

# 日用品における 光安定性(耐光性)試験

Q-Lab Corporation

三洋貿易株式会社

Presenter: 宮澤 英輝

[ウェビナー動画\(録画\)を見る](#)

# 会社紹介: 三洋貿易株式会社

設立	1947年5月27日
資本金	10億658万円
証券取引所	東京証券取引所 市場第一部(3176)
従業員数	368名
連結売上高	760億円(2020年9月期)
事業内容	ゴム事業部、化学品事業部、機械・環境事業部 産業資材第一・第二事業部、ライフサイエンス事業部
国内拠点	東京(本社)大阪、名古屋、広島
海外拠点	USA, China, Germany, India, Thailand etc.

# 科学機器部について

## 理化学機器の輸入販売から据え付けまで

- 海外の先端技術を持ったメーカーから各種分析器・試験機を輸入し、官公庁をはじめとした化学工業、石油化学、製薬、自動車産業様などの研究所や品質管理部門様への販売

## アプリケーションサポート・修理サポート

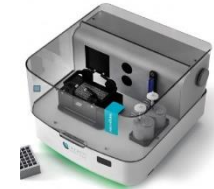
- 装置の基本的な操作トレーニングに加え、お客様に最適な測定・試験方法の技術コンサルティング。アフターサービスにはエンジニア集団の子会社 三洋テクノス(株)の万全なサポート体制

## 業界の海外動向を含めた最新情報のご提供

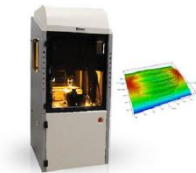
- 業界の第一線で世界中で活躍している海外サプライヤーの技術者・研究者を国内に招いた定期的なセミナー活動・展示会出展



複合サイクル試験機



バイオリアクター



トライボメーター

# アフターサービス・見学について



**三洋テクノ株式会社**

〒334-0013

埼玉県川口市南鳩ヶ谷3-19-3

三洋テクニカルセンター内

- ・国内にてアフターサービス対応  
保守メンテナンス・修理対応
- ・各種試験機の実物を見学可能  
デモルームも完備

# Q-Lab Corporation

- 設立 1956年
- 本社 アメリカ合衆国オハイオ州クリーブランド
- 事業内容 QUV ……紫外線蛍光ランプ式促進耐候性試験機
- Q-SUN ……キセノンランプ式促進耐候性試験機
- Q-FOG ……複合サイクル腐食試験機
- Q-PANEL ……標準試験片
- 受託試験サービス ……屋外暴露試験、各試験機の受託試験



etc.



本社および製造部門：  
オハイオ州ウエストレイク



# 会社紹介: Q-Lab Corporation

設立1956年の世界60か国以上の導入実績を誇るグローバル耐候性・腐食試験機メーカー



**QUV**

紫外線蛍光ランプ式促進耐候性試験機



**Q-FOG**

塩水噴霧・複合サイクル腐食試験機



**Q-SUN**

キセノン促進耐候性試験機

# Q-Lab屋外暴露試験場



# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- 一般的な光のスペクトル
- 自然暴露
- 促進試験
  - キセノンアーク試験
  - 紫外線蛍光灯式試験
- ICHガイドライン
- ベストプラクティスと実用的な考慮事項



# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- 一般的な光のスペクトル
- 自然暴露
- 促進試験
  - キセノンアーク試験
  - 紫外線蛍光灯式試験
- ICHガイドライン
- ベストプラクティスと実用的な考慮事項

# 耐候性試験

- 太陽光、熱、水分のコンビネーション
- 温度は現実的な高温の屋外条件をシミュレーションする
- 水分(水スプレーまたは結露)が通常含まれる



# 安定性試験

- 太陽光または屋内光源をシミュレーション
- 水分の負荷、高温条件は行われたい
- 一般的な屋内環境を模擬するために温度試験を実施する



\*バラツキを抑えるために相対湿度 (RH) を制御する場合もある。

# どちらを選ぶべきか？

もし材料がどのように劣化(変化)するか不確かで、あらゆる環境を想定した試験を行いたい場合、  
**耐候性試験を実施**

もし材料が整った環境でのみ使用される場合や、製品の光による影響のみに関心がある場合には、  
**光安定性試験を実施**



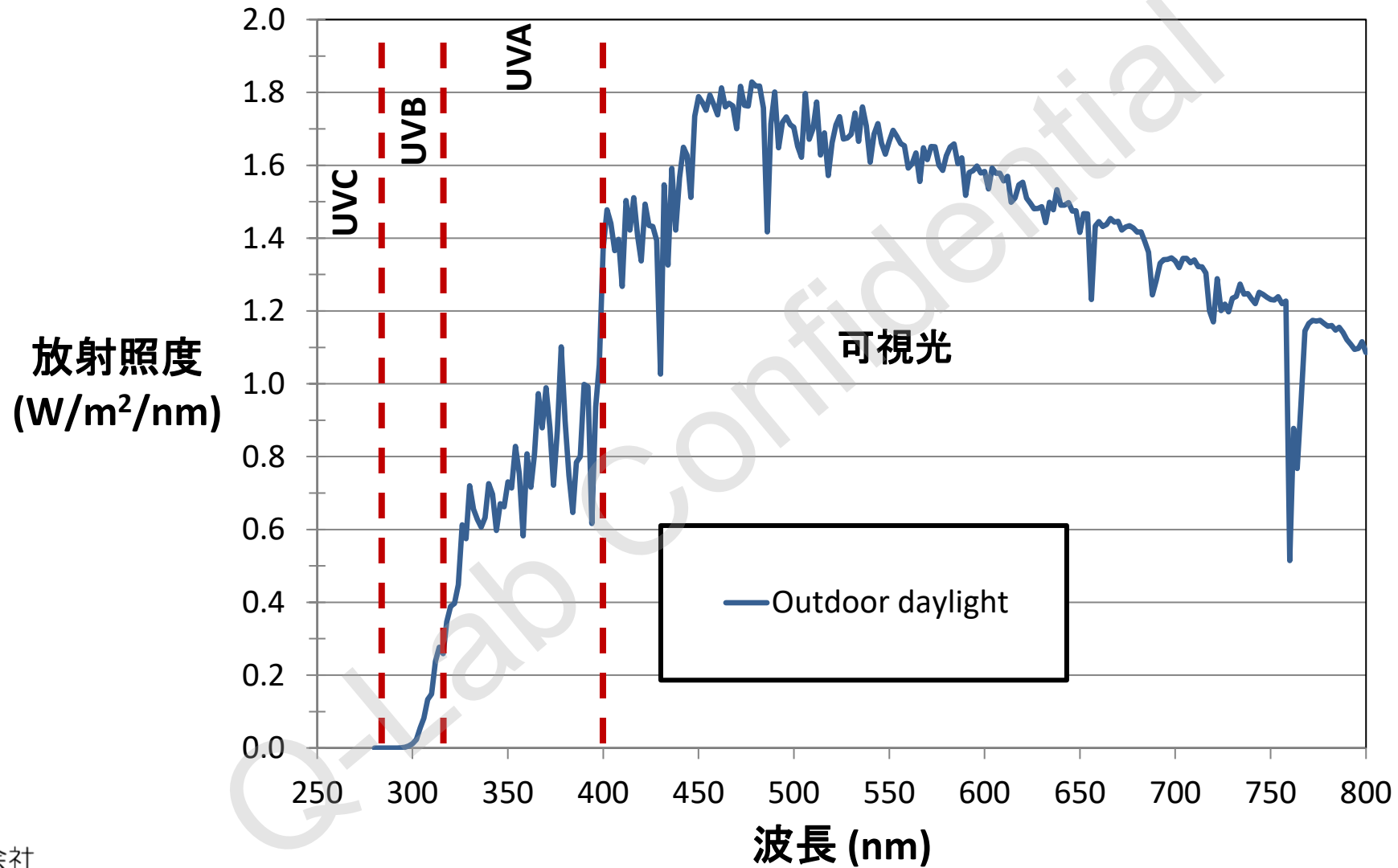
# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- **一般的な光のスペクトル**
- 自然暴露
- 促進試験
  - キセノンアーク試験
  - 紫外線蛍光灯式試験
- ICHガイドライン
- ベストプラクティスと実用的な考慮事項

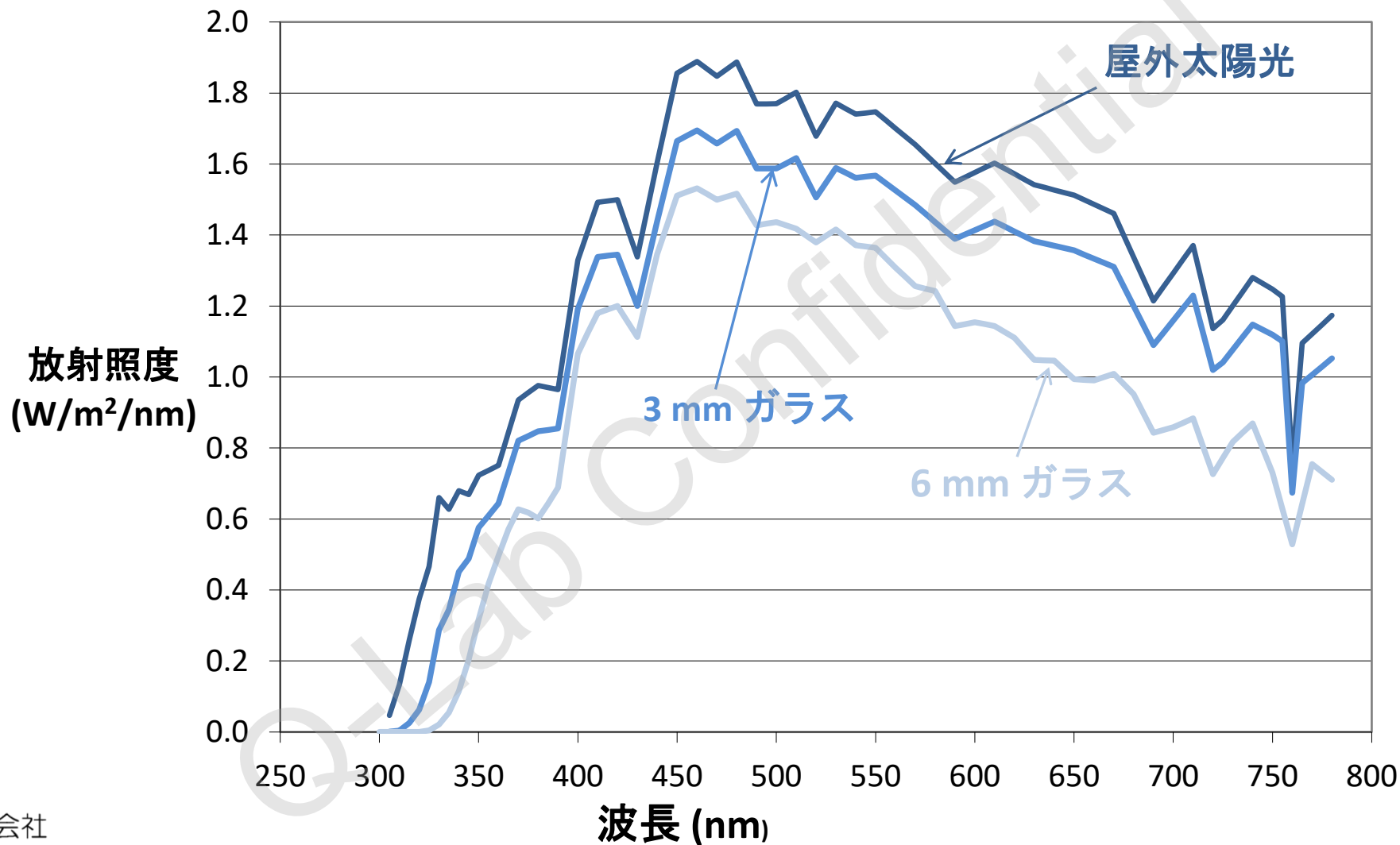
# 一般的な光のスペクトル

- 太陽光
  - 直接
  - 窓ガラス越し
- 商業照明
- 住宅照明

# 夏の太陽光スペクトル

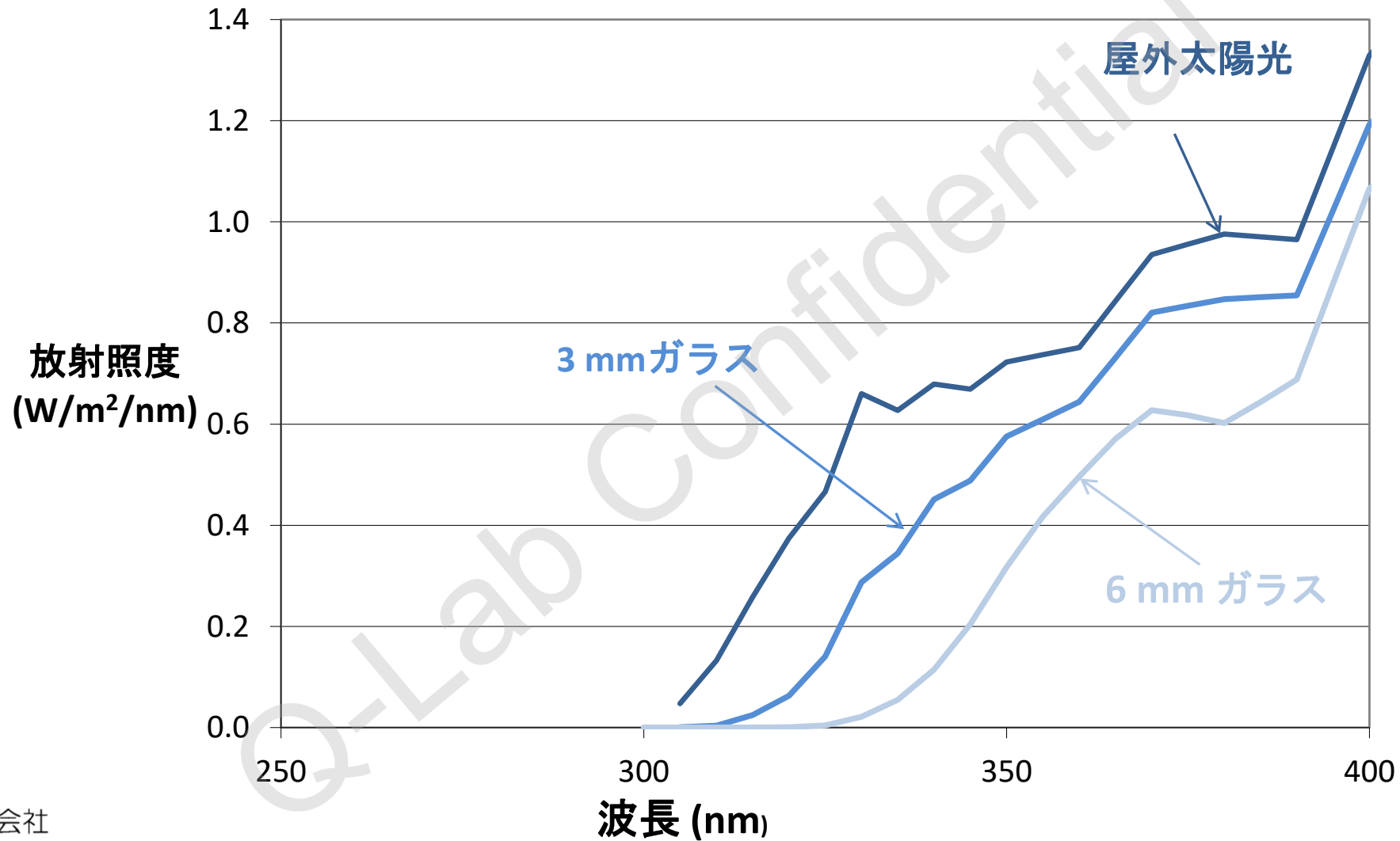


# 窓ガラス越し太陽光





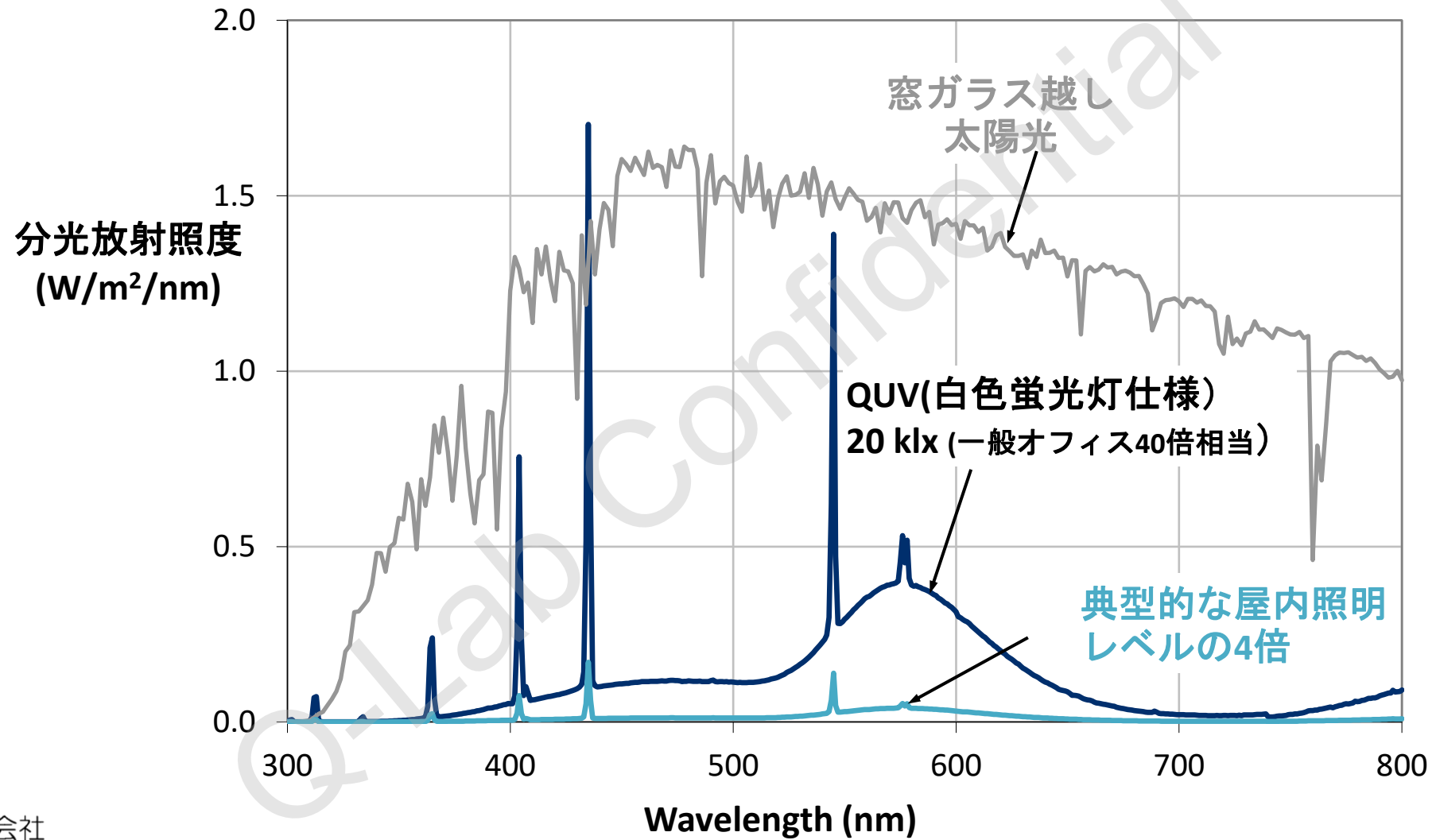
# 窓ガラス越し太陽光



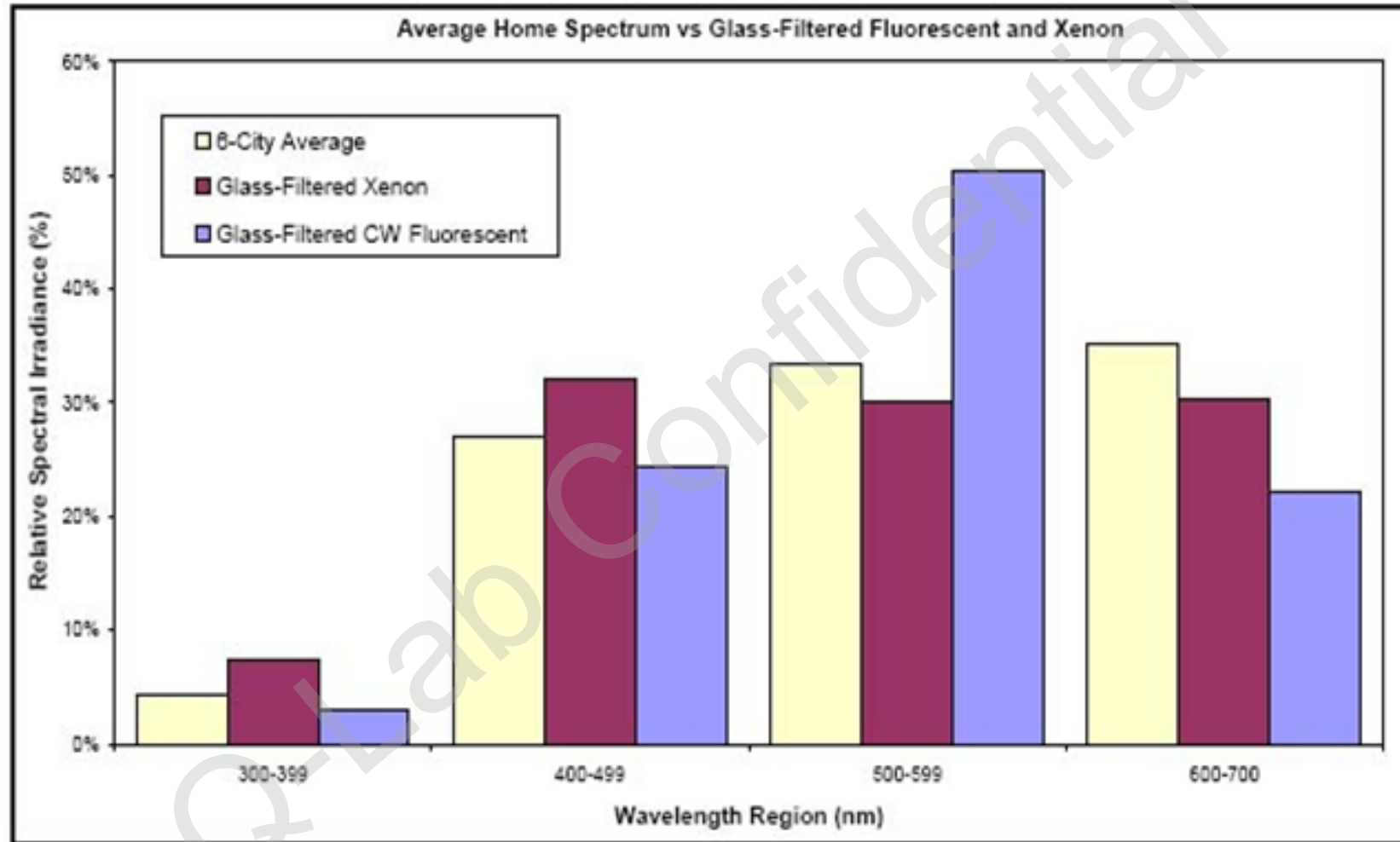
# インテリア照明(屋内照明)



# 商業用屋内照明



# 平均的な住宅照明





# たとえ太陽光のたった5%だったとしても...



紫外線がほとんどの光劣化を引き起こします!

# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- 一般的な光のスペクトル
- **自然暴露**
- 促進試験
  - キセノンアーク試験
  - 紫外線蛍光灯式試験
- ICHガイドライン
- ベストプラクティスと実用的な考慮事項

# 自然暴露



# 自然暴露

どれくらい材料がその環境で品質を維持できるかを知るためには...

**実際の環境にその材料を置いてみてください！**



# 自然暴露

## ベンチマーク試験場所

フロリダ南部、アリゾナ砂漠

- 安価
- 高い信頼性
- 促進性を生み出す過酷環境



## 自社の環境

- “窓際暴露”
  - 簡便
  - 頻繁に試験体を見に行きやすい
- DIY暴露



# 自然暴露

多くの日用品(FMCGs: Fast Moving Consumer Goods )にとって、ベンチマーク試験場での自然暴露は、費用対効果が高く、短時間で有用なデータを手に入れることができる手段



# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- 一般的な光のスペクトル
- 自然暴露
- **促進試験**
  - キセノンアーク試験
  - 紫外線蛍光灯式試験
- ICHガイドライン
- ベストプラクティスと実用的な考慮事項

# 促進試験

日用品の光安定性評価には、  
一般的にキセノンアークや紫外線蛍光灯式試験機  
による促進試験で短時間に実施することができる

# キセノンアーク試験機

Q-SUN Xe-3-HCE



Q-SUN Xe-1-BCE



# Q-SUNキセノン促進試験機



# キセノンアーク試験の利点

- 太陽光のもつ長波長紫外線と可視光線領域の現実的なシミュレーションが可能
- 光学フィルタによって、異なる種類のガラスのシミュレーションが可能
- 相対湿度制御

# 光学フィルタ

## デイトライトフィルタ

(外装材暴露, 屋外太陽光再現)

## ウィンドウガラス

(屋内暴露, 繊維, インクなど)

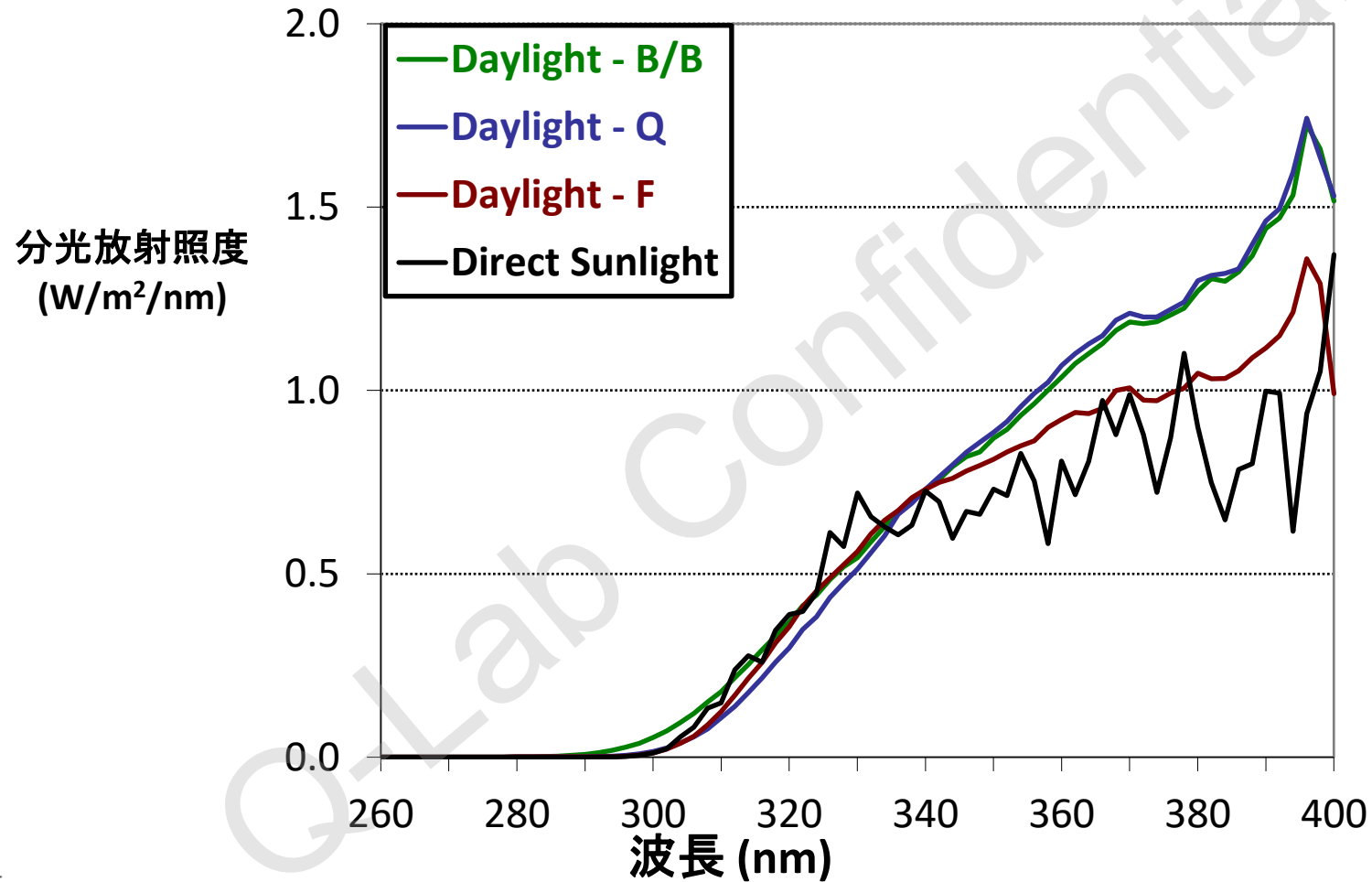
## 短波長UV

(自動車, 航空機など)

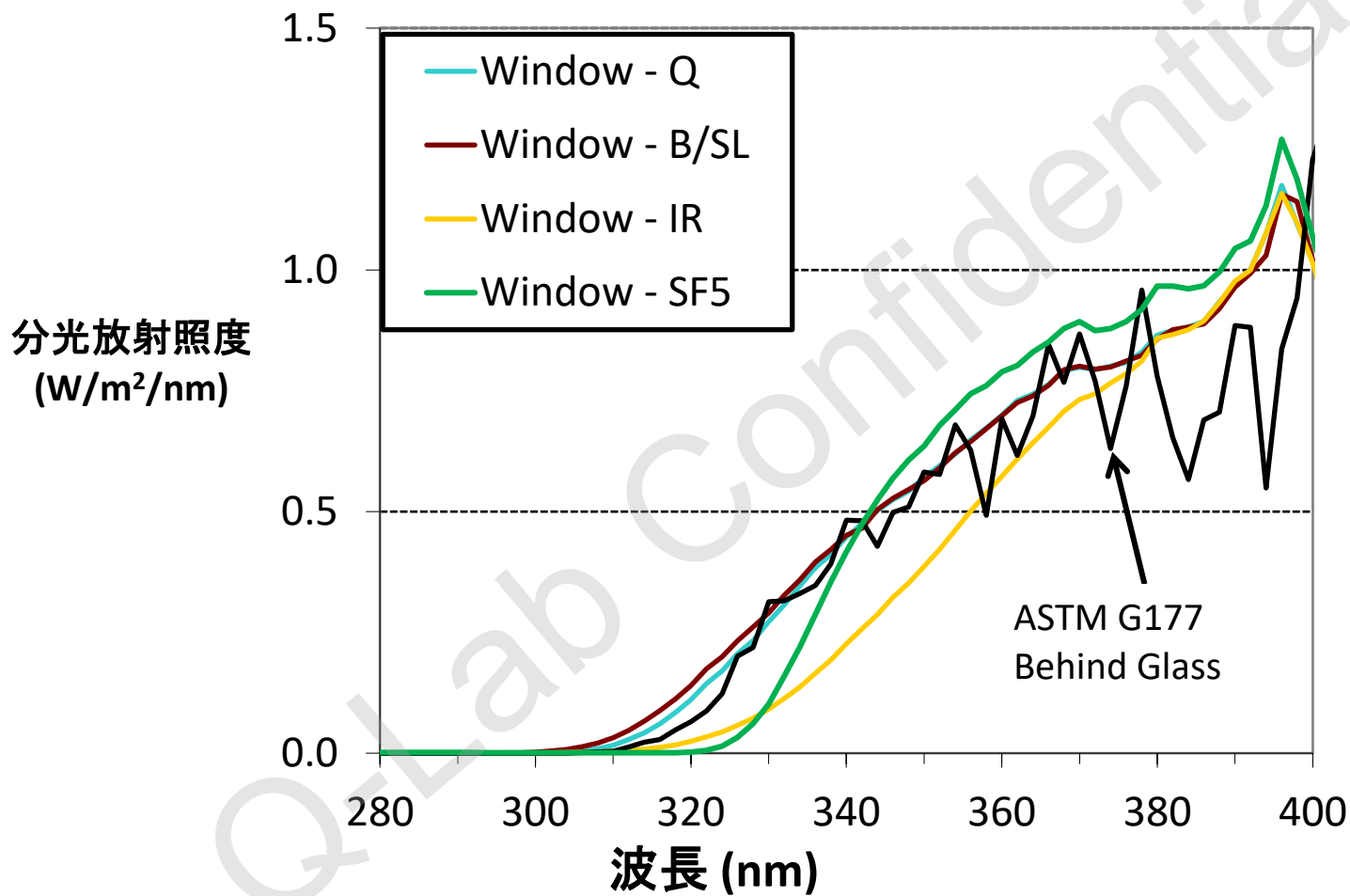




# デイルイトフィルタ(キセノンアーク) UVスペクトル



# ウィンドウフィルタ(キセノンアーク) UVスペクトル



# 放射照度コントロール

- 狭帯域
  - 340 nm
  - 420 nm
- 総紫外線 UV (300-400 nm) 広帯域
- 全体域 (300-800 nm) –非推奨
  - 短波長が光劣化を引き起こす
  - ランプの経年劣化は、重要な紫外線波長域の50%減少させる可能性がある

# 放射照度制御点における変換

例: Window B/SLフィルタ

制御域	放射照度
340 nm	0.35 W/m <sup>2</sup> /nm
420 nm	0.79 W/m <sup>2</sup> /nm
TUV (300-400 nm)	40 W/m <sup>2</sup>

*These conversion factors only apply for this particular filter*

# 温度コントロール

- ブラックパネル
  - 太陽光下での雰囲気温度より高温
  - サンプルの温度と同じである必要はない
  - 試験の再現性を高める目的で存在
- 槽内空気
  - ある程度独立して制御されている
  - 一部のアプリケーションで必要
- チラーシステム
  - キセノンアーク試験槽内の温度を、通常の屋内温度にするために熱を除去するシステム



# ブラックパネル温度センサーの種類

パネル	材質	ASTM定義	ISO定義
	黒色塗装 ステンレススチール	Uninsulated Black Panel	Black Panel
	0.6cm厚白色PVDF 黒色塗装 ステンレススチール	Insulated Black Panel	Black Standard

- 白色パネルもあるが、あまり一般的ではない
- PVDF=ポリフッ化ビニリデン
- JISでは、それぞれ“ブラックパネル温度計”と“ブラックスタンダード温度計”と記述



# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- 一般的な光のスペクトル
- 自然暴露
- **促進試験**
  - キセノンアーク試験
  - **紫外線蛍光灯式試験**
- ICHガイドライン
- ベストプラクティスと実用的な考慮事項

# 紫外線蛍光灯式促進試験機



# QUV/se 耐候性試験機

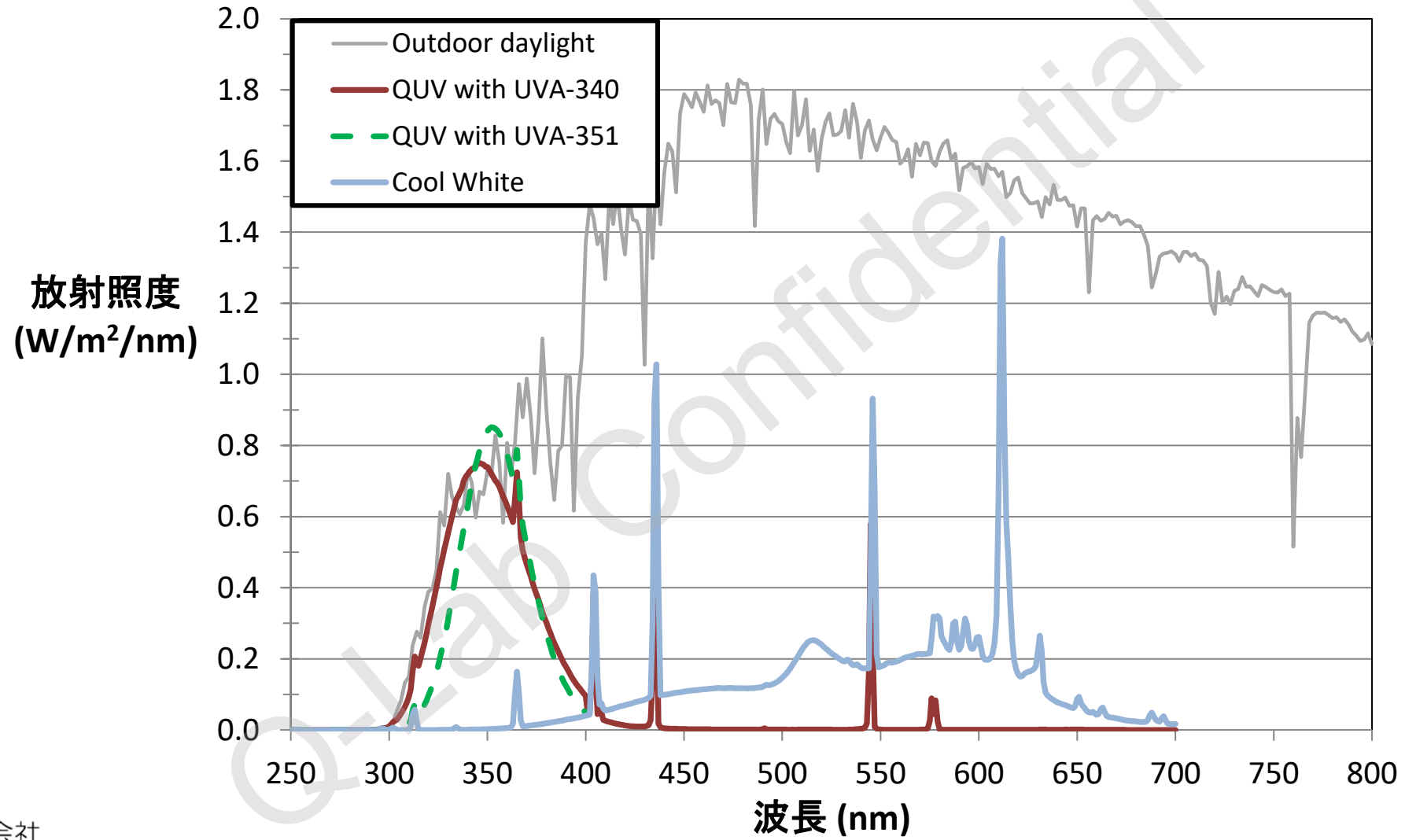
## QUV/cw 光安定性試験機



# 紫外線蛍光灯式試験の利点

- よりコストを抑えたソリューション
- 非常に安定した再現性の高いスペクトル
- 白色蛍光灯は、商業照明を非常によく再現した光源
- 運用しやすい

# 紫外線蛍光灯スペクトル



# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- 一般的な光のスペクトル
- 自然暴露
- 促進試験
  - キセノンアーク試験
  - 紫外線蛍光灯式試験
- **ICHガイドライン**
- ベストプラクティスと実用的な考慮事項



# ICHガイドライン

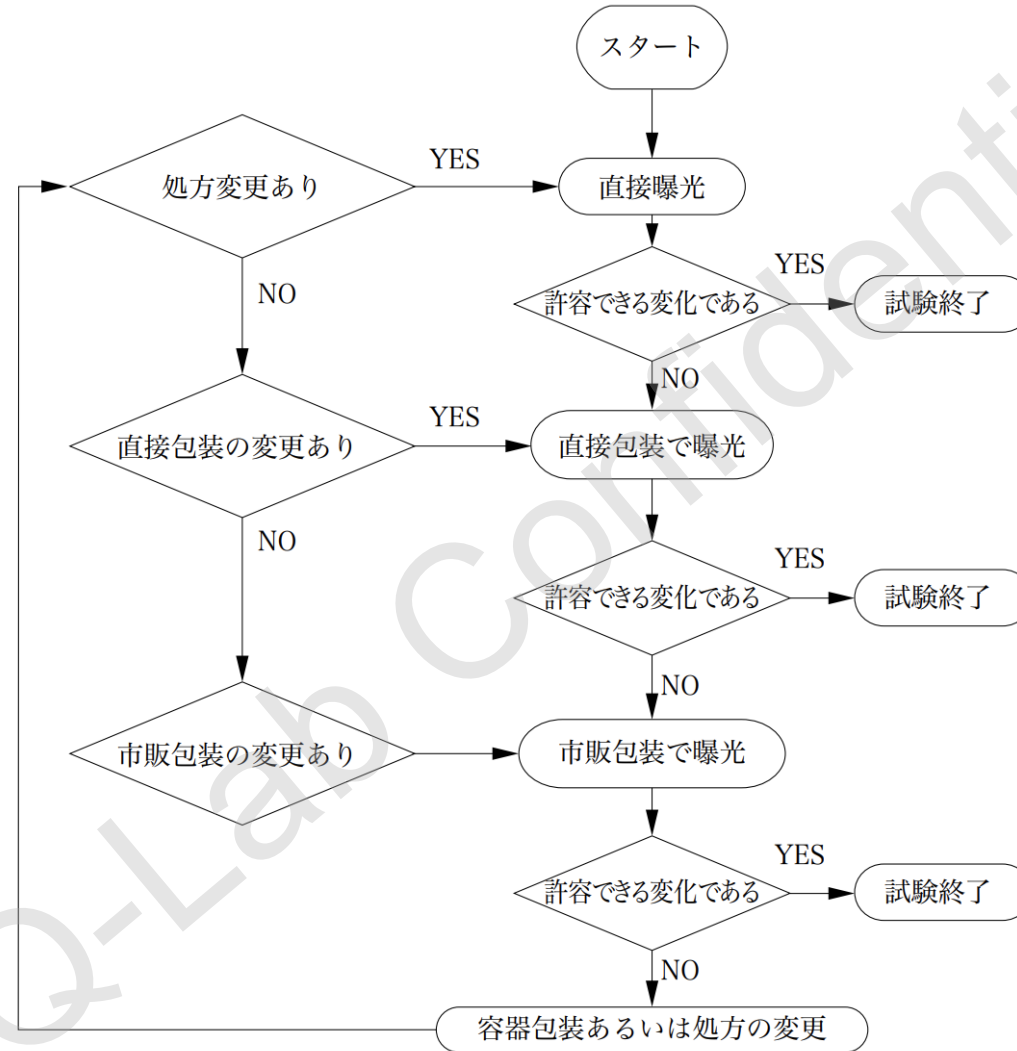
## International Conference on Harmonization: Guidelines

新原薬及び新製剤の光安定性試験  
ガイドライン

# ICHガイドライン

- 日本、米国、ヨーロッパで構成され、共同でガイドライン作成などを行う
- 新原薬及び新製剤については、曝光によって許容できない変化が起こらないことを示すために、新原薬及び新製剤が本来有する光に対する特性を評価しなければならない
- 2つの暴露法が選択可能

# ICHガイドラインフローチャート



# ICHガイドライン

## 2つの暴露法

### 1. D65/ID65光源\*

- “可視光と紫外放射の両方の出力を示す昼光色蛍光ランプ、キセノンランプ、ハロゲンランプ等”
- 320nm 以下に放射エネルギーを有意に持つ光源については、適切なフィルターを付けてそのような放射エネルギーを除去してもよい

### 2. 白色蛍光ランプと近紫外蛍光ランプ

*\* ICH Guidelines cite ISO 10977 on photographic films and prints, which is withdrawn and replaced by ISO 18909. They refer to CIE 15, Recommendations on Colorimetry. CIE 85 Solar Spectral Irradiance would have been a better choice for lightstability tests.*

# ICHガイドライン 放射露光量

暴露は、UV放射露光量と **照度\***量によって規定化  
されている

\*照度 (Illuminance) は放射エネルギーを視感度曲線によって補正  
した、可視光の尺度

# ICHガイドライン

## 曝光量基準

光安定性を確認するための試験において、以下の値に達するまで試験を行う必要がある:

1. 120万lux-hours (per m<sup>2</sup>) 以上 (定義上の可視光)
  2. 200Watt-hours UV (per m<sup>2</sup>) 以上
- これらは特にD65またはID65参照光源に対応していない
  - いかなる光源であっても、紫外線領域の“過暴露”なしでは、可視光域での基準を満たさない
  - “過暴露”は許容されている



# 数値 1: Lux-hoursの計算

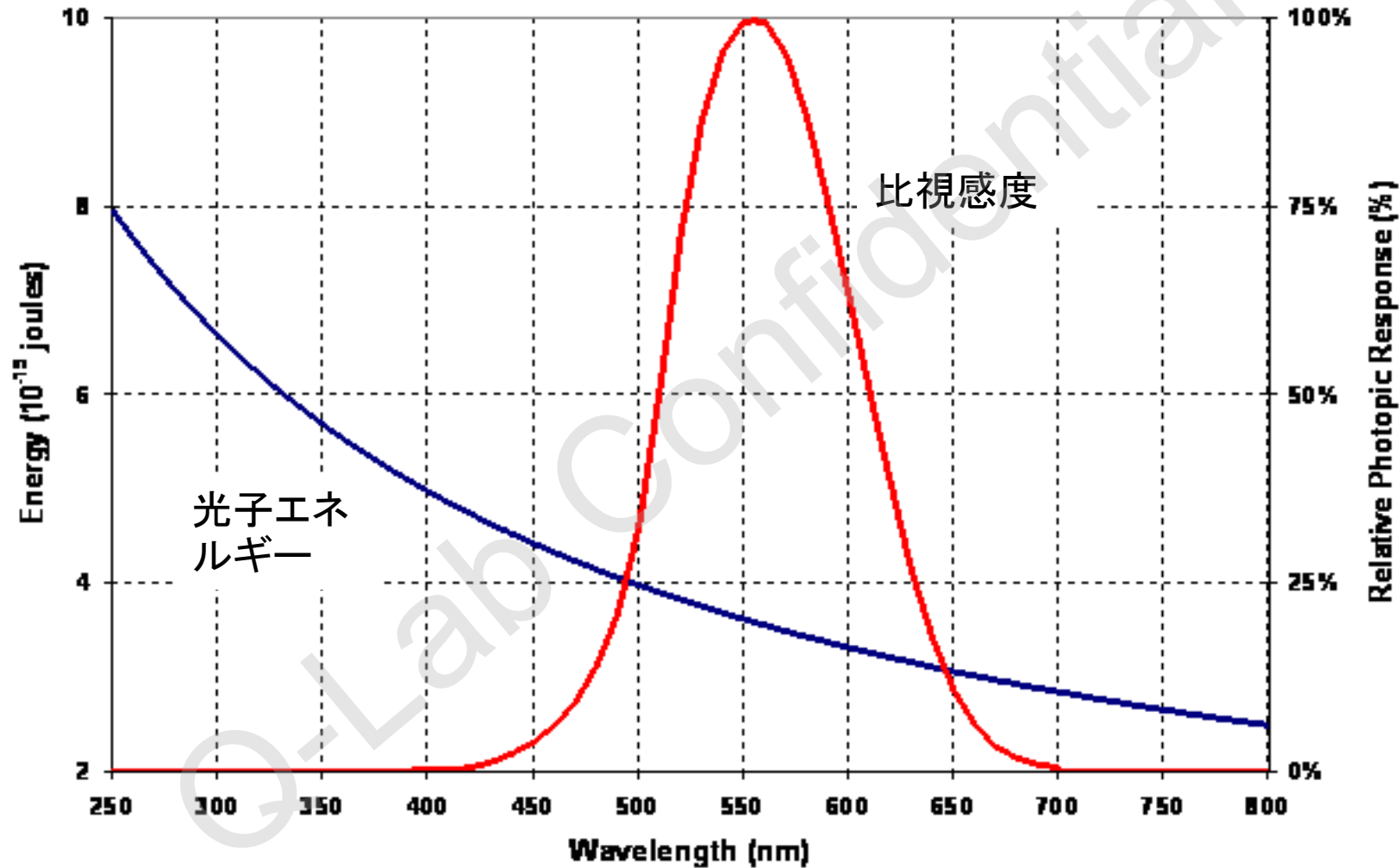
$$\begin{aligned} & \text{波長毎の放射照度 (W/m}^2\text{)} \\ & \times \\ & \text{波長毎の比視感度 (lumens/W)} \\ & = \\ & \text{照度 (lumens/m}^2\text{) または lux} \end{aligned}$$

例:

波長 (nm)	比視感度 (lumens/W)		放射照度 (W/m <sup>2</sup> )		照度 (lumens/m <sup>2</sup> )(lux)
555	683.00	×	0.33	=	227.2

各波長でのこの値を合計し、時間を掛け算する

# 比視感度 & 光子エネルギー

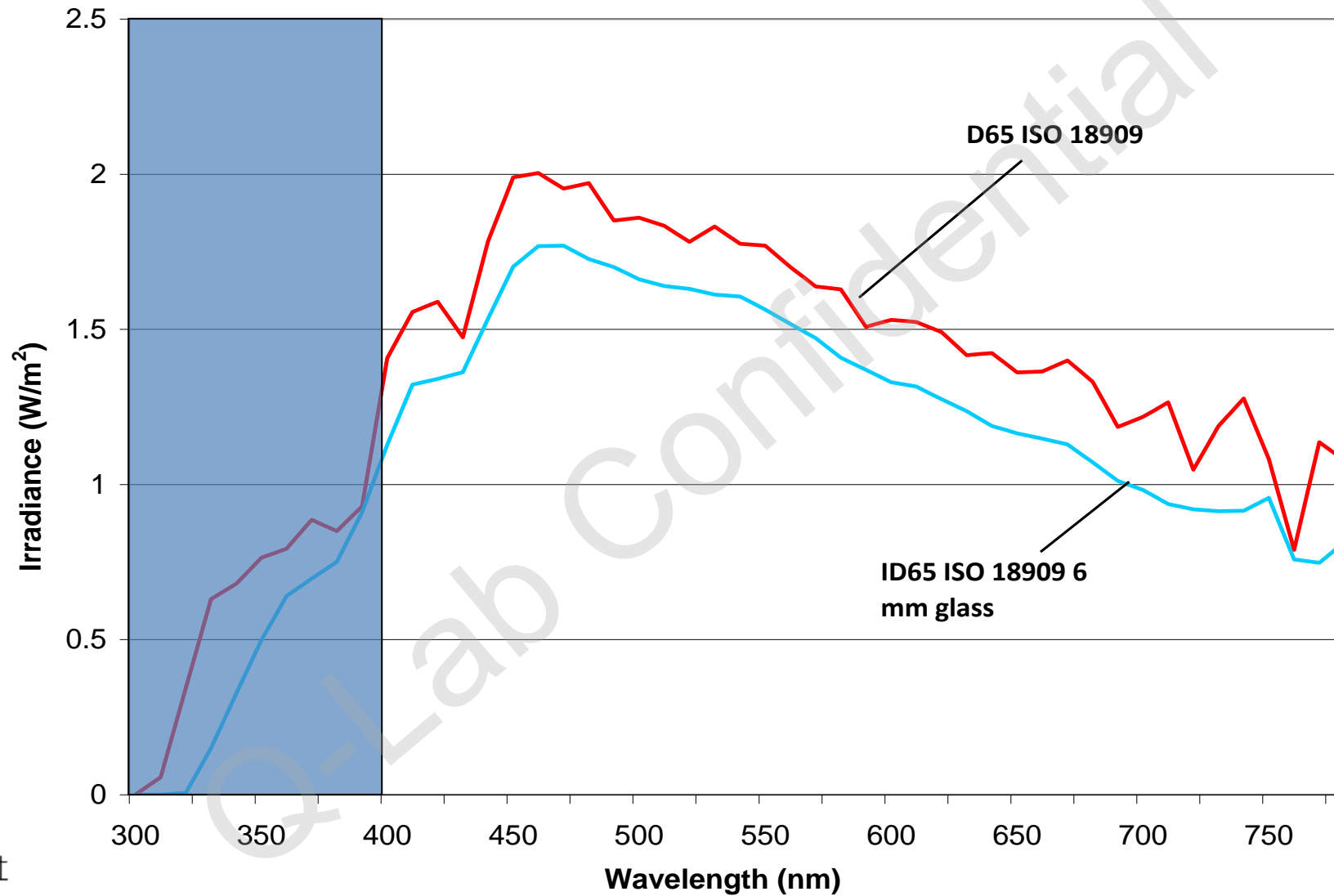


# 数値 2: TUV Watt-hoursの計算

- 分光分布データから各波長における放射照度 ( $\text{W}/\text{m}^2$ )がわかる
- 300-400nmにおける放射照度を合計する (Total UltraViolet または “TUV”)
- この値を暴露時間 (hour) と掛け算する

$$40 \text{ W}/\text{m}^2 \times 10 \text{ hours} = 400 \text{ W-hours}/\text{m}^2$$

# Total UV Exposure (TUV, 300-400nm)



# ICHガイドライン

## 温度

温度はガイドラインでは規定されていません。しかしながら...

- 熱的劣化は、熱老化試験機などで、別途評価するべきで、光安定性試験と混合しないほうが良い。したがって、一般的な室温で試験を行うことが望ましい
- 室温条件での試験には、チラーシステムが必要になる

# ICHガイドライン オプション1の実施

- Q-SUN Xe-1BCE
- Window – Q Filter (ID65 3 mm ガラス  
スペクトル)
- 420 nm照度制御,  
放射照度1.10 W/m<sup>2</sup>/nm
- 槽内温度 25 °C





# ICHガイドライン オプション1

## Test duration試験期間

- 13.1 時間の試験
- 650 Watt-hours UV (要求より225%UVが多い)
- 120万 lux-hours

## UV暴露を減らす手段としては、2段階で試験を実施する

- パート1: 200 W-hr/m<sup>2</sup> TUV暴露に達するまで試験を実施 (Window-Qフィルタ使用)
- パート2: UVブロッキングフィルタを取り付け、機器を校正し、120万 Lux-hoursまで試験を行う

# 放射照度 & 試験時間

オプション1, Q-SUN with Window-Q

放射照度 @ 420 nm	時間	Lux-hours	TUV 照射量 (Watt-hr/m <sup>2</sup> )
0.50 W/m <sup>2</sup>	28.9	120万	647
0.60 W/m <sup>2</sup>	24.1		
0.70 W/m <sup>2</sup>	20.7		
0.80 W/m <sup>2</sup>	18.1		
0.90 W/m <sup>2</sup>	16.1		
1.00 W/m <sup>2</sup>	14.5		
1.10 W/m <sup>2</sup>	13.1		

曝光量基準に達する複数の選択肢

# ICHガイドライン オプション2

ステップ1: QUV with 白色蛍光灯

設定照度: 20,000 lux

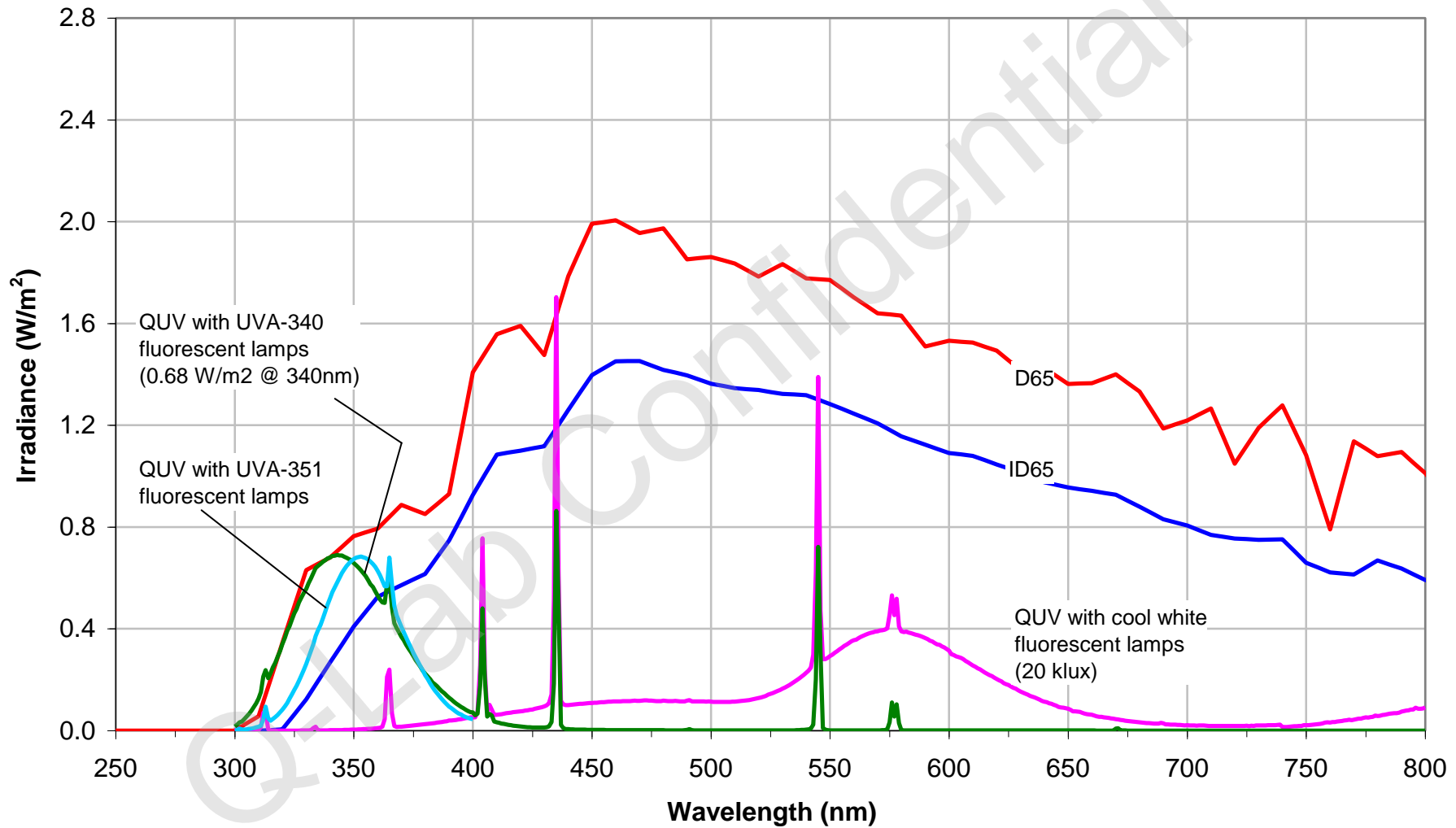
試験時間: 60 hours

ステップ2: QUV with UVA-351ランプ

設定照度: 0.55 W/m<sup>2</sup>/nm @ 340 nm

試験時間: 4 hours

# QUV光源スペクトルとICHガイドライン



# 本日の内容

- 耐候性試験 vs. 光安定性試験
- 一般的な光のスペクトル
- 自然暴露
- 促進試験
  - キセノンアーク試験
  - 紫外線蛍光灯式試験
- ICHガイドライン
- **ベストプラクティスと実用的な考慮事項**

# 光安定性試験における ベストプラクティスと 実用的な考慮事項



# ベストプラクティスと実用的な考慮事項

## 1. 自然暴露を実施する

- 促進試験の結果を把握・理解するために必要
- 装置を用いた試験が、正しく材料性能を順位付けできている？



マイアミ屋外暴露

# ベストプラクティスと実用的な考慮事項

## 2. 劣化するまで試験する (強制劣化)

- 医薬品に必要
  - 光分解に起因する不純物を特定
  - 分解経路の特定
- 性能順位付けのための開発に必要



# ベストプラクティスと実用的な考慮事項

## 3. 試験サンプルと”制御された材料”を一緒に暴露する

- 耐久性が既知の材料(制御された材料)を使用する
  - 屋外試験でのパフォーマンス
  - 促進試験でのパフォーマンス
- 試験サンプルと同様の構造・組成
- 試験サンプルと同様の劣化モード

# “制御された材料”を使用する利点

- 既知の材料と性能を比較できる
- 促進試験の結果に自信が持てる  
(信頼性向上)
- 促進試験機が適切に動作していることを確認できる



# ベストプラクティスと実用的な考慮事項

## 4. 実際の環境をシミュレーションするために、パッケージ内の商品そのものを試験する



# 製品自身の試験



**Q-SUN Xe-3**  
3200 cm<sup>2</sup>



**Q-SUN Xe-1**  
1100 cm<sup>2</sup>



# Q-SUN暴露面積



Q-SUN Xe-3HCE

3200 cm<sup>2</sup>



Q-SUN Xe-1BCE

1100 cm<sup>2</sup>

# 相関性

## 5. 非現実的な劣化発生を避けるために現実的な温度を選ぶ

低温環境を維持しながら高い照度で試験を行うためにチラーシステムを用いて試験を行う



# ご清聴ありがとうございました！

内容に関するご質問ならびにお問合せは  
以下までご連絡ください：



三洋貿易株式会社  
ライフサイエンス事業部 科学機器部  
宮澤 英輝

Tel: 070-8684-0369

Email: [h-miyazawa@sanyo-trading.co.jp](mailto:h-miyazawa@sanyo-trading.co.jp)

HP: <https://www.sanyo-si.com>