

Light Stability Testing of Home and Personal Care Products

Q-Lab Corporation
IJ Inc (이응제 팀장)

녹음하기

Housekeeping

You'll receive a follow-up email from info@email.q-lab.com with links to a survey, registration for future webinars, and to download the slides

- Our archived webinars are hosted at: q-lab.com/webinars
- Use the **Q&A feature in Zoom** to ask us questions today!

Q-Lab Corporation

- 1956 창업
- 내후/내광성/부식 시험 전문 기업



Westlake, Ohio
Headquarters &
Instrument Division



볼튼, 영국
Q-Lab(社) 유럽



상하이, 중국
Q-Lab(社) 중국



자르뷔르켄, 독일
Q-Lab(社) 독일

Q-Lab 옥외폭로/인증시험 시설





What We Will Talk About

- 내후성 시험 vs. 내광성 시험 Weathering Testing vs. Light Stability
- 일반적인 빛의 스펙트럼 Common Light Spectra
- 자연 옥외 폭로 Natural Exposures
- 촉진 시험 Accelerated Testing
 - 제논 아크 시험 Xenon Arc Testing
 - 형광 UV 시험 Fluorescent UV Testing
- ICH 가이드라인 ICH Guidelines
- 모범 사례와 실제 고려 사항 Best Practices and Practical Considerations

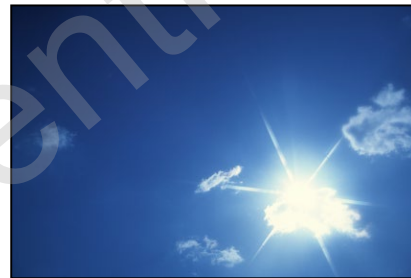
내후성 시험 Weathering Testing

- 햇빛, 열, 수분의 복합적 영향
Combination of sunlight, heat, and moisture
- 온도는 자연의 실제 높은 온도로 재현
Temperatures simulate realistic hot outdoor conditions
- 일반적으로 수분 포함
Moisture (water spray or condensation) usually included



내광성 시험 Light Stability Testing

- 햇빛 혹은 실내 빛을 재현
Simulation of sunlight or indoor lighting
- 수분 및 높은 온도 조건 반영 안됨
No moisture* or elevated temperatures
- 시험 온도는 일반적인 실내 환경을 재현
Test temperatures often simulate typical indoor environment



**RH 제어는 시험의 변동성을 줄여준다.*

May control RH to reduce variability

어떤 시험을 해야 할까? Which Should I Use?

제품의 사용환경이 다양하고 모든 환경 조건 감안한 시험을 원한다면, **내후성 시험을 권장**

*If you're not sure how your material will perform, and want to test it for every environment, **Run a Weathering Test***

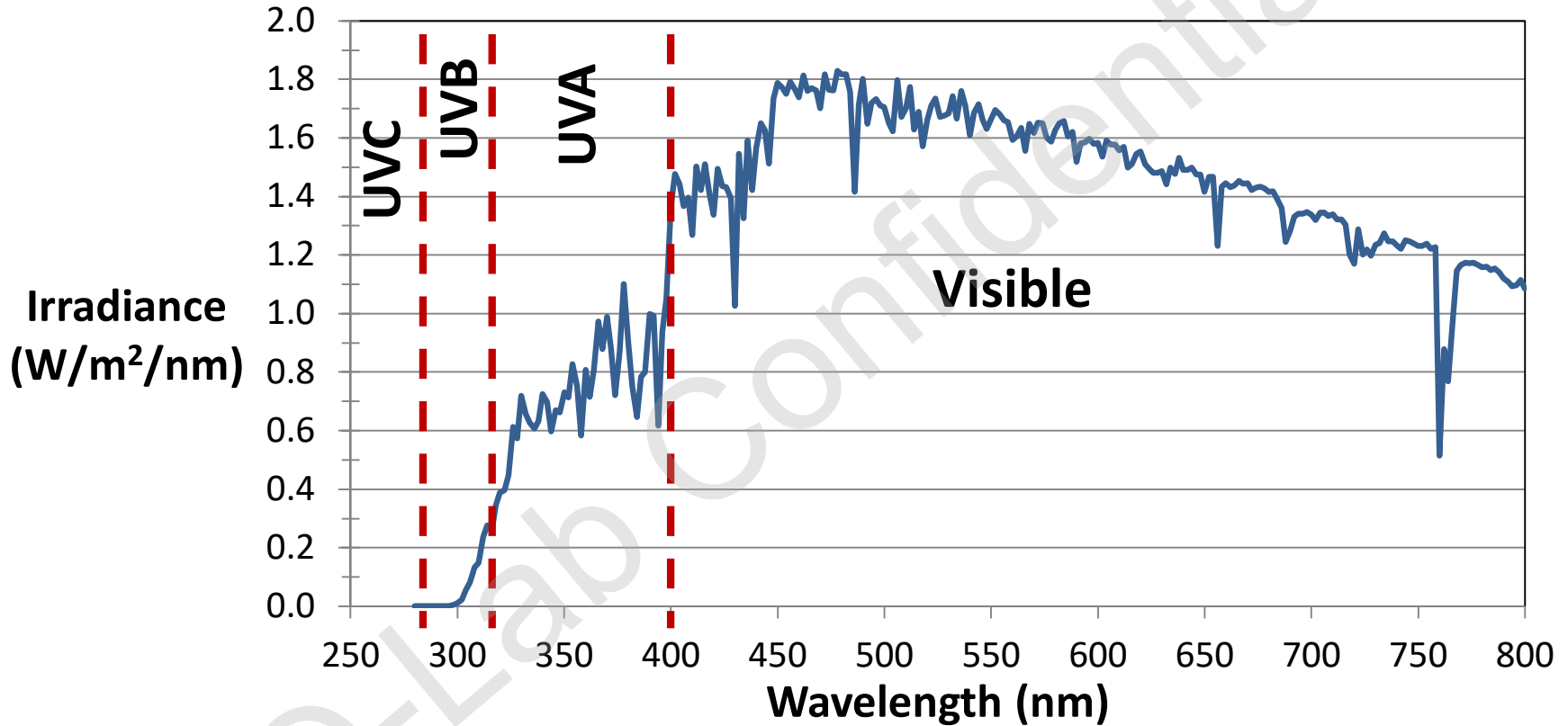
제품이 제한된 환경에서 사용되며, 빛에 의한 영향만을 보고 싶다면, **내광성 시험도 무난**

*If your material only needs to perform in a controlled environment, or you are only interested in the effect of light on your product, **Run a Light Stability Test***

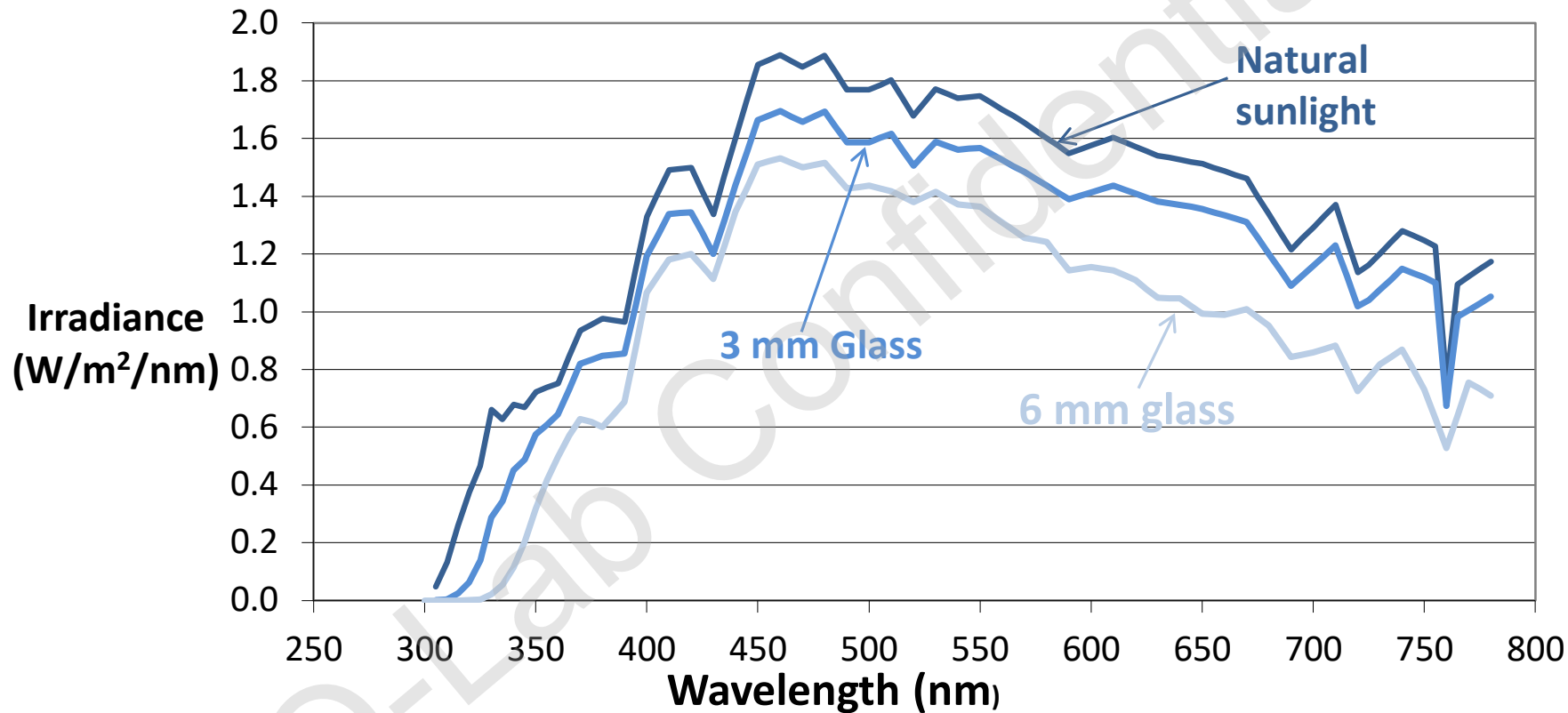
일반적인 빛의 스펙트럼 Common Light Spectra

- 햇빛 Sunlight
 - 직접 노출 Direct
 - 창문을 통한 노출 Through Window Glass
- 상업현장(쇼윈도 등) 빛 Commercial Lighting
- 가정에서 사용되는 빛 Home Lighting

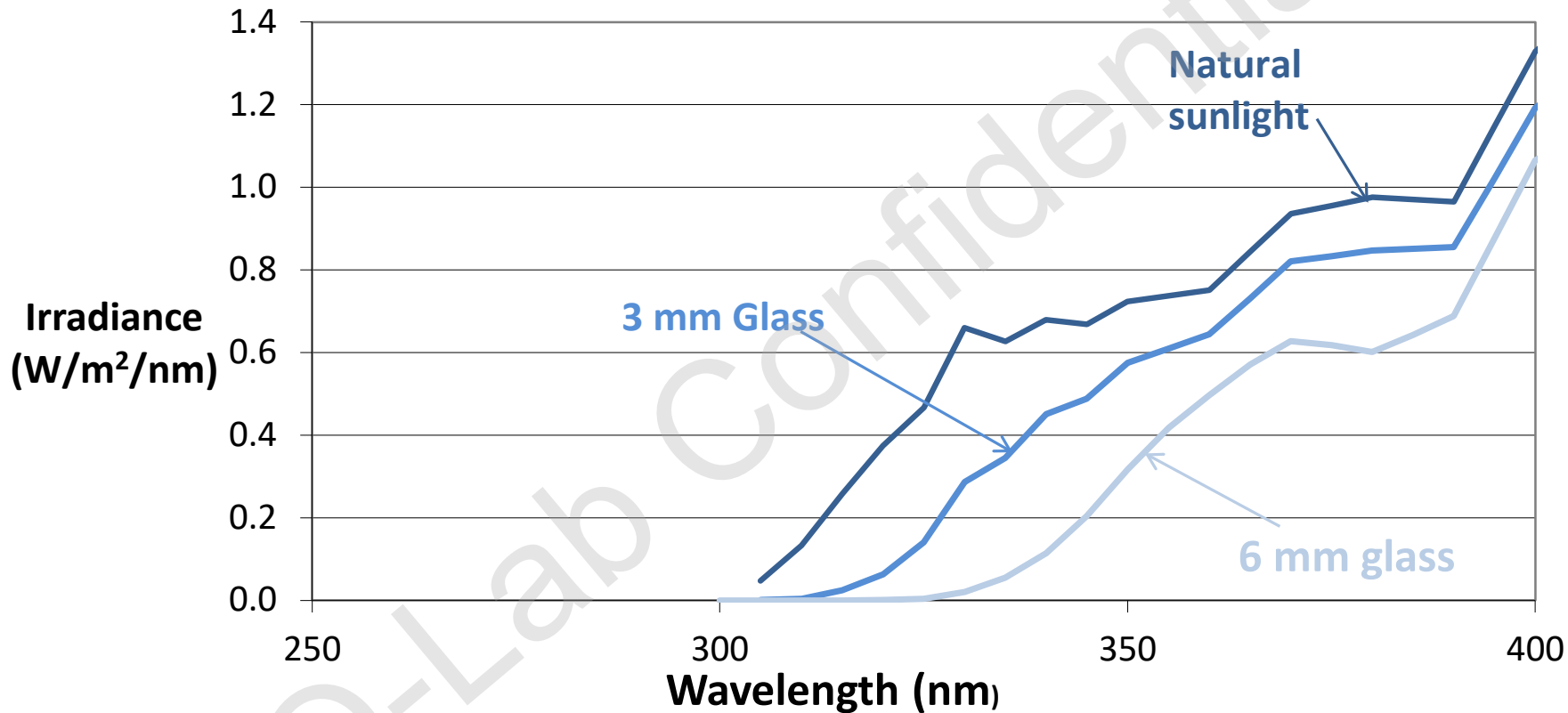
Summer Sunlight Spectrum



Sunlight through Window Glass



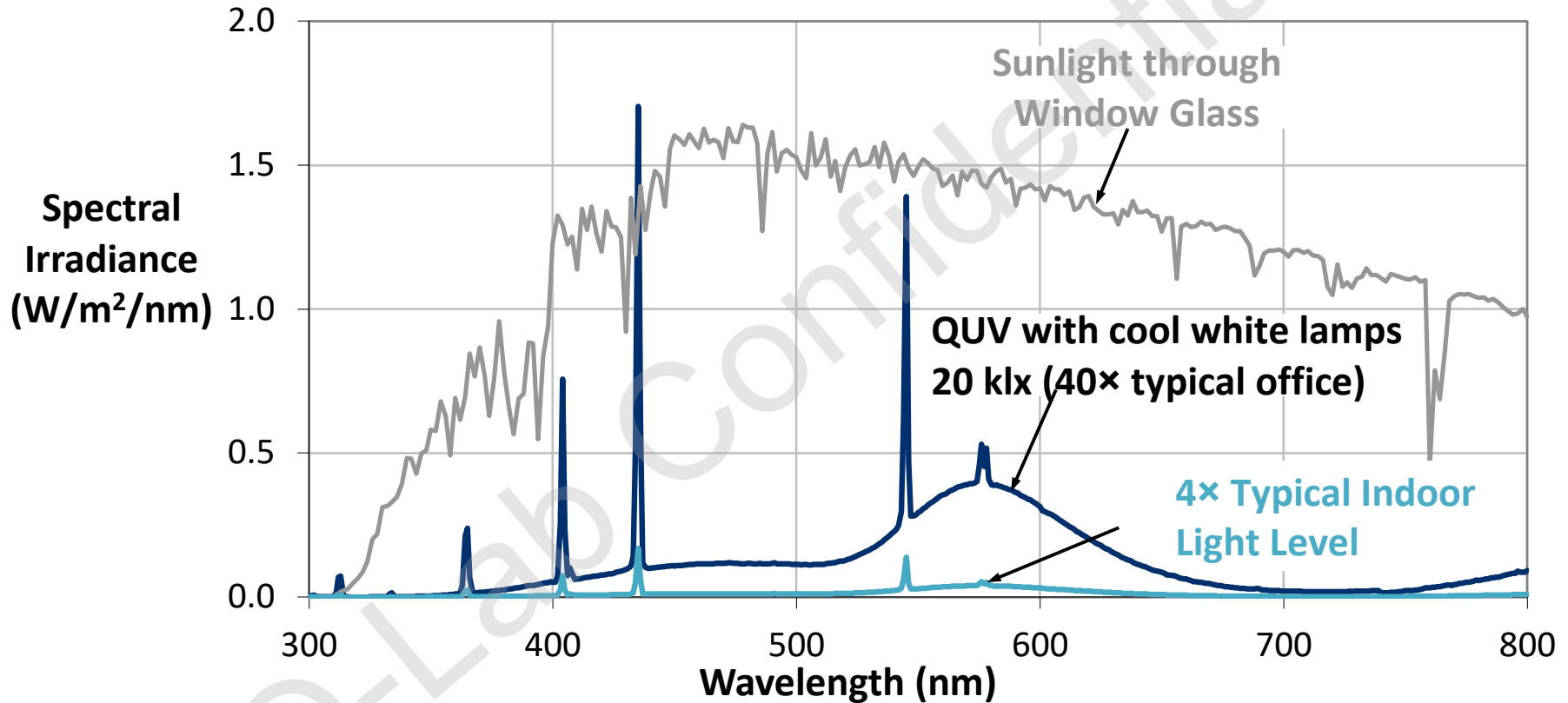
Sunlight through Window Glass



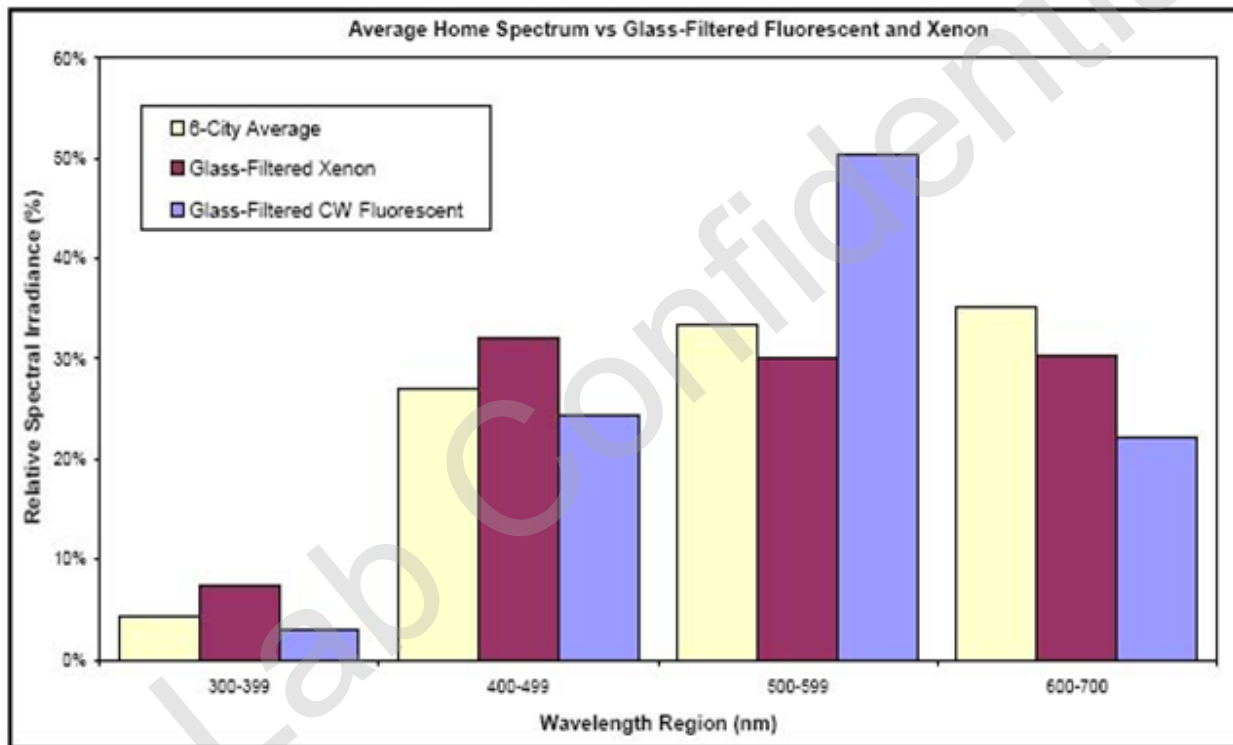
Interior Lighting



Commercial Indoor Lighting



Average Home Lighting



햇빛의 5%에 불과하지만 Even Though It Is Only 5% of Sunlight...



UV 는 광열화의 가장 큰 원인
UV Light Causes Most Photodegradation!

옥외 노출 Natural Exposures



옥외 노출 Natural Exposures

제품의 품질이 실제 환경에서
얼마나 유지되는지 알고 싶으면

In order to find out how your material will last in its service
environment...

실제 사용 환경에 노출하라!

Put it in the service environment!

옥외 노출 Natural Exposures

- 벤치마킹 사이트 운영 중 Benchmark Commercial Sites
- 플로리다 남부, 아리조나 사막지대
South Florida, Arizona Desert
 - 저렴함. Inexpensive
 - 신뢰할 만함. Reliable
 - 가혹한 환경에서 촉진 결과를 만듦.
Extreme environments create acceleration
- 자체 제작 설비 At your own facility
 - “Scientific Window Sill Testing”
 - 편리함 Convenient
 - 자주 관찰 가능 Easy to make frequent observations
 - 직접 노출 가능 DIY Exposures



옥외노출 Natural Exposures

많은 일용 소비재 제품들은 옥외노출 시험으로 적은 비용으로 짧은 기간 안에 가장 현실적이며 신뢰적 데이터를 얻을 수 있다.

For many Fast Moving Consumer Goods (FMCGs), natural exposure testing at benchmark sites is very cost effective and can give you excellent data in a short amount of time

촉진 폭로 시험 Accelerated Exposures

일용소비재(FMCG) 제품은 또한 더 짧은 기간에
제논 아크나 형광 UV 시험기를 이용해
촉진 내광성 시험을 진행할 수 있다.

FMCGs can be tested for light stability in even shorted periods of time with accelerated testing, usually with xenon arc or fluorescent UV testers

Xenon Arc Testers

Q-SUN
Xe-3-HCE



Q-SUN Xe-1-BCE



Q-SUN Xenon Test Chamber



제논 아크 시험의 이점 Benefits of Xenon Arc Testing

- 태양광의 UV 와 가시광선 장파장에 대한 현실적인 재현 Realistic simulation of longwave UV and visible portion of sunlight

- 서로 다른 광학 필터로 다양한 환경 재현

Optical filters can simulate different kinds of surrounding media

- 상대 습도 조절 가능 Relative Humidity Control

Optical Filters

Daylight Filters

(exterior exposures)

Window Glass

(indoor exposures, textiles, inks, etc.)

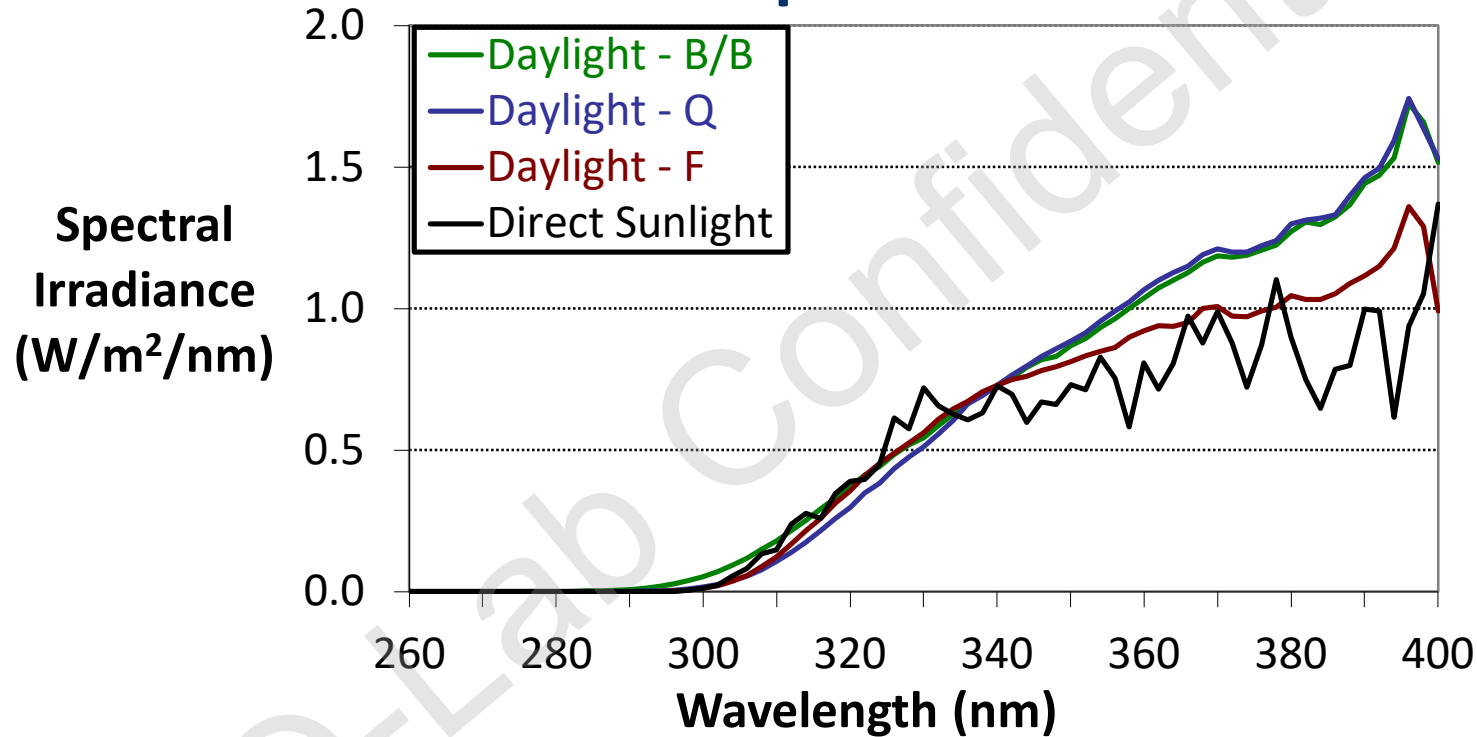
Extended UV

(automotive, aerospace, etc.)



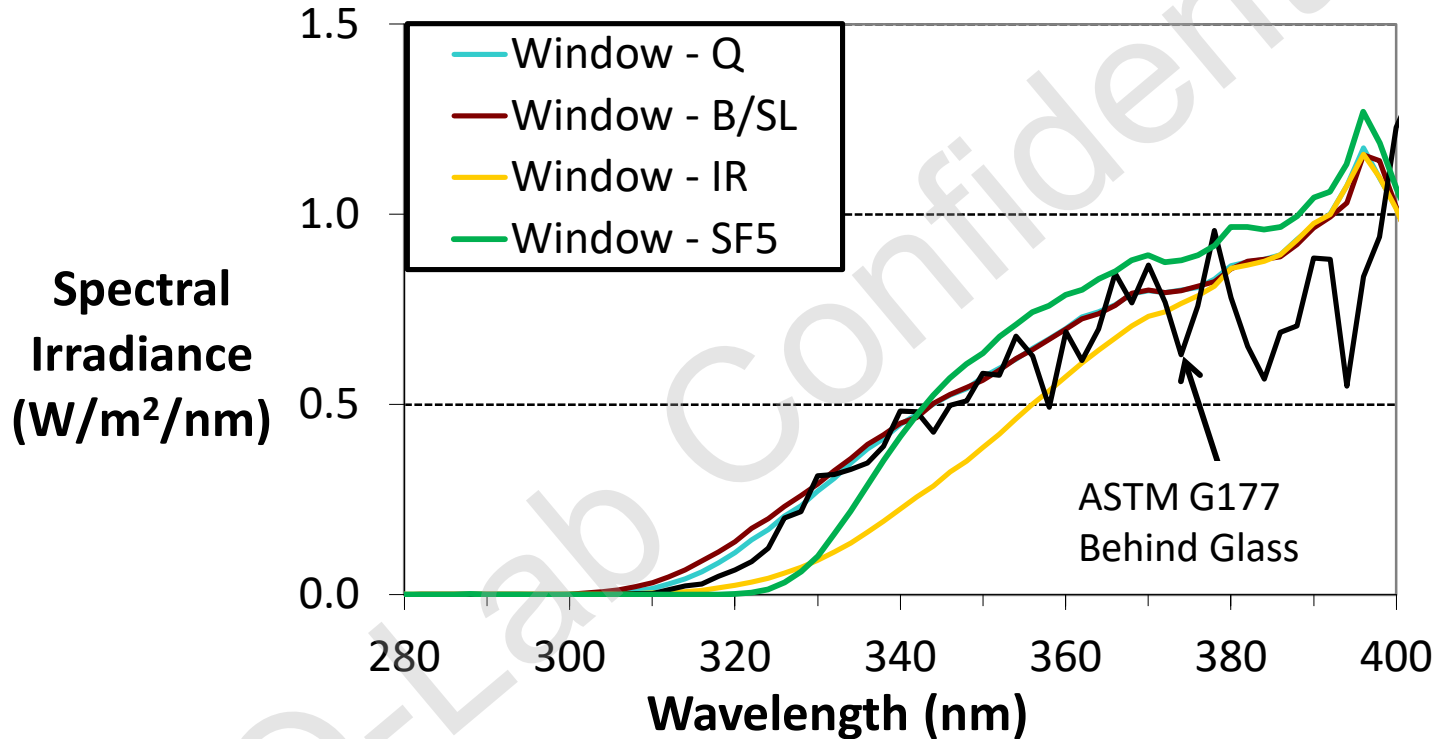
Xenon Arc with Daylight Filters

UV spectrum



Xenon Arc with Window Filters

UV Spectrum



조도 제어 Irradiance Control

- 협대역 Narrow Band
 - 340 nm
 - 420 nm
- Total UV (300-400 nm) 광대역 Wide Band
- Global (300-800 nm) – 비 추천 not recommended
 - 더 짧은 파장대에서 더 많은 광열화 유발 Shorter wavelengths cause more photodegradation
 - 램프의 노화는 SPDC(빛의 스펙트럼)에 50% 이상 변화요인을 준다.
Lamp aging can cause more than 50% reduction in critical UV wavelengths

Irradiance Control Point Conversion

Example: **Window B/SL** Filter

Control Point	Irradiance
340 nm	0.35 W/m ² /nm
420 nm	0.79 W/m ² /nm
TUV (300-400 nm)	40 W/m ²

These conversion factors only apply for this particular filter

온도 제어 Temperature Control

- 블랙 패널 Black panel
 - 햇빛의 대기 온도보다 더 뜨거움. Hotter than ambient in sunlight
 - 시편 온도와 꼭 동일할 필요 없음. Not necessarily same as specimen temperature
 - 시험의 반복성 및 재현성을 위함. Exists for test repeatability and reproducibility
- 챔버 에어 Chamber air
 - 다소 독립적 제어 필요 Controlled somewhat independently
 - 어떤 물질의 경우 챔버 에어 조절이 더 적합 More relevant for some applications
- 칠러 시스템 Chiller System
 - 챔버 내부를 보통의 실내 온도로 제어하기 위함
Removes heat to allow normal indoor temperatures inside xenon arc test chamber

블랙패널 온도센서 Black Panel Temperature Sensors

Panel	Construction	ASTM Designation	ISO Designation
 <p>A photograph showing a black rectangular panel with a blue and black probe resting on it. The probe has a silver tip and a black handle with a silver adjustment knob. The panel is placed on a light-colored surface.</p>	<p>Black painted stainless steel</p>	<p>Uninsulated Black Panel</p>	<p>Black Panel</p>
 <p>A photograph showing a black rectangular panel mounted on a white base. A blue and black probe is resting on the black panel. The white base has several screws around the perimeter. The entire assembly is on a dark surface.</p>	<p>Black painted stainless steel mounted on 0.6 cm white PVDF</p>	<p>Insulated Black Panel</p>	<p>Black Standard</p>

* White Panel versions of the above are available but far less commonly used

Fluorescent UV Testing



QUV/se 내후성 시험과 QUV/cw 내광성 시험 챔버

QUV/se Weathering Testing and QUV/cw Light Stability Testing Chamber

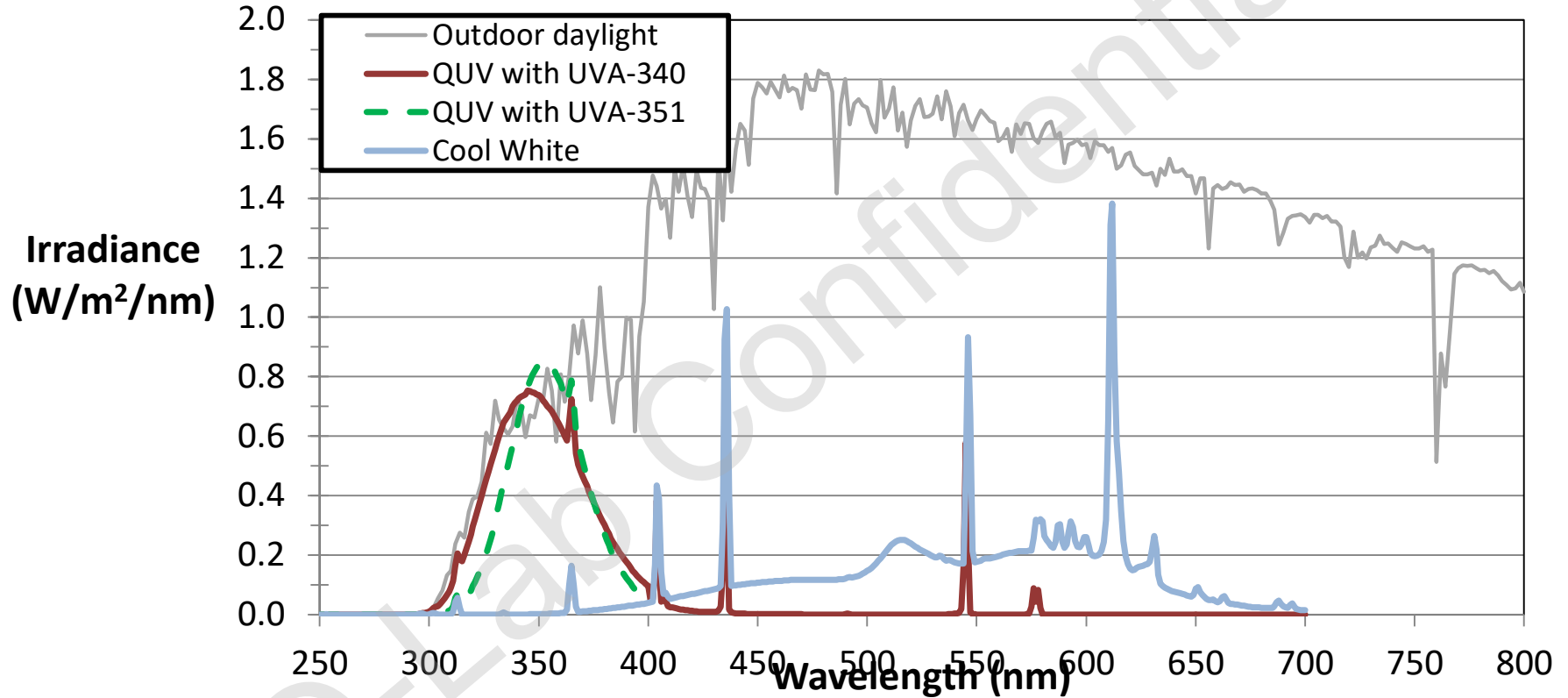


형광 UV 시험의 이점

Benefits of Fluorescent UV Testing

- 저렴한 비용 제시 | Lower-cost solution
- 스펙트럼의 높은 반복성과 재현성이 용이 | Highly repeatable and reproducible spectrum
- Cool White 램프는 상업용 조명을 재현하는데 뛰어남 | Cool White lamps are an excellent reproduction of commercial lighting
- 사용이 매우 편리 | Very easy to use

Fluorescent UV Light Spectra



ICH Guidelines

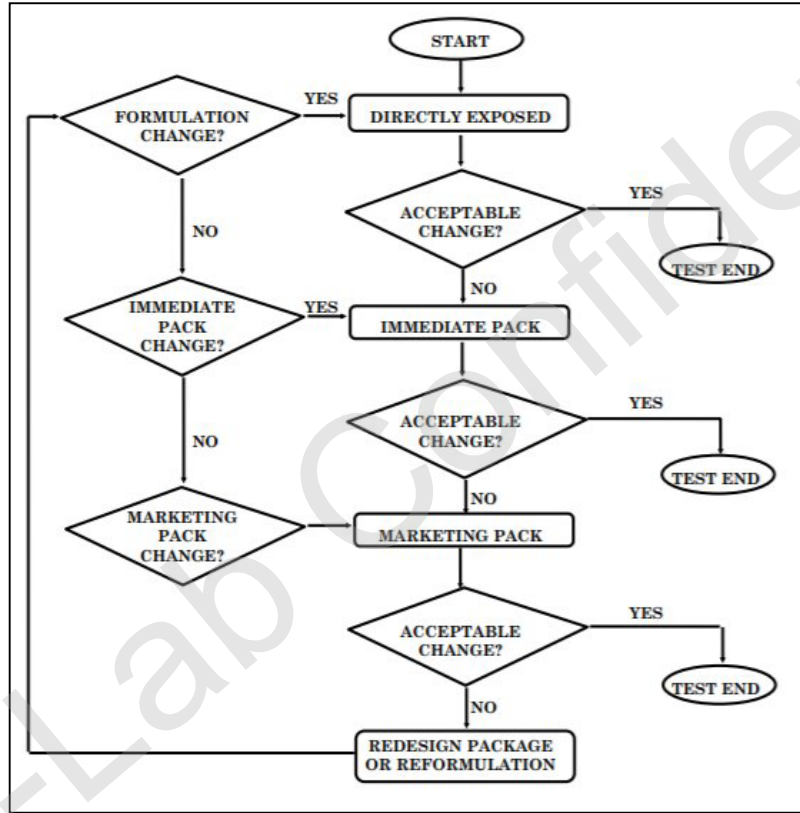
International Conference on Harmonization: Guidelines

for the Photostability Testing of New Drug Substances and Products

ICH Guidelines

- 미국, 유럽과 일본의 규제 기관들의 합동 노력 Joint effort of U.S., European, Japanese regulatory agencies
- 새로운 제품 및 원료 의약품은 빛에 노출되어 변화가 발생되어서는 안된다. New products and drug substances should not exhibit “unacceptable change” when exposed to light
- 두개의 노출 상황(Lamps)으로 시험 Two exposure options are available

ICH Guidelines Flowchart



ICH Guidelines

Two Exposure Options

1. D65/ID65 광원 D65/ID65 light source*
 - 가시광선과 자외선 출력, 제논 혹은 메탈 할라이드 램프와 결합된 인공 형광 램프 “artificial daylight fluorescent lamp combining visible and ultraviolet outputs, xenon, or metal halide lamp”
 - 320nm 이하의 파장은 필터 처리 Wavelengths below 320 nm may be filtered
2. Cool White 형광 램프와 자외선에 가까운 램프 Cool white fluorescent and “near ultraviolet lamp”

** 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 Guidelines

복사 노출 Radiant Exposure

노출 기준으로 UV복사량과 조명도를 반영
Exposures are based on UV *radiant dosage* and *illuminance** dosage

* 조명도란 해당 장소에 비춰지는 조도로서 사람의 광순응
반응 곡선(human photopic response curve)이 감안됨

Illuminance is a measure of visible light that takes irradiance dosage and applies the human photopic response curve

ICH Guidelines

복사 노출 기준 Radiant Exposure Criteria

다음의 노출 값을 반드시 만족해야 함 Two exposure values must be reached:

1. 최소 120 만 lux-hour/m²(가시광선 정의) 1.2 million lux-hours (per m²) *minimum* (visible light by definition)
 2. 최소 200 Watt-hour/m² 200 Watt-hours UV (per m²) *minimum*
- 이 값들은 D65 나 ID65 참조 광원과 꼭 일치함은 아님 These do not correspond specifically to either the D65 or ID65 reference light source
 - 어떤 단일 광원도 UV 부분의 과다노출 없이 가시광선 노출을 시현할 수 없습니다. No single light source can meet the visible light exposure conditions without significant "over-exposure" of the UV portion
 - 따라서 과다 노출이 허용 됩니다. "Over-exposure" is perfectly acceptable

Value 1: Calculating Lux-hours

$$\begin{aligned} & \text{각 파장의 복사 조도(W/m}^2\text{)} \text{ Irradiance (W/m}^2\text{) at each wavelength} \\ & \times \\ & \text{각 파장의 포토픽 반응(lumens/W)} \text{ Photopic Response (lumens/W) at wavelength} \\ & = \\ & \text{조도 Illuminance (lumens/m}^2\text{) or lux} \end{aligned}$$

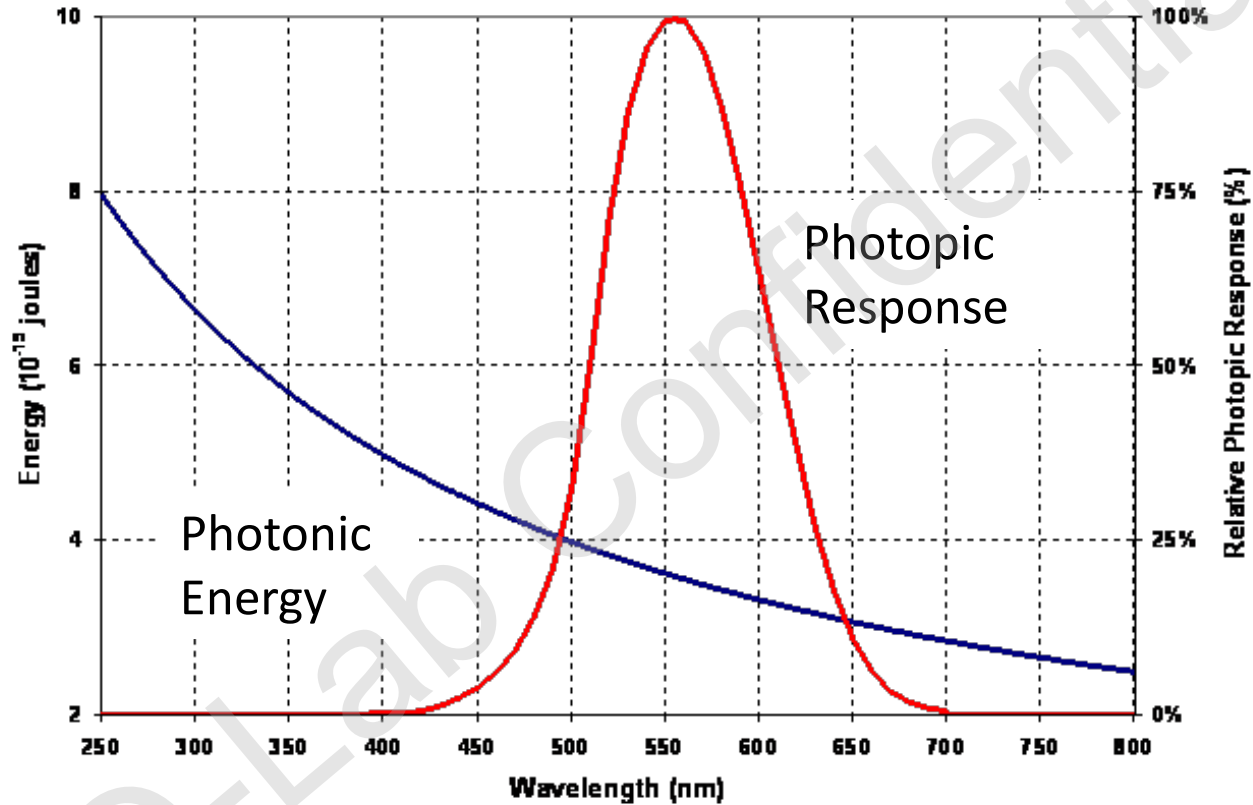
Example:

Wavelength (nm)	Photopic Response (lumens/W)		Irradiance (W/m ²)		Illuminance (lumens/m ²)(lux)
555	683.00	×	0.33	=	227.2

이제 각 파장의 값을 합산하고, 이 값에 노출 시간을 곱한다.

Now, sum up the value at each wavelength and multiply this number by exposure time in hours

Photopic Response & Photonic Energy

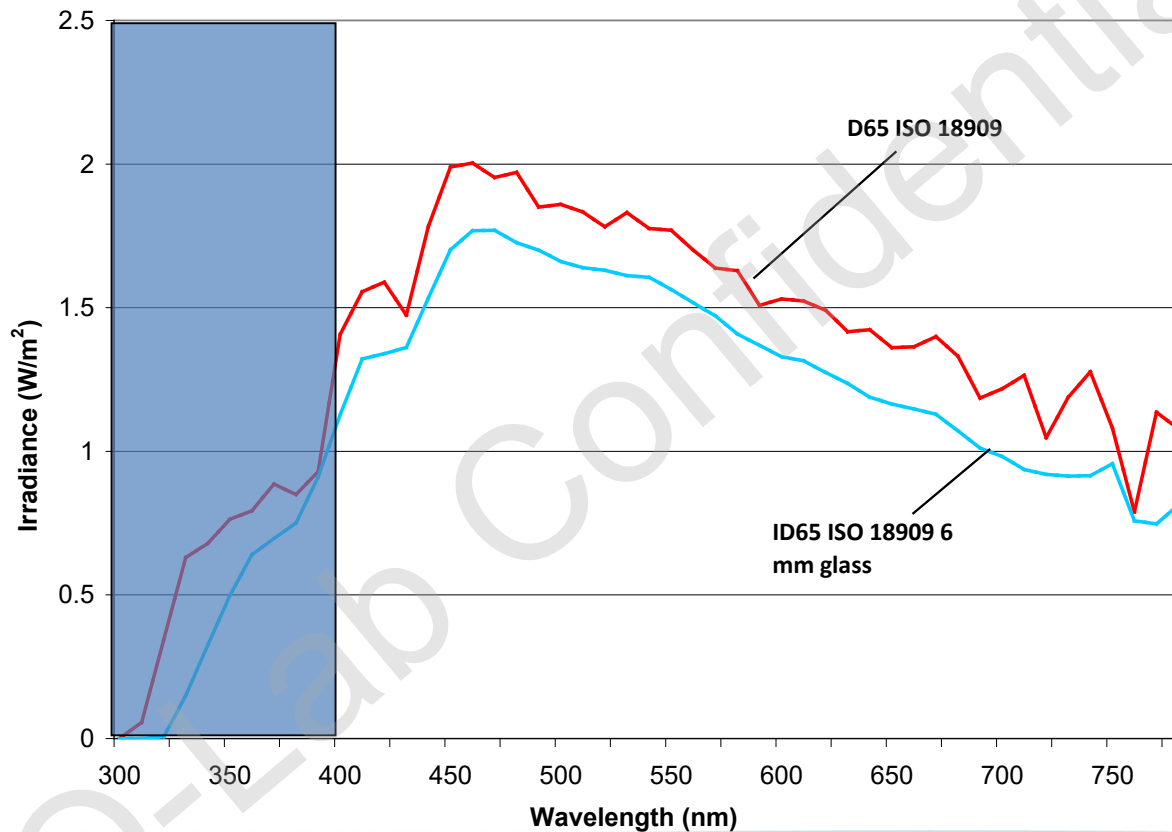


Value 2: Calculating TUV Watt-hours

- SPD 데이터는 각 파장에서의 조도(W/m²)를 제공합니다.
SPD data gives you irradiance (W/m²) at each wavelength
- 300~400 nm 에서의 총 복사조도(TUV)
Sum irradiance at wavelengths 300-400 nm (Total UltraViolet or “TUV”)
- 이 숫자에 시간(hours) 단위로 측정된 노출 시간을 곱함.
Multiply this number by exposure time measured in hrs

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

Total UV Exposure (TUV, 300-400nm)



ICH Guidelines

온도 Temperature

온도는 명시되어 있지 않지만...

Temperature is not specified, however ...

- 열에 의한 품질저하는 일광견뢰도 시험이 아닌, 열 노화 시험에서 별도로 평가되어야 한다. 따라서 본 시험은 정상적인 실온 범위에서 수행함이 바람직함. Thermal degradation should be evaluated separately in heat aging tests, not during lightfastness testing. Therefore, testing at normal room temperature ranges is desirable
- 실온 조건 시험을 위해서는 챔버를 통해 순환되는 공기를 냉각함이 필요 합니다. Room temperature testing requires chilling the air circulated through the chamber

ICH Guidelines

Performing Option 1

- Q-SUN Xe-1BCE
- Window – Q Filter
(ID65 3 mm glass spectrum)
- 420 nm irradiance control point, 1.10 W/m²/nm
- Chamber Air temperature control, 25 °C



ICH Guidelines

Option 1

시험 시간 Test duration

- 13.1 시간 동안 시험 구동 Run test for 13.1 hours
- 650 Watt-hours UV (요구사항보다 225% 더 많은 UV, 225% more UV than required)
- 120만 lux-hours 1.2 million lux-hours

UV 노출을 줄이기 위해, 두 부분으로 구동 To reduce the UV exposure, run in two parts

- Part 1: Window Q 필터를 사용하여 200 W-hr/m² TUV 까지 노출
Run until 200 W-hr/m² TUV exposure, using Window-Q Filters
- Part 2: UV 차단 필터를 추가, 재 교정하고 120만 lux-hours 까지 노출(추가 TUV 없음) Add a UV Blocking filter, recalibrate, and run to achieve 1.2 million Lux-hours (no additional TUV)

Irradiance & Test Time

Option 1, Q-SUN with Window-Q

Irradiance @ 420 nm	Hours	Lux-hours	TUV Dosage (Watt-hr/m ²)
0.50 W/m ²	28.9	1.2 million	647
0.60 W/m ²	24.1		
0.70 W/m ²	20.7		
0.80 W/m ²	18.1		
0.90 W/m ²	16.1		
1.00 W/m ²	14.5		
1.10 W/m ²	13.1		

지정된 노출 기준에 도달하기 위한 다양한 경로가 있음.

Multiple pathways to reach the specified exposure criteria

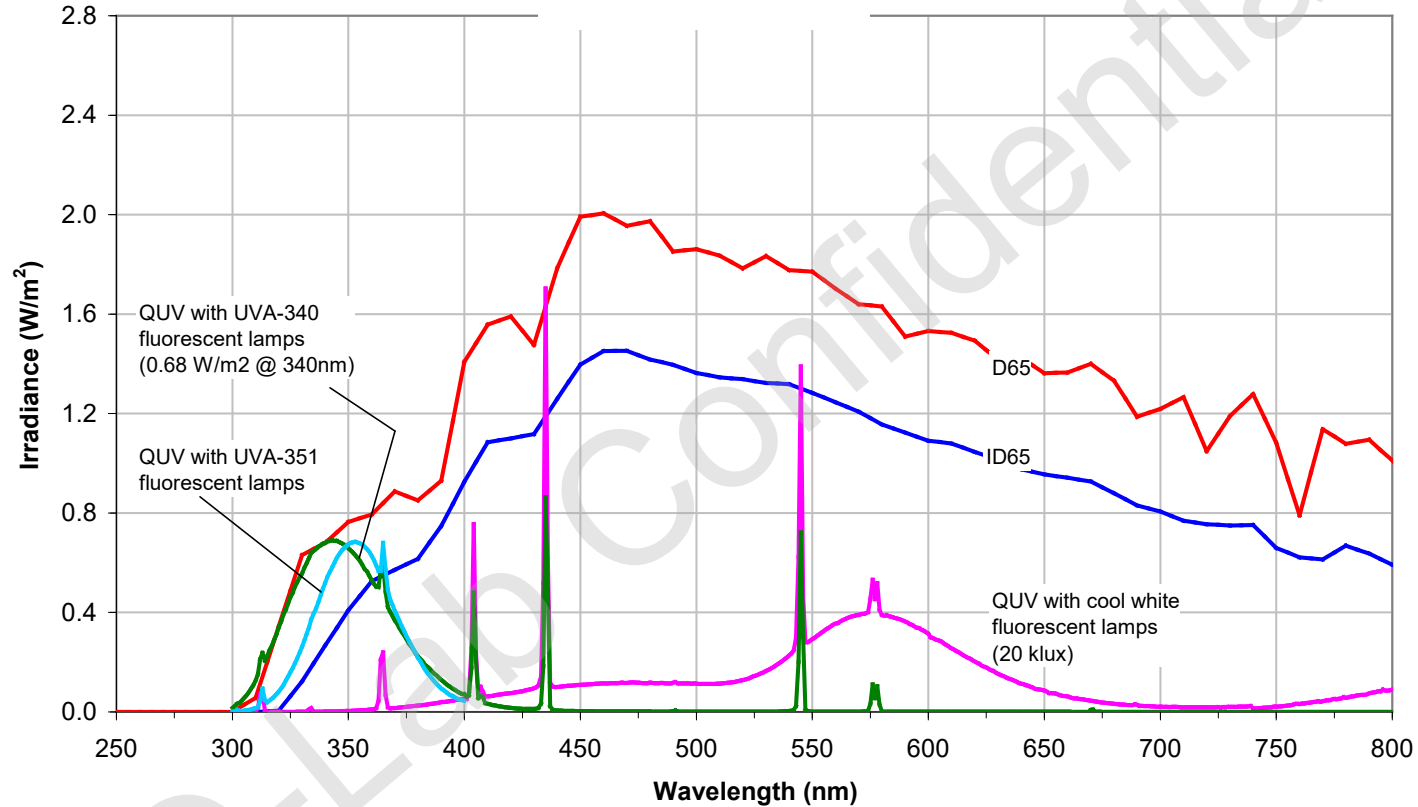
ICH Guidelines

Option 2

Step 1: QUV with cool white lamps
Set Point: 20,000 lux
Time: 60 hours

Step 2: QUV with UVA-351 lamps
Set Point: 0.55 W/m²/nm @ 340 nm
Time: 4 hours

QUV Light Spectra and ICH Guidelines





Best Practices and Practical Considerations in Light Stability Testing

Best Practices And Practical Considerations

1. 옥외폭로 시험을 수행 Perform natural exposures

- 촉진 시험결과를 납득하기 위한 필수보완사항 Necessary for understanding accelerated results
- 테스터를 사용한 재료의 내광시험 비교결과가 옳았는 지? Does lab test correctly rank material performance?

마이애미 옥외폭로 Miami outdoor exposures



Best Practices And Practical Considerations

2. 이상현상 발생 시까지 시험 지속(강제 품질 저하) Test until failure (forced degradation)

- 의약품 검사에 필수사항 Required for drug products
 - 광열화로 인한 불순물 식별 Identify impurities resulting from photodegradation
 - 품질저하 경로를 검증 Determine degradation pathways
- Rank order 성능 개발을 위해 필요 Necessary for developing rank order performance



Best Practices And Practical Considerations

3. 시험 시편과 함께 비교시편 노출 Expose a control with your test specimen

- 내구성을 알고 있는 비교시편 사용 Use Control Material of Known Durability
 - 옥외 성능 Outdoor performance
 - 랩 성능 Lab performance
- 시험 재료와 유사한 구성 Similar Composition to Test Material
- 시험 물질과 비슷한 품질저하 모드 Similar Degradation Mode to Test Material

비교시편의 이점 Benefits of a Control

- 알려진 비교시편의 성능과 비교
Compare performance of control to a known material
- 실험실 노출 시험에 대한 확신
Allows confidence in lab exposure
- 실험실 장비가 제대로 작동하는지 확인
Assure that laboratory tester is operating properly

Best Practices And Practical Considerations

4. 실제 서비스 환경을 재현하기 위해 "포장 상태" 제품을 시험 Test your product "In the package" in order to simulate the actual service environment.



Whole Product Testing



Q-SUN Xe-3
3200 cm²



Q-SUN Xe-1
1100 cm²

Best Practices And Practical Considerations

5. 현실적 온도환경의 시험을 통해 실제 발생 가능하지 않은 품질저하 배제 Use realistic temperatures to prevent unrealistic failures

냉각기 시스템(Xe1 또는 Xe-3)을 사용한 시험은 일반적 실내 온도 수준을 유지하면서 더 높은 복사조도를 허용합니다. Testing with a chiller system(Xe1 or Xe-3) allows for higher irradiance while maintaining cool temperatures



Questions?



IJ Inc, 02-546-9071, sales@ij-inc.com