

A

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY****-54812-** 51.545/BE

K I V O N A T

Eljárás szinezett hidrofil kontaktlencsék előállítására
Schering Corporation, Kenilworth, N.J.,

Amerikai Egyesült Államok

A bejelentés napja: 1988. 11. 21.

Elsőbbsége: 1987. 11. 24. (124,724)

Amerikai Egyesült Államok

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US88/04060

~~A nemzetközi közzététel száma: WO 89/04978~~

A találmány szerinti szinezett hidrofil kontaktlencsék-
ket úgy állítják elő, hogy

i) olyan hidrofil polimerből készítenek kontaktlencsét,
amely gyakorlatilag nem tartalmaz -COOH, -OH, -NH-R (ahol R
hidrogénatom vagy alkilcsoport), -NCO vagy epoxi-funkciós
csoportokat;

ii) a lencse felületének legalább egy részét pigmentből,
a fenti funkciós csoportokat tartalmazó kötő polimerből és
izocianáto-csoportokat tartalmazó kiegészítő vegyületből álló
szinbevonattal látják el, és

iii) megfelelő kezeléssel rögzítik a bevonatot.

the

373/89

NS205

G02 B1/04

C08 F 7/04

A
KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY



51.545/BE

S.B.G. & K.
Budapesti Nemzetközi Ügyvédi
és Szabadalmi Iroda
1001 Budapest, Dalszínház 10.
Telefon: 153-3738, 181-4200

-54812-

Eljárás szinezett hidrofil kontaktlencsék előállítására
Schering Corporation, Kenilworth, N.J.,

Amerikai Egyesült Államok

Feltalálók: NARDUCY Kenneth, W., Cupertino, CA,
JAHNKE Richard L., Villa Park, IL.,
LOSHA EK Samuel, Chicago, IL.,

Amerikai Egyesült Államok

A bejelentés napja: 1988. 11. 21.

Elsőbbsége: 1987. 11. 24. (124,724)

Amerikai Egyesült Államok

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US88/04060

A nemzetközi közzététel száma: WO 89/04978

A találmány tárgya eljárás hidrofil szinezett kontakt-
lencsék előállítására.

A 4 668 240 számú amerikai egyesült államokbeli szaba-
dalmi leírás (Loshæk) olyan lencsepolimerrel készített szí-
nezett kontaktlencsét közöl, amelyek - előnyös megvalósítá-
si formában - a karboxi-, hidroxil- vagy -NH-R általános kép-
letű (ahol R jelentése hidrogénatom vagy 1-8 szénatomos al-
kilcsoport) funkciós csoportok közül egyet vagy többet tartal-

maznak. A lencse felületének legalább egy része olyan szinező bevonattal van borítva, amely legalább egy pigmentet, az előnyös megvalósítási formában ugyanilyen funkciós csoportokkal rendelkező kötő polimert és egy további olyan vegyületet tartalmaz, amely molekulánként legalább kettőt tartalmaz a izocianáto- és epoxicsoportok közül. A lencse és a kötő polimerek azután a lencsében lévő karboxi-, hidroxil- vagy -NH-R általános képletű csoportok és az izocianáto- vagy epoxicsoportokkal rendelkező kötő polimerek reakciójával kötődnek egymáshoz. A Loshaek-féle szabadalom egy másik megvalósítási formájában a lencse egy vagy több izocianáto- vagy epoxicsoportot tartalmaz funkciós csoportként, a kötő polimer pedig a karboxi-, hidroxil- vagy -NH-R általános képletű funkciós csoportok közül egyet vagy többet. A lencse és a kötő polimer a funkciós csoportok reakciójával kötődnek egymáshoz.

Egyes hidrofil kontaktlencsék azonban nem tartalmaznak egyet vagy többet a karboxi-, epoxi-, -NH-R általános képletű, izocianáto- vagy epoxi-csoport funkciós csoportok közül. Tipikus ilyen lencsék irnak le a 4 158 089 (1979.06.12.) és a 4 182 802 (1980.01.08.) számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban. Az utóbbi szabadalmi leírásokban közölt lencsék hidrofil monomerek (tipikusan N-vinil-pirrolidon) és hidrofób monomerek (tipikusan akrilsav és metakrilsav alkil-észterei vagy sztírol) polimerizálásával állítják elő. Az eredmény olyan hidrofil lencse, amely nem tartalmaz funkciós

csoportokként karboxi-, hidrox-, -NH-R általános képletű, izocianáto- vagy epoxi-csoportokat.

A jelen találmány azon a meglepő felfedezésen alapul, hogy a Loshaek-féle 4,668,240 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban közölt szinező bevonat kitűnő kötést képez olyan hidrofil lencsékkel, amelyek nem tartalmaznak lényeges mennyiségű karboxi-, hidrox-, -NH-R (ahol R hidrogénatomot vagy 1-8 szénatomos alkilcsoportot jelent), izocianáto- vagy epoxi-csoportokat (azaz lényegében mentesek ezektől). A jelen találmány lehetővé teszi, hogy olyan polimerekből - mint például N-vinil-2-pirrolidonból - készült lencséket színbevonattal lássunk el, még az előbb említett funkciós csoportok hiánya esetén is, amelyekről tudott, hogy hidratálás után nagyon nagy víztartalmúak. Ha a jelen találmány szerinti eljárást megvalósítjuk, megőrizzük a Loshaek-féle szabadalom szerinti szinezett hidrofil lencsék előnyeit. Azaz a lencsék a látászavarok korrigálására szánt optikai előírások szerint vagy azok nélkül is készíthetők. A lencsék olyan átlátszatlan színbevonatot tartalmazhatnak, amely közel alapvető, például sötétbarnától világoskékig terjedő színváltozást hozhat létre viselője irisének látszólagos színében. A színbevonat lehet átlátszó is, mely esetben a meglévő szemszín fokozható vagy a világos színű szemek meglévő színe megváltoztatható, például világoskékűről zöldre. Nemcsak arra van lehetőség, hogy átlátszatlan vagy átlátszó színbevonatok között válasszunk, hanem arra is lehetőség van,

hogy a lencsék kiválasztott részeit szinezzük. Továbbá az is lehetséges, hogy a lencsét olyan mintázatúra szinezzük, ami az irisz finom szerkezetét utánozza, vagy kívánt esetben egynél több szint használjunk. Ugyancsak lehetőség van arra is, hogy a lencse irisz része fölött átlátszatlan mintázatot hozzunk létre oly módon, hogy az meg tudja változtatni az irisz meglévő színét, de lehetővé teszi az irisz szerkezetének megfigyelését, ahogy a 4, 582,402 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban (Knapp) leírják. A lencsék nagyon tartósak, és színüket hosszabb használat során is megtartják, még akkor is, ha a szokásos fertőtlenítő és tisztító műveleteknek vannak alávetve. A színbevonatban használt pigmentnek nem szabad reakcióképesnek lennie.

A jelen találmány tárgya eljárás szinezett hidrofil kontaktlencsék előállítására, amely a következő műveletekből áll:

- (a) olyan hidrofil polimerből készített kontaktlencse előállítása, amely lényegében mentes karboxi-, hidrox-, -NH-R általános képletű (ahol R jelentése hidrogénatom, vagy 1-8 szénatomos alkilcsoport), izocianáto- és epoxicsoportoktól,
- (b) a lencse felülete legalább egy részének bevonása olyan színbevonattal, amely legalább egy pigmentet, a karboxi-, hidrox- és -NH-R általános képletű (ahol R jelentése hidrogénatom, vagy 1-8 szénatomos alkilcsoport) csoportok közül legalább egy funkciós csoporttal rendelkező kötő polimert és egy molekulánként legalább két izocianáto-csoporttal rendelkező további vegyületet tartalmaz, és

(c) a bevont lencse olyan körülmények között végzett kezelése, amelyek a színbevonatnak a lencséhez való kötődését eredményezik.

A találmány tárgyát képezik maguk a jelen találmány szerinti eljárással előállított szinezett hidrofil kontaktlencsék is.

A jelen találmány szerinti eljárással szinezett kontaktlencsék olyan hidrofil polimerből készülnek, amely lényegében nem tartalmaz karboxi-, hidrox-, -NH-R általános képletű (ahol R jelentése hidrogénatom vagy 1-8 szénatomos alkilcsoport), izocianáto- és epoxicsoportokat. Jellemző ilyen típusu polimerek egy hidrofil vinil-heterociklusos monomer, például N-vinil-pirrolidon, N-vinil-szukcinimid, N-vinil-ε-kaprolaktám, vinil-piridin vagy N-vinil-glutárimid és egy hidrofób monomer, például sztírol vagy akrilsav vagy metakrilsav 1-8 szénatomos alkil-észterei, így metil-metakrilát, etil-metakrilát, metil-akrilát, stb. kopolimerizálásával készülnek. A lencsepolimer jellemzően keresztkötéses valamilyen keresztkötéseket létrehozó reagenssel, például diallil-itakonáttal, allil-metakriláttal vagy etilén-glikol-dimetakriláttal. A hidrox-, karbox-, -NH-R általános képletű, izocianáto- és epoxicsoportoktól mentes jellemző hidrofil lencsét a 4, 158,089 (Loshaek), 4,182,802 (Loshaek) számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban és az 1,395,501 számú nagy-britanniai szabadalmi leírásban (National Research Development Corp.) közölnek.

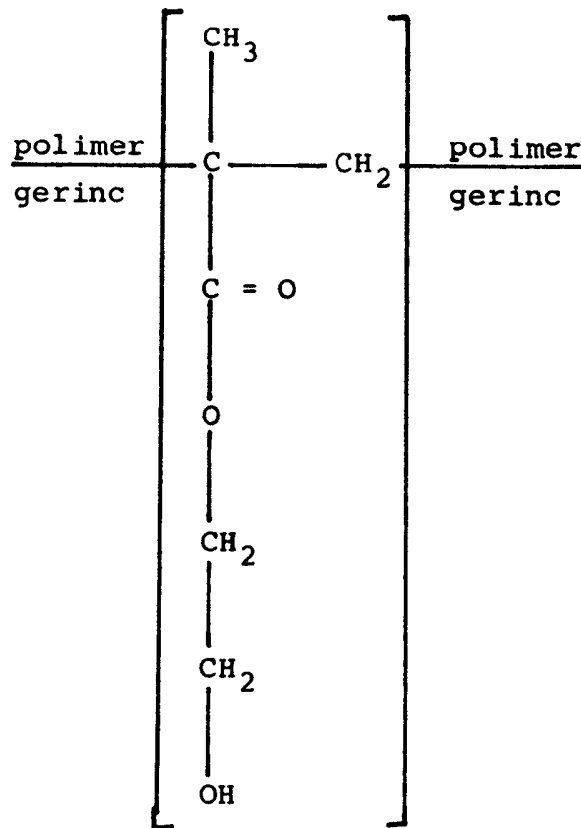
A jelen találmány szerinti eljárással szinezett lencsék előnyösen N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerekből készülnek. A lencsében az N-vinil-pirrolidon mennyisége előnyösen körülbelül 50-től körülbelül 90 tömeg%-ig, még előnyösebben körülbelül 60-től körülbelül 80 tömeg%-ig és legelőnyösebben körülbelül 65-től körülbelül 75 tömeg%-ig terjed.

A lencse polimerizációval és formázással való előállítása a szakterületen jól ismert, és nem képezi a jelen találmány tárgyát. A jól ismert technikák bármelyike, például a 4,158,089 és 4,182,802 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban közöltek valamelyike használható.

A lencsére felvitt színbevonat legalább egy pigmentet, a karboxi-, hidroxil- és -NH-R általános képletű (ahol R jelentése már az előbbieken megadott) csoportok közül legalább egy funkciós csoporttal rendelkező kötő polimert és egy molekulánként legalább két izocianát-csoporttal rendelkező további vegyületet tartalmaz.

A polimer kifejezés egy vagy több monomer polimerizálásával keletkező anyagot vagy ilyen polimerek keverékét jelenti. A kötő polimer funkciós csoportjai a polimer gerincét képező láncról vagy a polimer gerincéből kiálló más csoportról kilógnak. A polimerizált (hidroxil-etil)-metakrilát (a zárójelben lévő ismétlődő monomeregységgel) a következőképp ábrázolható:

- 7 -



A hidroxil funkciós csoport ebben a példában az ábra alján van.

Olyan alkalmas polimerekre, amelyek használhatók a kötő polimerekben lévő funkciós csoportok biztosítására, a találmány oltalmi körét nem korlátozó példaként a következők emlithetők: akrilsav, metakrilsav, akrilsav és metakrilsav 1-6 szénatomos alkil-észterei, így (hidroxil-etil)-metakrilát, (hidroxil-propil)-metakrilát, (hidroxil-butil)-metakrilát és (hidroxil-etil)-akrilát; akrilsav és metakrilsav amino-(1-6 szénatomos alkil)-észterei, így (amino-etil)-metakrilát, (amino-oktil)-metakrilát, (N-metil-amino-etil)-metakrilát, (N-hexil-amino-etil)-

-metakrilát és (amino-pentil)-akrilát; akrilsav és metakrilsav-gliceril-észterei, így gliceril-monometakrilát, gliceril-monoakrilát és ezek kombinációi. Természetesen alkalmas funkciós csoportokkal rendelkező ipari előállítású polimerek is használhatók kötő polimerekként, például a GAF Corporation által gyártott Gantrez márkanevű gyanta, amely metil-vinil-éter/maleinsavanhidrid kopolimer, mely hidrolízis után karboxilcsoportokat tartalmaz.

Az előbbi szükséges funkciós csoportokon kívül a kötő polimer funkciós csoportokkal nem rendelkező kopolimerizált monomereket is tartalmazhat, például N-vinil-heterociklusos monomereket, így N-vinil-2-pirrolidont, 1-6 szénatomos alkilvinil-étereket, így etil-vinil-étert; akrilsav vagy metakrilsav 1-6 szénatomos alkil-észtereit, így metil-metakrilátot és propil-akrilátot; 1-6 szénatomos alkilcsoporttal szubsztituált sztirolokat, így terc-butil-sztirolt; vinil-monomereket, így vinil-kloridot és vinil-acetátot; dién-monomereket, így izoprént; és akrilsav vagy metakrilsav (1-6 szénatomos alkoxi)-(1-6 szénatomos alkil)-észtereit, így (etoxi-etil)-metakrilátot vagy (metoxi-propil)-akrilátot.

A kötő polimer készítésére előnyös monomer a (hidroxietil)-metakrilát.

Az előnyösebb kötő polimerek 75-100 tömeg% akrilsav vagy metakrilsav-mono(2-4 szénatomos egyenes vagy elágazó láncu alkil)-észtert /előnyösen (hidroxietil)-metakrilátot/,

0-20 tömeg% akrilsav- vagy metakrilsav-/(2-4 szénatomos alkoxi)-(2-4 szénatomos alkil)-észtert /előnyösen például (etoxi-
-etil)-metakrilátot/ és 0-4 tömeg% akrilsavat vagy metakrilsavat (előnyösen metakrilsavat) tartalmaznak.

A lencsék jelen találmány szerinti eljárással történő előállításakor a lencse felületének legalább egy részét legalább egy pigmentet, funkciós csoportokkal rendelkező kötő polimert és egy molekulánként legalább két (előnyösen két) izocianát-csoporttal rendelkező további vegyületet tartalmazó színbevonattal látjuk el. Megfelelő további vegyületek például hexametilén-diizocianát / $\text{OCN}-(\text{CH}_2)_6-\text{NCO}$ /, 2,4-diizocianáto-toluol és bisz(izocianáto-fenil)-metán.

Bevonható vagy a frontfelület vagy a hátfelület vagy mindkettő. A bevont lencsét azután olyan körülményeknek tesszük ki, amelyek tartóssá teszik a színbevonatot. Amennyiben a pigment átlátszatlan, akkor általában csak a lencse egy részét, az irisznek megfelelő részt látjuk el bevonattal, a pupilla részét átlátszónak hagyjuk. Olyan lencsék esetében, amelyek az irisznél nagyobb átmérőjűek, a lencsének az iriszen túl terjedő része bevonatlan maradhat.

A bevonási művelet kivitelezésének legelőnyösebb módja, hogy a lencse felületét vagy annak egy részét pigmentet, kötő polimert, izocianát vegyületet és valamilyen oldószert tartalmazó keverékkel vonjuk be. Persze más bevonási módszerek is alkalmazhatók, például bevonhatjuk a lencsét először az izocianát

vegyület és egy oldószer keverékével és utána az első bevonatot a kötő polimer, pigment és egy oldószer keverékével, vagy fordítva, bevonhatjuk a lencsét először a kötő polimer, pigment és egy oldószer keverékével és utána ezt az első bevonatot az izocianát vegyület és egy oldószer keverékével.

A kötő polimert előnyösen a monomernek oldatban végzett polimerizálásával állítjuk elő, így az közvetlenül felhasználható a bevonó készítményekhez, anélkül, hogy fel kellene oldanunk a polimert. Azonkívül az ilyen módon oldatban, előnyösen valamilyen molekulatömeg-módosítóval kombinálva végzett polimerizáció ellenőrizhetőbb molekulatömegű és viszkozitású polimert eredményez. Más módokon, például tömb-, szuszpenzió- vagy emulzió-polimerizációval előállított kötő polimerek is használhatók azonban, feltéve, ha feloldhatók a találmány szerinti bevonatok készítéséhez használt oldószerekben, és egyébként megfelelnek a bevonattal szemben támasztott fizikai és reológiai követelményeknek. A kötő polimer oldatban való előállításához a monomerek és a keletkező polimerek oldásához megfelelő oldószert vagy oldószerek keverékeit, egy molekulatömeg-módosítót és egy polimerizáció-iniciátort betöltünk egy keverővel ellátott és melegíthető reakcióedénybe, és addig melegítjük, míg a megfelelő polimerizációt elérjük; rendszerint némi elreagálatlan monomer visszamarad. A molekulatömeg és a kereszt-kötések - ha vannak - mennyiségének szabályozása segít fentartani a polimerizáció alatt használható oldat-viszkozitást,

és biztosítja a lencsék bevonására megfelelő reológiai tulajdonságokkal rendelkező polimer kötőanyagot.

A kötő polimer molekulatömegét módosító vegyületek - ha egyáltalán használunk ilyeneket - a szakterületen jól ismert láncátadó ágensek. Alkalmas láncátadó ágensekre néhány példaként 2-merkaptó-etanol, dodekántiol és egyéb alkántiolok említhetők. Az oldatban végzett polimerizációnál használt oldószer mennyisége és típusa szintén befolyásolja a molekulatömeget. Az oldószer és a módosító mennyiségének növelése csökkenti a molekulatömeget.

Alkalmas polimerizációs iniciátorok szabadgyök-iniciátorok, például 2,2-azobisz(izobutironitril), benzoil-peroxid, terc-butil-peroxibenzoát, és terc-butil-peroxid. Ultraibolya fény is használható a polimerizáláshoz. A kötő polimer polimerizálásának pontos módszere nem kritikus az eljárás szempontjából.

A találmány szerinti színbevonatok készítésekor kedvező, ha a kötő polimert oldatban kombináljuk a többi alkotórészekkel. Ilyen egyéb alkotórész általában valamilyen kiegészítő oldószer vagy ilyen oldószerkelegye, amelyek lehetnek az oldatban végzett polimerizációnál használttal azonosak vagy attól eltérők.

Alkalmas oldószer etil-celloszol, ciklohexanon, ciklopentanon, etanol, terc-butanol, acetone és egyéb alifás és ciklusos ketonok. Az oldószerkelegye is használható. Etil-

-laktát jó társoldószer, és bizonyos körülmények között víz is használható társoldószerként. Monomerek, amelyeket önmagukban a kötő polimer előállításához használunk, például (hidroxi-etil)-metakrilát és (etoxi-etil)-metakrilát is adhatók az elegyhez, és ezek egyrészt oldószerként szolgálnak, másrészt polimerizálhatnak is. Az oldatban végzett polimerizáláshoz előnyös oldószer a ciklopentanon és a szinbevonat készítéséhez előnyös ciklopentanon, etil-laktát és monomerek kombinációja az előnyös. A kötő polimer oldatát és a pigmentet nedves őrléssel homogenizáljuk színező paszta készítéséhez.

Amennyiben a kötő polimert, pigmentet és izocianát vegyületet egy műveletben használjuk, a színező pasztát, izocianát vegyületet és az esetleges adalék monomereket összekeverve tintává, festékké vagy egyéb alkalmas színező bevonattá dolgozzuk fel, amelyet azután bevonatként felhordunk a lencsére. Amennyiben a felhasználandó szinbevonat hosszabb időtartamig tárolandó, akkor az izocianát vegyület nélkül kell elkészíteni, amely azután közvetlenül a lencsére való felvitel előtt keverhető a felhasználandó anyaggal. Amennyiben reakcióképes funkciós csoportokat, például alkoholok hidroxicsoportjait tartalmazó oldószerek vannak jelen a bevonatban, akkor az izocianátot túl nagy mértékben fogyaszthatják ezek a csoportok, és nem marad hozzáférhetővé a kötő polimer funkciós csoportjaival végbemenő reakcióhoz. Így ilyen bevonatok esetében előnyös, ha az izocianátot csak közvetlenül felhasználás előtt

adjuk hozzá a bevonó elegyhez. Általában az oldószer az anyag-
nak a lencsére való felvitele után gyorsan elpárolognak, így
funkciós csoportjaik nem hozzáférhetők a felhordás után az
izocianát elfogyasztására. A felhasználható színbevonat hasz-
nos élettartama az izocianátnak a kötő polimer funkciós csoport-
jaival és (amennyiben vannak) az oldószerben lévő funkciós cso-
portokkal való reaktivitásától és az anyag hőmérsékletétől függ.
A felhasználható bevonat élettartama hűtéssel meghosszabbitha-
tó. Valamely oldószerrendszer és hasonló eljárások alkalmazha-
tósága könnyen megállapítható a végtermék minőségének vizs-
gálatával.

A pigmentek kiválasztása eléggé szabadon történhet, mi-
vel ezeknek nem kell szükségszerűen funkciós csoportokat tar-
talmazniuk. Pigment lehet bármely olyan színező anyag vagy
ilyenek kombinációja, amely egy kivánt szintet biztosít. Elő-
nyös pigmentek a következők (C.I. a Color Index Number): kék
szinre ftalociamin-kék (pigment blue 15, C.I. 74160), kobalt-
kék (pigment blue 36, C.I. 77343); zöld szinre, ftalocianin
zöld (pigment green 7, C.I. 74260) és króm-seskvioxid; sárga,
vörös, barna és fekete szinre különböző vasoxidok; ibolya
szinre karbazol-ibolya. Persze a kivánt árnyalat elérésére *használhatjuk*
ilyen anyagok keverékeit. ^{is} Átlátszatlan bevonat készítésére
titán-dioxid az átlátszatlanságot biztosító előnyös anyag. Az
átlátszatlanságot biztosító anyagokat, amelyeket a jelen le-
írásban és az igénypontokban is színezékeknek tekintünk, a töb-
bi pigmenttel együtt bedolgozzuk a színező pasztába.

Előnyös adalékanyag a hexametilén-diizocianát /OCN-(CH₂)₆-NCO/. Bármely más R¹(NCO)_n általános képletű izocianát (a képletben n jelentése 2 vagy annál nagyobb egész szám, előnyösen 2; R¹ jelentése egy alifás, aliciklusos, alifás-aliciklusos, aromás vagy alifás-aromás szénhidrogénből származtatható két- vagy többértékű szerves gyök) is használható a jelen táblomány szerinti eljárásban. Így más alkalmas izocianátokra példaként 2,4-toluol-diizocianát és bisz(izocianáto-fenil)-metán emlithető. Mindezen vegyületek alkalmazása a jelen táblomány oltalmi körébe tartozik.

A bevont lencsét ezután olyan körülmények hatásának vetjük alá, melyek a színbevonatnak a lencséhez való kötődését okozzák, ezáltal a pigment a kötő polimerbe bezáródik oly módon, hogy nagyon stabil, tartós szinezett kontaktlencse keletkezik. A lencsét a bevonattal való ellátás után például szobahőmérsékleten hagyjuk állni, ahol az oldószerek legnagyobb része elpárolog. Ezután a lencsét körülbelül 2 óra hosszat 90°C-on tartjuk egy vákuum-száritószekrényben. A szekrény öblítésére nitrogéngáz használható, és így inert, csökkentett nyomású atmoszférát biztosíthatunk. A fenti eljárások variálhatók annyiban, hogy elhagyjuk a vákuum vagy a nitrogén alkalmazását, vagy változtatjuk a száritószekrény hőmérsékletét és a hőkezelés idejét. Bármilyen kezelési ciklus alkalmazását legjobban úgy állapíthatjuk meg, hogy a későbbiekben leírtak szerint megvizsgáljuk a bevonatnak a lencséhez

való tapadását. Természetesen bármely olyan feltétel alkalmazható, amely létrehozza a színbevonatnak a tapadását. Az izocianát vegyületnek a kötő polimerrel való reakcióját gyorsító katalizátorokat közvetlenül az előtt adjuk a szinező bevonathoz, mielőtt a bevonatot felvisszük a lencsére. Ilyen jellegű katalizátorok tercier aminok, például trietil-amin, benzil-dimetil-amin, ciklohexil-dimetil-amin; és fémkatalizátorok, például ón-kaprilát és (dibutil-ón)-dilaurát. A fent említett körülményeket pusztán szemléltetésként közöljük, és semmiképp sem korlátozzák a jelen találmány oltalmi körét. Az idő és a hőmérséklet az anyagok bármely kombinációjánál optimalizálható.

A kezelt lencsét a szinezetlen hidrofil lencsék esetében általánosan használt módszerekkel hidratáljuk.

A következő táblázat a találmány szerint alkalmazható szinező folyadékok (tinták) készítéséhez szükséges alkotórészek mennyiségeit mutatja.

A szinező folyadékokban (tintákban) lévő komponensek
tömeg%-os mennyiségei

Alkotórész	Tartomány	Előnyös tartomány
Kötő polimer (beleértve elreagálatlan monomert)	10-40	13-25
Izocianát vegyület	funkciós mennyiség ⁽¹⁾	0,5-10
Átlátszatlan szinezőanyag (ha szükséges)	funkciós mennyiség ⁽¹⁾	0,5-20
Átlátszó szinezőanyag (ha átlátszó szinezés szüks.)	funkciós mennyiség ⁽¹⁾	funkciós meny- nyiség ⁽¹⁾
Polimerizáció- -iniciátor ⁽⁴⁾	0-1,0	0 -0,3
További monomer adalék	funkciós mennyiség ⁽¹⁾	0 -30
Oldószer ⁽²⁾	kiegészítve 100%-ra ⁽³⁾	kiegészítve 100%-ra

(1) A "funkciós mennyiség" azt a mennyiséget jelenti, amelyet egy szakterületen járatos kísérletező használna a kívánt eredmény eléréséhez.

(2) Ez magába foglalja a kötő polimer oldatából származó és a pigment őrlésére felhasznált oldószer mennyiségét is.

(3) A "kiegészítve 100%-ra" a 100% eléréséhez szükséges mennyiséget jelenti.

(4) Rendszeren csak akkor használjuk, ha a tinta további monomer adalékot is tartalmaz.

A következő példák hivatottak arra, hogy a találmány szerinti eljárást szemléltessék anélkül, hogy annak oltalmi körét bármiképpen is korlátoznák. A példákban a következő rövidítéseket használjuk:

HEMA = 2-(hidroxietil)-metakrilát,

EOEMA = 2-(etoxietil)-metakrilát,

MAA = metakrilsav,

AIBN = azobisz(izobutironitril),

HDI = hexametilén-diizocianát,

VP = N-vinil-2-pirrolidon,

MMA = metil-metakrilát,

DAI = diallil-itakonát,

IBA = izobutil-akrilát,

DEH = 2,5-bisz(2-etil-hexanoilperoxi)-2,5-dimetil-hexán,

TBP = terc-butyl-peroxibenzoát .

1. példa

Átlátszó kontaktlencsék.

<u>Komponens</u>	<u>Tömegrész</u>
VP	0,7071
MMA	0,2625
IBA	0,0248
DAI	0,0016
DEH	0,0030
TBP	<u>0,0010</u>
	1,0000

Az összetevőket egy palackban körülbelül 20 kPa (150 Hgmm) nyomáson 15 percig gázmentesítjük, majd egy üvegcsőbe tesszük. A megtöltött csövet ledugaszoljuk, és 72 óra hosszat 20°C-os, majd utána 96 óra hosszat 30°C-os vízfürdőben melegítjük. Az alkotórészek ezalatt az idő alatt megszilárdulnak. Az üvegcsövet kivesszük a vízfürdőből, és egy melegítő kemencében a következő kezelésnek vetjük alá: 24 óra 50°C-on, 4 óra 70°C-on és 24 óra 110°C-on. A polimert utána kivesszük az üvegcsőből, és 2 óra hosszat 140°C-on melegítjük. A kapott polimert utána szokásos módszerekkel, például a 4,158,089 és 4,182,802 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban közöltek szerint alakítjuk kontaktlencsékké.

2. példa

Kötő polimer oldat.

<u>Komponens</u>	<u>Tömegrész</u>
HEMA	0,3743
EOEMA	0,0420
MAA	0,0087*
Ciklopentanon	0,5695
AIBN	0,0021
2-Merkapto-etanol	0,0033
Hidrokinon-monometil-éter	<u>0,0001</u>
	1,0000

* Ebből 0,0023 a HEMA-ban van, ahogy gyártója szállítja, és 0,0064-et adunk az oldathoz.

A kötő polimer oldat előállításakor a hidrokinon-monometil-éter kivételével az összes alkotórészt betöltjük egy háromnyakú lombikba. A lombikot 40°C -os vízfürdőbe helyezzük, és nitrogéngáz alatt lassan keverjük. A folyamatos keverést addig folytatjuk, amíg a viszkozitás Brookfield viszkoziméterrel 16-os számú orsóval percenkénti 3 fordulatonál mérve 20000 és 40000 közé esik. Ekkor a polimerizációt a hidrokinon-monometil-éter hozzáadásával leállítjuk, kivesszük a lombikot a vízfürdőből, és tartalmát hagyjuk szobahőmérsékletre lehűlni.

3. példa

Színező folyadék (tinta).

<u>Komponens</u>	<u>Tömegrész</u>
Kötő polimer oldat	
(a 2. példából)	0,5095
Etil-laktát	0,1635
Ftalocianin kék	0,0027
Titán-dioxid	0,0558
HEMA	0,2136
EOEMA	0,0243
MAA	0,0050
AIBN	0,0012
HDI	<u>0,0244</u>
	1,0000

Mivel ezt a színbevonatot nyomtatással szándékozunk felvinni a lencsére, ezért hivatkozunk rá mint tintára. A jelen találmány szerinti eljárás keretein belül azonban más típusú színbevonatok is használhatók más módszerekkel.

Pasztát úgy készítünk, hogy az etil-laktátot, ftalocianin kéket (Pigment Blue 15, C.I. 74160) és titán-dioxidot alumínium-oxidból készült golyókkal ellátott golyósmalomban körülbelül 72 óra hosszat aprítjuk, amíg a részecskeméret 5 mikronnál kisebb lesz Hegman örlőmérővel mérve. A pasztát utána összekeverjük a kötő polimer oldattal. A tintát készre úgy készítjük el, hogy a fennmaradt elkotórészeket közvetlenül felhasználás előtt keverjük bele, hogy a HDI ne reagáljon el feleslegesen a tintának a lencsére való felnyomtatása előtt.

4. példa

Világos kontakt lencsék.

<u>Komponens</u>	<u>Tömegrész</u>
VP	0,7056
MMA	0,2643
IBA	0,0249
DAI	0,0016
DEH	0,0030
TBP	<u>0,0006</u>
	1,0000

Az 1. példa szerinti polimerizációt és lencseformázási eljárást végrehajtva szintelen világos kontaktlencsét kapunk.

5. példa

Kötő polimer oldat.

<u>Komponens</u>	<u>Tömegrész</u>
HEMA	0,3776
EOEMA	0,0416
MAA	0,0064
Ciklopentanon	0,5699
AIBN	0,0022
2-Merkapto-etanol	0,0022
Hidrokinon-monometil-éter	0,0001
	<hr/>
	1,0000

A 2. példában leirt eljárást végrehajtva a kapott kötő polimer oldatot egyenlő tömegű metanollal higitjuk, és összekeverjük. Ezt a keveréket azután tízszeres tömegű etil-acetátba csepegtetjük a polimer kicsapása céljából. A kicsapott polimert vákuumszűrőn kiszűrjük, és éjszakán keresztül vákuum szárítószekrényben szárítjuk. A megszáritott kötő polimert ezután 43 tömeg% kötő polimert tartalmazó oldat készítéséhez elegendő mennyiségű ciklopentanonban feloldjuk, így lényegében polimerizálatlan monomertől mentes oldatot kapunk.

6. példa

Tinta.

<u>Komponens</u>	<u>Tömegrész</u>
Száritott kötő polimer ciklopentanonban oldva (az 5. példából)	0,4922
Etil-laktát	0,1758

folyt.

<u>Komponens</u>	<u>Tömegrész</u>
Ftalocianin-kék	0,0029
Titán-dioxid	0,0601
Bisz(2-metoxi-etil)-éter [*])	0,2445
HDI	0,0245
	<hr/>
	1,000

^{*}Ezt az oldószert, amely nem tartalmaz a HDI-vel reagáló szabad funkciós csoportokat, a tinta felhasználási tulajdonságainak beállítására használjuk.

A 3. példa őrlési és keverési műveleteit követve olyan tintát kapunk, amely polimerizálatlan monomertől mentes.

7. példa

Színezett kontaktlencse.

A színezett kontaktlencsét az 1. példa szerinti eljárással készített lencse (amely olyan hidrofil polimer, mely nem tartalmaz hidrox-, karboxi-, izocianáto-, epoxi- és -NH-R csoportokat /ahol R az előbbieken megadott/) és a 3. példa szerinti eljárással készített tinta /amely HDI-t és hidrox- és karboxicsoportokkal rendelkező kötő polimert tartalmaz/ felhasználásával állítjuk elő.

Hidratálatlan lencsét nyomtatunk gyűrűs mintázattal a 4,582,402 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban (Knapp) közölt eljárás szerint. Röviden, tulajdon-

képpen a gyűrűs mintázatnak megfelelő maratott bemélyedésekkel rendelkező gravírozott fémlapot a tintával bekenünk. A felesleges tintát egy leszedő éllel lehúzzuk. Egy rugalmas tömböt nyomunk a laphoz, hogy átvigyük a tintát a lemez bemélyedéséről a tömb lapjára.

A most már a tintás gyűrűs rajzolatot hordozó tömböt nyomjuk azután a lencse felületére a nyomtatás elvégzése céljából. A megnyomtatott lencsét egy ideig szobahőmérsékleten tároljuk, és utána szárítószekrénybe helyezük. A szárítószekrényt háromszor egymásután öblítjük úgy, hogy 130 vizoszlop mm nyomásig leszivatjuk, majd 500 vizoszlop mm nyomásig megtöltjük nitrogénnel. Utána a szárítószekrényhez vezető összes szelepet lezárjuk, és a hőmérsékletet körülbelül 90°C-ra növeljük, és körülbelül két óra hosszat itt tartjuk.

A nyomtatott lencsét 2 óra hosszat hidratáljuk körülbelül 98°C-on 0,9 tömeg%-os borát-pufferolt, nátrium-klorid oldatban körülbelül 8 pH-nál.

Festék_tapadási_vizsgálat

A hidratált lencsét felszereljük egy metanolos tartályhoz csatlakoztatott légkompresszoros fúvókától 10 cm távolságra rögzítve. A lencse nyomtatott oldalát 30 másodpercig permezzük 2,8 bar nitrogén-túlnyomással nyomtatott metanollal. Utána a lencsét 2-3 percig 8 pH-jú 0,9 tömeg%-os nátrium-klorid oldatba helyezük.

Amennyiben a lencséről az utolsó sóoldatos kezelés során vagy a vizsgálat idején bármikor bevonat jön le, úgy tekintjük,

hogy a lencse nem felelt meg a tapadási vizsgálaton. Ha így nem jött le bevonat, akkor a lencse megfelelt a vizsgálat követelményeinek.

A találmány szerinti eljárással előállított öt lencsét megvizsgálva mind az öt megfelelt a vizsgálat követelményeinek.

8. példa

A 7. példában leírtakat megismétljük a 4. példa szerint előállított lencsék és a 6. példa szerint előállított tinta felhasználásával. A kapott lencséből ötöt kiválasztva mind az öt megfelelt a vizsgálat követelményeinek. Ez a példa azt bizonyítja, hogy a színbevonatnak nem szükséges polimerizálatlan monomert tartalmaznia.

A fenti példák összhangban vannak a találmány lényegével. A lencsepolimerek hidrofilek, és nem tartalmaznak karboxi-, hidroxil-, izocianát-, epoxi- és -NH-R általános képletű funkcionális csoportokat. A színbevonat a pigment mellett legalább karboxi-, hidroxil- és -NH-R általános képletű funkcionális csoporttal rendelkező kötő polimerből és egy molekulánként legalább két izocianát-csoportot tartalmazó további vegyületből áll.

A Loshaek-féle 4 668 240 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás kitanítását tekintve nagyon meglepő, hogy a fenti példa szerint előállított lencsék megfelelnek a tapadási vizsgálatnak. A Loshaek-féle szabadalom azt állítja a kötő polimerre és a jelen példában a tintában

felhasznált adalék vegyületre, hogy a lencse polimernek hidrox-, karboxi- vagy -NH-R általános képletű funkciós csoportokkal vagy izocianáto- vagy epoxi-funciós csoportokkal kell rendelkeznie. Mégis a tintának a hidrofil lencséhez való kielégítő tapadása volt elérhető ezek nélkül az előzőleg szükségesnek hitt funkciós csoportok nélkül is.

9. példa

Összehasonlító példa.

A 7. (és 1., 2. és 3.) példákat megismételtük, azzal az eltéréssel, hogy nem adtunk HDI-t a tintához. A kiválasztott öt lencse mind nem felelt meg a tapadási vizsgálatnak.

Miután a találmányt előnyös megvalósításai szempontjából szemléltettük, úgy véljük, hogy a találmány a mellékelt igénypontok oltalmi körébe tartozó összes más megvalósítási formát felöleli.

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás szinezett hidrofil kontaktlencsék előállítására, azzal jellemezve, hogy

- i) olyan hidrofil polimerből készítünk kontaktlencsét, amely lényegében nem tartalmaz karboxi-, hidrox-, -NH-R általános képletű (ahol R hidrogénatom vagy 1-8 szénatomos alkilcsoport), izocianáto- és epoxi-funkciós csoportokat;
- ii) a lencse felületének legalább egy részét legalább egy pigmentből, a karboxi-, hidrox- és -NH-R általános képletű (ahol R hidrogénatom vagy 1-8 szénatomos alkilcsoport) funkciós csoportok közül legalább egyet tartalmazó kötő polimerből és egy molekulánként legalább két izocianáto-csoportot tartalmazó kiegészítő vegyületből álló szinbevonattal vonjuk be; és
- iii) a bevonattal ellátott lencsét olyan kezelésnek vetjük alá, amely a szinbevonatnak a lencséhez való kötődését eredményezi.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a szinbevonatban kiegészítő vegyületként egy két izocianáto-csoportot tartalmazó vegyületet használunk.

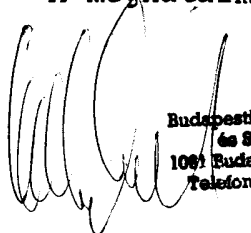
3. A 2. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy kiegészítő vegyületként hexametilén-diizocianátot, 2,4-diizocianáto-toluolt vagy bisz(izocianáto-fenil)-metánt használunk.

4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét az N-vinil-pirroli-don, N-vinil-szukcinimid, N-vinil- ϵ -kaprolaktám, vinil-piri-din és N-vinil-glutárimid monomerek közül legalább egyet tartalmazó monomerekből készítjük.
5. A 4. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerekből készítjük.
6. Az 5. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét körülbelül 50-től körülbelül 90 tömeg%-ig terjedő mennyiségű N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerekből készítjük.
7. A 6. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét körülbelül 60-től körülbelül 80 tömeg%-ig terjedő mennyiségű N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerekből készítjük.
8. A 7. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét körülbelül 65-től körülbelül 75 tömeg%-ig terjedő mennyiségű N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerek-ből készítjük.
9. A 4. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy kötő polimerként az akrilsav, metakrilsav, akrilsav- és met-akrilsav-/hidroxi-(1-6 szénatomos alkil)/-észter, akrilsav- és metakrilsav-/amino-(1-6 szénatomos alkil)/-észter és akril-sav- és metakrilsav-glicerín-észter monomerek közül legalább egyet tartalmazó monomert használunk.

10. A 9. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerekből készítjük.
11. A 9. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy kötő polimerként 75-től 100 tömeg%-ig terjedő mennyiségű akrilsav- vagy metakrilsav-/hidroxi-(2-4 szénatomos egyenes vagy elágazó láncú alkil)/-monoésztert, 0-tól 20 tömeg%-ig terjedő mennyiségű akrilsav- vagy metakrilsav-/(2-4 szénatomos alkoxi)-(2-4 szénatomos alkil)/-észtert és 0-tól 4 tömeg%-ig terjedő mennyiségű akrilsavat vagy metakrilsavat tartalmazó monomert használunk.
12. A 11. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerekből készítjük.
13. A 11. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy kötő polimerként 75-től 100 tömeg%-ig terjedő mennyiségű (hidroxi-etil)-metakrilátot, 0-tól 20 tömeg%-ig terjedő mennyiségű (etoxi-etil)-metakrilátot és 0-tól 4 tömeg%-ig terjedő mennyiségű metakrilsavat használunk.
14. A 13. igénypont szerinti eljárás azzal jellemezve, hogy a polimer lencsét N-vinil-pirrolidont tartalmazó monomerekből készítjük.
15. Szinezett hidrofil kontaktlencse, azzal jellemezve, hogy az 1-14. igénypontok bármelyike szerinti eljárással készült.

28 oldal ábra nélkül
me

A meghatalmazott


S.B.G. & K.
Budapesti Nemzetközi Ügyvédi
és Szabadalmi Iroda
1001 Budapest, Dózsa u. 10.
Telefon: 153-3700, 151-4200
