



# HelioScreen® Labs.

Laboratory for In Vitro UV protection evaluation

HelioScreen is a trade name of the French "Helios Cosmétique" Cie

## RAPPORT D'ÉVALUATION

### EVALUATION DE LA PHOTOSTABILITÉ (Spectrale)

Test HelioScreen He 006a

**SPÉCIFIQUEMENT**



Laboratoire

**HelioScreen**

Siège Social

Laboratoire

36 rue Borde

13008 Marseille

Tel : + (0)491 759 178

Fax : + (0)491 254 212

helioscience@free.fr

Commercial

Mobile : + (0)607 934 550

Fixe : + (0)299 875 958

jpaulgiletti@yahoo.fr

Administratif et Facturation

666 av de Tremblay

Zone de Vaux

60100 CREIL

Tel : + (0)344 243 329

Fax : + (0)344 289 706

dlutz@helioscience.com

helioscience.account@free.fr

**Référence produit :**

**Fabricant :**

**Coordinateur :**

**Référence étude coordinateur :**

**Référence produit HelioScreen :**

**Référence étude :**

**La présente étude a été réalisée le :**

Le présent rapport est la propriété exclusive du Promoteur de l'étude et ne doit pas être divulgué sans son autorisation explicite.  
Quiconque aura communiqué de cette information dans le cadre de cette étude ou pour toute autre raison est informé de son caractère confidentiel et s'engage à ne pas la divulguer.  
L'étude a été réalisée selon le protocole **HelioScreen He006a**, auparavant soumis et accepté par le Promoteur.



## TABLE DES MATIERES

1.	OBJET DE L'ETUDE.....	3
2.	LABORATOIRE D'EVALUATION.....	3
2.1	Laboratoire d'évaluation.....	3
2.2	Centre de coordination.....	3
3.	ASSURANCE QUALITE.....	3
4.	PRESENTATION DE LA METHODE.....	3
4.1	Origine de la méthode.....	3
4.2	Principe de base.....	3
4.3	Description de la méthode.....	4
5.	CONDITIONS DE L'ETUDE.....	4
5.1	Équipement utilisé.....	4
5.1.1	Équipement du lab.....	4
5.1.2	Support d'application.....	4
5.2	Identification du produit.....	4
5.2.1	Réception et enregistrement du produit.....	4
5.2.2	Stockage.....	5
5.3	Protocole.....	5
5.3.1	Dépôt du produit sur le support.....	5
5.3.2	Méthode d'étalement.....	5
5.3.3	Sélection des échantillons.....	5
5.3.4	Témoins de référence.....	5
5.3.5	Instrumentation.....	5
5.3.5.1	Contrôle de la dose UV.....	5
5.3.5.2	Corrélation entre le Suntest et l'exposition solaire.....	6
5.4	Méthode de calcul.....	6
5.4.1	Calcul de l'efficacité résiduelle.....	6
5.4.2	Calcul de calcul.....	6
6.	CONCLUSIONS.....	7
6.1	Présentation des résultats.....	7
6.2	Stockage des données.....	7
6.3	Confidentialité.....	7

## 1. OBJET DE L'ETUDE

L'objet de la présente étude est l'évaluation de la photostabilité du produit référencé par la mesure de son efficacité résiduelle en utilisant une méthode spectrophotométrique *in vitro*.

## 2. LABORATOIRE D'EVALUATION

### 2.1 Laboratoire d'évaluation

Laboratoire de recherche et d'évaluation HelioScreen® Labs.  
36 rue Borde 13008 Marseille France  
Tel : 04 91 75 91 78  
e-mail/ [dutz@Helioscience.com](mailto:dutz@Helioscience.com)

Les tests, calculs et rédaction du présent rapport ont été réalisés par Dominique Lutz et/ou Denise Perbet.

cette étude est coordonnée par :

### 2.2 Centre de coordination

## 3. ASSURANCE QUALITE

Le laboratoire HelioScreen® Labs, certifie qu'un contrôle qualité a été effectué à chaque étape de la méthode décrite intégralement dans le protocole **HelioScreen He006a** afin de mener à bien les investigations et pour garantir une évaluation exacte du niveau de protection du produit testé, et pour garantir la fiabilité des données analysées, dans le respect de la procédure adoptée.

Le présent rapport constitue une description précise de l'expérimentation, du traitement des données, et de la procédure qui a été mise en jeu.

## 4. PRESENTATION DE LA METHODE

### Origine de la méthode

Déterminer la photostabilité au moyen d'un spectrophotomètre, dérivée de la méthode originale de B.D. Day et J. Robson [JSCC 40. 127-133 (1989)]

### 4.2 Principe de base

La présente méthode consiste à évaluer l'évolution du niveau de protection d'un produit de protection solaire lorsque exposé aux UV par une méthode spectrophotométrique, afin de déterminer sa photostabilité physico-chimique globale.

### 4.3 Description de la méthode

Cette méthode *in vitro* simule les conditions d'utilisation de façon aussi proche que possible. Dans ce but, le produit est étalé sur un support texturé en quantité par unité de surface identique à celle qui est utilisée pour la détermination du SPF ( $1 \text{ mg/cm}^2$ ). Les échantillons sont alors exposés à une source simulant la lumière solaire avec une distribution spectrale appropriée (Soleil Standard Colipa / ratio correct UVA/UVB).

De plus, l'intensité de l'irradiation UV au niveau de l'échantillon ne doit pas dépasser ce que l'on peut rencontrer dans la réalité (peau humaine exposée à une lumière normale).

L'analyse de ces échantillons irradiés est faite comme pour des échantillons non irradiés, exactement comme pour l'évaluation du SPF ou du facteur de protection en UVA, par l'utilisation d'un spectrophotomètre équipé d'une sphère d'intégration. Cette méthode bien connue consiste à mesurer le flux d'énergie UV ayant traversé le produit et à comparer ce flux au flux initial selon le principe de toute méthode spectrophotométrique.

La photostabilité du produit s'exprime par le ratio protection résiduelle après irradiation sur protection avant irradiation (la protection étant la capacité à réduire l'énergie UV par l'effet d'absorption ou de dispersion du produit).

## 5. CONDITIONS DE L'ETUDE

### 5.1 Équipement utilisé

#### 5.1.1 Equipement de laboratoire

- Un spectrophotomètre "KONTROL N 930" équipé d'une source UV et d'un monochromateur capable de délivrer un flux d'énergie entre 290 et 400 nm.
- Une balance de laboratoire de précision  $10^{-4} \text{g}$  pour contrôler le poids de produit déposé.
- Les produits ont été déposés avec une spatule.
- Une source lumineuse pour irradiation:  
Un CPS ou CPS + KONTROL (ATLAS) avec filtre standard et filtre Schott WG 320 a été utilisé. La température de l'équipement dans la fourchette de 25-35°C a été maintenue par utilisation de l'air conditionné.

#### 5.1.2 Support d'application

Les plaques de polymère utilisées comme support sont: HELIOPATES<sup>®</sup> PMMA d'une rugosité comprise entre  $0,5 \text{ et } 1,5 \mu\text{m}$ , fournies par HelioScreen<sup>®</sup> Labs.

### 5.2 Application du produit

#### 5.2.1 Réception et enregistrement du produit

Il faut rappeler que le Promoteur de l'étude est responsable de l'identification initiale, de la composition, de la pureté du produit, aussi bien que de toutes les caractéristiques qui définissent et identifient le produit testé avant le démarrage de l'étude.

Des tests de stabilité devront avoir été réalisés dans le respect du Code de Bonnes Pratiques de Laboratoire, afin de s'assurer que les résultats sont toujours significatifs après un stockage prolongé.

Dès réception au Laboratoire HelioScreen<sup>®</sup> Labs., le produit a été enregistré dans le document « tableau de traçabilité » selon la procédure interne avec les informations suivantes :

Fabricant	Ref client	Ref HelioScreen	Date de réception	Aspect	Quelqu'un	Date d'étude

Ces informations enregistrées sont conservées en permanence au Laboratoire HelioScreen® Labs.

### 5.2.2 Stockage

Le produit a été stocké après avoir été référencé dès sa réception. Il est conservé dans les conditions conformes au code de Bonnes Pratiques de Fabrication.

## 5.3 Protocole d'essai

### 5.3.1 Dépôt du produit sur le support

Le dépôt a été effectué à partir de petits ardoisiers répartis sur toute la surface. La quantité déposée sur le support a été contrôlée par pesée et à mesure par pesée. Le taux d'application a été réalisé de façon à ce que la quantité de produit restant sur le support avant évaporation soit de  $1,2 \text{ mg/cm}^2$ . Pour garantir une précision suffisante, la surface d'application a été supérieure à  $16 \text{ cm}^2$ , en fait  $25 \text{ cm}^2$ .

### 5.3.2 Méthode d'analyse

Le protocole respecté a été contrôlé et validé à l'aide de plusieurs laboratoires indépendants. L'objectif a été d'obtenir le film le plus homogène possible. La procédure précise et détaillée est décrite dans un document conservé au Laboratoire HelioScreen® Labs. Pour des raisons de confidentialité, ce document ne peut être communiqué dans ce rapport, mais il est à la disposition des autorités compétentes en cas de besoin.

### 5.3.3 Sélection des échantillons

Les échantillons pour lesquels le poids théorique n'a pas été respecté ou ceux dont le film présente d'importants défauts visibles, et également les échantillons qui ont conduit à des résultats anormaux ont été rejetés et de nouveaux ont été utilisés pour les mesures. Cette sélection a été réalisée en prenant en compte aussi bien l'évaluation du facteur de protection que la transmission de flux à travers l'échantillon.

### 5.3.4 Mesure de référence

Une plaque de PMMA contenant des filtres UV a été prise comme référence afin de s'assurer que l'équipement utilisé est en bon état de marche et que les mesures effectuées sont significatives.

## 5.5 Irradiation

### 5.3.5.1 Calcul de la dose UV

Les échantillons ont été exposés à une dose de 4 à 8 DEM. La valeur de la DEM retenue est de  $25 \text{ mJ/cm}^2$  efficacité érythémale, cette valeur correspondant à une exposition de 15 mn au soleil à son zénith (Soleil Standard) avec une puissance érythémale de 4 DEM/h, le flux spectroradiométrique UVB étant  $0,365 \text{ mW/cm}^2$  entre 290 et 320 nm, le flux spectroradiométrique UVA étant  $6,0 \text{ mW/cm}^2$  entre 320 et 400 nm (ratio UVA/UVB : 16,5/1).

Avec cette lumière solaire standard, pour une DEM, le produit doit recevoir :

- ✓ 0,328 J/cm<sup>2</sup> UVB (290-320 nm) spectroradiométrique
- ✓ 5,400 J/cm<sup>2</sup> UVA (320-400 nm) spectroradiométrique
- ✓ 5,728 J/cm<sup>2</sup> (total UV) (290-400 nm) spectroradiométrique

### 5.3.5.2 Equivalence entre le Suntest et l'exposition

Bien que la correspondance entre le temps d'exposition au soleil et du Suntest dépende de la situation dans le monde, de l'époque de l'année, du jour et de la zone climatique, on estime qu'une heure de Suntest correspond à environ 4 heures d'exposition au soleil (conditions réelles).

## 5.4 Méthode de calcul

### 5.4.1 Calcul de l'efficacité résiduelle

Afin d'évaluer la capacité à absorber ou à disperser la lumière de la part du produit, les facteurs d'atténuation monochromatiques sont évalués pour toutes les longueurs d'onde.

Le facteur d'atténuation monochromatique est calculé comme l'inverse de la valeur de la transmission, soit  $1/T(\lambda)$ .

Pour exprimer le pourcentage d'efficacité résiduelle, on utilisera la formule :

$$\text{Efficacité résiduelle \%} = \frac{\sum_{290}^{400} \frac{1}{T(\lambda)_t} - 1}{\sum_{290}^{400} \frac{1}{T(\lambda)_0} - 1} \times 100$$

où  $T(\lambda)_0$  est la transmission avant irradiation,

et  $T(\lambda)_t$  est la transmission après irradiation.

L'efficacité résiduelle du produit testé est obtenue en utilisant dans la formule ci-dessus les transmissions moyennes avant et après irradiation. Tous les tests seront pris en compte pour le calcul des moyennes et de la dispersion statistique.

### 5.4.2 Logiciel de calcul

Pour les calculs, le propre logiciel "HELIOSOFT" est utilisé. Ce logiciel permet l'accès immédiat à tous les résultats comme suit :

- La valeur statistique de toutes les mesures réalisées (longueur d'onde par longueur d'onde)
- La représentation des courbes obtenues exprimées en densité optique ou en transmission.
- Le stockage des données rendant possible la vérification ultérieure des résultats.
- Chaque résultat est exprimé à partir d'une évaluation statistique de 3 à 5 mesures et donne la valeur moyenne ainsi que la dispersion des résultats.

## 6. CONCLUSIONS

### 6.1 Présentation des résultats

Le but de cette étude était de tester le comportement du produit après irradiation et d'évaluer sa photostabilité dans le domaine UV.

**Commentaires : Bien qu'il n'y ait pas de recommandation pour la revente en fonction de la photostabilité de la protection, nous pouvons affirmer sur la base de nos connaissances et de notre expérience que ce produit est**  
**non photostable (0-50%) peu photostable (50/70%) assez photostable (70/85%) photostable (85/ 100%) dans le domaine des UVA et**  
**non photostable (0-50%) peu photostable (50/70%) assez photostable (70/85%) photostable (85/ 100%) dans le domaine des UVB .**

### 6.2 Stockage des données

Le Laboratoire HelioScreen® Labs. conservera tous les échantillons utilisés au cours de cette étude ainsi qu'une copie du protocole agréé par le Promoteur témoignant de sa pleine et entière acceptation. En ce qui concerne le présent rapport, il est classé pour une période de 5 ans.

Le produit sera conservé par le Laboratoire HelioScreen® Labs. pendant au moins un an. La totalité de l'information correspondante pourra éventuellement être mise à disposition à la demande du Promoteur ou des autorités compétentes.

### 6.3 Confidentialité

Toute information se rapportant aux produits à étudier telle que brevets, formules, matières premières, procédés de fabrication, ..., directement ou indirectement fournie par le Promoteur de l'étude est considérée comme confidentielle et reste sa propriété et ne sera pas divulguée sans son autorisation expresse.

Marseille

**D LUTZ**  
 Directeur scientifique

**Dr D PERBET**  
 Chef de laboratoire