

DIN EN ISO 24443



ICS 11.100.10; 71.100.70

Einsprüche bis 2020-06-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 24443:2013-05

Entwurf

**In vitro Bestimmung des UVA-Schutzes von Sonnenschutzmitteln
(ISO/DIS 24443:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 24443:2020**

Determination of sunscreen UVA photoprotection in vitro (ISO/DIS 24443:2020);
German and English version prEN ISO 24443:2020

Détermination in vitro de la photoprotection UVA (ISO/DIS 24443:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 24443:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-04-24 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 86 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 24443:2020) 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/nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-07-01 AA „Kosmetische Mittel“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 24444	siehe	DIN EN ISO 24444
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 7025

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 24443:2013-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Einleitung wurde hinzugefügt;
- b) Normative Verweisungen und Literaturhinweise aktualisiert;
- c) Abschnitt 3, Begriffe überarbeitet;
- d) Dokument wurde technisch überarbeitet;
- e) Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 24444, *Kosmetische Mittel — Untersuchungsverfahren für Sonnenschutzmittel — In-vivo-Bestimmung des Sonnenschutzfaktors (SSF)*

DIN EN ISO/IEC 7025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

In vitro Bestimmung des UVA-Schutzes von Sonnenschutzmitteln (ISO/DIS 24443:2020)

Détermination in vitro de la photoprotection UVA (ISO/DIS 24443:2020)

Determination of sunscreen UVA photoprotection in vitro (ISO/DIS 24443:2020)

ICS: 71.100.70

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.10b

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Kurzbeschreibung	10
5 Prüfeinrichtung	10
5.1 Spezifikationen des UV-Spektralphotometers	10
5.2 Kalibrierung des UV-Spektralphotometers	11
5.3 Kalibrierung der UV-Strahlungsquelle	11
5.4 Überwachen der UV-Strahlungsquelle	12
5.5 Kalibrierung des UVA-Radiometers, das zum Überwachen der Bestrahlungsstärke auf den Proben verwendet wird	12
5.6 Substrat/Plättchen	12
6 Prüfverfahren	13
6.1 Gliederung des Prüfverfahrens	13
6.2 Kalibrierung der Einrichtung und Validierung der Prüfplättchen	13
6.3 Extinktionsmessungen der Plättchen	13
6.4 Auftragen der Probe	14
6.5 Extinktionsmessungen des mit dem Produkt versehenen Plättchens	15
6.6 Anzahl der Messungen	15
6.7 Bestimmung des anfänglich berechneten SPF ($SPF_{in\ vitro}$), des „C“-Wertes, des anfänglichen UVA-PF ($UVA-PF_0$) und der UV-Bestrahlungsdosis	15
6.7.1 Bestimmung des $SPF_{in\ vitro}$	15
6.7.2 Bestimmung des „C“-Wertes	16
6.7.3 Bestimmung des anfänglichen UVA-Schutzfaktors vor der UV-Exposition ($UVA-PF_0$)	17
6.7.4 Bestimmung der UV-Bestrahlungsdosis	17
6.8 UV-Exposition	18
6.9 Messung der endgültig angepassten spektralen Extinktion	18
6.10 Berechnung des UVA-PF von Plättchen nach der UV-Exposition der Probe	18
6.11 Berechnung der kritischen Wellenlänge von Plättchen nach der UV-Exposition der Probe	19
7 Verfahren unter Anwendung der Tabellenkalkulation dieses Dokuments	19
8 Produkt-Standardsonnenschutzmittel	20
8.1 Rezeptur S2	20
8.2 Standard P8	20
9 Prüfbericht	21
Anhang A (normativ) Kalibrierung des UV-Spektralphotometers und Plättchentransmissionsprüfung	22
A.1 Allgemeines	22
A.2 Grenzabweichung der Wellenlängen	22

A.2.1	Holmiumoxidfilter	22
A.2.2	Verfahren.....	22
A.3	Linearität.....	23
A.3.1	Standard-Referenzplättchen.....	23
A.3.2	Linearitätsbewertung.....	23
A.4	Bestimmung der dynamischen Extinktionsgrenzen	24
A.5	Eignung der PMMA-Prüfplättchen.....	24
A.5.1	Allgemeines	24
A.5.2	Verfahren.....	24
A.6	Bericht	25
Anhang B (normativ) Kalibrierung des Radiometers gegen die spektralradiometrische Messung		
	der Bestrahlungsstärke.....	26
B.1	Zweck.....	26
B.2	Zusammenfassung des Verfahrens	26
B.3	Schrittweises Vorgehen.....	26
Anhang C (normativ) Rechenwerte: PPD- und Erythemwirkungsspektren und spektrale UVA- und UV-SSR-Bestrahlungsstärken.....		
		28
Anhang D (normativ) Spezifikationen der PMMA-Prüfplättchenoberfläche		
		32
D.1	Prüfplättchentyp.....	32
D.2	Oberflächenprofil des Substrats	32
D.3	Optische Eigenschaften der Plättchen	34
D.3.1	Spezifikationen des Transmissionsgrades (siehe A.5).....	34
D.3.2	Verfahren.....	34
D.3.3	Minimale Transmissionswerte.....	34
Anhang E (normativ) UVA-Produkt-Standardsonnenschutzmittel S2.....		
		35
E.1	Mittlerer UVAPF und Akzeptanzgrenzen für das Produkt-Standardsonnenschutzmittel S2	35
E.2	Rezeptur und Zubereitung des S2-Produktstandards.....	35
E.3	Herstellungsverfahren	37
E.3.1	Allgemeines	37
E.4	Spezifikationen.....	37
E.4.1	Allgemeines	37
E.5	Aufbewahrung und Haltbarkeit	37
E.6	Analytische Daten.....	37
E.6.1	Allgemeines	37
E.6.2	Kurzbeschreibung.....	37
E.6.3	Chemikalien/Reagenzien	38
E.7	Geräte (HPLC-Gerät).....	38
E.7.1	Allgemeines	38
E.8	Verfahren.....	39
E.8.1	Allgemeines	39
E.9	Qualitätskontrolle	39
E.9.1	Allgemeines	39
E.10	Berechnungen.....	39
E.11	Annahmekriterien	39
E.12	P8-Hoch-Referenzstandard	40
E.12.1	Zutaten	40
E.12.2	Verarbeitung	40
E.12.3	Spezifikationen.....	41
E.12.4	Analyseverfahren	41
E.12.5	Aufbewahrung und Haltbarkeit:.....	41
Anhang F (informativ) Statistische Berechnungen		
		42
F.1	Individueller UVA-Schutzfaktor des Plättchens (UVA-PFi).....	42

F.2	UVA-Schutzfaktor des Produkts.....	42
F.3	95-%-Vertrauensbereich.....	42
F.4	Experimentelle Berechnungsmethode.....	43
F.4.1	Sequenzielle Methode.....	43
F.4.2	Vorhergesagte Anzahl an Plättchen, n^*	43
	Literaturhinweise.....	45

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 24443:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 217 „Cosmetics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 392 „Kosmetische Mittel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 24443:2012 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 24443:2020 wurde von CEN als prEN ISO 24443:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 217, *Cosmetics* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 24443:2012), die technisch überarbeitet wurde.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Diese Internationale Norm legt das Verfahren für die Bestimmung des Schutzfaktors für UVA-A-Strahlung (en: Ultraviolet A Protection Factor, UVAPF) von Sonnenschutzmitteln anhand des *In-vitro*-UVAPF nach den 2011 von der COLIPA empfohlenen Grundsätzen fest. Das Ergebnis dieser Prüfung kann zur Bestimmung der UVA-Klasse von aktuellen Sonnenschutzmitteln in Übereinstimmung mit den vor Ort geltenden behördlichen Anforderungen verwendet werden.

Aktuelle Sonnenschutzmittel werden in erster Linie nach ihrer Fähigkeit, vor Sonnenbrand zu schützen, unter Anwendung eines Prüfverfahrens zur Bestimmung des *In-vivo*-Sonnenschutzfaktors (siehe ISO 24444) eingestuft und gekennzeichnet. Diese Einstufung bewertet die Filterung von Sonnenbrand verursachender Strahlung über das elektromagnetische UV-Spektrum (290 nm bis 400 nm). Die Kenntnis der Sonnenschutzfaktor(SPF)-Einstufung liefert jedoch keine expliziten Informationen über die Größenordnung des speziell im UVA-Bereich des Spektrums (320 nm bis 400 nm) gebotenen Schutzes, weil es möglich ist, Produkte mit einem hohen SPF herzustellen, die dennoch nur sehr mäßigen UVA-Schutz bieten (z. B. SPF 50 mit einem UVAPF von nur 3 bis 4). Mediziner wie auch gut unterrichtete Kunden verlangen über den SPF hinausgehende Informationen über den von ihrem Sonnenschutzmittel gebotenen UVA-Schutz, um ihre Produktwahl anhand genauerer Kenntnisse treffen zu können und so für einen ausgeglicheneren Schutz über ein breiteres Spektrum zu sorgen. Darüber hinaus verlangen einige Kunden die Vermeidung von UVA-bedingter Bräunung der Haut aus kulturellen Gründen, unabhängig vom Schutz vor Sonnenbrand. Der UVAPF-Wert eines Produktes liefert Informationen über die Größenordnung des explizit im UVA-Bereich des Spektrums, unabhängig von den SPF-Werten gebotenen Schutzes.

Das in dieser Internationalen Norm umrissene Prüfverfahren basiert hauptsächlich auf dem von der COLIPA entwickelten *In-vitro*-UVAPF-Prüfverfahren.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein *In-vitro*-Verfahren zur Charakterisierung des UVA-Schutzes von Sonnenschutzmitteln fest. Es werden Spezifikationen vorgeschlagen, die dazu dienen, eine reproduzierbare Bestimmung der spektralen Extinktion als Charakterisierung des UVA-Schutzes zu ermöglichen.

Zur Bestimmung von für den UVA-Schutz maßgebenden Kenngrößen wurde ein Verfahren zur Aufstellung einer Kurve der spektralen Extinktion im UV-Bereich entwickelt, auf deren Grundlage eine Reihe von Berechnungen und Bewertungen vorgenommen werden können. Ergebnisse dieses Messverfahrens können für weitere Berechnungen, wie z. B. von örtlichen Aufsichtsbehörden gefordert, verwendet werden. Diese umfassen die Berechnung des UVA-Schutzfaktors (UVAPF) [korreliert mit dem *In-vivo*-UVA-Schutzfaktor aus dem Persistent Pigment Darkening (PPD)-Prüfverfahren], der kritischen Wellenlänge und des UVA-/UVB-Extinktionsverhältnisses. Diese Berechnungen sind optional und beziehen sich auf die örtlichen Anforderungen an die Kennzeichnung von Sonnenschutzmitteln. Dieses Verfahren basiert auf der Verwendung von statischen *In-vivo*-SPF-Ergebnissen für die Skalierung der UV-Extinktionskurve.

Dieses Dokument gilt nicht für pulverförmige Produkte, die z. B. gepresst oder lose vorliegen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 24444, *Cosmetics — Sun protection test methods — In vivo determination of the sun protection factor (SPF)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1
***In-vitro*-UVA-Schutzfaktor**
UVA-PF
Schutzfaktor eines Sonnenschutzmittels gegen UVA-Strahlung, der sich mathematisch mit der *In-vitro*-Spektralmodellierung ermitteln lässt

3.2
***In-vitro*-Schutzfaktor**
SPF_{in vitro}
Schutzfaktor eines Sonnenschutzmittels gegen die erythem-induzierende Strahlung berechnet durch spektrale Modellierung

3.3
 λ_c
kritische Wellenlänge, berechnet anhand spektraler Daten. Sie entspricht der Wellenlänge, bei der die Fläche unterhalb der Extinktionskurve 90 % der Gesamtfläche unterhalb der Kurve im UV-Bereich darstellt.

3.4

Erythemwirksamkeitsspektrum [1], [2]

$E(\lambda)$

relative Wirkungen einzelner Spektralbänder einer Strahlungsquelle bezüglich einer Erythemreaktion

3.5

PPD-Wirksamkeitsspektrum [3], [4]

$P(\lambda)$

relative Wirkungen einzelner Spektralbänder einer Strahlungsquelle bezüglich einer PPD-Reaktion

3.6

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

3.7

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.

3.8

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

$I(\lambda)$

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

3.9

Spektralphotometer

Ausrüstung zur Messung der Reflexions- oder Transmissionseigenschaften eines Materials als Funktion der Wellenlänge, in diesem Dokument begrenzt auf den Bereich der Ultraviolett-, der sichtbaren und der kurzwelligen Infrarot-Strahlung

3.10

Spektralradiometer

Gerät, das zur Messung der Spektraldichte von Lichtarten dient

3.11

Radiometer

Gerät zur Messung des Strahlungsflusses (der Strahlungsleistung) von elektromagnetischer Strahlung

3.12

Referenzprodukt

Standardsonnenschutzmittel, das zur Validierung des Prüfverfahrens verwendet wird

3.13

Sonnensimulator

Ausrüstung, die zur Simulation der solaren Bestrahlungsstärke und des Sonnenspektrums verwendet wird

3.14

Substratplättchen

Material, auf das das Prüfmateriale aufzutragen ist

4 Kurzbeschreibung

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. Da *In-vivo*-Verfahren gegenüber ethische Bedenken erhoben werden könnten, darf jedes alternative SPF-Verfahren, das als ISO-Verfahren veröffentlicht wurde, angewendet werden.

Die Proben werden dann einer spezifischen gemessenen Bestrahlung (Dosis) der UV-Strahlung ausgesetzt, um die Photostabilität des Prüfmateriale zu prüfen.

Die sich ergebenden Daten der spektralen Extinktion haben sich als nützliche 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*-(PPD-) Prüfungen am Menschen zu entsprechen.

5 Prüfeinrichtung

5.1 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 dem und ohne das auf die Oberfläche aufgetragene(n) 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 cm² betragen, um die Variabilität zwischen den Ablesungen zu reduzieren und um die Ungleichmäßigkeit in der aufgetragenen Schicht auszugleichen.

Die Wellenlängen sollten bei Überprüfung mit einem holmiumdotierten Filter innerhalb einer Grenzabweichung von 1 nm liegen (siehe Anhang A). Die Messunsicherheit der Extinktionsmessungen ist durch die Empfindlichkeit des Messgeräts begrenzt. Der für diese Messmethode bei der Bestimmung nach Anhang A geforderte dynamische Bereich beträgt mindestens 2,2 Extinktionseinheiten.

Die maximal gemessene Extinktion sollte innerhalb des dynamischen Bereichs des verwendeten 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 verbessertem dynamischem Bereich 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 Photoinstabilität des Produktes keine Rolle spielt (eine Xenon-Lampe 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 den 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 den Prüfplättchen zu messen. In Verbindung mit einer UV-Quelle kann das Radiometer zu ähnlichen Ergebnissen wie ein Spektralphotometer führen.

5.2 Kalibrierung des UV-Spektralphotometers

Das UV-Spektralphotometer muss monatlich durch Messungen an Referenzmaterialien validiert werden.

Nach Anhang A ist eine dreiteilige Prüfung erforderlich:

- Prüfung des dynamischen Bereichs des UV-Spektralphotometers;
- Linearitätsprüfung des UV-Spektralphotometers;
- Prüfung auf Einhaltung der Wellenlängengrenzabweichung.

5.3 Kalibrierung der UV-Strahlungsquelle

Die spektrale Bestrahlungsstärke in der Expositionsebene der zur Bestrahlung angewendeten UV-Strahlungsquelle (um eine mögliche Photoinstabilität zu berücksichtigen) muss möglichst genau der Bestrahlungsstärke auf der Erdoberfläche unter einer Standardsonne im Zenit entsprechen. [1] Als Referenzstandard hat die COLIPA für die Sonne eine Gesamt-Bestrahlungsstärke von $51,4 \text{ W/m}^2$ bis $63,7 \text{ W/m}^2$ und ein UVA/UVB-Bestrahlungsstärkenverhältnis von 16,9 bis 17,5 definiert. [2]

Die UV-Bestrahlungsstärke muss innerhalb der folgenden Akzeptanzgrenzen (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	11-22
^a 320 nm bis 400 nm.	
^b 290 nm bis 320 nm.	

Bei breitstrahligen UV-Quellen müssen Spektren für unterschiedliche unter dem Strahl befindliche Stellen über mindestens 5 verschiedene Stellen (wobei für jedes Plättchen eine Stelle definiert wird) aufgezeichnet werden, um die Gleichmäßigkeit zu berücksichtigen.

Die Gleichmäßigkeit muss bei Berechnung nach der folgenden Gleichung $\geq 90 \%$ sein:

$$[1 - (\text{Größtwert} - \text{Kleinstwert})/(\text{Durchschnitt})]\% \geq 90 \%^*$$

* Ist die Gleichmäßigkeit kleiner als 90 %, so sollten entweder die optischen Komponenten justiert werden oder die unterschiedlichen Bestrahlungsstärken anhand der Expositionsdauer auf jedem Plättchen müssen angemessen kompensiert werden.

Das UV-Strahlungsquellengerät sollte in der Lage sein, die Proben auf einer Temperatur im Bereich von 27 °C bis 32 °C zu halten, wobei die Temperatur im Labor ± 2 °C schwanken darf. Es ist wichtig, dass die Temperatur der Probe auf dem Plättchen und nicht die der umgebenden Luft gemessen werden muss. Daher muss die Temperatur auf der Höhe der Plättchen gemessen werden.

Um die Proben auf der geforderten Temperatur zu halten, muss ein besonders die IR-Strahlung reduzierendes Filtersystem angewendet werden, um den festgelegten Temperaturbereich zu erreichen. Es müssen Kühltische für die Probenplättchen oder Ventilatoren verwendet werden, um eine Temperatur unterhalb von 32 °C zu halten, und Heizgeräte, um die Proben bei oder oberhalb von 27 °C zu halten.

Die Messungen sind mit Hilfe eines Messfühlers vorzunehmen, der sich auf einen nationalen oder internationalen Kalibrierstandard innerhalb des Nutzungsbereichs rückführen lässt.

5.4 Überwachen der UV-Strahlungsquelle

Die Emission der für die Exposition verwendeten UV-Strahlungsquelle muss von einem geeignet qualifizierten Fachmann (mindestens) alle 12 Monate oder nach jeweils 2 500 Stunden Lampenlaufzeit auf Einhaltung der angegebenen Akzeptanzgrenzen überprüft werden. Die Überprüfung sollte mit einem Spektralradiometer durchgeführt werden, das gegen eine Standardlampe kalibriert wurde, die auf einen nationalen oder internationalen Kalibrierstandard rückführbar ist, der von einem nach ISO 17025 anerkannten Labor bereitgestellt wurde. Zusätzlich zur spektralradiometrischen Prüfung ist vor jeder Anwendung die Bestrahlungsstärke der für die Exposition verwendeten UV-Strahlungsquelle zu überprüfen.

Dies kann entweder mit Hilfe eines Spektralradiometers oder eines Radiometers, das im UVA empfindlich ist, erfolgen, das auf das UV-Spektrum der Strahlungsquelle kalibriert wird, das für die Exposition der Proben verwendet wird; wobei der Kalibrierkoeffizient anzuwenden ist, um die Varianz zwischen dem UVA-Radiometer und dem Referenz-Spektralradiometer auszugleichen.

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

Wenn ein UVA-Radiometer verwendet wird, muss dieses Gerät entsprechend kalibriert worden 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 muss hinsichtlich der UVA-Bestrahlungsstärke (320 nm bis 400 nm) durchgeführt werden und auf gleicher Höhe, auf der das Prüfplättchen bestrahlt wird, erfolgen. Nach erfolgter 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 Kalibrierung angegeben.

5.6 Substrat/Plättchen

Das Substrat/Plättchen ist das Material, auf dem das Prüfprodukt aufgetragen wird. Für das vorliegende Verfahren werden PMMA-Plättchen mit einseitiger Aufrauung verwendet, die im Handel erhältlich sind. Die Größe des Substrats sollte so gewählt werden, dass die Auftragsfläche nicht kleiner als 16 cm² ist.

Die Spezifikationen und die Vorbereitung dieses Plättchentyps [9] sind in Anhang D beschrieben.

6 Prüfverfahren

6.1 Gliederung des Prüfverfahrens

6.1.1 Die 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 die Überprüfung der Transmissionseigenschaften der Prüfplättchen nach Anhang D, werden durchgeführt.

6.1.2 Blindmessungen eines mit Glycerin oder Vaseline behandelten Plättchens als Referenz-„Blindprobe“, welche für die nachfolgenden Extinktionsmessungen verwendet wird, werden durchgeführt.

6.1.3 *In-vitro*-Extinktionsmessungen des auf ein PMMA-Plättchen verteilten Sonnenschutzmittels werde vor jeder UV-Bestrahlung durchgeführt. Das anfängliche mAf-Spektrum mit $A_0(\lambda)$ -Daten wird erfasst.

6.1.4 Die mathematische Anpassung des anfänglichen UV-Extinktionsspektrums wird unter Benutzung von Koeffizient „C“ (siehe Berechnung in 6.7.2) durchgeführt, um einen *In-vitro*-SPF (ohne UV-Bestrahlung) gleich dem gemessenen statischen *In-vivo*-SPF zu erhalten. Der anfängliche UVA-PF₀ wird anhand von $A_0(\lambda)$ und C berechnet. Für jedes Plättchen wird eine einzelne UV-Bestrahlungsdosis, D, berechnet mit $1,2 \times \text{UVA-PF}_0$ in J/cm².

6.1.5 Die UV-Exposition mit der in 6.1.3 gemessenen Probe wird entsprechend der berechneten UV-Expositionsdosis D durchgeführt.

6.1.6 Die *In-vitro*-Extinktion des Sonnenschutzmittels nach der UV-Exposition wird gemessen. Das zweite UV-Extinktionsspektrum mit $A(\lambda)$ -Daten wird erfasst.

6.1.7 Die mathematische Anpassung des zweiten mAf-Spektrums (im Anschluss an die UV-Exposition) wird durch Multiplikation mit demselben Koeffizienten „C“, der zuvor in Schritt 6.1.4 bestimmt wurde, durchgeführt. Das resultierende Extinktionsspektrum stellt das endgültige Ergebnis dar.

6.2 Kalibrierung der Einrichtung und Validierung der Prüfplättchen

Prüfverfahren nach Anhang A werden durchgeführt, um die Grenzabweichung der Wellenlängen, die Linearität und die Extinktionsgrenzwerte des für das Prüfverfahren verwendeten UV-Spektralphotometers/Spektralradiometers zu validieren. Ebenso wird die Validierung der UV-Eigenschaften der PMMA-Prüfplättchen nach Anhang D durchgeführt.

6.3 Extinktionsmessungen der Plättchen

Es ist erforderlich, die UV-Extinktion eines PMMA-„Blind“plättchens zu bestimmen. Ein „Blind“plättchen wird durch Verteilen weniger Mikroliter Glycerin/Vaseline auf der aufgerauten Seite des Plättchens hergestellt. Die Glycerin- bzw. Vaseline menge wird so gewählt, dass die gesamte Oberfläche gerade vollständig bedeckt ist (etwa 15 µl für ein Plättchen mit den Maßen 50 mm × 50 mm).

Ein Glycerin- bzw. Vaselineüberschuss sollte vermieden werden. Die Extinktion dieses „Blind“plättchens wird gemessen, und das Ergebnis wird als Basismessung für nachfolgende Extinktionsmessungen verwendet.

ANMERKUNG Viele Spektralphotometer verfügen über „Basislinien“-Funktionen, die diese Basismessungen automatisch in die Berechnungen der nachfolgenden Extinktionsmessungen einbeziehen.

6.4 Auftragen der Probe

Das Sonnenschutzmittel wird auf ein neues, unbehandeltes aufgerautes PMMA-Plättchen (mit der aufgerauten Seite nach oben) mit einer Auftragsmenge von $1,3 \text{ mg/cm}^2$ aufgetragen.

Um eine gleichmäßige Auftragung und Wiederholpräzision sicherzustellen, sollte die Auftragsfläche nicht kleiner als 16 cm^2 sein.

Die Auftragsmenge darf 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 relativen Dichte der Messprobe aufgetragen werden. Sofern möglich, sollte zu diesem Zweck eine automatische Druckpipette verwendet werden.

Bei nicht flüchtigen Produkten sollten die Plättchen nach der Aufbringungsphase gewogen werden.

Das Sonnenschutzmittel wird in Form von mindestens zwölf kleinen Tropfen von annähernd gleichem Volumen gleichmäßig über die gesamte Oberfläche des Plättchens verteilt aufgetragen.

Fingerlinge dürfen zum Auftragen des Produktes auf das Plättchen nicht verwendet werden. Die zum Auftragen verwendete Fingerspitze muss in das Prüfprodukt eingetaucht und dann vor dem Verteilen des auf das Plättchen aufzutragenden Prüfproduktes zum Entfernen des überschüssigen Produktes abgewischt werden. Die zum Verteilen des Produktes verwendete Fingerspitze wird zwischen dem Auftragen unterschiedlicher Prüfprodukte gereinigt.

Aufbringen und Wägen müssen innerhalb eines Zeitraums von höchstens 30 s erfolgen.

Das erste verwendete Prüfplättchen sollte für keine der Messungen, sondern zum Mengenausgleich verwendet werden.

Nachdem das Sonnenschutzmittel auf die Oberfläche des Plättchens aufgetragen wurde, wird es unverzüglich durch leichtes Streichen mit der menschlichen Fingerspitze (ohne Fingerling) oder einer mechanischen Fingerspitze auf der gesamten Oberfläche verteilt. Das Verteilen sollte in einem zweistufigen Prozess erfolgen:

Zuerst sollte das Produkt mit kreisförmigen Bewegungen über die gesamte Fläche des Plättchens verteilt werden, wobei mindestens vier Übergänge von der Oberkante zur Unterkante des Plättchens erfolgen müssen. Am Ende des ersten Übergangs ist das Plättchen (mit einer $\frac{1}{4}$ -Drehung) zu drehen, um die Übergänge wechseln zu können, wobei möglichst wenig Druck aufgebracht wird, und diese Bewegung wird mindestens dreimal wiederholt (für etwa 30 s).

Anschließend sollte die Probe mit abwechselnd horizontalen und vertikalen Streichbewegungen, die mindestens dreimal wiederholt werden, auf die Plättchenoberfläche gerieben werden, wobei bei den wechselnden Übergängen ein mäßiger, aber zunehmender Druck aufgebracht wird. Die zweite Phase sollte etwa 30 s dauern, mit erhöhtem mäßigem Druck.

Bei alkoholischen oder ölhaltigen Produkten sollte die Aufbringung angepasst werden:

Zuerst muss das Produkt mit kreisförmigen Bewegungen über die gesamte Fläche des Plättchens verteilt werden, wobei mindestens drei Übergänge von der Oberkante zur Unterkante des Plättchens erfolgen müssen. Am Ende des ersten Übergangs wird das Plättchen (mit einer $\frac{1}{4}$ -Drehung) gedreht, um die Übergänge wechseln zu können, wobei möglichst wenig Druck aufgebracht wird, und diese Bewegung wird mindestens zweimal wiederholt (für etwa 20 s bis 25 s).

Anschließend muss die Probe mit abwechselnd horizontalen und vertikalen Streichbewegungen, die mindestens zweimal wiederholt werden, auf die Plättchenoberfläche gerieben werden, wobei bei den wechselnden Übergängen ein mäßiger, aber zunehmender Druck aufgebracht wird. Die zweite Phase sollte etwa 20 s dauern, mit erhöhtem mäßigem Druck.

Bei allen Arten von Produkten muss die so behandelte Probe dann für 30 min bis 60 min im Dunkeln bei der gleichen Temperatur, die unter den UV-Expositionsbedingungen vorlag, trocknen (d. h. wenn die UV-Expositionsbedingungen 30 °C betragen, sollten die Trocknungsbedingungen ebenfalls bei 30 °C liegen; oder wenn die UV-Expositionsbedingungen 27 °C betragen, sollten die Trocknungsbedingungen ebenfalls bei 27 °C liegen).

ANMERKUNG In einem Druckbehälter befindliche Sprühprodukte müssen zunächst entgast werden, indem der Behälter durch Punktieren mit einem sehr kleinen Loch versehen wird, durch das der gesamte Druck entweichen kann, und anschließend müssen sie für 24 Stunden bei Raumtemperatur stehen gelassen werden, bevor das flüssige Produkt für Prüfzwecke beprobt wird.

6.5 Extinktionsmessungen des mit dem Produkt versehenen Plättchens

Das mit dem Produkt versehene Plättchen wird in den Strahlengang des UV-Spektralphotometers eingebracht, und die UV-Extinktion der Probe wird in Stufen von 1 nm für jede Wellenlänge von 290 nm bis 400 nm gemessen. Es darf für jedes Plättchen eine Messung durchgeführt werden; auch Mehrfachmessungen der Extinktion dürfen für jedes Plättchen vorgenommen werden, und der Mittelwert muss für jedes Plättchen bestimmt werden.

6.6 Anzahl der Messungen

Es müssen mindestens vier mit dem zu prüfenden Sonnenschutzmittel vorbereitete Plättchen verwendet werden, um ausreichende Messsicherheit zu haben. Ist der 95-%-Vertrauensbereich (CI, en: confidence interval) größer als 17 % des Mittelwertes des UVAPF-Wertes ist, so müssen solange zusätzliche Plättchen in die Probenahme aufgenommen werden, bis der 95-%-Vertrauensbereich kleiner als 17 % des mittleren UVAPF-Wertes ist. Diesbezügliche Berechnungsverfahren sind in Anhang F beschrieben.

6.7 Bestimmung des anfänglich berechneten SPF (SPF_{in vitro}), des „C“-Wertes, des anfänglichen UVA-PF (UVA-PF₀) und der UV-Bestrahlungsdosis

6.7.1 Bestimmung des SPF_{in vitro}

Das Spektrum des UV-Sonnensimulators, $I(\lambda)$, (UV-SSR) (siehe Anhang C) wird bei jeder Wellenlänge mit dem entsprechenden Empfindlichkeitswert des Erythemwirksamkeitsspektrums, $E(\lambda)$, (siehe Anhang C) multipliziert, um die erythemwirksame Bestrahlungsstärke bei jeder Wellenlänge zu erhalten. Die resultierende erythemwirksame Bestrahlungsstärke wird durch Integration über den Bereich von 290 nm bis 400 nm erhalten. Der spektrale Transmissionsgrad des Sonnenschutzmittels wird mit der spektralen erythemwirksamen Bestrahlungsstärke bei jeder Wellenlänge multipliziert, und die Integration über das gesamte Intervall liefert die durch das Prüfprodukt hindurchgelassene erythemwirksame Bestrahlungsstärke. Das Verhältnis dieser beiden Integrale ist der berechnete *In-vitro*-SPF-Wert.

Die Berechnung des SPF_{in vitro} zeigt Gleichung (1):

$$\text{SPF}_{\text{in vitro}} = \frac{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A_0(\lambda)} \times d\lambda} \quad (1)$$

Dabei ist

$E(\lambda)$ das Erythemwirksamkeitsspektrum^[1] (siehe Anhang C);

$I(\lambda)$ die aus der UV-Strahlungsquelle bezogene spektrale Bestrahlungsstärke (für SPF-Prüfungen die SSR) (siehe Anhang C);

$A_0(\lambda)$ die mittlere spektrale Extinktion der Prüfproduktschicht vor der UV-Exposition;

$d(\lambda)$ das Wellenlängenintervall (1 nm).

ANMERKUNG Der so errechnete SPF-Wert kann weder als ein erwarteter SPF noch als ein *In-vitro*-SPF-Ergebnis verwendet werden.

6.7.2 Bestimmung des „C“-Wertes

Die Anfangswerte der spektralen Extinktionskurve werden mit einem Skalarwert „C“ multipliziert, bis der berechnete *In-vitro*-SPF gleich dem gemessenen *In-vivo*-SPF ist. Der *In-vivo*-SPF lässt sich anhand des mittleren SPF ermitteln, der im Rahmen einer Screening-Prüfung (5 Probanden) oder einer vollständigen Prüfung (mindestens 10 Probanden) nach der aktuellen Fassung von ISO 24444 gemessen wurde.

Extrapolation aus einer solchen Screening-Prüfung ist möglich, sofern der SEM des Endergebnisses 3,8 (14) nicht überschreitet, und die Variabilität des *In-vivo*-SPF darf höchstens 17 % betragen.

ANMERKUNG Da *In-vivo*-Verfahren gegenüber ethische Bedenken erhoben werden könnten, darf jedes alternative SPF-Verfahren, das als ISO-Verfahren veröffentlicht wurde, angewendet werden.

Dieses wird durch eine iterative Berechnung erreicht. Die mit diesem „C“-Wert multiplizierten anfänglichen Extinktionswerte werden zur Kurve der angepassten spektralen Extinktion des Sonnenschutzmittels, die zur Bestimmung des anfänglichen UVA-PF₀-Wertes und der UV-Dosis verwendet wird. Gleichung (2) zeigt die Berechnung des angepassten *In-vitro*-SPF (SPF_{in vitro,adj}) und die Bestimmung des „C“-Wertes:

$$\text{SPF}_{\text{in vitro,adj}} = \text{SPF}_{\text{in vivo}} = \frac{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=290}^{\lambda=400} E(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A_0(\lambda) C} \times d\lambda} \quad (2)$$

Dabei sind $E(\lambda)$, $I(\lambda)$, $A_0(\lambda)$ und $d(\lambda)$ mit denen von Gleichung (1) identisch.

Diese Berechnung beruht auf dem Lambert-Beerschen Gesetz, das sich auf ideale Lösungen bezieht. Obwohl sich ein als dünner Film aufgetragenes Sonnenschutzmittel nicht wie eine ideale Lösung verhält, hat sich die vorliegende Berechnung für diese spezifische Anwendung als zufriedenstellend erwiesen. [10] [11]

Für eine gültige Auswertung muss der „C“-Wert zwischen 0,8 und 1,6 liegen. Liegt er außerhalb dieses Bereichs, so wird das Plättchen zurückgewiesen und es muss ein neues Plättchen durch Anpassung des Aufbringungsverfahrens vorbereitet werden (das aber dennoch allen Spezifikationen entsprechen muss), um diesen „C“-Wert-Bereich von 0,8 bis 1,6 einzuhalten.

Der „C“-Wert für die Produkt-Standardsonnenschutzmittel S2 oder P8 muss entweder in diesem Bereich von 0,8 bis 1,6 liegen oder das Aufbringungsverfahren muss so modifiziert werden, dass dies erreicht wird.

6.7.3 Bestimmung des anfänglichen UVA-Schutzfaktors vor der UV-Exposition (UVA-PF₀)

Der Anfangswert UVA-PF₀ wird zum Zweck der Bestimmung der UV-Dosis für die nachfolgende Exposition berechnet. Er wird auf ähnliche Weise berechnet wie der anfängliche SPF_{in vitro}.

Das Intensitätsspektrum der UVA-Strahlungsquelle, $I(\lambda)$, (wie in Anhang C beschrieben) wird bei jeder Wellenlänge mit den Empfindlichkeitswerten des PPD-Wirksamkeitsspektrums, $P(\lambda)$, multipliziert, um die PPD-wirksame Energie bei dieser Wellenlänge zu erhalten.

Die resultierende PPD-wirksame Bestrahlungsstärke wird durch Integration über den Bereich von 320 nm bis 400 nm ermittelt.

Die für die einzelnen Wellenlängen erhaltenen Werte der anfänglichen Extinktion des Prüfprodukts werden verwendet, um die wirksame Intensität bei jeder Wellenlänge zu berechnen, die die durch das Prüfprodukt hindurchgelassene PPD-wirksame Energie ergibt, wie in der nachstehenden Gleichung (3) dargestellt. Das Verhältnis dieser beiden Integrale ist der Anfangswert des *In-vitro*-UVA-PF₀:

$$\text{UVA-PF}_0 = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-A_0(\lambda) C} \times d\lambda} \quad (3)$$

Dabei ist

$P(\lambda)$ das PPD-Wirksamkeitsspektrum (siehe Anhang C);

$I(\lambda)$ die spektrale Bestrahlungsstärke der UVA-Quelle (UVA 320 nm bis 400 nm für PPD-Prüfungen) (siehe Anhang C);

$A_0(\lambda)$ die mittlere spektrale Extinktion der Prüfproduktschicht vor der UV-Exposition;

C der Anpassungskoeffizient, der zuvor in Gleichung (2) ermittelt wurde;

$d(\lambda)$ das Wellenlängenintervall (1 nm).

6.7.4 Bestimmung der UV-Bestrahlungsdosis

Die UV-Bestrahlungsdosis, ist der mit einem Faktor von 1,2 multiplizierte UVA-PF₀-Wert, in J/cm²:

$$D = \text{UVA-PF}_0 \times 1,2 \quad (4)$$

Die Probe wird mit dem vollen Spektrum der UV-Strahlung bestrahlt, die Dosis wird jedoch allein durch den UVA-Anteil bestimmt.

Die Vorbestrahlungsdosis sollte auf einen Höchstwert von 36 J/cm² begrenzt werden (UVA-PF₀ Höchstwert 30). (15, 16, 17)

ANMERKUNG Der Faktor von 1,2 J/cm² resultiert aus den Ergebnissen der ISO-Ringversuchsstudie zur Validierung der Prüfung [8].

6.8 UV-Exposition

WARNUNG — Personen, die mit dieser Strahlungsquelle arbeiten, sollten angemessen gegen UV-Strahlung geschützt sein (Brille, Handschuhe usw.).

Die Prüfplättchen werden der Strahlung der UV-Strahlungsquelle ausgesetzt. Während der Exposition müssen die Proben auf einer Temperatur zwischen 27 °C und 32 °C gehalten werden, und die gleiche Temperatur, die während des Trocknungsprozesses genutzt wird. Die PMMA-Plättchen sollten auf einem nicht reflektierenden UV-Hintergrund befestigt sein, um eine Bestrahlung von der Rückseite zu reduzieren. Es wird sichergestellt, dass sich die UV-Strahlungsquelle nicht abschaltet, während die Proben unter der Lampe angeordnet werden (für den Fall einer Abschaltung wird sichergestellt, dass die ausgegebene Bestrahlungsstärke dieselbe ist wie vor dem Abschalten der Lampe).

6.9 Messung der endgültig angepassten spektralen Extinktion

Nach der UV-Exposition wird die spektrale Extinktion der Messproben erneut gemessen, wie in 6.5 beschrieben, und zwar an denselben Punkten wie bei der Messung vor der UV-Exposition. Die endgültig angepasste spektrale Extinktion ist gleich der nach der UV-Exposition beobachteten spektralen Extinktion, multipliziert mit dem in 6.7.2 ermittelten „C“-Wert.

$$Af(\lambda) = Ae(\lambda) C \quad (5)$$

Dabei ist

Ae die mittlere spektrale Extinktion der Prüfproduktschicht nach der UV-Exposition;

Af die endgültig angepasste spektrale Extinktion des Prüfprodukts.

6.10 Berechnung des UVA-PF von Plättchen nach der UV-Exposition der Probe

Der UVA-PF muss nach Gleichung (6) für jedes einzelne Plättchen mit Hilfe des einzelnen Messwertes oder des Mittelwertes mehrfacher Messungen auf dem Plättchen berechnet werden.

$$\text{UVAPF} = \frac{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times d\lambda}{\int_{\lambda=320}^{\lambda=400} P(\lambda) \times I(\lambda) \times 10^{-Ae(\lambda) C} \times d\lambda} \quad (6)$$

Dabei ist

$P(\lambda)$ das PPD-Wirksamkeitsspektrum (siehe Anhang C);

$I(\lambda)$ die spektrale Bestrahlungsstärke der UVA-Quelle (UVA 320 nm bis 400 nm für PPD-Prüfungen) (siehe Anhang C);

$Ae(\lambda)$ die mittlere spektrale Extinktion der Prüfproduktschicht nach der UV-Exposition;

C der Anpassungskoeffizient, der zuvor in Gleichung (2) ermittelt wurde;

$d(\lambda)$ das Wellenlängenintervall (1 nm).

6.11 Berechnung der kritischen Wellenlänge von Plättchen nach der UV-Exposition der Probe

Die kritische Wellenlänge „ λ_c “ ist die Wellenlänge, bei der die Fläche unterhalb der Extinktionskurve 90 % der Gesamtfläche unterhalb der Kurve im UV-Bereich darstellt. Mathematisch wird das wie folgt ausgedrückt:

$$\int_{290}^{\lambda_c} Ae(\lambda) d\lambda = 0,9 \times \int_{290}^{400} Ae(\lambda) d\lambda \quad (7)$$

Dabei sind

$Ae(\lambda)$ die mittlere Extinktion bei jeder Wellenlänge nach der Exposition;

$d(\lambda)$ das Wellenlängenintervall zwischen den Messungen.

Die kritische Wellenlänge wird als ganze Zahl angegeben (Trunkierung).

Weitere Schutzparameter dürfen nach Wunsch aus der endgültig angepassten Extinktion entsprechend 6.9 berechnet werden.

7 Verfahren unter Anwendung der Tabellenkalkulation dieses Dokuments

7.1 Die in 6.7 bis 6.11 angegebenen Berechnungen können mit Hilfe der Tabellenkalkulation dieses Dokuments und der nachfolgenden Schritte automatisch durchgeführt werden.

7.2 In die Prüftabellenkalkulation auf der „Beginn hier“ Registerkarte werden Name, Datum, Kennung des Prüfers und *In-vivo*-SPF des Prüfprodukts, Typ des Spektralphotometers, Gerätetyp zur UV-Exposition, Rohwert der UVA-Bestrahlungsstärke der UV-Strahlungsquelle und der Korrekturwert „Y“ der Bestrahlungsstärke (aus Anhang B) eingetragen.

7.3 Die mAf-Spektrumsdaten werden für die ersten vier nicht bestrahlten Probenplättchen gemessen und in die Tabellenkalkulation auf den Registerkarten „Plättchen #0“ eingegeben. Nach jedem Eintrag wird auf die Taste „OK, Daten eingegeben, verarbeiten“ gedrückt.

7.4 Die UV-Bestrahlungsstärke und die Expositionszeit werden für jedes einzelne Plättchen in die Registerkarte „Ergebnisse #“ eingetragen.

7.5 Die mit dem Sonnenschutzmittel versehenen Plättchen werden für die vorgeschriebene Dauer bestrahlt, wodurch die UV-Bestrahlungsdosis für jedes Plättchen erreicht wird.

7.6 Die spektrale Extinktion jedes einzelnen mit UV bestrahlten Plättchens wird berechnet. Die Messungen nach der UV-Exposition sollten an denselben Punkten oder Punkten, wie bei der Messung vor der UV-Exposition erfolgen.

7.7 Die mAf-Messwerte werden nach der UV-Exposition für jedes einzelne Plättchen in die entsprechenden Tabellenkalkulationsregisterkarten „Plättchen #UV“ eingegeben. Es wird auf die Taste „OK, Daten eingegeben, verarbeiten“ gedrückt.

7.8 Die Tabellenkalkulationsregisterkarte „ERGEBNISSE (Plättchen #)“ wird die Ergebnisse für jedes einzelne Plättchen anzeigen.

7.9 Wenn die vollständige Dateneingabe für die ersten vier Plättchen abgeschlossen ist, wird die Tabellenkalkulationsregisterkarte „Bericht“ angezeigt, und die zusammengefassten Ergebnisse für die Proben werden angegeben. Ist der 95-%-Vertrauensbereich (CI) der UVA-PF-Werte kleiner als 17 % des mittleren UVA-PF, so sind keine weiteren Plättchen erforderlich, und die Endergebnisse werden in grafischer Form sowie in Tabellenform angezeigt. Anderenfalls ist es erforderlich, zusätzliche Proben dem obigen Ablauf folgend zu verwenden. Zusätzliche Datenblätter für zusätzliche Plättchen werden erscheinen und wie oben beschrieben vervollständigt, bis das Prüfkriterium erfüllt ist.

8 Produkt-Standardsonnenschutzmittel

8.1 Rezeptur S2

Das Verfahren wird durch die Anwendung eines Standardsonnenschutzmittels zur Verifizierung des Prüfverfahrens überwacht. Es muss die in Anhang E beschriebene Produkt-Standardsonnenschutzrezeptur S2 verwendet werden. Die UVA-PF-Prüfergebnisse der Produktreferenz S2 müssen zwischen dem oberen und dem unteren Grenzwert liegen, die aus den nachstehend aufgeführten *In-vivo*-Prüfergebnissen bestimmt wurden. Anderenfalls ist die Prüfung ungültig und muss wiederholt werden. Für Berechnungszwecke wird SPF 16 als der *In-vivo*-SPF-Wert für S2 verwendet.

Tabelle 2 — Grenzwerte für die UVA-PF-Prüfergebnisse

Kenngröße	Unterer Grenzwert	Oberer Grenzwert
UVA-PF	10,7	14,7
CWL	378	382

Für die Produktreferenz S2 (wie in 3.12 definiert) müssen die Prüfungen wie für die Kalibrierung des Spektralphotometers einmal monatlich durchgeführt werden.

8.2 Standard P8

Das Verfahren wird durch die Anwendung eines Standardsonnenschutzmittels zur Verifizierung des Prüfverfahrens überwacht. Werden UVA-PF von 20 oder höher erwartet, so wird das in Anhang E beschriebene Produkt-Standardsonnenschutzmittel RS50B verwendet. Die UVAPF-Prüfergebnisse der Produktreferenz P8 müssen zwischen dem oberen und dem unteren Grenzwert liegen, der aus den nachstehend aufgeführten *In-vivo*-Prüfergebnissen bestimmt wurde, anderenfalls ist die Prüfung ungültig und muss wiederholt werden. Für Berechnungszwecke wird SPF 63,1 als der *In-vivo*-SPF-Wert für P8 verwendet.

Tabelle 3 — Grenzwerte für die UVA-PF-Prüfergebnisse

Kenngröße	Unterer Grenzwert	Oberer Grenzwert
UVA-PF	19,1	23,1
CWL	378	381

Für die Produktreferenz P8 (wie in 3.12 definiert) müssen die Prüfungen wie für die Kalibrierung des Spektralphotometers einmal monatlich durchgeführt werden.

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht zur Bestimmung der spektralen Extinktion eines Sonnenschutzmittels muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

- a) Beschreibung der verwendeten Messgeräte, Hersteller und Messgerätemodell mit der in diesem Dokument angegebenen Zusammenfassung der Kalibrierung des Systems in dem in A.6 festgelegten Format;
- b) Kalibrierfaktor „Y“, auf den das UVA-Radiometer in Bezug auf das als Referenz verwendete Spektralradiometer zum Messen der UV-Strahlungsquelle eingestellt wurde (5.5 und B.3.10);
- c) Hersteller und Chargenbezeichnung der Plättchen sowie deren Profilspezifikation wie in Anhang D festgelegt;
- d) mittlere spektrale Extinktion im UV für die Messprobe bei jedem Wellenlängeninkrement von 1 nm (eine Kurve der Extinktionswerte vor der Exposition und nach der Exposition muss zur Verfügung gestellt werden);
- e) Angabe des gemessenen und für die Berechnungen verwendeten *In-vivo*-Sonnenschutzfaktors (SPF) mit Spezifikation des Verfahrens und Angabe, ob es sich um eine Screening-Prüfung oder eine umfassende Prüfung gehandelt hat;
- f) Konstante „C“;
- g) UVA-Bestrahlungsstärke (W/m^2) und mittlere UVA-Bestrahlungsdosis, die zur Bestrahlung der Messprobe verwendet wurden;
- h) Referenzdaten für das Produktreferenzmaterial S2/P8 mit Datum der Prüfung;
- i) Probenkennung und Prüfdatum;
- j) Kennung der Person, die die Prüfung durchgeführt hat;
- k) mittlerer UVA- PF_0 und mittlerer UVA-PF, angegeben auf eine Dezimalstelle (Trunkierung), mit der Standardabweichung, dem 95-%-CI und 17 % des Mittelwerts;
- l) kritische Wellenlänge, angegeben als ganze Zahl (Trunkierung);
- m) individuelle Daten zu jedem Plättchen;
- n) weitere informative, von den Werten der spektralen Extinktion [siehe 9 d)] abgeleitete Berechnungen dürfen angegeben werden.

Anhang A (normativ)

Kalibrierung des UV-Spektralphotometers und Plättchentransmissionsprüfung

A.1 Allgemeines

Dieses Verfahren beschreibt die Anforderungen an die Grenzabweichung der Wellenlängen, Linearität und des dynamischen Bereichs des UV-Spektralphotometers. Der Klarheit wegen, und um das Berichtsformat zu vereinheitlichen, wird eine Tabellenkalkulation als Bestandteil dieses Dokuments zur Verfügung gestellt.

A.2 Grenzabweichung der Wellenlängen

A.2.1 Holmiumoxidfilter

Der Filter sollte eine Dicke von höchstens 3 mm haben und mit Holmiumoxid dotiert sein, um eine absolute Wellenlängenkalisierung mit Hilfe des Extinktionsmaximums bei 361 nm zu ermöglichen.

A.2.2 Verfahren

A.2.2.1 Der Holmiumoxidfilter wird in den Strahlengang gebracht, und die Extinktion wird im Bereich zwischen 290 nm und 430 nm gescannt. Es wird gegen Luft im leeren Strahlengang gemessen. Der Scan wird dreimal wiederholt. Die Daten werden zusammengefasst, und die Extinktionswerte werden in die Registerkarte „Grenzabweichung der Holmium-Wellenlängen“ der angehängten Tabellenkalkulation „ISO 24443 UVSpectcalib.xls“ in die Spalten B bis D überführt. Es wird auf die Makrotaste bei Zelle „P28“ gedrückt, um die Überprüfungsfunktion für das Maximum zu aktivieren. Die Ergebnisse erscheinen dann automatisch im Datenblatt der Zusammenfassung der Kalibrierung des Systems in diesem Dokument (siehe Bild A.2) und ähneln dem nachstehenden Bild A.1.

A.2.2.2 Die Abweichungen des gemessenen Bereichs von dem Referenzwert im UV-Bereich des Messgeräts sollten 1 nm nicht überschreiten. Ein Beispiel eines gemessenen Kalibrierspektrums wird im nachstehenden Bild A.1 gezeigt.

Die im Bericht angegebene Wellenlänge des Maximums muss entweder 360 nm, 361 nm oder 362 nm sein; anderenfalls muss das Messgerät rekaliert werden, um einen dieser Wellenlängenwerte zu erreichen.

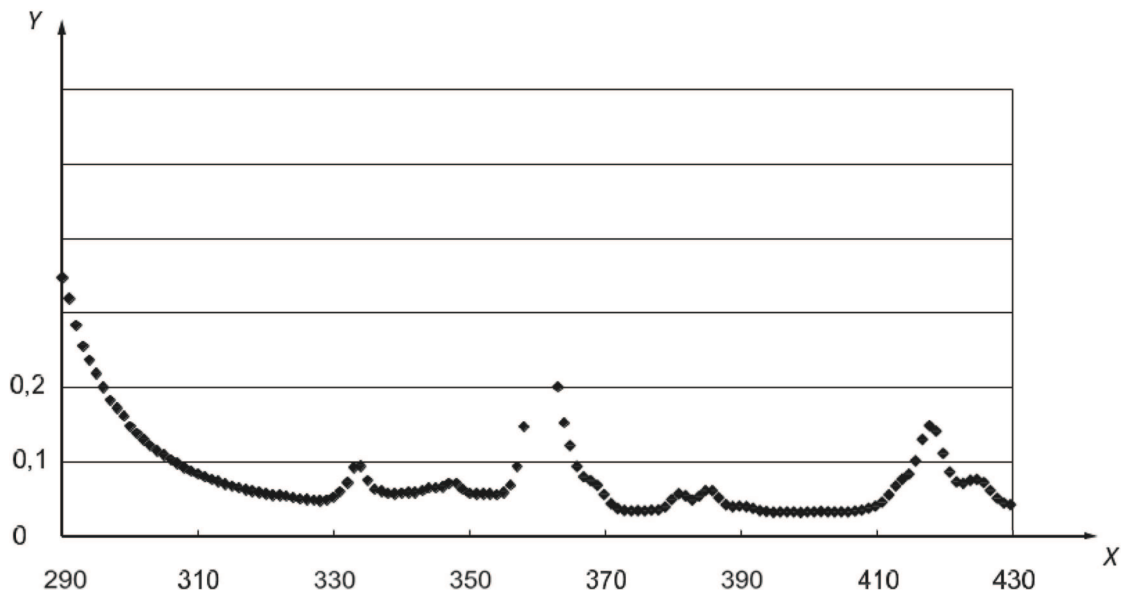


Bild A.1 — Holmiumoxid-Istwert

Dabei ist

X die Wellenlänge;

Y die Extinktion.

A.3 Linearität

A.3.1 Standard-Referenzplättchen

Die Plättchen werden aus einer großen, serienmäßig gegossenen, UV-stabilisierten PMMA-Tafel geschnitten (hilft, die gleichen optischen Eigenschaften für jedes Plättchen sicherzustellen). Die Plättchen enthalten UV-Stabilisatoren, deren Absorptionsspektren einer Reihe üblicher Sonnenschutzmittel ähnlich sind. Der Gießvorgang ermöglicht im Vergleich mit einem von Hand aufgetragenen Film einer Prüfmulsion eine sehr homogene Verteilung des die UV-Strahlung absorbierenden Materials.

Aufgrund ihrer stabilen und standardisierten Eigenschaften hinsichtlich Absorption und diffuser Streuung sind sie sehr geeignet, als „Referenzemulsionen“ zum Überprüfen und Vergleichen der Messgeräte zu dienen, die für die *In-vitro*-Bestimmung des UV-Schutzes verwendet werden, sowohl innerhalb eines Labors als auch in verschiedenen Laboren.

A.3.2 Linearitätsbewertung

Es werden zwei transparente, UV-stabilisierte PMMA-Referenzplättchen ausgewählt. Das Extinktionsmaximum dieser Referenzplättchen bei 340 nm muss zwischen 1,1 und 1,5 Extinktionseinheiten (en: absorbance units, AU) liegen.

Das erste Plättchen wird als Objektträger A bezeichnet und in den Strahlengang des UV-Spektralphotometers eingelegt. Es wird gegen Luft im leeren Strahlengang gemessen. Es wird ein zweiter Durchlauf (290 nm bis 380 nm) durchgeführt, und die Daten werden in die als „Linearitätsprüfung“ in Zelle B8:C98 bezeichnete Registerkarte der Tabellenkalkulation übertragen.

Das zweite Plättchen wird als Objektträger B bezeichnet und in den Strahlengang des UV-Spektralphotometers eingelegt. Es wird gegen Luft im leeren Strahlengang gemessen. Es wird ein zweiter Durchlauf durchgeführt, und die Daten werden in die als „Linearitätsprüfung“ in Zelle D8:E98 bezeichnete Registerkarte der Tabellenkalkulation übertragen.

Beide Objektträger (A und B) werden mit ihren zueinander weisenden aufgerauten Seiten übereinander in den Strahlengang gelegt, und die spektrale Extinktion (290 nm bis 380 nm) der Kombination wird gemessen.

Es wird gegen Luft im leeren Strahlengang gemessen. Es werden vier Wiederholungen durchgeführt, und die Daten werden in die als „Linearitätsprüfung“ in Zelle F8:I98 bezeichnete Registerkarte der Tabellenkalkulation übertragen.

Die Ergebnisse erscheinen automatisch im Datenblatt der Zusammenfassung der Kalibrierung des Systems in diesem Dokument (siehe Bild A.2).

A.4 Bestimmung der dynamischen Extinktionsgrenzen

In der Tabellenkalkulation wird auch die maximale Extinktionsgrenze des UV-Spektralphotometers auf der Grundlage der Abweichung von der Additivität der beiden Plättchen berechnet.

Wenn die Abweichung mehr als 0,1 AU beträgt, wird die dynamische Bereichsgrenze erreicht und die Ergebnisse erscheinen automatisch im Datenblatt der Zusammenfassung der Kalibrierung des Systems in dieser Internationalen Norm (siehe Bild A.2). Die Mindestbereichsgrenze beträgt 2,2 AU.

A.5 Eignung der PMMA-Prüfplättchen

A.5.1 Allgemeines

Die als Substrat für die Prüfung von Sonnenschutzmitteln verwendeten PMMA-Plättchen müssen Mindest-Transmissionsspezifikationen einhalten.

A.5.2 Verfahren

Die Grundlinie des UV-Spektralphotometers wird an Luft (keine Probe) bestimmt. Etwa 15 mg Glycerin oder modifizierte Glycerin-/Vaselinelösung werden mit der Fingerspitze auf die raue Oberfläche des PMMA-Plättchens aufgetragen, um eine durchsichtige Oberfläche zu erhalten. Überschüssige(s) Glycerin/Vaseline wird mit der Fingerspitze zu entfernt.

Das vorbereitete Plättchen wird in die Messlage gebracht, und die Extinktion (oder der Transmissionsgrad) des Plättchens wird gemessen.

Die Daten werden aufgezeichnet und in die mit „Plättchentransmission“ gekennzeichnete Registerkarte der Tabellenkalkulation in die entsprechende Spalte B für Werte der Extinktion oder in Spalte C für den Transmissionsgrad übertragen.

Das Plättchen muss einen Transmissionsgrad > 60 % bei 290 nm, > 69 % bei 300 nm und > 81 % bei 320 nm aufweisen.

Die Ergebnisse erscheinen automatisch im Datenblatt der Zusammenfassung der Kalibrierung des Systems in diesem Dokument (siehe Bild A.2) erscheinen.