = t \cdot s/\sqrt{n}$$

$$CI\ [\%] = 100 \cdot c/UVAPF,$$

где SEM — стандартная ошибка среднего значения;

n — общее количество волонтеров, подвергнутых испытанию;

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 UVAPF начинают, проводя испытание солнцезащитной продукции на исходном наборе, состоящем из n' пластин (должно быть использовано не менее 4 пластин). Значения $UVAPF_i$ продукции для каждой пластины вычисляют по формуле (F.1).

Используя значения $UVAPF_i$, вычисляют условное среднее значение UVAPF для исходного набора из n' пластин ($UVAPF_{n'}$) по формуле (F.2) при доверительном интервале 95 % (95 % $CI_{n'}$), используя формулы (F.4), (F.5), (F.6) и t-таблицы Стьюдента (таблица F.1):

$$UVAPFn'=\sum UVAPF_i/n' \quad (F.7)$$

$$95\ \%\ CI_{n'} = \text{от } UVAPF_{n'} - c_{n'} \text{ до } UVAPF_{n'} + c_{n'} \quad (F.8)$$

$c_{n'}$ вычисляют как

$$c_{n'} = t_{n'} \cdot s_{n'}/\sqrt{n} \quad (F.9)$$

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

$$s_{n'} = \sqrt{\frac{\sum (UVAPF_i)^2 - \left[\sum (UVAPF_i)^2 / n'\right]}{(n'-1)}}, \quad F.10)$$

$$CI_{n'}[\%] = 100 \cdot c_{n'}/UVAPF_{n'} \quad F.11)$$

Если вычисленный условный $CI_{n'}$ [%] больше 17 % от условного среднего значения $UVAPF_{n'}$, продолжают испытание солнцезащитной продукции на дополнительных пластинах до тех пор, пока условный $CI_{n'}$ [%] не будет менее 17 % от условного среднего значения UVAPF. Если соответствие критерию не достигнуто после испытания 10 подходящих пластин, повторяют все испытание.

F.4.2 Предполагаемое количество пластин, n^*

Если $CI_{n'}$ [%] при условном $UVAPF_{n'}$ превышает 0,17 $UVAPF_{n'}$, 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:

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

где $t_{n'}$ — t-статистика из t-таблицы Стьюдента или формулы (F.7), для n' результатов;
$s_{n'}$ — наилучшее значение стандартного отклонения совокупности (т. е. от n' результатов);
$CI_{n'}$ — 17 % от среднего значения $UVAPF_{n'}$, представляет собой требуемый доверительный интервал.

Пример:
Если n* вычисляют после того, как получены результаты оценки 10 субъектов, то:

$$n^* = (2{,}262 \cdot s_n/0{,}17 \cdot UVAPF_n)^2 \quad (D.13)$$

т. е.

$$n^* = (13{,}30\ s_n/UVAPF_n)^2 \quad (D.14)$$

Библиография

[1] ISO 17166 «Erythema reference action spectrum and standard erythema dose»
Стандартный спектр действия эритемы и стандартная эритемная доза

[2] McKinlay, AF. And Diffey, BL. A reference action spectrum for ultraviolet induced erythema in human skin. CIE J (1987) 6: pp. 17-22
(Эталонный спектр действия эритемы на коже человека, вызванной ультрафиолетом. Журнал CIE 6 стр. 17-22)

[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
(Способность определения эффективности UVA-защиты солнцезащитных средств 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 (Объединенный комитет Европейских ассоциаций по парфюмерно-косметическому производству), Метод испытания SPF (1994))

[7] DIN 67501, Experimental *in vivo* evaluation of the protection from erythema of external sunscreen products for the human skin [4)]
(Экспериментальная *in vivo* оценка защиты от эритемы наружных UVA солнцезащитных средств для кожи человека)

[8] ISO/TC 217/HU 7 *In vitro* UVA Ring Test Report, 2009 [5)]
(Протокол кругового испытания UVA *In vitro*)

[9] 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)

[10] 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)

[11] COLIPA (Объединенный комитет Европейских ассоциаций по парфюмерно-косметическому производству), метод определения *in vitro* защиты от UVA излучения, обеспеченной солнцезащитной продукцией (2009))

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

[4)] Отменен.
[5)] В процессе подготовки.

УДК 665.584.2(083.74)(476) МКС 71.100.70 IDT

Ключевые слова: косметическая продукция, солнцезащитный фактор, ультрафиолетовое излучение, УФ фильтры

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 06.10.2016. Подписано в печать 20.10.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 3,37 Уч.-изд. л. 1,65 Тираж 2 экз. Заказ 1901

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru