



中华人民共和国国家标准

GB/T 11417.7—2012

眼科光学 接触镜 第7部分：理化性能试验方法

Ophthalmic optics—Contact lenses—
Part 7: Physicochemical properties test methods

2012-12-31 发布

2013-06-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 接触镜的理化特性 1

 4.1 试验方法、单位、重复性 1

 4.2 萃取 2

 4.3 透氧系数 4

 4.4 折射率..... 16

 4.5 含水量..... 17

 4.6 接触角..... 19

5 试验报告..... 21

前 言

《眼科光学 接触镜》与 GB/T 28539《眼科光学 接触镜和接触镜护理产品 防腐剂的摄入和释放的测定指南》和 GB/T 28538《眼科光学 接触镜和接触镜护理产品 兔眼相容性研究试验》共同构成接触镜系列国家标准。

《眼科光学 接触镜》分为以下 9 个部分：

- 第 1 部分：词汇、分类和推荐的标识规范；(GB/T 11417.1)
- 第 2 部分：硬性接触镜；(GB 11417.2)
- 第 3 部分：软性接触镜；(GB 11417.3)
- 第 4 部分：试验用标准盐溶液；(GB/T 11417.4)
- 第 5 部分：光学性能试验方法；(GB/T 11417.5)
- 第 6 部分：机械性能试验方法；(GB/T 11417.6)
- 第 7 部分：理化性能试验方法；(GB/T 11417.7)
- 第 8 部分：有效期的确定；(GB/T 11417.8)
- 第 9 部分：紫外和可见光辐射老化试验(体外法)；(GB/T 11417.9)

本部分为第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分技术内容参考了 ISO 18369-4:2006《眼科光学 接触镜 第 4 部分：理化特性试验方法》和 ANSI Z80.20—2004《眼科 接触镜 标准术语、允差、测量和理化特性》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由国家食品药品监督管理局提出。

本部分由全国光学和光子学标准化技术委员会医用光学和仪器分技术委员会(SAC/TC 103/SC 1)归口。

本部分起草单位：国家食品药品监督管理局杭州医疗器械质量监督检验中心、浙江省医疗器械检验所。

本部分主要起草人：文燕、贾晓航、何涛、齐伟明、张莉、黄恰恰。



眼科光学 接触镜
第 7 部分:理化性能试验方法

1 范围

GB/T 11417.7 给出了接触镜材料理化特性的试验方法,包括了萃取、透氧系数、折射率、含水量和接触角。

本部分适用于接触镜理化性能的测试。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新本版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 11417.1—2012 眼科光学 接触镜 第 1 部分:词汇、分类和推荐的标识规范
- GB 11417.2—2012 眼科光学 接触镜 第 2 部分:硬性接触镜
- GB 11417.3—2012 眼科光学 接触镜 第 3 部分:软性接触镜
- GB/T 11417.4—2012 眼科光学 接触镜 第 4 部分:试验用标准盐溶液
- GB/T 11417.6—2012 眼科光学 接触镜 第 6 部分:机械性能试验方法

3 术语和定义

GB/T 11417.1—2012 中界定的术语和定义适用于本文件。

4 接触镜的理化特性

4.1 试验方法、单位、重复性

表 1 中列出已应用于制作接触镜的水凝胶和非水凝胶材料的理化特性是可测的。另外,表 1 中给出了这些特性的试验方法、单位、重复性。若采用其他试验方法,也应遵守以下规定。

表 1 理化特性试验方法、单位、重复性

项目	重复性	测量单位	试验方法
萃取	b	质量分数	4.2
透氧系数	10%	<i>Dk</i> 单位 ^a	4.3
折射率	0.01	无量纲	4.4
含水量	2%(绝对值)	%	4.5
接触角	2°	(°)	4.6
^a <i>Dk</i> 的单位是 10 ⁻¹¹ (cm ² /s)[mLO ₂ /(mL·hPa)]。			
^b 根据 GB/T 11417.1—2012 中的术语和定义,这些测试结果的重复性应由独立实验室建立。			

4.2 萃取

4.2.1 概述

采用不同溶剂,通过索氏萃取法定量测定接触镜材料可萃取物是一种标准方法。将镜片干燥至恒重,萃取前后镜片在干燥状态下的质量之差即为镜片可萃取物质的质量。

对于可萃取物质定量和定性的分析有助于对接触镜片新材料进行评价,同时也有助于确定临床前的检查程序。通过合适的色谱法、光度法以及湿法分析来测定镜片萃取出的物质,从而确定聚合过程中残留单体、交联剂和引发剂含量。

4.2.2 原理

本方法使用的是普通的索氏萃取器。萃取中要选用水和至少一种合适的有机溶剂。在选用有机溶剂时,要考虑到溶剂对镜片材料基质的影响。理论上溶剂不应致使镜片材料产生膨胀或降解。然而,对于新研发的接触镜材料,选择一种使其产生可逆溶胀的溶剂将为超时萃取的可能提供有价值的信息。

4.2.3 仪器

标准的硼硅酸盐玻璃索氏萃取器(见图1)由圆底烧瓶(建议100 mL),索氏萃取管(建议30 mL),冷凝器和加热套组成。还需使用多孔不锈钢板、烧结玻璃、滤纸或类似带有玻璃棉塞的材质或其他合适密闭材料组成的管套,同时需一个真空干燥箱或类似的干燥仪器和一个具有0.1 mg精度的分析天平。



图1 萃取仪器

4.2.4 试剂

应采用符合 GB/T 6682—2008 中三级要求的蒸馏水或去离子水。应采用分析纯或更高级别的有机溶剂(见表2)。应采用实验室级沸石或防暴沸颗粒。根据被测材料的特性选用合适的干燥剂。

表 2 镜片萃取用溶剂的选用指导

材 料	溶 剂	萃 取
水凝胶材料	水(蒸馏水或去离子水) 正己烷 乙醇或甲醇 二氯甲烷或氯仿	温和萃取(模拟眼内萃取) 轻微萃取(非极性溶剂) 萃取多数非交联材料(但可能会引起镜片材料溶胀和降解) 萃取所有非交联材料的(但可能会引起镜片材料溶胀和轻微降解)
硬性镜片和 聚硅氧烷弹性材料	水(蒸馏水或去离子水) 正己烷 二氯甲烷或氯仿	温和萃取(模拟眼内萃取) 轻微萃取(非极性溶剂) 萃取所有非交联材料(但可能会引起镜片材料溶胀和轻微降解)

4.2.5 测试样片

测试样片应能代表成品片。应按照接触镜成品状态包装。试样的加工应与其产品的常规制造过程一致。须经灭菌处理的镜片在样品制备时 also 需同样处理。抽取足够量的镜片,确保镜片样品在萃取之前的总干质量不少于 200 mg。

水凝胶镜片通常是置于含无机盐的溶液中。当用水作为萃取溶剂时,为减少无机盐对测试结果的影响,应在计算时做出适当的调整,还需了解镜片的含水量,从而能精确计算出无机盐对可萃取物的影响。否则,在测试开始前,要将试样在室温下的水中浸泡,中间至少换水两次,每隔 24 h 换水一次,以达到平衡。

4.2.6 测试步骤

在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下,最好在真空状态中,将试样干燥至恒重。称重前试样在真空状态中或含活性干燥剂的密闭容器中冷却至室温,称重精确至 $\pm 0.1\text{ mg}(m_1)$ 。将试样放入萃取套管中,向烧瓶加入体积约为其容量 70% 的合适溶剂(溶剂选用见表 2)。如需要,可在烧瓶中放入沸石。将圆底烧瓶放在加热套上,萃取套管插入索氏抽提器中,然后再将抽提器与烧瓶连接,在其顶部插入冷凝器。当使用极易挥发或易燃溶剂时,整个装置应置于通风柜中。

接通水源并开始加热,萃取应至少进行 4 h。当溶剂冷却至室温后,从萃取套管中取出试样。按上述方法干燥试样,称重精确至 $\pm 0.1\text{ mg}(m_2)$ 。

注:萃取速率建议为 4 次/h~6 次/h。

4.2.7 结果计算

萃取材料的量应表述为质量分数(%),见公式(1):

$$w_{\text{萃取}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——萃取前试样质量;

m_2 ——萃取后试样质量。

4.2.8 测试报告

应包含第 5 章和以下内容:

- a) 最初水合溶液的成分；
- b) 指明是否根据水合溶液中的盐分含量,对所得到的可萃取物百分比进行调整；
- c) 本试验前试样是否在水中进行了平衡。

4.3 透氧系数

4.3.1 概述

接触镜材料透氧系数的测定有 2 种标准方法,在 4.3.2 中列出了它们的共同要素。在 4.3.3 中给出了极谱法要求,它适用于所有材料,测量范围为 0~145。在 4.3.4 中给出了库仑法的要求,它适用于非水凝胶材料。2 种方法的校准见 4.3.5,在 4.3.6 中给出了报告要求。当采用其他方法测量透氧系数与标准方法有偏离时,需在这些偏离被校准后方可应用。

初级测量几个接触镜试样材料的透氧量,从而测定透氧系数。虽然在测量透氧量时可能会产生某些误差,通过对透氧系数求导能有效减少误差(修正)。因此对这些误差进行修正后,从初级(无修正)透氧量测量求导透氧系数是非常实用和方便的。然后对修正的透氧量值进行校准。

4.3.2 方法的共同要素

4.3.2.1 参量

参见 GB/T 11417.1—2012 中的术语和定义,测量和透氧量求导的重要参量是氧流量(j)、透氧量、透氧系数和厚度(如径向厚度)和调和平均厚度。

当采用库仑法时, j 等于流过库仑探头氧气的速率($\mu\text{LO}_2/\text{s}$)除以该面积(A)。当采用极谱法时, j 是实测电流与暗电流的差值乘上公式(2)中的系数,然后除以阴极面积。

厚度 t 是测点的径向厚度或测量区域的调和平均厚度。通过测量中心厚度和已知的折射率,后顶中心曲率半径和后顶焦度,计算得到调和平均厚度,除非有其他指定, t 的单位宜为厘米。

当采用库仑法时, Dk 等于测得的透氧量 Dk/t 乘上样品厚度 t 。当采用极谱法时,透氧量通过调整氧流过面积来修正,从测量的氧阻 t/Dk 与厚度 t 的曲线得到斜率 $1/Dk$ 。透氧系数是材料的物理特性,不是材料样品形状或厚度的函数。

当采用库仑法时, Dk/t 等于氧流量 j 除以样品两边氧压差(氧局部压力)。当采用极谱法时,透氧系数是通过边缘和界面修正的透氧量,乘上中心厚度 t 。透氧量是镜片材料和镜片厚度的特性值,取决于镜片的设计。

4.3.2.2 测试样品

本部分可用于测定水凝胶和非水凝胶弹性材料成品片的透氧系数。同样也可用于测定水凝胶和非水凝胶弹性材料标准片的透氧系数。

如果研究的目的是通过测量初级透氧量来测定成品镜片透氧系数,应在测试报告(见 4.3.6)中给出接触镜与氧流量(见 4.3.2.1)接触中心面上的调和平均厚度。这个厚度与初级透氧量无关[见公式(2)或式(10)]。

测试样品的后光学区域半径无要求,可为平板样品,也可从 7.00 mm~9.00 mm 范围内变化。后、前光学区域直径应大于用于气体交换的被测中心区域的弦直径(阴极直径 2 h)。测试样品表面应清洁,且抛光质量应与人正常使用镜片产品一致。

对于水凝胶材料,在测试前,样品应保存在室温($20\text{ }^\circ\text{C} \pm 2.0\text{ }^\circ\text{C}$)下在标准盐溶液(参照 GB/T 11417.4—2012)至少 24 h,并且在等效眼温度($35\text{ }^\circ\text{C} \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$)下至少平衡 2 h。

4.3.3 极谱法

4.3.3.1 总则

本部分给出了使用极谱氧探头测定水凝胶和非水凝胶,硬性和弹性接触镜材料的透氧系数。步骤中给出了测量方法和测试条件。

极谱法适用于测量各种光焦度和旋转对称几何镜片,硬性和非水凝胶弹性材料成品片的修正透氧系数(Dk),同样适用于测定水凝胶和非水凝胶,硬性和弹性接触镜材料标准片的修正透氧系数。

4.3.3.2 原理简述

当氧分子透过材料时,极谱法可通过电化法将它们从溶液中瞬间去除,从而直接测量透过一片测试材料的氧分子扩散数。当从样品中分离出一个氧分子,它与覆盖着样品的后表面的氧传感器中心电极(阴极)接触,瞬间电化转化成4个氢离子。产生的离子形成仪器可测量的电流,它与移动的氧分子成比例。测得的电流代入式(2)计算初级(非修正)透氧量,单位为 $\text{mLO}_2/(\text{A} \cdot \text{s})$

$$Dk/t_{\text{初级}} = \frac{(I - I_d)}{p_A \times A} \times 5.804 \times 10^{-2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中

p_A ——大气压减水汽压的差乘以0.209(大气中氧气含量百分比值),hPa;

A ——探头中心电极(阴极)的面积, cm^2 ;

I ——安培表测得的电流值,A;

I_d ——探头暗电流(无氧的电流),A。

在标准温度和压力下,假定每个氧分子减少需要4个电荷,1千克摩尔除以法拉第常数,除以每个氧分子减少所需的电荷数,得到的值为常数 5.804×10^{-2} 。

为了导出特定材料的透氧系数,应进行边缘效应修正(见4.3.3.3)和界层效应修正(见4.3.3.4)。只有这样才能计算得到符合GB 11417.2—2012和GB 11417.3—2012中的接触镜材料的修正透氧量。

4.3.3.3 边缘效应修正

在所有扩散方法中都有的效应是“边缘效应”。当氧从样品的一个表面通过材料另一面是不连续的,材料的横截面会发生边缘效应。在极谱法中,氧从样品比较大的前表面穿过,最终接触到镜片后面的阴极,因为前表面大于阴极面积,氧穿过镜片的前表面,像流过漏斗一样汇集到阴极。实际上,公式(2)中的 A 被低估,氧流量不再符合上面给出的阴极面积的线性函数。但是,如果阴极面积和样品厚度的比值是在仪器给出的校准范围中时,可用一个相对简单的计算方法修正边缘效应,精度符合本标准要求。

在4.3.3.4中需要用到透氧量的倒数,需要对初级倒数值(t/Dk 或阻率)进行边缘效应修正。可采用适用的公式(3)、式(4)、式(5)、式(6)修正初级 t/Dk 值。在下式中, t 和阴极直径 D 的单位为mm,为了方便起见, Dk 的单位表述为“ Dk 单位”,如在使用公式前,对 10^{-11} 乘上 10^{11} ;

当使用球状表面探头测量水凝胶镜片:

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{测量}} \times \left(1 + \frac{2.35t}{D}\right) \quad \dots\dots\dots (3)$$

当使用平面探头测量水凝胶镜片:

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{测量}} \times \left(1 + \frac{1.89t}{D}\right) \quad \dots\dots\dots (4)$$

当使用球状表面探头测量非水凝胶镜片:

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{测量}} \times \left[1.017\,25 + \frac{4t[0.587 - 0.001\,93(Dk)]}{D}\right] \quad \dots\dots\dots(5)$$

当使用平面探头测量非水凝胶镜片：

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{测量}} \times \left[1.015\,75 + \frac{4t[0.471 - 0.001\,93(Dk)]}{D}\right] \quad \dots\dots\dots(6)$$

非水凝胶镜片修正公式中包含 Dk 值,在这个阶段是未知的。为了解决这个难点,按公式(7)用 t/Dk 值(无界面效应修正)计算 Dk ,用该方法得到的 Dk 值足够接近于真实值。

$$Dk = \frac{i \sum t_i^2 - \frac{(i \sum t_i)^2}{n}}{i \sum t_i (t/Dk)_i - (\sum t_i) [i \sum (t/Dk)_i] / n} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

$i \sum$ —— n 次测量的总和,每次测量都有厚度(t_i)和阻率(t/Dk) _{i} 。

公式(7)得到的 Dk 值已经与用于边缘效应修正公式所需的值足够接近。然后 Dk 按照 4.3.3.4 计算,最后结果 Dk 值是经过边缘和界面效应修正的。

4.3.3.4 界面效应修正

对每种材料测试,至少采用 4 个具有代表性的不同厚度来测定初级(测量) Dk/t 值,当透氧量倒数 t/Dk 与厚度 t 绘制曲线时,最小二乘回归线的斜率就是修正界面效应的透氧系数的倒数($1/Dk$)。

该步骤用于减少在极谱方法中常见的实验假象,由于在样品前后表面有停滞的水界面,同样在非水凝胶镜片和氧探头的阴极间放置的“水桥”(湿润滤纸)也会产生阻碍。这个界面层对氧流量产生了一个稳定的,较大的阻力。这些膜的阻力加上样品的阻力形成了仪器直接测量的总阻力,通过电流计算的初级 Dk/t 值,在经过边缘效应修正后仍然受到这些影响。但是,如果仪器是修正模式和按照下面的正确步骤,这些界面效应随厚度变化阻力为 0。这样,通过上述的统计倒数斜率技术可消除界面效应在计算初级 Dk 值的影响。

4.3.3.5 测试的重复性

采用极谱法单次测量透氧系数(Dk)_{修正},每种材料至少 4 个不同厚度进行测定,重复性偏差应在 $\pm 10\%$ 之内。

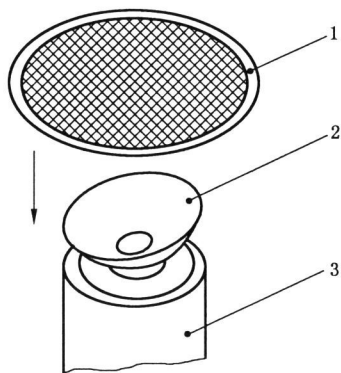
4.3.3.6 试剂和材料

4.3.3.6.1 混合氧气:混合氧气(容积百分比 20.9%)和氮气或其他气体(容积百分比 79.1%)的气体,若大气符合要求也可使用。应进行增湿处理,与测试样品前表面接触时,应为饱和水蒸气气体。

4.3.3.6.2 滤纸:以非水凝胶材料的后表面与氧探头的前表面间的饱和盐溶液作为“水桥”。测试时滤纸层应采用同样的类型和厚度,应持续饱和。代表性的是卷烟纸,其他滤纸也可使用。

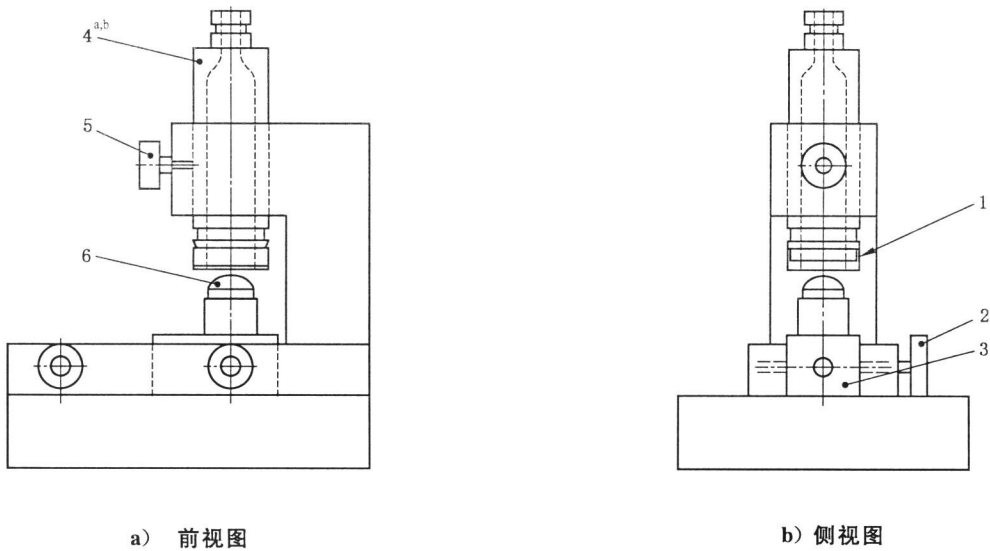
4.3.3.7 仪器

在图 3 和图 4 中给出了一个透氧仪的示意图,它由一个夹紧装置,O 形圈,尼龙网,滤纸,加热箱,热敏电阻,极谱探头,欧姆表和微安表组成。通过夹紧装置把与测试样品前表面接触的尼龙网把测试样品紧压在探头的阴极上,O 形圈将尼龙网位固定在适当的位置。当夹紧时,一片水凝胶接触镜测试样品就处于极谱探头与尼龙网之间(见图 2 和图 3)。



说明：
1——尼龙网；
2——水凝胶镜片；
3——平面电极。

图 2 探头和尼龙网间的水凝胶样品



说明：
1——用于固定样品的套筒末端的尼龙网；
2——极谱电极固定螺钉；
3——适用的电极固定装置；
4——移动套筒；
5——套筒固定螺钉；
6——极谱电极。
a 小端口移动套管，用于放置平面样品。
b 打断口移动套管，用于放置曲面样品。

图 3 极谱测量的夹紧装置

极谱电极主体(见图 4)带有电极和热敏电阻，由不透氧的聚合体制成。极谱电极的阴极为铂或 24 K 金制成，直径为 4 mm。银的阳极(纯度 $\geq 99.8\%$)是环状的，包在阴极外面，中间由不透氧的聚合

体与阴极隔开。在阴极上钻一个小孔,放置热敏电阻。采用与接触镜一样的加工过程切削和抛光探头电极表面。当测试硬性和非水凝胶接触镜时,探头的表面应为球面和凸起的(半径为 7.5 mm~9.0 mm)。当测试平面和水凝胶接触镜时,探头表面可同样设计,但是平面的。

极谱探头是可移用的,这样平面和凸面探头可互相替换。阴极深嵌在不透气塑料的中心线上。带有 O 形圈的尼龙网将样品固定在阴极上。

电子装置配有数字伏特表记录热敏电阻,一个微安表测量氧流量,必要的回路用于在阳极和阴极间维持恒定的电压。

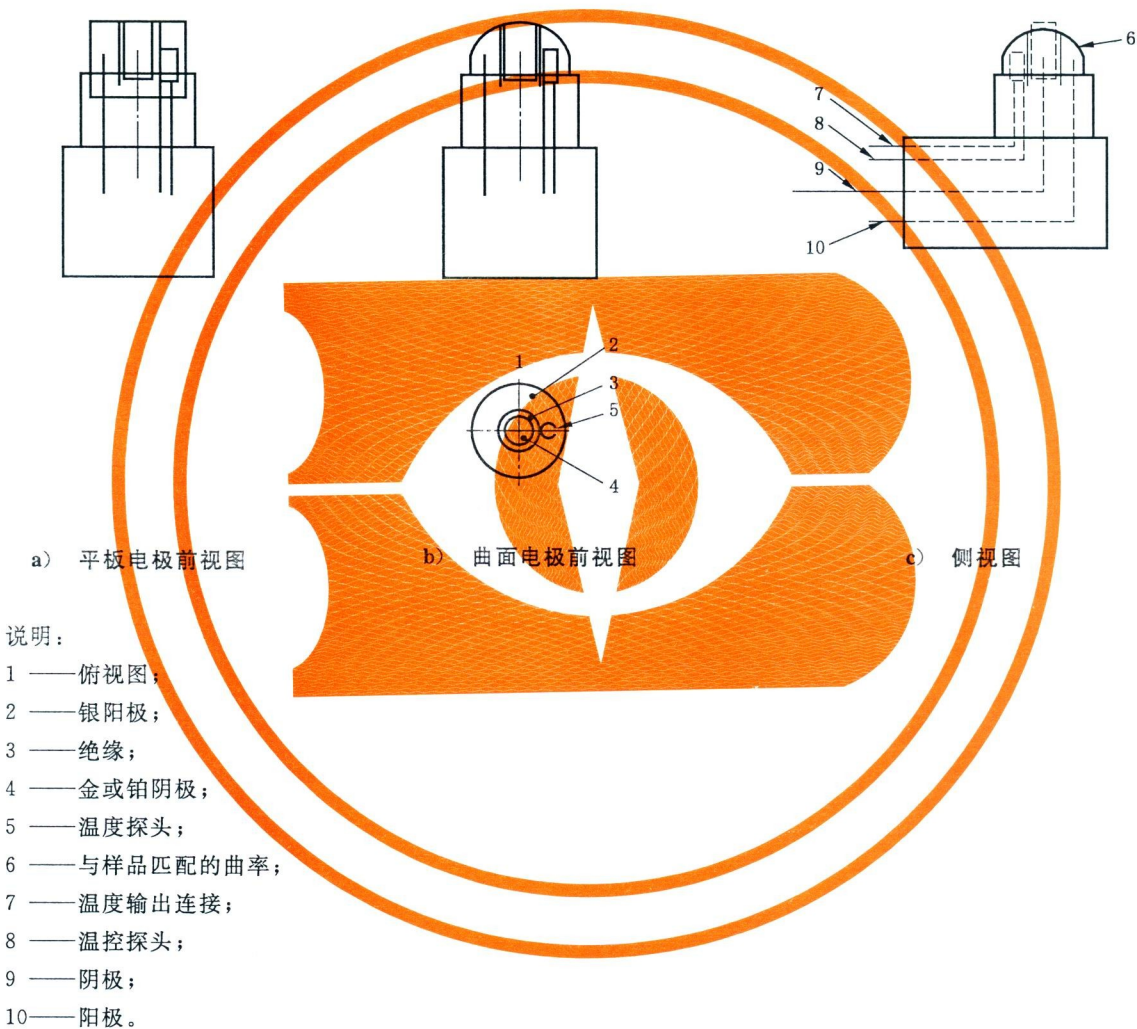
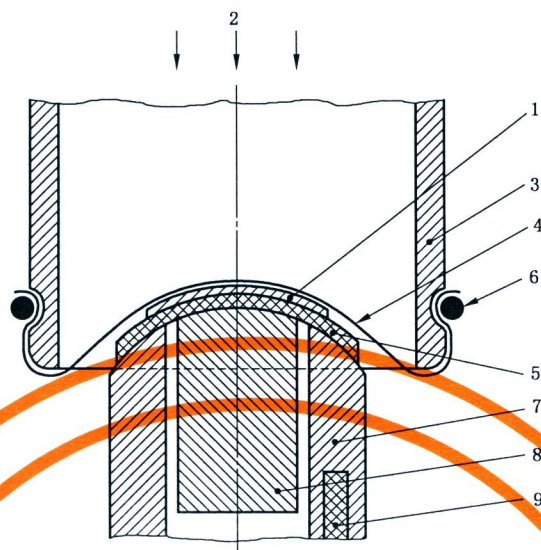


图 4 极谱电极主体

带有测试样品的整个探头放置在加热箱中,温度为 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。箱子储备有水,维持测试样品暴露面的饱和水大气的相对湿度不低于 98%。

对于非水凝胶硬性测试样品,它的后表面应尽可能与探头和阴极的曲率一致。在夹紧前放置一层水饱和纸(薄滤纸或香烟纸)。在非水凝胶测试样品和氧探头间放置一张滤纸,这样可以提供一个前面讲述过的“水桥”使极谱电极达到必须的本征函数(见图 5)。



说明:

1——接触镜;

2——氧流量;

3——移动套管;

4——尼龙网;

5——饱和盐溶液的滤纸;

6——O 形环;

7——银阳极;

8——金或铂阴极;

9——热敏电阻。

图 5 带有非水凝胶样品的探头和保持网的极谱电极示意图

4.3.3.8 步骤

4.3.3.8.1 样品厚度

按照 GB/T 11417.6—2012 的方法测量平行或近平行样品的厚度。按 GB/T 11417.1—2012 中的定义和 4.3.2.1 的要求对有焦度样品测量调和平均厚度。

4.3.3.8.2 暗电流 I_d 的测定

这个步骤建立了一个对零透氧材料的参考电流。用一个隔氧屏障代替测试样品,用电表测量平稳电流。这个屏障由两片 PMMA 镜片和一片铝箔片组成。屏障的必要特性是不透氧,它必须紧紧贴于阳极,因此没有氧气能通过它的边缘进入阴极,且它应为非导体。因这个屏障不会透氧,所以阴极不会接受到透过屏障的氧分子,则小的平衡电流就是暗电流。

4.3.3.8.3 平衡电流的测量

将测试设备放置在一个恒定的温度 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 中,将测试样品从储存溶液中取出。若样品由不含水材料制成,在探头表面放置一张饱和滤纸,若材料含水,则不需滤纸。将样品紧压在阴极表面,样品处于在阴极和带有 O 形圈的尼龙网之间。

在测试前应达到一个平衡环境。然后,在 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下读取一个稳定的电流值并记录。这个平稳的电流用于计算初级 Dk/t 。

将镜片取下,对每种测试材料,至少对 4 片厚度不同样品重复以上步骤,至少进行 4 次独立测量。厚度建议为:最低可为 0.04 mm ,最高可为 0.40 mm 。可通过增加每片的测量次数和测试样品的数量

提高精度。独立测试是从仪器上取下样品,重新平衡样品,再次测量平衡电流。

4.3.3.9 数据分析

对每个测试样品按照 4.4.3.2 的方法计算初级 Dk/t ,平面阴极的表面积可用公式(8)计算:

$$A = \pi h^2 \quad \dots\dots\dots (8)$$

当使用球状表面电极,可用公式(9)计算:

$$A = 2\pi r[r - (r^2 - h^2)^{1/2}] \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$2h$ —— 阴极的弦直径;

r —— 阴极表面的曲率半径;

A —— 阴极的表面积。

通过计算每个测试样品的初级透氧量的倒数(t/Dk ,或氧阻),选用 4.3.3.3 中适用的边缘修正公式。对同样接触镜材料制成的样品使用边缘修正值,在 4.3.3.4 中给出界层效应修正。 t/Dk 与 t 对应是近似直线关系,这样可以测定一个有效的 Dk 值。每种材料测量多种厚度可增加测试的线性能力,测试范围可达 $145 \times 10^{-11} (\text{cm}^2/\text{s}) [\text{mLO}_2/(\text{mL} \cdot \text{hPa})]$ 。修正的透氧系数 Dk 最后应按照 4.3.5 进行校准。

4.3.4 库仑方法

4.3.4.1 总则

本方法描述了用库仑法测定硬性和非水凝胶弹性接触镜材料的透氧系数,并规定了测量的步骤和测量的条件。

库仑法适用于测定有焦度和旋转对称几何镜片的硬性和非水凝胶弹性接触镜片的透氧量。同样适用于接触镜材料的标准片。它特别适用于测定透氧系数值大于 $145 \times 10^{-11} (\text{cm}^2/\text{s}) [\text{mLO}_2/(\text{mL} \cdot \text{hPa})]$,它超出了极谱法的测量范围,但库仑法不适用于水凝胶材料和水凝胶镜片。

4.3.4.2 原理

一个硬性的或非水凝胶弹性接触镜放置在仪器上,在眼温度(35°C)下使接触镜前、后表面区域接触到气体混合物。接触镜把前气体环境和后气体环境分离开,氧气流从前环境到后环境流动,接触镜形成了一个屏障。净化这两种环境和接触镜中的所有可测氧气。一旦净化后,在前环境室充入一种含氧气体,并通过接触镜扩散。在后接触镜表面的后环境室流过一种无氧的惰性载气,带走已经通过接触镜屏障的氧分子。含有低浓度的氧载气输入一个库仑传感器,该传感器产生一个与流经探测器的氧浓度成比例的电流。仪器经正确校准后,可以精确测量探测器的氧浓度,氧流量量率($\mu\text{LO}_2/\text{s}$)通过探测器可以得到测定并记录下来。

4.3.4.3 计算值

在知道了氧通过的接触镜的面积(A ,单位是 cm^2),接触镜或样品厚度(t),计算出来的氧通量(q_{O_2})或记录下的经过探测器的氧流量量率($\mu\text{LO}_2/\text{s}$),和测试时前、后环境室氧压力差值($p_A - p_F$,单位是 hPa ,在此 p_A 大约为 207 hPa ,同时假定 p_F 为零),可用公式(10)推导出氧通量(q_{O_2}),透氧量(Dk/t)和透氧系数(Dk)。

$$Dk = \frac{t \times q_{\text{O}_2}}{p_A \times A} \times \frac{1}{10^3} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：

Dk ——测试样品的透氧系数, $10^{-11}(\text{cm}^2/\text{s}) \cdot [\text{mLO}_2/(\text{mL} \cdot \text{hPa})]$;

p_A ——(大气压—水蒸气压)(0.209 是氧分压), hPa;

t ——径向厚度或平均调和中心厚度, cm;

A ——测试样品的暴露面积, cm^2 ;

q_{O_2} ——流经探测器的氧流量量率, $\mu\text{LO}_2/\text{s}$;

$\frac{1}{10^3}$ ——将 μL 转化成 mL 的系数。

4.3.4.4 边缘效应

当氧气流过的前表面和后表面区域之间有差异时,所谓的边缘效应可能影响测得的测试样品的透氧量和透氧系数。当使用库伦法测量时,该前、后表面区域几乎是相同的,所以上面所描述的“边缘效应”是可以忽略不计。

4.3.4.5 界层效应

因为硬性和非水凝胶弹性样品被测表面均没有水溶液,所以边界层是不存在的。因而,对非水凝胶样品的库伦测定法不需要使用针对界层效应的校正因子。

4.3.4.6 测量重复性

单一库伦法测定透氧量(Dk/t)和(或)透氧系数(Dk)的重复性偏差应在 $\pm 5\%$ 之内。

4.3.4.7 试剂和材料

4.3.4.7.1 无氧载气

由混合氮气(体积分数 97%~99.5%)和氢气(体积分数 0.5%~3%)组成。载气应干燥,其氧含量不超过 $100 \mu\text{L}/\text{L}$ (100 ppm)。在该气体到达扩散腔之前,氧去除器和水分去除器确保其无氧和干燥,而且水蒸气压 p_p 为零。

4.3.4.7.2 含氧的测试气体

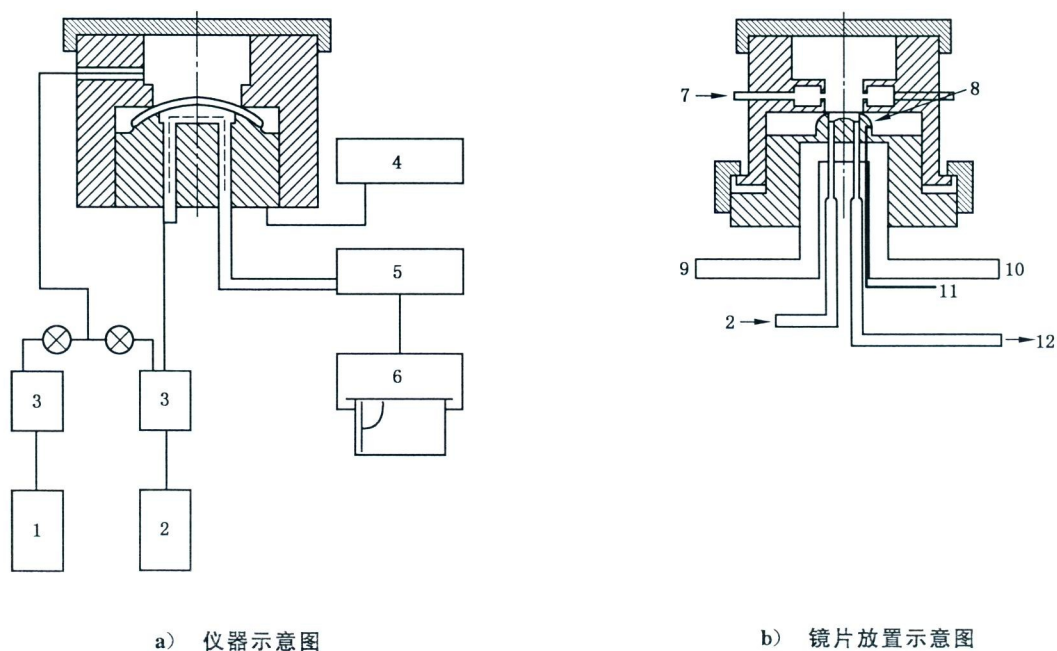
混合氧气(体积分数 20.9%)和氮气(体积分数 79.1%)的气体。在测试气体导入扩散腔的前环境室之前,水分去除器确保干燥。

4.3.4.7.3 密封油脂

几乎不透氧的一种高黏度无硅树脂活塞油脂,或一种高真空油脂。用于密封接触镜片和两个扩散腔。

4.3.4.8 仪器

4.3.4.8.1 氧气传输仪器:如图 6 所描绘,包含一个扩散腔, O 型环和加热腔,流量表,库仑氧传感器,负载阻抗和记录仪。使用不透氧腔室,阀和管路,可用于清除扩散腔内两个环境室中的氧,并引入含氧的测试气体进到前环境室内(图 6 中上室),和输送载气流经后环境室(图 6 中下室)到达库仑氧传感器。在载气进入后环境室前,氧去除器确保它无氧,而水分去除器确保它干燥。

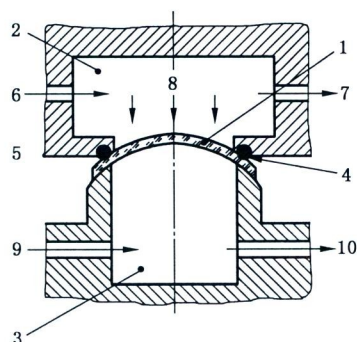


说明:

- 1——空气源;
- 2——载气源;
- 3——气体干燥器;
- 4——温控;
- 5——库仑传感器;
- 6——电压记录仪;
- 7——测试气体;
- 8——接触镜;
- 9——热控回路;
- 10——加热回路;
- 11——热电偶反馈回路;
- 12——载气探测器。

图 6 库仑仪器示意图

4.3.4.8.2 扩散腔(见图 7)不透氧且分为两半。当放置一个测试样品时,腔的空间被样品分割为两个环境室。当卡紧时,上下腔容积的准确数值并不是重要因素。这些容积应该足够小,可允许气体快速交换,但是不能太小,否则导致不能支撑一个测试样品,从而发生下垂或者凸起,接触到腔的顶部或底部。腔有一个热敏电阻器测试温度,并安装一个加热装置维持环境室和样品温度在 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。扩散腔上半部(这半部输送含氧的测试气体到样品的前表面)有一个尺寸适当的环状沟槽,嵌装一个聚氯乙烯 O 型环,与测试样品前表面接触。腔下半部的表面有一个平滑的环状固定凸缘,与测试样品后表面相接触。固定凸缘应无径向划痕。



说明:

- 1——硬性接触镜样品;
- 2——前室;
- 3——后室;
- 4——O 型环;
- 5——涂抹密封润滑油的表面氧气流;
- 6——测试气流入;
- 7——输出;
- 8——氧流量;
- 9——输送气体进气;
- 10——流出到电量氧传感器。

图 7 库伦法扩散腔

4.3.4.8.3 聚氯乙烯 O 型环:当扩散腔两部分封闭时,聚氯乙烯 O 型环压在测试样品前表面,用于界定与氧流量接触的测试样品的面积。当扩散腔除氧时,事先在每个与样品接触的环状区域涂抹密封油脂确保测试样品中心区域是不含氧的。因而,一个环状加压带把测试样品夹在两者之间,这两者分别是:扩散腔前半部中已涂密封油脂的 O 型环和扩散腔后半部的已涂密封油脂环状光滑表面。

在测量氧流量速后,把测试样品从扩散腔上取下,测量留在测试样品前后表面的环状印记,从而测定测试样品暴露于氧气流的面积(A)。印记的内圆直径($2h$)表明了测试时氧流量过的样品区域外缘。 $2h$ 是接触镜样品暴露的后表面的弦直径,应小于后中心光学区直径。对平的测试样品,样品暴露于氧气流的面积(A)等于 πh^2 。对于球形样品(如球形接触镜),当 $2h$ 已经测出且后中心光学曲率半径已知时,暴露于氧气流的面积(A)可以从公式(9)中确定。

4.3.4.8.4 加热系统和氧去除器:由简单的电阻加热器或等效物,应能加热扩散腔和测试样品的温度到 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。一个热敏电阻器和适当的电子控制反馈回路将用于监视和维持温度在稳定值($\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)。包含 $3\text{ g}\sim 5\text{ g}$ 铂或钯(质量分数 0.5%)的铝或等效物的氧分离器。从载气中去除所有残留的氧。氧去除器中的催化剂使氧分子(O_2)与载气的氢分子(H_2)反应来除去氧。这样的去除器有规定的容量,在使用过程中若出现容量已满则需更换。流量范围为 5 mL/min 到 100 mL/min 的流量计用于检测载气和测试气体的流速。

4.3.4.8.5 库伦传感器:用于测量气体湿度。库伦传感器长期与干燥的气体一起使用,可能导致输出下降和响应时间变长。假如电量传感器过于干燥,可以在进口连接处注入大约 2 mL 去离子水到传感器中进行修正。盐水不与库伦传感器接触是很重要的,否则需要替换探测器。因而,在传感器变得过于干燥时,只有去离子水(非盐水)才可被注入传感器中。

4.3.4.8.6 库伦传感器和记录系统:用于测定载气中的氧浓度。经过合适的校准后,氧敏感的库伦传感器按其主要工作效率(95% 或更高)将载气的氧浓度转换成通过探测器的氧流量速,单位 $\mu\text{L/s}$ 。传感器为多孔状镍介质电极块与石墨块结合体,或等效传感器,应浸泡在钾氢氧化物电解液中的。应避免与

盐水游离氯,氧化剂和二氧化碳与传感器接触。

可读电压范围 0.100 mV~50 mV,最小分辨率 10 μ V,对应测试的库仑传感器的输出电压,内置负载阻抗值为 5.3 Ω ~53 Ω 。输入阻抗为 5 000 Ω 或更高是可以接受的。

4.3.4.9 测试样品处理

在测试前,应当去除测试样品材料和系统中所有的氧。对高透氧材料而言,例如有机硅,有机硅丙烯酸酯,有机氟聚合物等,测量前从扩散腔中除氧即可满足要求。然而,对非水凝胶低透氧材料,像有机玻璃(聚甲基丙烯酸甲酯 PMMA),在扩散腔封闭并随后净化除氧前,测试样品应在氯化钙的干燥剂件下存放最少 48 h。

4.3.4.10 步骤

4.3.4.10.1 样品厚度

平行或接近平行样品的厚度应该参照 4.4.2 来测试。其他样品的调和平均厚度应按 4.4.2 中所描述的来测定。

4.3.4.10.2 仪器准备

如果测试前,仪器暴露在湿度较高的环境中,必须排除系统气体以去除残留的水分。该工作可以通过由水分去除器干燥过的载气过夜吹扫来完成,同时旁路库仑传感器。加热仪器加速干燥和脱气过程。

4.3.4.10.3 安装测试样品

测试样品从其条件环境中取出,其后表面外围放置于后环境室的有油脂的环形光滑表面上。确保样品无皱褶和折缝。下一步放置扩散腔的前半部,使得有油脂的 O 型环直接在环状样品区域接触测试样品的前表面,该区域已经与后固定凸缘相接触。将扩散腔的两部分紧密的夹紧,测试样品被封闭在两者之间。

4.3.4.10.4 除氧系统

库仑传感器被旁路后,输送气体开始以 50 mL/min~60 mL/min 的速率流入扩散腔的前、后环境室。3 min~4 min 后,流速下降到 5 mL/min~15 mL/min,维持 10 min~30 min。接着,已经流过前后两环境室的输送气体被送入库仑传感器。传感器的输出在此时很可能会突然增加,表明载气含有氧气。假定系统中没有渗漏,氧有可能是测试样品连续脱出的结果。输出气体的过程将持续下去,直到传感器输出稳定在一个低的值,这就是零电压输出(V_0),最好是周期性地分流输送气体到传感器以便监控氧化作用,而不是长时期持续的使用传感器接收气流。对非常低透氧量的、厚的测试样品和(或)材料可能需要除氧几个小时,或甚至过夜,直到得到一个稳定的低的输出电压。有着高透氧量的测试样品可能仅仅需要 10 min~20 min 就能达到 V_0 的要求。

4.3.4.10.5 最终电压输出测定

一旦 V_0 建立起来,流经扩散腔的后环境室的载气与除氧过程维持相同的速率。含氧的测试气体开始以类似的流速经过前环境室,来代替在除氧过程中的不含氧的载气。氧透过接触镜测试样品,由载气导向库仑传感器,探测器输出电压逐渐增加,最后,输出值稳定在一个值,就是最终电压输出(V_E)。低透氧量的接触镜(厚的,低 Dk)的特性,是传感器需要相对长的时间(1 h~2 h)去稳定在一个低的最终电压输出。对高透氧量的接触镜,最终输出在 5 min~10 min 就能达到稳定。因此,可以同时测试试验样品的相对透氧量。

如果测定最终输出(V_E)之前,传感器读数稳定性出现问题时,传感器应该被旁路一整夜(6 h~8 h),此后气流重新恢复, V_E 能被重新测试。如果两个 V_E 估值一样,正确的值应该是初始获得的那个。如果第二个 V_E 高些,那么最初的稳定条件已达到。

4.3.4.10.6 计算氧流量量率($\mu\text{LO}_2/\text{s}$)

经过库仑传感器的氧流量量率是推导出透氧量和透氧系数的关键值。已知零输出和最终输出电压(V_0 和 V_E)、负载阻抗(R_L)和校正常数(K),氧流量量率按公式(11)能被推算出来:

$$q_{\text{O}_2} = \frac{K(V_E - V_0)}{R_L} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

K ——校正常数;

V_E ——最终电压输出;

V_0 ——零电压输出;

R_L ——负载阻抗。

4.3.4.10.7 初步校正

通过 4.3.4.10.4~4.3.4.10.5 的方法测定一个已知透氧量(Dk/t)的非水凝胶标准参考材料(SRM)的 V_E 和 V_0 。通常情况下,使用参考材料 SRM 1470 进行检测,该材料已被美国国家标准和技术研究所认可。SRM 1470 的 Dk/t 为 $0.072 \pm 0.0045 Dk/t$ 单位。氧流量速($\mu\text{LO}_2/\text{s}$)由公式(10)推导出来,已知参考样品暴露的面积(A)和前环境室的局部氧压力。 P_A 大约是 207 hPa(155 mmHg),但是可能受试验时地点和时间的大气压的影响(见方程(10))。已知 R_L 和测得的 V_E 和 V_0 ,校正常数(K)可用式(11)计算出来。

仪器定标最好用不同标准参照材料样品进行几次校核,以建立一个严格的置信区间校正常数(K)。若 K 值随时间明显漂移可能表示库仑传感器效率的下降。

4.3.4.10.8 关闭程序

在测试结束时,若本次测试完毕后,不久就进行下次测试,仪器应该放置在下述环境:

- 旁路库仑传感器;
- 关闭测试气体,并重新将载气输送到前扩散腔室,继续将载气流入后环境室;
- 减少输送气体流速到小于 5 mL/min;

避免气体反向扩散进入系统是很重要的,因而,在所有的时间内确保输送气体正向流经系统。仪器不使用时,气流可以很低($<5 \text{ mL/min}$)。当仪器可能很长时间不用时,应切断加热部分的电源。

4.3.5 仪器校准

至少应采用 4 组不同厚度的已知透氧系数的参考材料进行校准。参考镜片应设计符合 4.3.2.2 的标准测试镜片。参考镜片的透氧量(Dk/t)和参考材料的透氧系数(Dk)应选择有一定的间隔确保能覆盖测量范围。材料参考 Dk 偏差应在 $\pm 5\%$ 之内。

每个参考镜片的 Dk/t 至少应测量 4 次,并计算算术平均值。若适用,再进行边缘和界层效应的修正。 t/Dk 与 t 几乎成直线关系。测试修正的 Dk 和参考材料的参考 Dk 应建立一个校准曲线。

采用库仑法、极普法或其他方法进行校准、修正 Dk 和 Dk/t 值的重复性偏差应不大于 10%。

4.3.6 测试报告

除第 5 章外,测试报告还应包括以下内容:

- a) 测试时间和地点的气压,测试氧气的氧分量;
- b) 建立平均电流测试样品的序号数量(极谱法),或平均氧流量率(库仑法);这些值用于计算 Dk 或 Dk/t ,和标准偏差。

4.4 折射率

4.4.1 概要

在室温下,采用校准的阿贝折射仪或等效折射仪,在特定波长 546.1 nm(汞 e 线)或 587.6 nm(氦 d 线)下测量发生全反射时的临界角来测定折射率。光线通过折射仪的棱镜表面进入接触镜材料。按照斯奈尔(Snell)定律,临界角与平板样品的折射率,(放置样品)透明参考平面的折射率相关,可用公式(12)计算:

$$n = \frac{n' \sin \alpha}{\sin 90^\circ} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- n ——测试样品的折射率;
- n' ——参考平面的折射率;
- α ——参考平面的全反射角。

除了水凝胶材料以外,其他所有的接触镜材料在测试时都必须在材料与折射仪棱镜表面之间注入折射液。折射液的折射率应大于测试样品的折射率,却不能对测试样品和折射仪有伤害。优选使用汞 e 线,若用氦 d 线应指明。折射仪的精度至少为 0.000 5,该方法的重复性限为 ± 0.001 。

因接触镜材料的折射率一般不会超过 1.55,所以折射率不小于 1.55 的折射液是足够了。请勿使用有机溶剂。水溶液,例如饱和的溴化锌溶液($n_d = 1.564$, $\rho = 2.510$ g/mL)是合适的折射液。

4.4.2 测试样品

测试样品应是平面的或在测量时可以平摊在折射仪的参考平面上。与参考平面接触的面应抛光至光面精整。水凝胶样品应在 $20^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 的盐溶液(应符合 GB/T 11417.4—2012 的要求)中浸泡至少 2 h,使样品水合到平衡状态。轻吸或甩脱镜片表面多余水分后立刻测量。

4.4.3 表面盐溶液的去除

在测定含水材料折射率前,应有效的吸干或甩脱样品表面多余的盐水,而该操作的优劣将限制本试验方法的精密度。表面所有的盐水都应去除,但也不能过度吸干否则会吸掉材料内部的水分。吸干或甩脱样品表面多余盐水的操作应尽可能的快以防止水分蒸发。

4.4.4 步骤

4.4.4.1 样品的准备

如果测试样品是染色材料,透过材料的光线可能不足以在目镜上形成清晰的明暗分界像。遇到这种情况时,若材料在聚合之后才染色,测试应在该种材料未染色之前进行。

4.4.4.1.1 硬性和非水凝胶材料

准备一个测试样品,它的尺寸与折射仪的棱镜上的光学水平表面(测试面)相符合,将其一面做成光学平面并抛光(测试面)。如果需要使光线由样品的侧面进入测试系统,则样品的侧面必须做成光学平面并精磨且与测试面垂直。

注 1: 软性非水凝胶材料样品,例如硅酮类,可用实际的接触镜。

注2：比较方便操作的样品形状如下：厚度为0.5 mm~3.0 mm的矩形，比折射仪的棱镜面略小。

4.4.4.1.2 水凝胶材料

确保测试样品与棱镜(测试面)接触部分的表面为平滑,样品的厚度为基本均匀。测试前,在20℃±0.5℃的盐溶液(应符合GB/T 11417.4—2012的要求)中浸泡至少2 h,使样品至平衡状态。

注：厚度均匀的接触镜是水凝胶材料的理想样品。

4.4.4.2 测试

4.4.4.2.1 硬性和非水凝胶材料

使样品和折射仪处于20℃±2℃条件下,在折射仪棱镜顶面上滴一滴折射液,将样品抛光面紧密地固定在棱镜上,如需要,对着光源。

注：在目镜中的亮区和暗区有一个清晰的界线时表明测试样品和棱镜之间的接触符合要求。

对于直读式非补偿性折射仪,可在暗区和亮区的分界线上直接读取折射率(或溶质含量)。对于外置刻度的折射仪,可调节折射仪的指针,使亮区和暗区之间的分界线正好位于目镜分划板的叉线中心,再读取折射率。如果折射仪带有消色差棱镜,则在读取折射率之前,须通过调节去除多余颜色。

4.4.4.2.2 水凝胶材料

使折射仪处于20℃±2℃条件下,将样品从水合溶液中取出,轻吸或甩脱镜片表面多余的水分,然后立即将样品测试面紧密地固定在折射仪的棱镜顶面上。进行消色差并按4.4.4.2.1所述测定折射率。

注：在目镜中的亮区和暗区有一个清晰的界线时指明测试样品和棱镜之间的接触符合要求。如果被测面在棱镜上固定得不够紧密,则在清晰的界线旁边可能可以观察到一条较模糊的线。这是由水合溶液所引起的,它的折射率为1.335。

4.4.4.2.3 非均质材料

若已知某种材料不同区域的折射率不同,或者希望检查某一材料是否有这种可能,则可以将样品的测试表面部分遮盖,这样就可以测得所选择区域的折射率。

4.4.4.3 结果的表述

每个被测样品的测试结果应该是至少三次独立测试结果的平均值。如果独立测试的次数超过3次,并取其平均值,则应在测试报告中注明。如果折射仪的刻度是用溶质含量百分比表示的或折射仪未采用参考波长,需将读数修正到参考波长时的结果。

4.4.5 测试报告

测试报告应符合第5章的要求。

4.5 含水量

4.5.1 概要

本部分规定了用称重测定含水量的方法,也给出了折射率的方法。含水量是水凝胶材料中水的总量,用质量分数(%)表示, w_{H_2O} ,水凝胶材料在室温下标准盐溶液中应完全平衡,按公式(13)计算:

$$w_{H_2O} = \frac{m_{H_2O \text{ 亲水材料}}}{m_{\text{亲水材料}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

$m_{\text{H}_2\text{O亲水材料}}$ ——水凝胶材料中水的质量;

$m_{\text{亲水材料}}$ ——水凝胶材料湿态的质量。

此处,水凝胶镜片的质量包含溶解的溶质如氯化钠以及缓冲剂的质量。

4.5.2 称重法测量水凝胶接触镜含水量/蒸发损失

4.5.2.1 概要

使用称重法,在室温下,测量水凝胶和非水凝胶试样样品的干重和水合重量后按公式(14)计算含水量 $w_{\text{H}_2\text{O}}$:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{含水}} - m_{\text{干}}}{m_{\text{含水}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中:

$m_{\text{含水}}$ ——水凝胶和非水凝胶测试样品的质量;

$m_{\text{干}}$ ——水凝胶和非水凝胶样品干态的质量。

该方法的原理简单易懂。用分析天平称取去除表面多余水分的测试样品重量,然后将测试样品置于传统或微波烘箱中干燥后再测量其重量。两次称量的重量差即为接触镜所含水分的蒸发量。

4.5.2.2 表面盐溶液的去除

4.5.2.2.1 总则

在测定含水材料含水量前,应有效的吸干或甩脱样品表面多余的盐水,而该操作的优劣将限制本试验方法的精密度。表面所有的盐水都应去除,但也不能过度吸干否则会吸掉材料内部的水分。吸干或甩脱样品表面多余盐水的操作应尽可能的快以防止水分蒸发。

尽量减少因去除多余盐溶液产生误差,应选用重量范围在 100 mg~300 mg 内的水凝胶试验样品。对比试验结果表明,厚样品多次(3 次)测量的含水量偏差为 $\pm 0.4\%$ 。单个镜片的含水量测试结果的再现性为 $\pm 1.0\%$ 。如果试验样品重量少于 100 mg,则要求用多个试验样品进行测试,以获得稳定的再现性。

4.5.2.2.2 干吸水法

将样品放在一个干的、洁净的、无脱落纤维吸水棉布或亚麻布上。布折叠覆盖在样品上,用手指轻触样品。干吸方法可能导致过吸,导致含水量偏低。

4.5.2.2.3 湿吸水法

将样品放在一个洁净的,无脱落纤维的已被盐溶液湿润的滤纸上。滤纸折叠覆盖在样品上,用手指轻触样品。湿吸方法可能对表面水分去除不完全,导致含水量偏高。

4.5.2.3 水凝胶测试样品质量的测量

吸干表面水分的试验样品马上置于已干燥并称量过的载玻片上,立即称取载玻片和试验样品的总重量,读数至 0.1 mg。减去载玻片重量得到水凝胶样品质量。吸水及称量过程应尽可能迅速,以减少试验样品水分蒸发而造成的失水。

4.5.2.4 测试样品的烘干

载玻片和测试样品在传统烘箱内烘干至一个恒定的质量,温度为 100 °C~110 °C(一般 16 h~

18 h),然后把载玻片和样品放置在一个带有活性干燥剂的密封容器中(如:CaSO₄ 即无水硫酸钙)密封,冷却到室温,平衡 30 min。

注:如果样品在 100 ℃~110 ℃会降解,应按 4.2.6 的方法干燥。

另外一种方法,用镊子将水凝胶样品放置在一个已称重的聚四氟乙烯盘上。将聚四氟乙烯盘和样品放入一个带活性干燥剂的容器中,密封后放入微波烘箱中,最大功率下进行 10 min 干燥处理。微波烘箱的容积推荐在 0.015 m³~0.05 m³ 间,最大输出功率 500 W~650 W。将罐从烘箱中取出并冷却到室温。

4.5.2.5 干测试样品质量的测量

称取测试样品和载玻片或聚四氟乙烯盘的总重量,读数至 0.1 mg。用该值减去载玻片或聚四氟乙烯盘的重量得到水凝胶样品质量,称量过程应尽可能迅速,以减少试验样品从空气中吸水。

4.5.2.6 含水量的计算

用公式(14)计算含水量。

4.5.3 用折射率测定含水量

对于确定含水容量的水凝胶接触镜材料,其折射率是其水的折射率和干体折射率的函数。材料各成分的比例关系符合 Gladstone 和 Dale 原理。所以水凝胶的含水容量 φ_{H_2O} 可用含水材料的折射率($n_{湿}$),干材料的折射率($n_{干}$)和标准盐溶液(用于材料平衡)的折射率($n_{盐}$),通过公式(15)计算得到:

$$\varphi_{H_2O} = \frac{n_{干} - n_{湿}}{n_{干} - n_{盐}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (15)$$

按照 4.5 的要求测量水凝胶测试样品的折射率,若已知干材料的折射率和假定水溶液的折射率为 1.333,可用公式(15)计算含水容量。否则,在代入公式前,干材料的折射率和盐溶液的折射率也要按照 4.4 的方法测量。在知道测试样品密度后,含水容量 φ_{H_2O} 能转化成质量单位含水量 τ_{H_2O} 。

因材料折射率是估计值,所以含水容量也是估计值,同样含水量也是估计值。

4.5.4 试验报告

试验报告见第 5 章。

4.6 接触角

4.6.1 总则

当一滴液体落在平坦的聚合物表面或当一个气泡紧贴在处于水中的平坦聚合物表面时,就形成了气—液—固的交界面。在所有其他的影响因素都进行规范后,与聚合物表面特性相关的接触角就确定了,比如水凝胶/非水凝胶和表面电荷等。在本标准中有两种方法可以用来测量聚合物表面的接触角。参见滴液法或气泡捕获法。

4.6.2 滴液法

4.6.2.1 原理

一滴 2 μ L 的标准盐溶液滴在室温条件下经水蒸气预处理后的聚合物平坦表面上,就在气—液—固交界面形成了“接触角”。测量接触角角度。

4.6.2.2 仪器规格说明

接触角测角仪应配置一个用来保存塑料材质的平面镜片的圆柱形筒。该筒中应有一个可更换的环

境室,该室应能够存放去离子水,且不与样品接触。这样,样品的环境中充满了水蒸气。测角仪应能在适当的背景中观察到经放大的高对比度的液滴和聚合物表面的轮廓。测角仪应配有以度为最小单位的量角器和一条用于通过旋转调整使其和三态交界面处液滴的切线平行的刻线。镊子、棉签和微量加样器对于准备表面和放置液滴都是必要的。微量加样器能够取得 $2\ \mu\text{L}$ 的标准盐溶液。

4.6.2.3 样品的准备

4.6.2.3.1 非水凝胶类镜片样品准备

每种非水凝胶类的接触镜材料都应准备五片毛坯镜片(大约直径 $13\ \text{mm}$,厚度 $4\ \text{mm}$),镜片表面经车削加工,并抛光到与接触镜成品片一致。

每个经过平整加工和抛光的测试表面,应清洁去污至少 $24\ \text{h}$ 。完成清洁后,测试表面应用标准盐溶液进行深度漂洗。

经过抛光和漂洗,采用无绒布或滤纸吸干表面。该表面在光学球径仪下观察应是均匀的。表面所成的像相对于亮背景而言,应清晰、无扭曲变形。

测试表面应再次浸入市场上可以购买到的接触镜清洗和保存液中进行清洁。再次清洁过程应模拟实际应用,持续约 $30\ \text{s}$ 。接着测试表面应在室温条件下,置于清洗/保存液浸泡约 $6\ \text{d}$ 时间。完成储存后,在测量之前,每个测试表面应从储存液中取出,用标准盐溶液进行深度漂洗。接着将其置于标准盐溶液中至少 $24\ \text{h}$,使其达到平衡状态。在按 4.6.2.3 规定测量接触角前,立即用无绒布或滤纸吸干表面水分。

4.6.2.3.2 水凝胶镜片表面准备

需要五片抛光至与成品镜片一致,在室温下置于标准盐溶液中进行水合平衡。如果能够在量角仪的圆柱形支持筒上保持平整,那么成品接触镜片也可以使用。

4.6.2.4 测试方法

经过预处理的吸湿测试表面应置于筒的环境室中,镜片抛光面朝上,被标准盐溶液包围但不要和贮液器碰到。如果是水凝胶镜片,那么要使用棉签除去表面上的所有水分和皱折。为使镜片表面和环境达到平衡,该系统应保持密封 $3\ \text{min}$ 。通过微量加样器,在镜片表面上滴上 $2\ \mu\text{L}$ 液滴。微量加样器的针尖从密闭环境室上端且位于聚合物表面上部的 $1\ \text{mm}$ 直径的小孔伸入。液滴和聚合物表面接触区域的宽度约为 $2\ \text{mm}\sim 3\ \text{mm}$,此后再次保持 $3\ \text{min}$ 使其保持平衡。

左右两边获得的接触角的读数值应取平均,作为评价接触角的依据。

对每一个表面而言,应记录 10 个接触角读数。50 个读数的平均值记录为被测样品表面的“接触角”,并附上 50 个读数值的标准差。

4.6.3 气泡捕获法

4.6.3.1 原理

一个 $10\ \mu\text{L}$ 大小的气泡形成于事先在室温下浸过标准盐溶液的平坦聚合物表面的下侧,这样就在气—液—固三态交界面形成了“接触角”。该接触角在聚合物表面和气泡切线之间形成,从液体切线一边进行测量。

4.6.3.2 仪器规格说明

接触角测角仪应配有放置镜片的基座,并将其浸入带有标准盐溶液的“气泡室”中。测角仪应在合适的背景上提供对气泡和聚合物表面轮廓的高对比度放大像。该仪器应配有以度为最小分度的量角器

和用以旋转调整使其与三态交界面上气泡切线平行的标线。需要镊子和微量加样器用于放置镜片和释放气泡。加样器应配有弯头针,要求它能够在样品下侧释放 10 μL 大小的气泡,气泡上升并与聚合物表面接触。

4.6.3.3 样品准备

样品的准备见与 4.6.2.3。

4.6.3.4 测试方法

经过预处理的表面应置于气泡室中的基座上,浸入标准盐溶液中。为使镜片表面和环境达到平衡,该系统应保持密封 3 min。通过加样器,迫使一个 10 μL 气泡吸附在镜片表面下侧。注射器的针尖从密闭环境室一侧且位于聚合物表面上部的 1 mm 直径的小孔伸入。借助于针尖的曲度可以伸入到盐分表面以此深入到聚合物下方。气泡和聚合物表面接触区域的宽度约为 2 mm~3 mm,此后再次保持 3 min 使其保持平衡。

测量并记录左右两边的接触角,取平均值,作为评价接触角的依据。

对每一个表面而言,应记录 10 个接触角读数。50 个读数的平均值记录为被测样品表面的“接触角”,并附上 50 个读数值的标准差。

4.6.4 测试结果

对于每种材料的平均接触角值和 50 个读数值的标准差都应进行记录。同时也应记录被测材料、所使用的方法、接触镜清洁器具、清洁/保存液和其他任何与规定的程序偏离之处。

5 试验报告

若按照本标准的试验方法进行试验,则试验报告应至少包含以下内容:

- a) 实验室名称;
 - b) 适用时,接触镜试验的所有需要的细节;
 - c) 依据的标准和相应的条款;
 - d) 与标准方法的偏离;
 - e) 测试结果,适用时,包括可能的估计误差;
 - f) 测试数据和责任人。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
眼科光学 接触镜
第 7 部分:理化性能试验方法
GB/T 11417.7—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

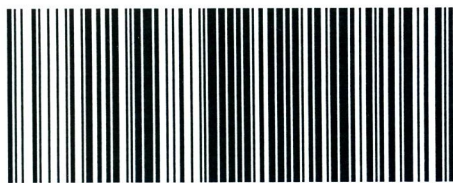
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 44 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-46536 定价 27.00 元



GB/T 11417.7—2012

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107