

Pruebas de estabilidad a la luz de productos para el hogar y el cuidado personal

Flor García

Grupo ADI

Q-Lab Corporation

Vea video de presentación con audio

Información

Recibirá un correo electrónico de seguimiento de info@email.q-lab.com con enlaces a una encuesta, registro para futuros seminarios web y para descargar las diapositivas.

- Webinars disponibles en <https://pages.q-lab.com/webinars>
- ¡Utilice la función Preguntas y respuestas en Zoom para hacernos preguntas hoy!

De qué hablaremos

- Pruebas de intemperie vs. estabilidad a la luz
- Espectros de luz comunes
- Exposiciones naturales
- Pruebas aceleradas
 - Prueba de arco de xenón
 - Prueba de fluorescentes UV
- Directrices ICH
- Mejores prácticas y consideraciones prácticas

Pruebas de intemperie

- Combinación de luz solar, calor y humedad.
- Las temperaturas simulan condiciones exteriores de calor realistas.
- Humedad (Spray de agua o condensación) generalmente incluida



Prueba de estabilidad a la luz

- Simulación de la luz solar o iluminación interior.
- Sin humedad* ni temperaturas elevadas
- Las temperaturas de prueba a menudo simulan un entorno interior típico.



*Puede controlar la HR para reducir la variabilidad.

¿Cuál debo usar?

- Si no está seguro de cómo funcionará su material y desea probarlo en cada entorno.

Realice una prueba de intemperie.

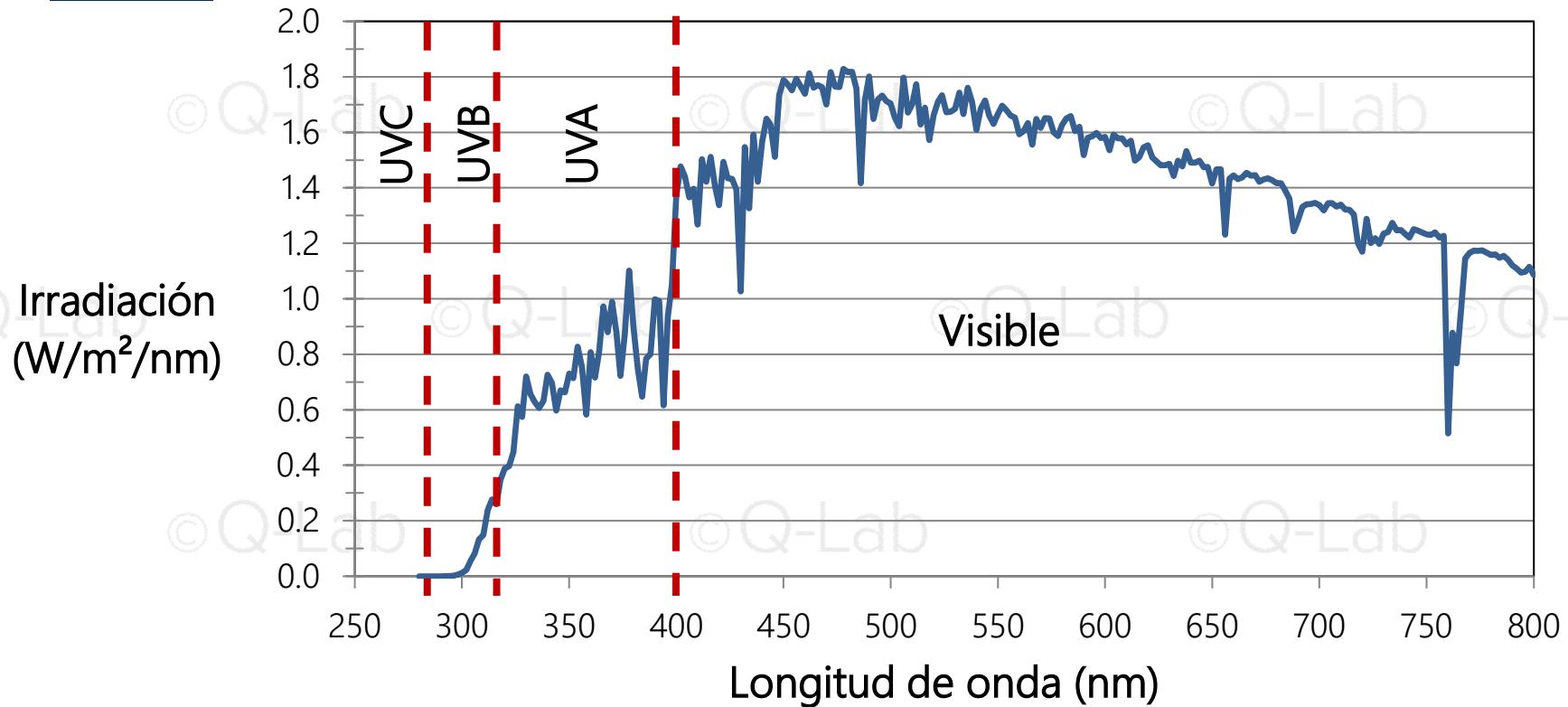
- Si su material solo necesita funcionar en un entorno controlado, o si solo está interesado en el efecto de la luz en su producto.

Realice una prueba de estabilidad de la luz.

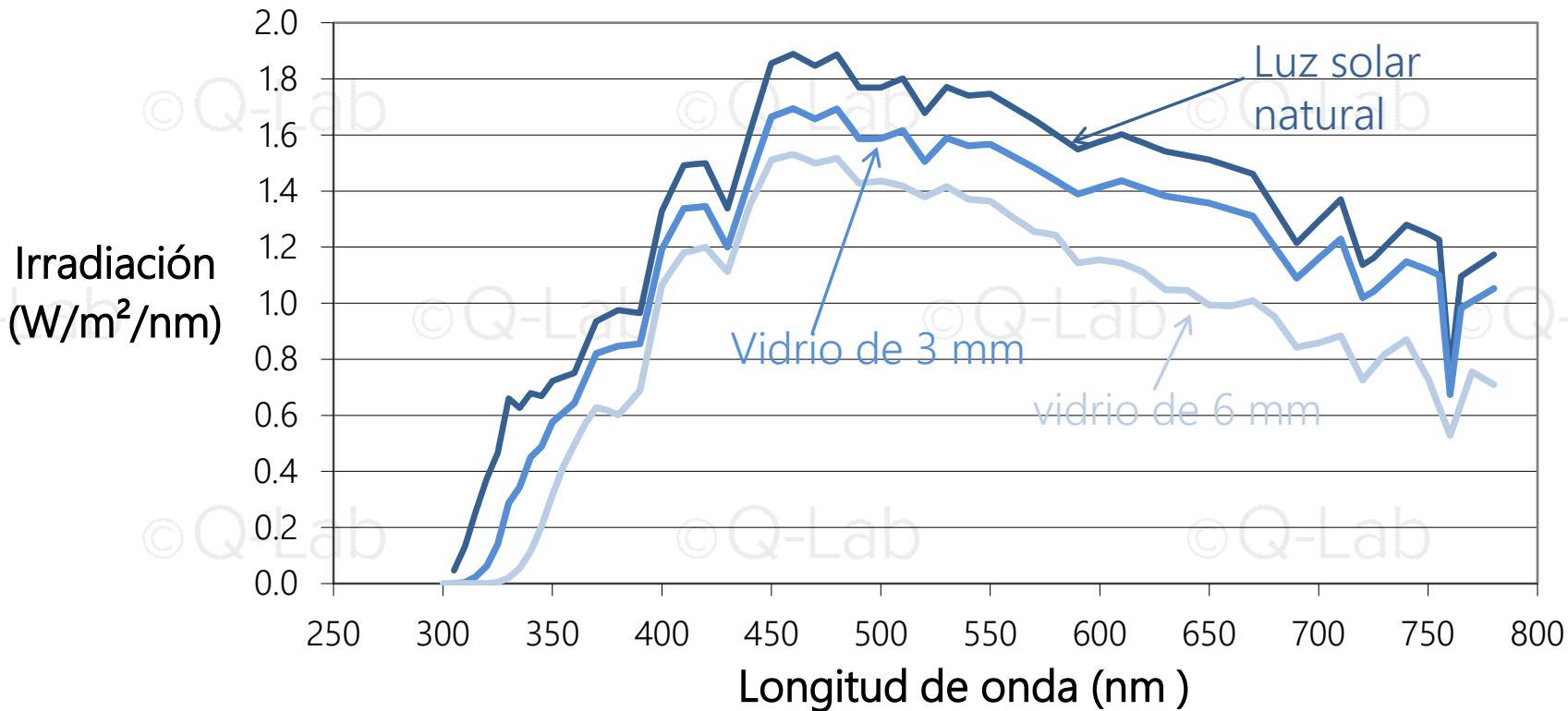
Espectros de luz comunes

- Luz del sol
 - Directo
 - A través del cristal de la ventana
- Iluminación comercial
- Iluminación del hogar

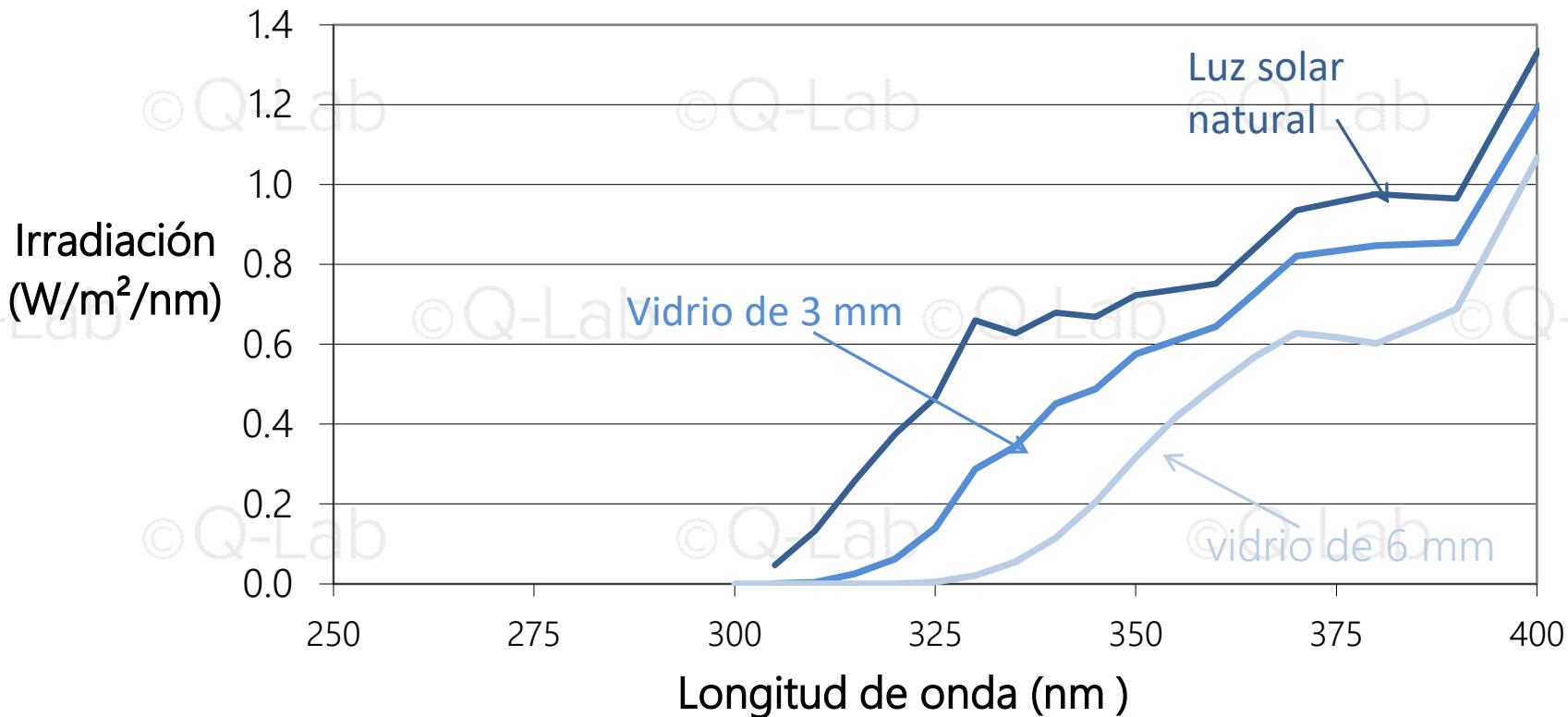
Espectro de luz solar de verano



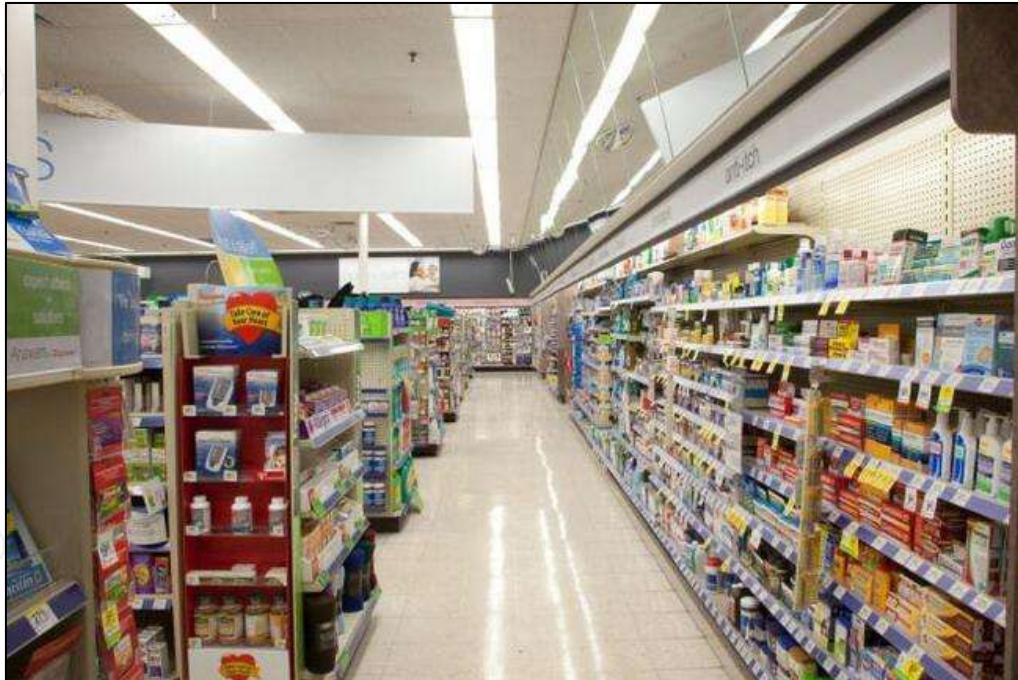
Luz del sol a través del vidrio de la ventana



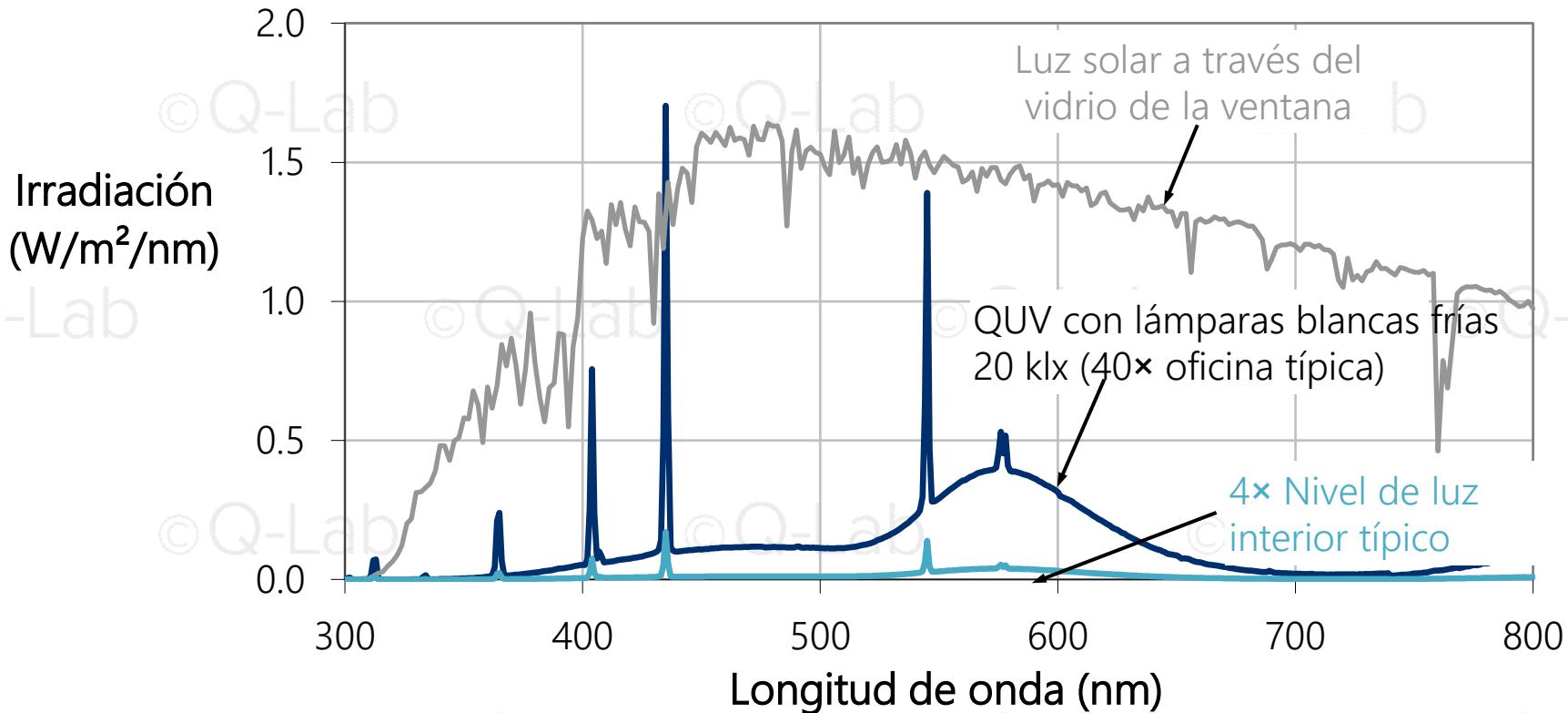
Luz solar a través del vidrio de la ventana



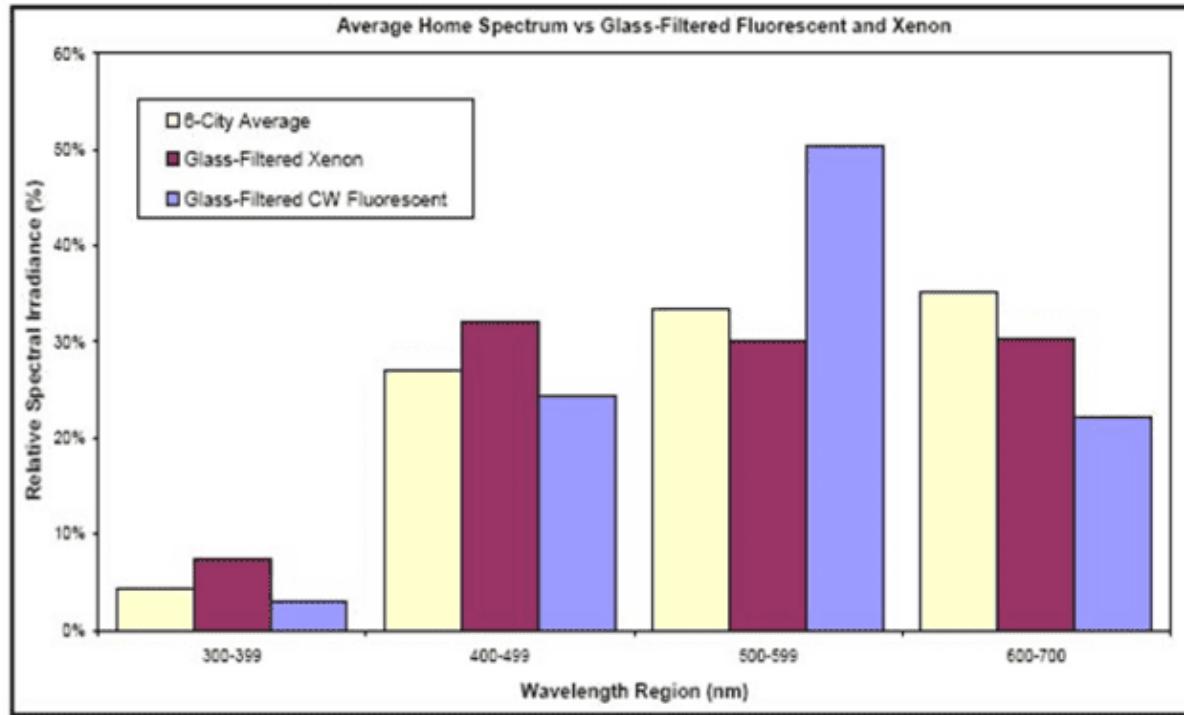
Iluminación interior



Iluminación comercial interior



Illuminación promedio del hogar



A pesar de que es sólo el 5% de la luz solar...



¡La luz UV causa la mayoría de la fotodegradación !

Exposiciones naturales



Exposiciones naturales

Para saber cuánto durará su material en su entorno de servicio...

¡Póngalo en el entorno de servicio!

Exposiciones naturales

- Sitios comerciales de referencia
- Sur de Florida, desierto de Arizona
 - Barato
 - Confiable
 - Entornos extremos crean aceleración
- En sus propias instalaciones
 - Pruebas científicas de alféizar de ventanas
 - Convenient
 - Fácil de hacer observaciones frecuentes.
 - Exposiciones "Hagalo usted mismo"



Exposiciones naturales y aceleradas

Para muchos bienes de consumo de movimiento rápido (FMCG), las pruebas de exposición **natural** en sitios de referencia son muy rentables y pueden brindarle datos excelentes en un corto período de tiempo.

Los FMCG se pueden probar para determinar su estabilidad a la luz en períodos de tiempo cortos con pruebas **aceleradas**, generalmente con arco de xenón o luz UV fluorescente.



Equipos de arco de xenón

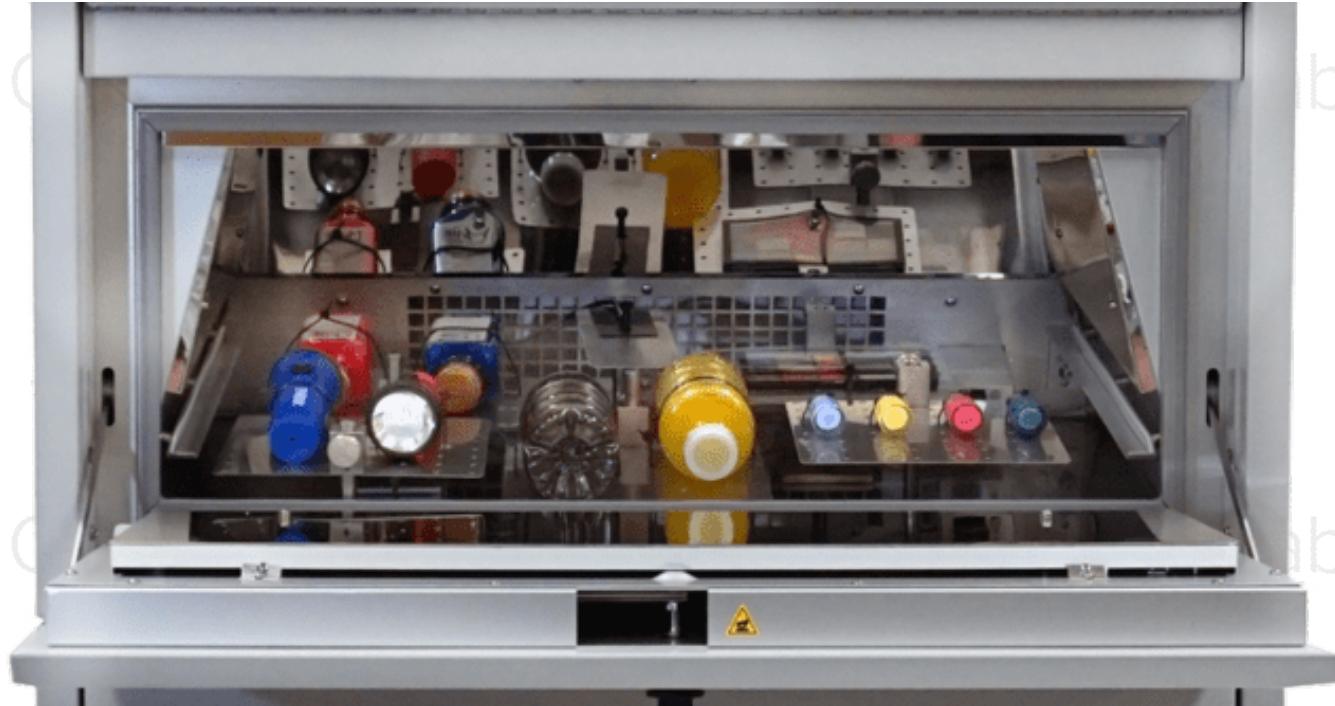
Q-SUN
Xe-3-HCE



Q-SUN
Xe-1-BCE



Cámara de prueba de xenón Q-SUN



Beneficios de las pruebas de arco de xenón

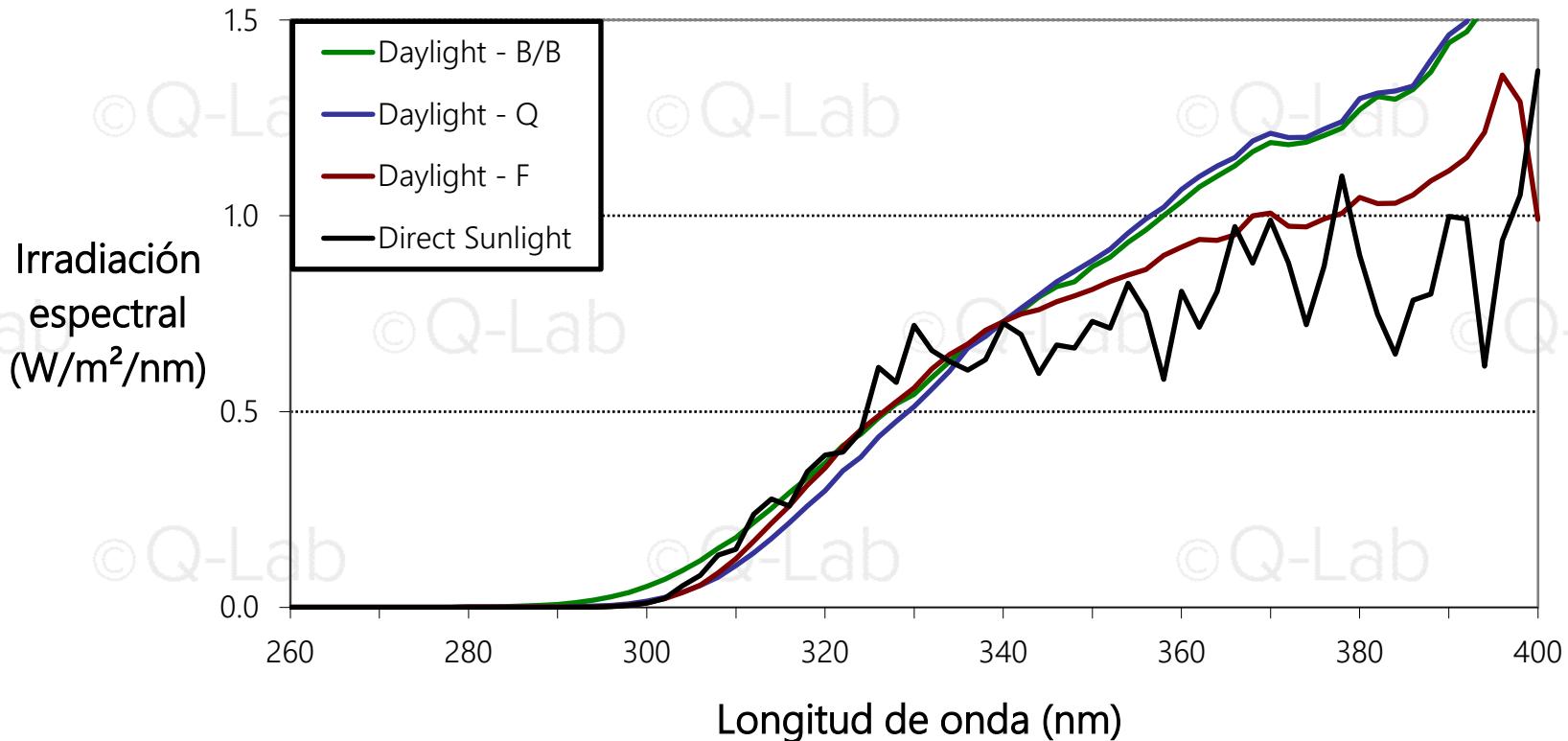
- Simulación realista de la radiación UV de onda larga y la porción visible de la luz solar.
- Los filtros ópticos pueden simular diferentes tipos de vidrio.
- Control de humedad relativa

Filtros ópticos

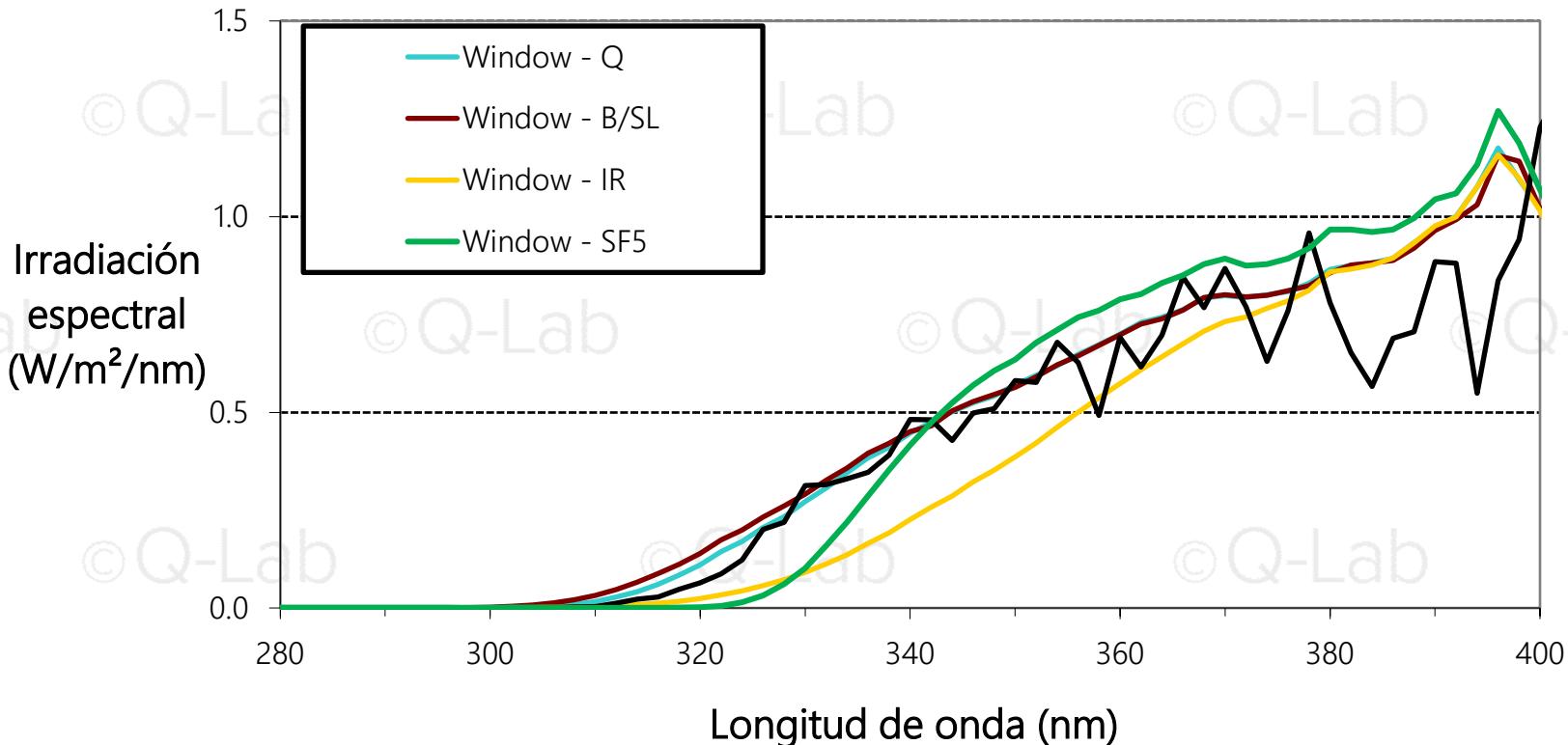
- Filtros de luz diurna
 - Exposiciones exteriores
- Vidrio de ventana
 - Exposiciones en interiores, textiles, tintas.
- UV extendido
 - Automotriz, aeroespacial, etc.



Arco de xenón con filtros de luz diurna



Arco de xenón con filtros de ventana



Control de irradiación

- Banda estrecha
 - 340 nm
 - 420 nm
- Total UV (300-400 nm) banda ancha
- Global (300-800 nm) - no recomendado
 - Las longitudes de onda más cortas provocan mayor fotodegradación
 - El envejecimiento de la lámpara puede provocar una reducción de más del 50 % en las longitudes de onda UV críticas

Conversión del punto de control de irradiación

Ejemplo: Filtro de ventana B/SL (Window B/SL)

Punto de control	Irradiación
340 nm	0,35 W/m ² /nm
420 nm	0,79 W/m ² /nm
TUV (300-400 nm)	40 W/m ²

Estos factores de conversión solo se aplican para este filtro en particular.

Control de temperatura

- Panel negro
 - Más caliente que el ambiente a la luz del sol
 - No necesariamente es lo mismo que la temperatura de la muestra
 - Existe para repetibilidad y reproducibilidad de las pruebas.
- Aire de cámara
 - Controlado de forma algo independiente
 - Más relevante para algunas aplicaciones
- Sistema de enfriamiento
 - Elimina el calor para permitir temperaturas interiores normales dentro de la cámara de prueba de arco de xenón

Sensores de temperatura de panel negro

Panel	Construcción	Designación ASTM	Designación ISO
	Acero inoxidable pintado de negro	Panel negro sin aislamiento	Panel negro
	Acero inoxidable pintado de negro montado sobre PVDF blanco de 0,6 cm.	Panel negro aislado	Estándar negro

* Hay versiones de panel blanco de lo anterior disponibles, pero se usan con mucha menos frecuencia.

Pruebas UV fluorescentes



Pruebas de intemperismo QUV/se y

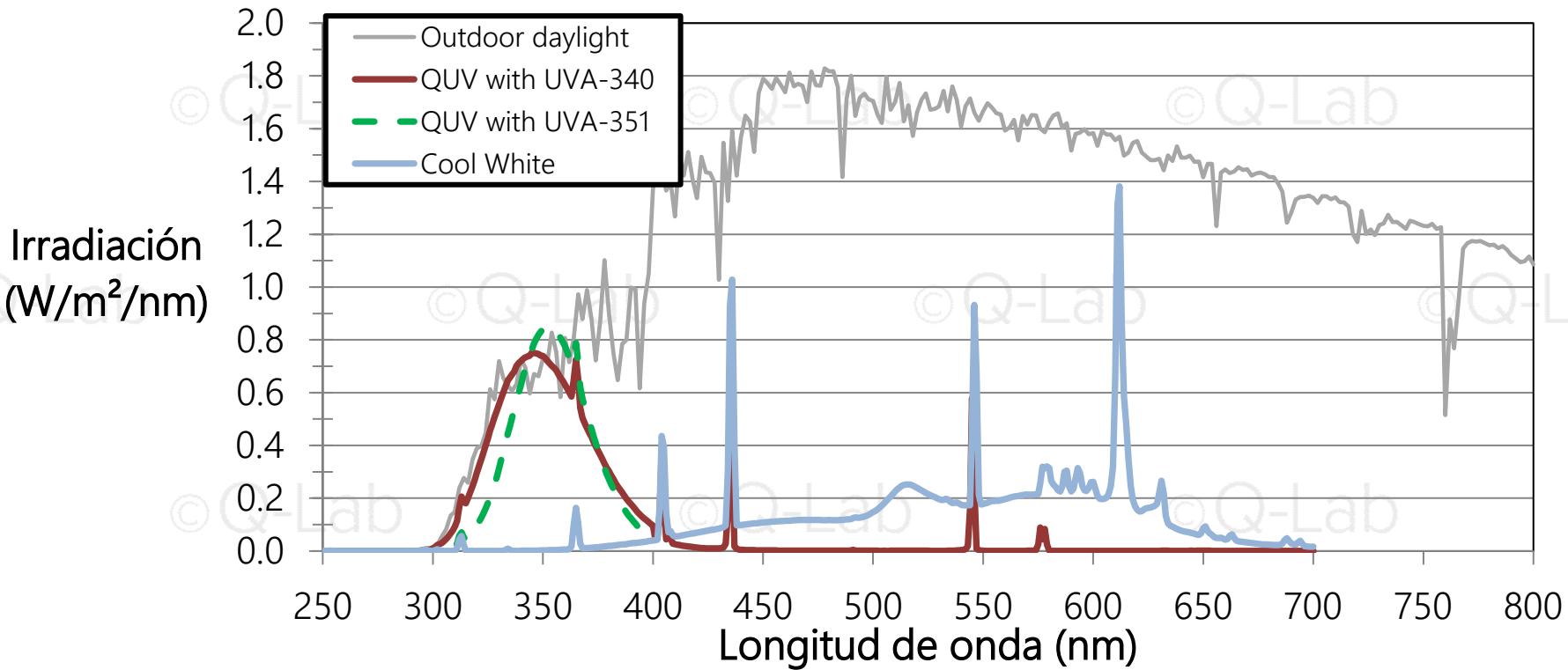
Cámara de prueba de estabilidad a la luz QUV/cw



Beneficios de las pruebas fluorescentes UV

- Solución de menor costo
- Espectro altamente repetible y reproducible
- Las lámparas Cool White son una excelente reproducción de la iluminación comercial.
- Muy fácil de usar

Espectros de luz UV fluorescente



Directrices de la ICH

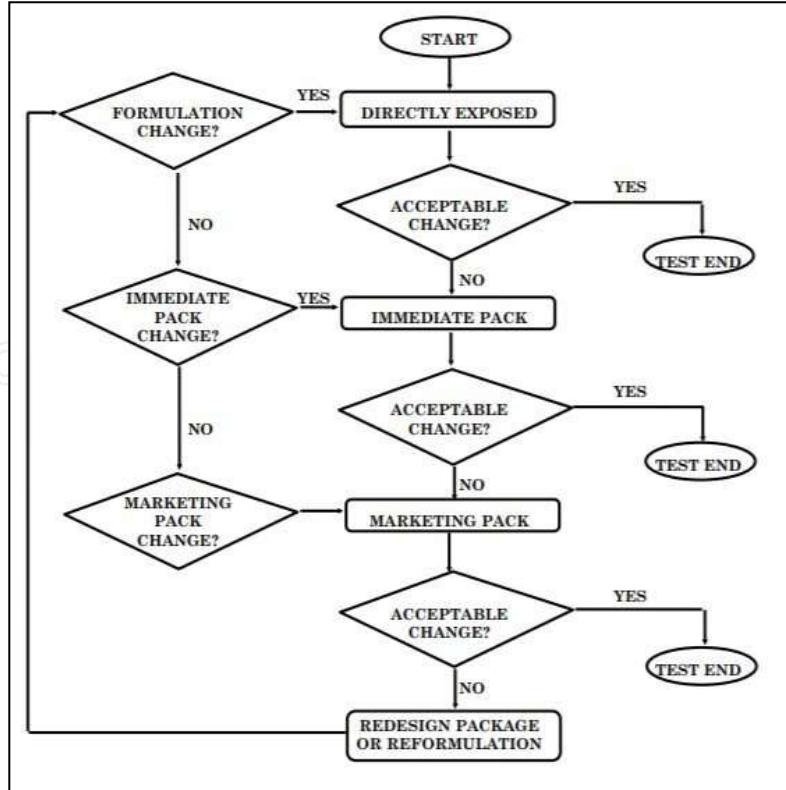
Conferencia Internacional sobre Armonización (ICH):

Directrices para las pruebas de fotoestabilidad de nuevas sustancias
y productos farmacéuticos

Directrices ICH

- Esfuerzo conjunto de las agencias reguladoras estadounidenses, europeas y japonesas
- Los nuevos productos y sustancias farmacológicas no deben presentar “cambios inaceptables” cuando se exponen a la luz.
- Hay dos opciones de exposición disponibles

Diagrama de flujo de las directrices ICH



Directrices ICH:

Dos opciones de exposición

- Fuente de luz D65/ID65*
 - “Lámpara fluorescente de luz diurna artificial que combina salidas visibles y ultravioletas , xenón o lámapara de halogenuros metálicos”
 - Las longitudes de onda inferiores a 320 nm pueden filtrarse
- Lámpara fluorescente blanca fría y “Lámapara ultravioleta cercana”

* Las directrices ICH citan la norma ISO 10977 sobre películas e impresiones fotográficas, que fue retirada y reemplazada por la norma ISO 18909. Hacen referencia a la CIE 15, Recomendaciones sobre colorimetría.

La irradiancia espectral solar CIE85 / CIE241 habría sido una mejor opción para las pruebas de estabilidad a la luz.

Directrices ICH

Exposición radiante

- Las exposiciones se basan en la dosis radiante UV y la dosis de **iluminancia***.

*La iluminancia es una medida de la luz visible que toma la dosis de irradiancia y aplica la curva de respuesta fotópica humana.

Directrices ICH

Criterios de exposición radiante

- Deben alcanzarse dos valores de exposición:
 - 1,2 millones de lux-hora (por m²) mínimo (luz visible por definición)
 - 200 vatios-hora UV (por m²) mínimo
- Estos no corresponden específicamente a la fuente de luz de referencia D65 o ID65
- Ninguna fuente de luz puede cumplir con las condiciones de exposición a la luz visible sin una “sobreexposición” significativa de la porción UV.
- La “sobreexposición” es perfectamente aceptable

Valor 1: Cálculo de lux-horas (Ensayo interior)

Irradiancia (W/m^2) en cada longitud de onda

Respuesta fotópica (lúmenes/W) en longitud de onda

1

Illuminancia (lúmenes/m²) o lux

Ejemplo:

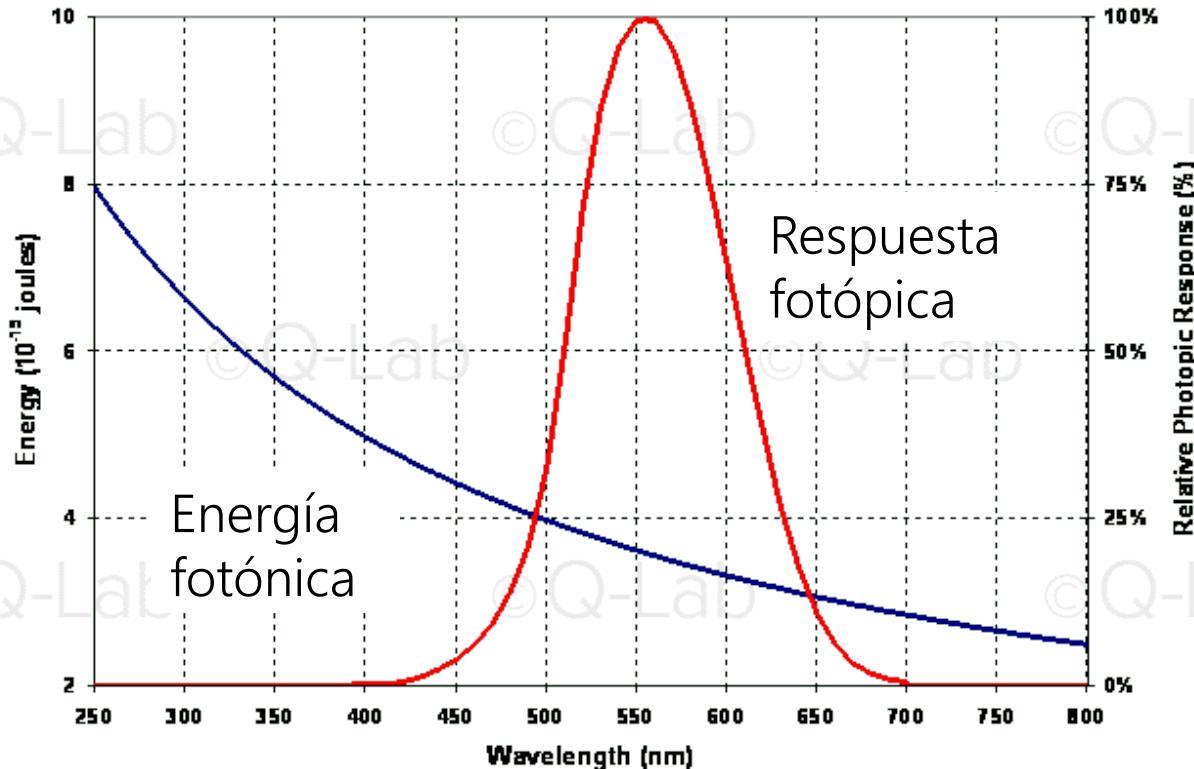
Longitud de onda Respuesta fotópica Irradiancia Iluminancia

$$\text{(nm)} \quad \text{(lúmenes/W)} \quad \times \quad \text{(W/m}^2\text{)} \quad = \quad \text{(lúmenes/m}^2\text{)(lux)}$$

555 683,00 × 0,33 = 227,2

Ahora, sumar el valor en cada longitud de onda y multiplicar este número por el tiempo de exposición en horas.

Respuesta fotópica y energía fotónica



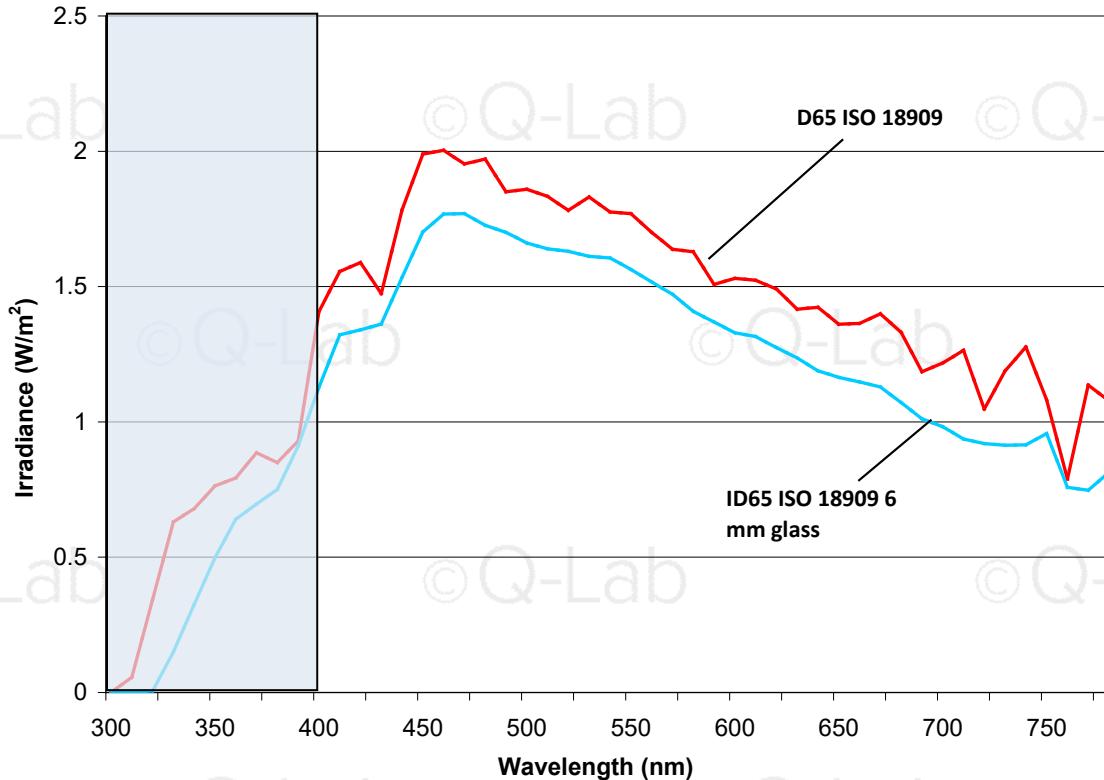
Valor 2: Cálculo de vatios-hora TUV

(Ensayo interior y exterior acelerado)

- Los datos SPD le brindan la irradiancia (W/m^2) en cada longitud de onda
- Suma la irradiancia a longitudes de onda de 300 a 400 nm (Total ultravioleta o "TUV")
- Multiplica este número por el tiempo de exposición medido en horas.

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

Exposición total UV (TUV, 300-400 nm)



Directrices ICH

Temperatura

La temperatura no está especificada, sin embargo...

- La degradación térmica debe evaluarse por separado en las pruebas de envejecimiento térmico, no durante las pruebas de resistencia a la luz. Por lo tanto, es recomendable realizar pruebas en rangos normales de temperatura ambiente.
- La prueba de temperatura ambiente requieren enfriar el aire que circula a través de la cámara.

Directrices ICH

Opción 1: Test xenón

- Q-SUN Xe-1-BCE o Xe-3-HCE
- Filtros ópticos:
 - Ventana – Filtro Q (Método A)
 - Filtro bloqueador UV (Método B)
- Punto de control de irradición de 420 nm, $1,10 \text{ W/m}^2/\text{nm}$
- Control de temperatura del aire de la cámara, 25°C



Directrices ICH

Opción 1

- Método A: Iluminancia del objetivo, sobreexposición a los rayos UV (1 paso)
 - Ejecutar prueba durante 14,6 horas
 - 775 vatios·hora UV (287 % más UV de lo necesario)
 - 1,2 millones de lux·horas
- Método B: Iluminancia del objetivo y UV (dos pasos)
 - Paso 1: Ejecutar hasta una exposición TUV de 200 W·hr/m², utilizando filtros Window-Q
 - Paso 2: Agregue un filtro bloqueador de rayos UV, vuelva a calibrar y ejecute para alcanzar 1,2 millones de Lux·hora (sin TUV adicional)

Irradiación y tiempo de prueba

Opción 1, Procedimiento A

Irradiancia a 420 nm	Horas	Lux -horas	Dosis TUV (vatio-hora/ m ²)
0,60 W/m ²	26.6		
0,70 W/m ²	22.8		
0,80 W/m ²	20.0		
0,90 W/m ²	17.8		
1,00 W/m ²	16.0		
1,10 W/m ²	14.6		
1,20 W/m ²	13.3		
		1,2 millones	775

Múltiples vías para alcanzar los criterios de exposición especificados

Irradiación y tiempo de prueba

Opción 1, Procedimiento B

Irradiación @ 420 nm	Iluminancia (kLux)	Filtro óptico	Horas	UV (W- h /m ²)	Visible (Mlux-hr)
1,10 W/m ²	83	Window-Q	3.7	197	0.30
0,75 W/m ²	83	Window-Q más bloqueo UV	11.0	3	0.90
Prueba total			14.7	200	1.20

Se pueden seleccionar otros valores de irradiancia/iluminancia

Directrices ICH

Opción 2

Paso 1 : QUV con lámparas Cool White

Set point: 20.000 lux

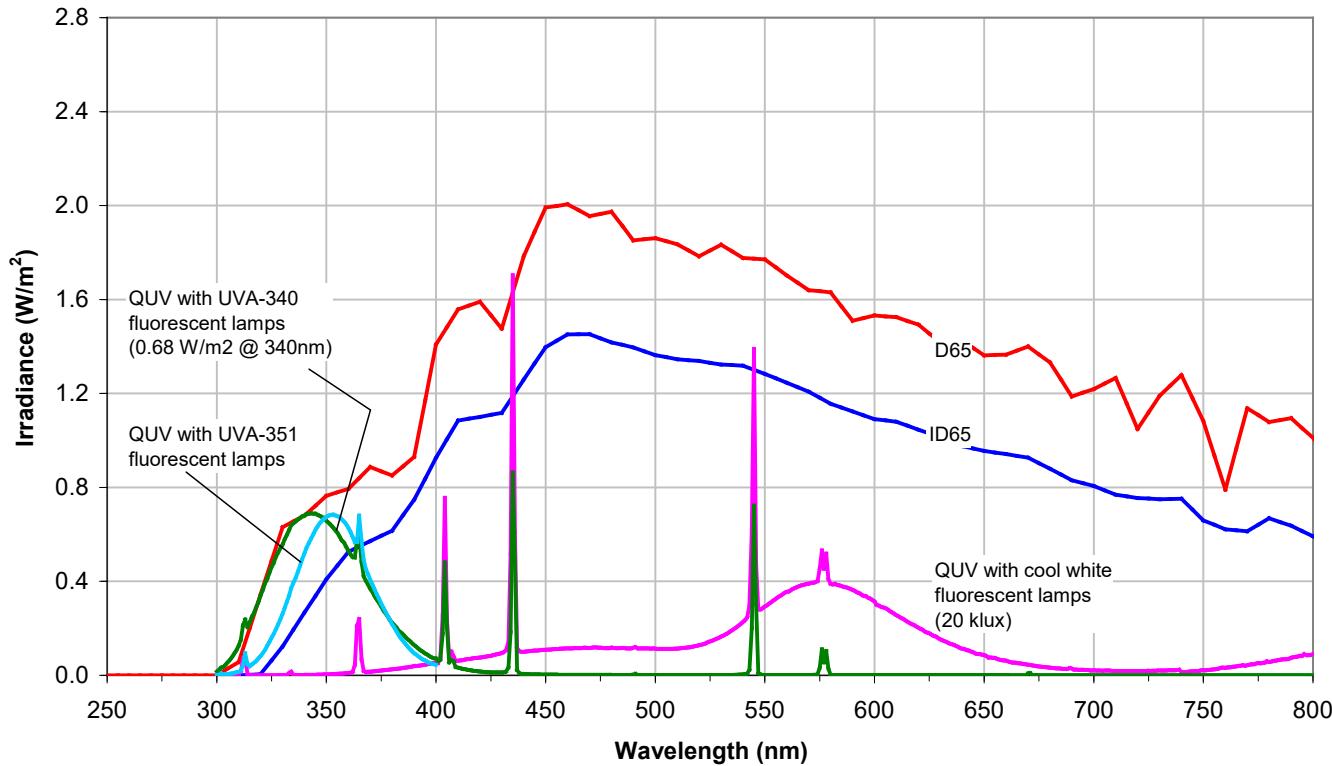
Tiempo: 60 horas

Paso 2 : QUV con lámparas UVA-351

Punto de ajuste: 0,55 W/m²/nm @ 340 nm

Tiempo: 4 horas

Espectros de luz QUV y directrices ICH



Mejores prácticas y consideraciones prácticas en pruebas de estabilidad de la luz

Mejores prácticas y consideraciones prácticas

1. Realizar exposiciones naturales

- Necesario para comprender resultados acelerados
- ¿Las pruebas de laboratorio clasifican correctamente el rendimiento del material?



Miami outdoor
exposures

Mejores prácticas y consideraciones prácticas

2. Pruebas hasta el fallo (degradación forzada)

- Requerido para productos farmacéuticos
 - Identificar impurezas resultantes de la fotodegradación
 - Determinar las vías de degradación
- Necesario para desarrollar el rendimiento del orden de rango



Mejores prácticas y consideraciones prácticas

3. Exponga una muestra patrón con su muestra de prueba.

- Utilice material de control de durabilidad conocida
 - Rendimiento al aire libre
 - Rendimiento de laboratorio
- Composición similar al material de prueba
- Modo de degradación similar al material de prueba

Beneficios de un Control

- Comparar el rendimiento del control con un material conocido
- Permite confianza en la exposición al laboratorio.
- Asegúrese de que el equipo de laboratorio esté funcionando correctamente

Mejores prácticas y consideraciones prácticas

4. Pruebe su producto “en el empaque” para simular el entorno de servicio real



Pruebas de producto completo



Q-SUN Xe-3
 3200 cm^2



Q-SUN Xe-1
 1100 cm^2

Mejores prácticas y consideraciones prácticas

5. Utilice temperaturas realistas para evitar fallos poco realistas.

Las pruebas con un sistema de enfriamiento (Xe-1 o Xe-3) permiten una mayor irradiación manteniendo temperaturas frías.



¡Gracias por su atención!

¿Tiene alguna pregunta?

Envíe su consulta a:

f.garcia@adigrupo.com

instruments@adigrupo.com

