

DIN EN ISO 24443



ICS 11.100.10; 71.100.70

Ersatz für
DIN EN ISO 24443:2012-09 und
DIN 67502:2005-02

***In vitro* Bestimmung des UVA-Schutzes von Sonnenschutzmitteln
(ISO 24443:2012);
Deutsche Fassung EN ISO 24443:2012**

Determination of sunscreen UVA photoprotection *in vitro* (ISO 24443:2012);
German version EN ISO 24443:2012

Détermination *in vitro* de la photoprotection UVA (ISO 24443:2012);
Version allemande EN ISO 24443:2012

Gesamtumfang 36 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN
Normenausschuss Lichttechnik (FNL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 24443:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 217 „Cosmetics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 392 „Kosmetische Mittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-07-01 AA „Kosmetische Mittel“ im Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN.

Dieses Dokument wurde unter einem Mandat erarbeitet, das die Europäische Kommission und die Europäische Freihandelszone dem CEN erteilt haben, und unterstützt grundlegende Anforderungen der EU-Richtlinien.

Es wird darauf hingewiesen, dass in der Referenzfassung EN ISO 24443:2012, Anhang E, E.4.4 die Einheit für die Viskosität fehlt und aus diesem Grund eine nationale Fußnote eingefügt wurde.

Im Abschnitt 6 und in den Anhängen A, B und F wird auf eine Tabellenkalkulation verwiesen. Die entsprechenden Excel-Tabellen können über den Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN angefordert werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 24443:2012-09 wurden folgende Korrekturen vorgenommen:

- a) DIN 67502 wurde im Ersatzvermerk aufgenommen;
- b) ein Hinweis zu den entsprechenden Excel-Tabellen für den Abschnitt 6 und für die Anhänge A, B und F wurde im nationalen Vorwort aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN 67502: 2005-02
DIN EN ISO 24443: 2012-09

Deutsche Fassung

In vitro Bestimmung des UVA-Schutzes von
Sonnenschutzmitteln (ISO 24443:2012)

Determination of sunscreen UVA photoprotection *in vitro*
(ISO 24443:2012)

Détermination *in vitro* de la photoprotection UVA
(ISO 24443:2012)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 24. Mai 2012 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Begriffe	4
3 Grundlagen	5
4 Geräte	6
4.1 Spezifikationen des UV-Spektralphotometers	6
4.2 Kalibrierung des UV-Spektralphotometers	6
4.3 Kalibrierung der UV-Strahlungsquelle	6
4.4 Überwachen der UV-Strahlungsquelle	7
4.5 Kalibrierung des UVA-Radiometers, das zum Überwachen der Bestrahlungsstärke auf den Proben verwendet wird	7
4.6 Substrat/Plättchen	7
5 Prüfverfahren	8
5.1 Gliederung des Prüfverfahrens	8
5.2 Kalibrierung der Einrichtung und Validierung der Prüfplättchen	8
5.3 Extinktionsmessungen der Plättchen	8
5.4 Auftragen der Probe	9
5.5 Extinktionsmessungen des mit dem Produkt behandelten Plättchens	9
5.6 Anzahl der Messungen	9
5.7 Bestimmung des SPF _{in vitro} , des „C“-Wertes, des anfänglichen UVAPF (UVAPF ₀) und der UV-Dosis	9
5.8 UV-Exposition	11
5.9 Messung der endgültig angepassten spektralen Extinktion	12
5.10 Berechnung des UVAPF von Plättchen nach der UV-Exposition der Probe	12
6 Verfahren unter Anwendung der Tabellenkalkulation dieser Internationalen Norm	12
7 Referenz-Sonnenschutzmittel S2	13
8 Prüfbericht	13
Anhang A (normativ) Kalibrierung des UV-Spektralphotometers	15
Anhang B (normativ) Kalibrierung des UVA-Radiometers gegen die spektralradiometrisch gemessene Bestrahlungsstärke	19
Anhang C (normativ) Berechnungswerte: PPD- und Erythemwirkungsspektren und spektrale UVA- und UV-SSR-Bestrahlungsstärken	21
Anhang D (normativ) Spezifikationen der PMMA-Prüfplättchenoberfläche	25
Anhang E (normativ) UVA-Referenz-Sonnenschutzmittel S2	27
Anhang F (normativ) Statistische Berechnungen	31
Literaturhinweise	34

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 24443:2012) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 217 „Cosmetics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 392 „Kosmetische Mittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 2012, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 2012 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 24443:2012 wurde vom CEN als EN ISO 24443:2012 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm stellt ein *in vitro* Verfahren zur Charakterisierung des UVA-Schutzes von Sonnenschutzmitteln dar. Es werden Spezifikationen angegeben, für eine reproduzierbare Bestimmung der spektralen Extinktion als Charakterisierung des UVA-Schutzes.

Zur Bestimmung der relevanten Kenngrößen für den UVA-Schutz wird die Kurve der spektralen Extinktion im UV ermittelt, auf deren Grundlage eine Reihe von Berechnungen und Bewertungen vorgenommen werden können. Ergebnisse dieses Messverfahrens können für weitere Berechnungen, wie zum Beispiel für örtliche Aufsichtsbehörden, verwendet werden. Dies beinhaltet die Berechnung des UVA-Schutzfaktors (UVAPF) [korreliert mit dem *in vivo* UVA-Schutzfaktor aus dem Persistent Pigment Darkening-Prüfverfahren (PPD)], der kritischen Wellenlänge und des UVA-/UVB-Extinktionsverhältnisses. Diese Berechnungen sind optional und beziehen sich auf die örtlichen Anforderungen zur Kennzeichnung von Sonnenschutzmitteln. Diese Methode basiert auf der Verwendung der *in vivo* SPF-Ergebnisse für die Skalierung der UV-Extinktionskurve.

Diese Internationale Norm gilt nicht für pulverförmige Produkte, die zum Beispiel gepresst oder lose vorliegen.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

***In vitro* UVA-Schutzfaktor UVAPF**

Schutzfaktor eines Sonnenschutzmittels gegen UVA-Strahlung, der sich mathematisch mit der *in vitro* Spektralmodellierung ermitteln lässt

2.2

***In vitro* Berechnung des Sonnenschutzfaktors (SPF)**

SPF_{*in vitro*}

spektrale Modellierung zur Berechnung des Schutzfaktors eines Sonnenschutzmittels gegen die erythem-wirksame Strahlung

2.3

Erythem-Wirkungsspektrum

$E(\lambda)$

relative Wirkungen einzelner Spektralbänder einer Strahlungsquelle bezüglich einer Erythemreaktion

ANMERKUNG Siehe [1] und [2].

2.4

PPD-Wirkungsspektrum

$P(\lambda)$

relative Wirkungen einzelner Spektralbänder einer Strahlungsquelle bezüglich einer PPD-Reaktion

ANMERKUNG Siehe [3] und [4].

2.5

spektrale Extinktion

A_λ

Extinktion des Sonnenschutzmittels bei Wellenlänge, λ , die sich aus dem spektralen Transmissionsgrad des Sonnenschutzmittels, T_λ , ergibt,

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

wobei der spektrale Transmissionsgrad, T_λ , der Anteil der durch den Film des Sonnenschutzmittels durchgelassenen einfallenden Bestrahlungsstärke ist

2.6

Bestrahlungsstärke

I

Strahlungsleistung je Flächeneinheit, in W/m^2 ; für einen festgelegten Wellenlängenbereich

BEISPIEL Von 290 nm bis 400 nm für UVA- + UVB-Bestrahlungsstärke oder von 320 nm bis 400 nm für UVA-Bestrahlungsstärke.

2.7

spektrale Bestrahlungsstärke für die SPF-Prüfung oder die PPD-Prüfung

$I(\lambda)$

Bestrahlungsstärke je Wellenlängeneinheit, $I(\lambda)$, in $\text{W/m}^2/\text{nm}$

2.8

Spektralphotometer

Gerät, das die Extinktions- (oder Transmissions-) Eigenschaften einer Probe als Funktion der Wellenlänge misst

2.9

Spektralradiometer

Gerät, das die spektrale Bestrahlungsstärke (Intensität in $\text{W/m}^2/\text{nm}$) von elektromagnetischen Quellen misst

ANMERKUNG In dieser Internationalen Norm auf den ultravioletten, sichtbaren und kurzwelligen infraroten Bereich begrenzt.

2.10

Radiometer

Gerät, das die Breitband-Bestrahlungsstärke (Intensität in W/m^2) von elektromagnetischen Quellen misst

ANMERKUNG In dieser Internationalen Norm auf den ultravioletten, sichtbaren und kurzwelligen infraroten Bereich begrenzt.

3 Grundlagen

Die Prüfung beruht auf der Bewertung des UV Transmissionsgrades eines dünnen Films einer auf eine aufgeraute Unterlage aufgetragenen Probe eines Sonnenschutzmittels vor und nach der Exposition durch eine vorgegebene Bestrahlung (Dosis) aus einer festgelegten UV-Strahlungsquelle. Die Messung des spektralen Transmissionsgrades von dünnen Schichten unterliegt verschiedenen Variablen, die experimentell nicht kontrolliert werden können. Daher wird jeder Satz des spektralen Transmissionsgrades des Sonnenschutzmittels so angepasst, dass der daraus berechnete SPF-Wert dem gemessenen *in vivo* SPF-Wert entspricht. Die Proben werden dann einer spezifischen gemessenen Bestrahlung (Dosis) der UV-Strahlung ausgesetzt, um die Photostabilität des Sonnenschutzmittels zu prüfen. Die sich ergebenden Daten der spektralen Extinktion haben sich als brauchbare Darstellung der spektralen Breite und Höhe des UVA-Schutzes des zu prüfenden Sonnenschutzmittels erwiesen. Das Verfahren der mathematischen Modellierung wurde empirisch abgeleitet um den Ergebnissen der *in vivo*-Prüfungen am Menschen zu entsprechen.

4 Geräte

4.1 Spezifikationen des UV-Spektralphotometers

Der Wellenlängenbereich des UV-Spektralphotometers muss den Bereich von 290 nm bis 400 nm umfassen. Die Wellenlänge muss in Inkrementen von 1 nm zunehmen.

Bei einem UV-Spektralphotometer, das hinter der Probe keinen Monochromator hat, sollte ein Fluoreszenz-Sperrfilter angewendet werden.

Die Eingangsoptik des UV-Spektralphotometers sollte für diffuse Beleuchtung und/oder diffuse Sammlung der durch das aufgeraute Polymethylmethacrylat (PMMA) Substrat hindurchgehenden Strahlung, mit und ohne dem auf die Oberfläche aufgetragenen Sonnenschutzmittel ausgelegt sein. Die Eintrittsöffnung des Empfängers des UV-Spektralphotometers muss kleiner sein als die beleuchtete Fläche auf der Probe (um Streulicht nachzuweisen). Die Fläche jeder Messstelle sollte mindestens $0,5 \text{ cm}^2$ betragen, um die Variabilität zwischen den Messungen zu reduzieren und um die Ungleichmäßigkeit in der aufgetragenen Schicht auszugleichen. Die Wellenlängengenauigkeit sollte bei Überprüfung mit einem Holmium dotierten Filter mindestens 1 nm betragen (siehe Anhang A). Die Genauigkeit der Extinktionsmessungen ist durch die Empfindlichkeit des Messgeräts begrenzt. Die geforderte Mindest-Messdynamik für diese Messmethode beträgt 2,2 Extinktionseinheiten entsprechend der Bestimmung nach Anhang A. Die maximal gemessene Extinktion sollte innerhalb der Messdynamik des benutzten Geräts liegen. Wenn die Messungen zu Extinktionskurven führen, die die festgestellte Obergrenze des UV-Spektralphotometers überschreiten, sollte das Sonnenschutzmittel mit einem Messgerät mit erhöhter Empfindlichkeit und verbesserter Messdynamik erneut geprüft werden.

Die für die Messung der Transmission verwendete Lampe des UV-Spektralphotometers muss eine kontinuierliche Strahlung im Bereich von 290 nm bis 400 nm abgeben und die Bestrahlungsstärke sollte ausreichend niedrig sein, damit die Fotoinstabilität des Produktes keine Rolle spielt (eine Xenon-Blitzlampe ist eine zweckmäßige Lösung). Demzufolge sollte die UV-Dosis während einer Messung nicht mehr als $0,2 \text{ J/cm}^2$ betragen.

ANMERKUNG Ein UV-Spektralphotometer wird verwendet, um die Extinktionseigenschaften des Sonnenschutzmittels auf Prüfplättchen zu messen. Ein Spektralradiometer wird verwendet, um die spektrale Energieverteilung und Intensität der UV-Strahlungsquelle oder des UV-Spektralphotometers während der Extinktionsmessung des Sonnenschutzmittels auf Prüfplättchen zu messen.

4.2 Kalibrierung des UV-Spektralphotometers

Das UV-Spektralphotometer ist in regelmäßigen Abständen (mindestens einmal je Monat empfohlen) durch Messungen an Referenzmaterialien zu validieren.

Nach Anhang A ist eine dreiteilige Prüfung erforderlich:

- Prüfung des Dynamikbereichs des UV-Spektralphotometers;
- Linearitätsprüfung des UV-Spektralphotometers;
- Prüfung der Wellenlängengenauigkeit.

4.3 Kalibrierung der UV-Strahlungsquelle

Die spektrale Bestrahlungsstärke in der Expositionsebene der zur Bestrahlung angewendeten UV-Strahlungsquelle (um mögliche Photoinstabilität der Probe zu berücksichtigen) muss möglichst genau der spektralen Bestrahlungsstärke auf der Erdoberfläche unter einer Standardsonne im Zenit [5], nach COLIPA [6] oder DIN 67501 [7] entsprechen. Die UV-Bestrahlungsstärke muss innerhalb der folgenden Grenzwerte (gemessen im Probenabstand) liegen.

Tabelle 1 — Spezifikationen der UV-Strahlungsquellen

Spezifikationen der UV-Strahlungsquellen, gemessen mit einem Spektralradiometer	
Gesamt-UV-Bestrahlungsstärke (290 nm bis 400 nm)	40 W/m ² bis 200 W/m ²
Verhältnis der Bestrahlungsstärke von UVA^a zu UVB^b	8 : 22
^a 320 nm bis 400 nm. ^b 290 nm bis 320 nm.	

Das UV-Strahlungsquellengerät muss in der Lage sein, die Proben im Temperaturbereich von 25 °C bis 35 °C zu halten. Es ist darauf zu achten, dass die Temperatur der Probe und nicht die umgebende Lufttemperatur gemessen wird. Um die Proben bei Temperaturen von weniger als oder gleich 35 °C zu halten, sollte ein insbesondere die IR-Strahlung reduzierendes Filtersystem angewendet werden, um den festgelegten Temperaturbereich zu erreichen. Es sollten Kühltische für die Probenplättchen oder Ventilatoren zum Einhalten der Temperaturen unter 35 °C und Heizgeräte zum Halten der Proben bei oder oberhalb von 25 °C verwendet werden.

4.4 Überwachen der UV-Strahlungsquelle

Die Strahlung der für die Exposition verwendeten UV-Strahlungsquelle ist auf Einhaltung der vorgegebenen Grenzwerte durch einen geeignet qualifizierten Fachmann (mindestens) alle 18 Monate oder nach 3 000 Stunden Lampenlaufzeit zu überprüfen. Die Überprüfung sollte mit einem Spektralradiometer durchgeführt werden, das gegen eine auf einen nationalen oder internationalen Kalibrierstandard rückführbare Normlampe kalibriert wurde. Zusätzlich zur spektralradiometrischen Prüfung ist vor jeder Anwendung die Bestrahlungsstärke der für die Exposition verwendeten UV-Strahlungsquelle zu überprüfen. Dies kann entweder mithilfe eines Spektralradiometers oder eines integrierten Radiometers, das im UVA empfindlich ist, erfolgen. Das Radiometer ist auf das UV-Spektrum der Strahlungsquelle zu kalibrieren, das für die Exposition der Proben verwendet wird. Dabei wird der Kalibrierkoeffizient zwischen dem UVA-Radiometer und dem Referenz-Spektralradiometer ermittelt.

4.5 Kalibrierung des UVA-Radiometers, das zum Überwachen der Bestrahlungsstärke auf den Proben verwendet wird

Wenn ein UVA-Radiometer verwendet wird, sollte dieses Gerät entsprechend kalibriert sein. Dazu ist es erforderlich, dass das Gerät gegen das zum Messen der Strahlungsquelle verwendete Spektralradiometer kalibriert wird (das auch während der jährlichen Kalibrierung des Sonnensimulators benutzt wird). Die Kalibrierung sollte hinsichtlich der UVA-Bestrahlungsstärke (320 nm bis 400 nm) durchgeführt werden und muss bei derjenigen Bestrahlungsstärke erfolgen, die bei der Exposition der Prüfplättchen verwendet wird. Nach erfolgter vergleichender Kalibrierung mit dem Spektralradiometer darf das UVA-Radiometer zur Messung der UV-Dosis während der täglichen Exposition benutzt werden. In Anhang B ist das schrittweise Vorgehen bei der vergleichenden Kalibrierung angegeben.

4.6 Substrat/Plättchen

Das Substrat/Plättchen ist das Material, auf dem die Probe aufzutragen ist. Für das vorliegende Verfahren sind PMMA-Plättchen mit einseitiger Aufrauung zu verwenden, die im Handel erhältlich sind. Ein spezifisches Plättchen wurde für dieses Prüfverfahren validiert; die Spezifikationen und die Herstellung dieses Plättchentyps [9] sind in Anhang D beschrieben. Die Größe des Substrats sollte so gewählt werden, dass die Auftragsfläche nicht kleiner als 16 cm² ist.

5 Prüfverfahren

5.1 Gliederung des Prüfverfahrens

5.1.1 Durchführen von Kalibrierung und Validierung der Prüfeinrichtung, einschließlich des für die Messungen von Transmission/Extinktion verwendeten UV-Spektralphotometers und des für die Messung der UV-Strahlungsquelle verwendeten UVA-Radiometers oder Spektralradiometers, und Überprüfung der Transmissionseigenschaften der Prüfplättchen nach Anhang D.

5.1.2 Durchführen von Blindmessungen eines mit Glycerin behandelten Plättchens als Referenz-„Blindprobe“, welche für die nachfolgenden Extinktionsmessungen benötigt wird.

5.1.3 Durchführen von *in vitro*-Extinktionsmessungen des auf ein PMMA-Plättchen verteilten Sonnenschutzmittels vor jeder UV-Bestrahlung. Erfassen des anfänglichen UV-Extinktionsspektrums $A_0(\lambda)$.

5.1.4 Durchführen einer mathematischen Anpassung des anfänglichen UV-Extinktionsspektrums unter Benutzung von Koeffizient „C“ (siehe Berechnung in 5.7.2), sodass man einen *in vitro*-SPF (ohne UV-Bestrahlung) gleich dem *in vivo*-SPF erhält. Der anfängliche UVAPF₀ wird mithilfe von $A_0(\lambda)$ und C berechnet.

5.1.5 Eine einzelne UV-Dosis, D , wird berechnet, mit $1,2 \times \text{UVAPF}_0$, in J/cm².

5.1.6 Durchführen der UV-Exposition mit der in 5.1.3 gemessenen Probe entsprechend der berechneten UV-Expositionsdosis, D .

5.1.7 Messen der *in vitro*-Extinktion des Sonnenschutzmittels nach der UV-Exposition. Erfassen des zweiten UV-Extinktionsspektrums $A(\lambda)$.

5.1.8 Durchführen der mathematischen Anpassung des zweiten Extinktionsspektrums (im Anschluss an die UV-Exposition) durch Multiplikation mit demselben Koeffizienten, C , der zuvor in Schritt 5.1.4 bestimmt wurde. Das resultierende Extinktionsspektrum stellt das endgültige Ergebnis dar.

ANMERKUNG Für die Berechnungen sind die UV-Extinktionsspektren zu verwenden.

5.2 Kalibrierung der Einrichtung und Validierung der Prüfplättchen

Prüfverfahren nach Anhang A sind durchzuführen, um die Wellenlängengenauigkeit, die Linearität und die Extinktionsgrenzwerte des für das Prüfverfahren verwendeten UV-Spektralphotometers/Spektralradiometers zu validieren. Ebenso ist die Validierung der UV-Eigenschaften der PMMA-Prüfplättchen nach Anhang D durchzuführen.

5.3 Extinktionsmessungen der Plättchen

Es ist erforderlich, die UV-Extinktion eines PMMA-„Blind“-plättchens zu bestimmen. Ein „Blind“-plättchen ist durch Verteilen weniger Mikroliter Glycerin auf der aufgerauten Seite des Plättchens herzustellen. Die Glycerinmenge ist so zu wählen, dass die gesamte Oberfläche gerade vollständig bedeckt ist (etwa 15 µl für ein Plättchen mit 50 mm × 50 mm). Ein Glycerinüberschuss sollte vermieden werden. Die Extinktion dieses „Blind“-plättchens ist zu messen und das Ergebnis ist als Grundlinie für nachfolgende Extinktionsmessungen zu verwenden.

ANMERKUNG Viele Spektralphotometer verfügen über eine „Grundlinien“-Funktion, die diese Grundlinien automatisch in die Berechnungen der nachfolgenden Extinktionsmessungen einbezieht.

5.4 Auftragen der Probe

Das Sonnenschutzmittel ist auf ein neues, unbehandeltes aufgerautes PMMA-Plättchen (mit der aufgerauten Seite nach oben) mit einer Auftragsmenge von $1,3 \text{ mg/cm}^2$ aufzutragen. Um eine gleichmäßige Auftragung und Wiederholpräzision sicherzustellen, sollte die Auftragsfläche nicht kleiner als 16 cm^2 sein. Die Auftragsmenge kann mittels Masseverlust der Pipette vor und nach dem Auftragen des Produktes bestimmt werden; alternativ darf das Produkt auf der Grundlage von volumetrischen Messungen unter Berücksichtigung der spezifischen Dichte der Probe aufgetragen werden. Sofern möglich sollte zu diesem Zweck eine automatische Druckpipette verwendet werden.

Das Sonnenschutzmittel ist als eine Vielzahl kleiner Tropfen mit etwa gleichem Volumen, die über die gesamte Oberfläche des Plättchens gleichmäßig verteilt sind, aufzutragen. Fingerlinge sollten zum Auftragen des Produktes auf das Plättchen nicht verwendet werden. Die zum Auftragen verwendete Fingerspitze sollte in die Probe eingetaucht und dann vor dem Verteilen der auf das Plättchen aufzutragenden Probe zum Entfernen des überschüssigen Produktes abgewischt werden. Die zum Verteilen des Produktes verwendete Fingerspitze ist zwischen dem Auftragen auf unterschiedlichen Proben zu reinigen.

Nachdem das Sonnenschutzmittel auf die Oberfläche des Plättchens aufgetragen wurde, ist es unverzüglich durch leichtes Streichen mit einer Fingerspitze (ohne Fingerling) auf der gesamten Oberfläche zu verteilen. Das Verteilen sollte in einem zweistufigen Prozess erfolgen. Zuerst sollte das Produkt mit kleinen kreisförmigen Bewegungen bei kleinstem Andruck möglichst schnell (weniger als 30 Sekunden) über den gesamten Bereich verteilt werden. Anschließend sollte die Probe mit abwechselnd horizontalen und vertikalen Streichbewegungen mit zunehmend mäßigem Druck auf die Plättchenoberfläche gerieben werden. Die zweite Phase sollte 20 bis 30 s betragen.

Die auf diese Weise behandelte Probe sollte dann für mindestens 30 min im Dunkeln bei der gleichen Temperatur, die unter den UV-Expositionsbedingungen vorlagen trocknen, um die Bildung eines stabilisierten Produktfilms zu erleichtern.

BEISPIEL Wenn die UV-Expositionsbedingungen 35°C betragen, sollten die Trocknungsbedingungen ebenfalls bei 35°C liegen; oder wenn die UV-Expositionsbedingungen 25°C betragen, sollten die Trocknungsbedingungen ebenfalls bei 25°C liegen.

5.5 Extinktionsmessungen des mit dem Produkt behandelten Plättchens

Das mit dem Produkt versehene Plättchen ist in den Strahlengang des UV-Spektralphotometers einzubringen und die UV-Extinktion der Probe ist in Stufen von 1 nm für jede Wellenlänge von 290 nm bis 400 nm zu messen. Es darf für jedes Plättchen eine Messung durchgeführt werden. Auch Mehrfachmessungen der Extinktion dürfen für jedes Plättchen vorgenommen werden, und der Mittelwert ist für jedes Plättchen zu bestimmen.

5.6 Anzahl der Messungen

Es sind mindestens vier mit dem zu prüfenden Sonnenschutzmittel vorbereitete Plättchen zu verwenden, um ausreichende Messsicherheit zu haben. Wenn das 95 % Vertrauensintervall (CI, en: confidence interval) größer als 17 % des Mittelwertes des UVAPF-Wertes ist, sind zusätzliche Plättchen solange in die Probenahme aufzunehmen, bis das 95 % Vertrauensintervall kleiner als 17 % des mittleren UVAPF-Wertes ist. Diesbezügliche Berechnungsverfahren sind in Anhang F beschrieben.

5.7 Bestimmung des $\text{SPF}_{in vitro}$ des „C“-Wertes, des anfänglichen UVAPF (UVAPF_0) und der UV-Dosis

5.7.1 Bestimmung des $\text{SPF}_{in vitro}$

Das Spektrum des UV-Sonnensimulators, $I(\lambda)$, (UV-SSR) (siehe Anhang C) ist bei jeder Wellenlänge mit dem entsprechenden Wert des Erythemwirkungsspektrums, $E(\lambda)$, (siehe Anhang C) zu multiplizieren, um die erythemwirksame Bestrahlungsstärke bei jeder Wellenlänge zu erhalten. Die resultierende erythemwirksame