

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁶		(45) 공고일자	2000년04월01일
B29D 11/00		(11) 등록번호	10-0250192
C08F 30/08		(24) 등록일자	2000년01월03일
(21) 출원번호	10-1995-0700458	(65) 공개번호	특 1995-0702905
(22) 출원일자	1995년02월03일	(43) 공개일자	1995년08월23일
번역문제출일자	1995년02월03일		
(86) 국제출원번호	PCT/US 93/05827	(87) 국제공개번호	WO 94/03324
(86) 국제출원일자	1993년06월17일	(87) 국제공개일자	1994년02월17일
(81) 지정국	AP ARIPO특허 : 말라위 수단 EA EURASIAN특허 : 러시아 EP 유럽특허 : 영국 핀란드 OA OAPI특허 : 부르키나파소 베냉 중앙아프리카 콩고 코트디부아르 카 메룬 가봉 기네 말리 모리타니 니제르 세네갈 차드 토고 국내특허 : 오스트레일리아 바베이도스 캐나다 체코 헝가리 일본 북한 대한민국 스리랑카 몽고 마다가스카르 노르웨이 뉴질랜드 폴란드 루 마니아 슬로바키아 우크라이나		
(30) 우선권주장	7/924,214 1992년08월03일 미국(US)		
(73) 특허권자	바슈 앤드 롬 인코포레이티드 스티븐 에이. 헬링		
(72) 발명자	미합중국 뉴욕주 14604-2701 로체스터 원 바슈 앤드 롬 플레이스 바와 라안 소한신 미합중국 뉴욕 14450 페어포트 체스필드 록아웃 7 라이 유-친 미합중국 뉴욕 14534 피츠포드 카퍼우즈 23 난두 마헨드라 프렘지 미합중국 뉴욕 14626 로체스터 지너비어 드라이브 218		
(74) 대리인	나영환, 이상섭		

심사관 : 주영식

(54) 실리콘을 함유하는 하이드로겔 렌즈의 제조 방법

요약

본 발명은 실리콘 함유 단량체, 친수성 단량체 및 유기 희석제를 포함하는 단량체 혼합물을 제공하고; 상기 혼합물을 주형에 장입하고, 주형내의 제제를 경화시켜 성형품을 수득하고; 상기 성형품에서 유기 희석제를 제거하여 성형품의 기계 가공성을 개선시키고; 상기 성형품을 절삭 가공하여 소정의 구조를 갖는 콘택트 렌즈를 수득하는 것을 포함하는 실리콘 하이드로겔 콘택트 렌즈를 제조하는 방법에 관한 것이다.

명세서

[발명의 명칭]

실리콘을 함유하는 하이드로겔 렌즈의 제조 방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 실리콘 하이드로겔 렌즈를 제조하는 개선된 방법에 관한 것이다.

하이드로겔은 콘택트 렌즈용으로 바람직한 대표적인 유형의 물질이다. 하이드로겔은 평형 상태에서 물을 함유하는 수화 기교된 중합체 시스템이다. 하이드로겔 렌즈는 비교적 높은 산소 투과율을 제공할 뿐 아니라, 바람직한 생체적합성(biocompatibility) 및 편안함을 제공한다.

통상적인 하이드로겔 렌즈는 2-히드록시에틸 메타크릴레이트 또는 N-비닐피롤리돈과 같은 친수성 단량체를 주로 함유하는 단량체 혼합물로부터 제조된다. 이런 통상적인 하이드로겔 물질의 산소 투과율은 상기 물질의 수분 함량에 관계된다. 최근에는, 실리콘을 주성분으로 하는 물질이 물보다 산소 투과율이 더 높기 때문에 하이드로겔 제제에 실리콘 함유 단량체를 사용함으로써 하이드로겔 렌즈의 산소 투과율을 증가시키는 것이 바람직하다. 실리콘 하이드로겔(즉, 실리콘을 함유하는 하이드로겔)은 대개 하나 이상의 실리콘 함유 단량체 및 하나 이상의 친수성 단량체를 함유하는 혼합물을 중합시켜 제조된다. 실리콘 함유 단량체 또는 친수성 단량체는 가교제(가교제는 다수의 중합성 작용기를 갖는 단량체로서 정의됨)로서 작용할 수 있거나 또는 별도의 가교제가 사용될 수 있다.

스핀캐스팅(spincasting) 및 정지 캐스팅(static casting)을 포함하여 콘택트 렌즈를 제조할 때 단량체

혼합물을 경화시키는 다양한 방법이 공지되어 있다. 스펀캐스팅법은 미국 특허 제3,408,429호 및 제 3,660,545호에 개시되어 있고, 정지 캐스팅법은 미국 특허 제4,113,224호 및 제4,197,266호에 개시되어 있다. 주로 단량체 혼합물을 경화시킨 후 기계가공(machining operation)하여 소정의 최종 구조를 갖는 콘택트 렌즈를 제조한다.

콘택트 렌즈를 제조하기 위한 공지된 여러 기술에 의하면, 캐스팅법으로 소정의 후방 및 전방 렌즈 표면을 보유한 성형품을 제조할 수 있다. 예를 들면, 정지 캐스팅법에서, 소정의 전방 렌즈 표면을 형성하기 위한 표면을 포함하는 제1주형부 및 소정의 후방 렌즈 표면을 형성하기 위한 표면을 포함하는 제2주형부를 포함하는 주형에 단량체 혼합물을 장입시킬 수 있다. 스펀캐스팅법에서, 상기 단량체 혼합물은 소정의 전방 렌즈 표면을 형성하는 표면을 보유한 개방형 주형에 장입될 수 있고, 주형을 회전시키면 소정의 후방 렌즈 표면이 형성된다. 그러나, 상기 물품을 경화시킨 후의 기계가공 공정은 눈에 착용하기에 더욱 적합한 콘택트 렌즈를 제공하기 위해 여전히 필요할 수 있다. 상기 기계가공은 렌즈를 선반 절단하여 소정의 가장자리를 얻는 것, 렌즈 가장자리를 버프 연마시키는 것(buffing) 또는 렌즈 가장자리 또는 표면을 광택 처리하는 것을 포함한다.

공지된 다른 제조 기술에서, 캐스팅법은 소정의 전방 및/또는 후방 렌즈 표면을 보유하지 않는 성형품을 제조할 수 있다. 따라서, 캐스팅 공정 후에 기계가공 공정을 수행하여 소정의 렌즈 표면을 성형한다. 예로서, 미국 특허 제4,555,732호는 주형내에서 과량의 단량체 혼합물을 스펀캐스팅에 의해 경화시켜 전방 렌즈 표면 및 비교적 큰 두께를 갖는 성형품을 형성한 후, 경화된 스펀캐스팅 처리한 물품의 후면을 선반 절단하여 소정의 두께 및 후방 렌즈 표면을 갖는 콘택트 렌즈를 제조하는 방법을 개시하고 있다. 렌즈 표면을 선반 절단시킨 후, 전술한 가장자리 마무리 공정에서와 같이 추가로 기계가공시킬 수 있다.

그러나, 실리콘 하이드로겔 콘택트 렌즈 제조시 기계가공 공정을 포함한 상기 방법을 사용하고자 할 경우에 난점이 있다. 예를 들면, 실리콘 하이드로겔 물품은 대개 통상의 하이드로겔 물품보다 기계가공하기가 더 어려운데, 이는 실리콘 함유 단량체로 제조된 하이드로겔(특히, 회석제로 주조된 경우)이 통상의 단량체만으로 제조된 하이드로겔보다 더 유연하고 탄성이 크기 때문이다.

[발명의 개요]

본 발명은 소정의 최종 형상을 갖는 렌즈를 제조하기 위해 기계가공 공정을 이용하는 실리콘 하이드로겔 콘택트 렌즈의 제조 방법에 관한 것이다.

상기 방법은 하기 단계를 포함한다 :

실리콘 함유 단량체, 친수성 단량체 및 유기 회석제를 포함하는 단량체 혼합물을 제공하는 단계;

상기 혼합물을 주형에 장입하고, 주형내에서 혼합물을 경화시켜 성형품을 수득하는 단계;

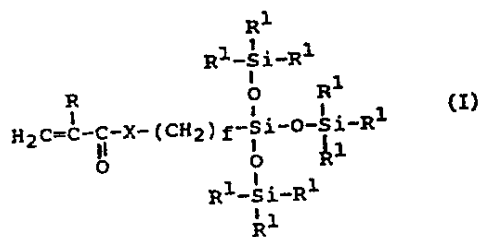
상기 성형품에서 유기 회석제를 제거하여 성형품의 기계가공성을 개선시키는 단계; 및

상기 성형품을 기계가공하여 소정의 구조를 갖는 콘택트 렌즈를 수득하는 단계.

[발명의 상세한 설명]

하나 이상의 실리콘 함유 단량체 및 하나 이상의 친수성 단량체를 포함하는 임의의 공지된 실리콘 하이드로겔 제제는 본 발명의 방법에 사용될 수 있으며, 이는 당업자에게 명백하다. 단량체 혼합물에 단량체를 첨가하여 성형품을 단량체 또는 예비중합체로서 수득할 수 있다. 그래서, 용어 “실리콘 함유 단량체” 및 “친수성 단량체”는 예비중합체를 포함하는 의미이다. 실리콘 함유 단량체의 예는 미국 특허 제 4,136,250호, 제4,153,641호, 제4,740,533호, 제5,034,461호 및 제5,070,215호에서 알 수 있다.

적절한 실리콘 함유 단량체의 예는 하기 일반식(I)로 표시되는 거대한 폴리실록사닐알킬 (메트)아크릴 단량체이다 :



상기 식에서,

X는 -O- 또는 -NR-을 나타내고;

각각의 R은 독립적으로 수소 또는 메틸을 나타내고;

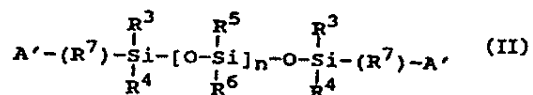
각각의 R¹은 독립적으로 저급 알킬 라디칼 또는 페닐 라디칼을 나타내고;

및 f는 1 또는 3 내지 10이다.

상기 거대 단량체의 예는 메타크릴옥시프로필 트리스(트리메틸실록시) 실란, 펜타메틸디실록사닐 메틸메타크릴레이트, 트리스(트리메틸실록시) 메타크릴옥시 프로필실란, 페닐테트라메틸디실록사닐에틸 아세테이트 및 메틸디(트리메틸실록시)메타크릴옥시메틸 실란을 포함한다.

실리콘 함유 단량체의 바람직한 유형은 하기 일반식(II)으로 표시되는 폴리(오르가노실록산) 예비중합체

이다 :



상기 식에서,

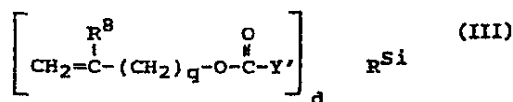
각각의 A' 는 독립적으로 활성 불포화기, 예컨대, 아크릴산 또는 메타크릴산의 에스테르 또는 아미드를 나타내며;

각각의 R³, R⁴, R⁵ 및 R⁶는 탄소 원자 사이에 에테르 결합을 가질 수 있는 C₁-C₁₈ 1가 탄화수소 라디칼 또는 할로겐 치환된 1가 탄화수소 라디칼로 구성된 군에서 독립적으로 선택되며;

R⁷은 C₁-C₂₂의 2가 탄화수소 라디칼을 나타내며; 및

n은 0 또는 1 이상의 정수이다.

실리콘 함유 단량체의 다른 바람직한 유형은 하기 일반식(III)의 실리콘 함유 비닐카보네이트 또는 비닐 카르바메이트 단량체를 포함한다.



상기 식에서,

Y' 는 -O-, -S- 또는 -NH-이며;

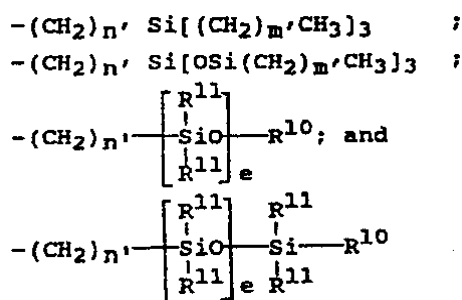
R^{Si}는 실리콘 함유 유기 라디칼을 나타내며;

R⁸은 수소 또는 메틸을 나타내며;

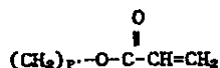
d는 1, 2, 3 또는 4이며; 및

q는 0 또는 10이다.

적절한 실리콘 함유 유기 라디칼 R^{Si}는 다음을 포함한다.



상기 식에서,



R¹⁰은 (이 때, p는 1 내지 6 임);

R¹¹은 C₁-C₆ 알킬 라디칼 또는 플루오로알킬 라디칼이며;

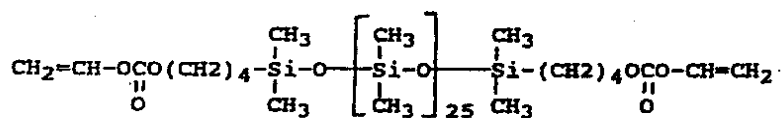
e는 1 내지 200이며;

n' 는 1, 2, 3 또는 40이며; 및

m' 는 0, 1, 2, 3, 4 또는 5이다.

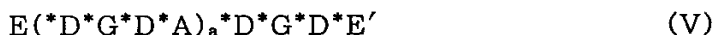
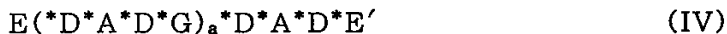
실리콘 함유 비닐카보네이트 또는 비닐 카르바메이트 단량체에는 특히 다음을 포함한다 : 1,3-비스[4-비닐옥시카르보닐옥시]부트-1-일]테트라 메틸디실록산 ; 3-(트리메틸실릴)프로필 비닐카보네이트 ; 3-(비닐

옥시카르 보닐티오)프로필[트리스(트리메틸실록시)실란] ; 3-[트리스(트리메틸실록시)실릴]프로필 비닐 카르바메이트 ; 3-[트리스(트리메틸실록시)실릴]프로필 알릴 카르바메이트 ; 3-[트리스(트리메틸실록시)실릴]프로필 비닐카보네이트 ; t-부틸디메틸실록시에틸 비닐카보네이트 ; 트리메틸실릴에틸 비닐카보네이트 ; 트리메틸실릴메틸 비닐카보네이트 ; 및 “V₂D₂₅” ,



이다.

실리콘 함유 단량체의 바람직한 다른 유형은 하기 일반식 (IV) 또는 (V)의 단량체를 포함한다 :



상기 식에서,

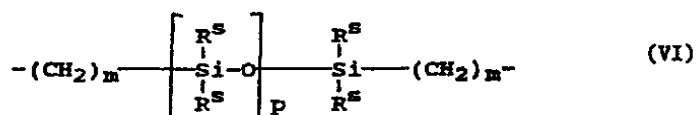
D는 C₆₋₃₀ 알킬 디라디칼, 알킬 시클로알킬 디라디칼, 시클로알킬 디라디칼, 아릴 디라디칼 또는 알킬아릴 디라디칼을 나타내며 ;

G는 C₁₋₄₀ 알킬 디라디칼, 시클로알킬 디라디칼, 알킬 시클로알킬 디라디칼, 아릴 디라디칼 또는 알킬아릴 디라디칼로서, 이들은 주 사슬내에 에테르, 티오 또는 아민 결합을 포함할 수 있으며 ;

*는 우레탄 또는 우레이드 결합을 나타내며 ;

a는 1 이상이며 ;

A는 하기 일반식 (VI)의 2가 중합체 라디칼이다 :



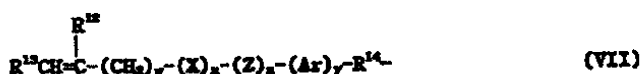
상기 식에서,

R^s는 각기 C₁₋₁₀ 알킬 또는 플루오로 치환된 알킬기로서, 이들은 탄소원자 사이에 에테르 결합을 지닐 수 있으며 ;

m은 1 이상이며 ;

p는 400-10,000 중량부이며 ; 및

E와 E'는 각기 하기 일반식 (VII)로 제시된 중합성 불포화 유기 라디칼이다 :



상기 식에서,

R¹²는 수소 또는 메틸이며 ;

R¹³은 수소, C₁₋₆ 알킬 라디칼 또는 -CO-Y-R¹⁵ 라디칼이며, 여기서 Y는 -O-, -S- 또는 -NH- 이며 ;

R¹⁴는 C₁₋₁₀ 2가 알킬렌 라디칼이며 ;

R¹⁵는 C₁₋₁₂ 알킬 라디칼이며 ;

X는 -CO- 또는 -OCO-를 나타내며 ;

Z는 -O- 또는 -NH-를 나타내며 ;

Ar은 C₆₋₃₀ 방향족 라디칼을 나타내며 ;

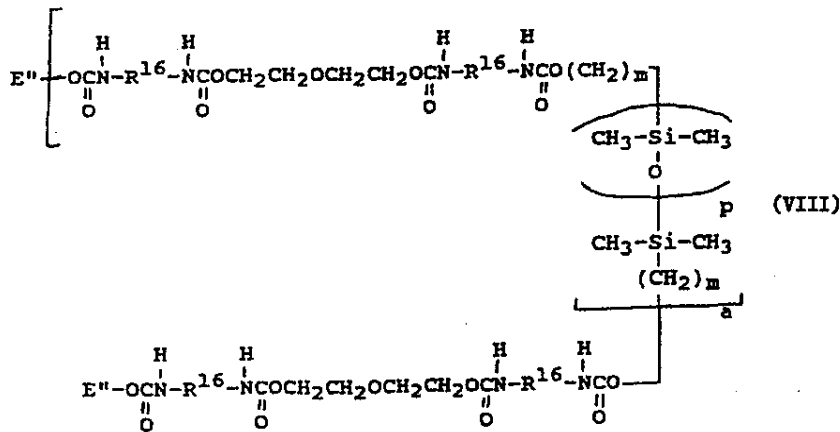
w는 0-60이며 ;

x는 0 또는 1이며 ;

y는 0 또는 1이며 ; 및

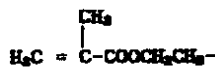
z는 0 또는 1이다.

바람직한 우레탄 단량체는 하기 일반식 (VIII)으로 표시된다 :



상기 식에서,

R^{16} 은 이소시아네이트기가 제거된 디이소시아네이트의 디라디칼, 예를 들면 이소포론 디이소시아네이트의 디라디칼이며;



각각의 E'' 는 식 $\text{H}_3\text{C} \approx \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ | \\ \text{C}-\text{COOCH}_2\text{CH}_3 \end{array}$ 으로 표시되는 기이다.

실리콘 함유 단량체를 다양한 친수성 단량체와 공중합시켜 실리콘 하이드로겔 렌즈를 제조할 수 있다. 적절한 친수성 단량체로는 불포화 카르복실산(예, 메타아크릴산 및 아크릴산); 아크릴로 치환된 알콜(예, 2-히드록시에틸메타 크릴레이트 및 2-히드록시에틸아크릴레이트); 비닐 락탐(예, N-비닐 피롤리돈) 및 아크릴 아마이드(예, 메타크릴아마이드 및 N,N-디메틸아크릴아마이드)를 포함한다. 다른 예로는 미국 특허 제 5,070,215호에 개시된 친수성 비닐카보네이트 또는 비닐 카르바메이트 단량체 및 미국 특허 제 4,910,277호에 개시된 친수성 옥사졸론 단량체가 있다. 당업자라면 다른 적절한 친수성 단량체를 명확히 알 수 있을 것이다.

출발 단량체 혼합물에는 유기 희석제가 포함된다. 본 명세서에서 사용된 용어 “유기 희석제”란 상기 출발 단량체 혼합물에서 성분들의 비상용성(incompatibility)을 최소화시키고 상기 출발 혼합물에서 이들 성분과는 거의 반응하지 않는 유기 화합물을 포함한다. 또한, 상기 유기 희석제는 단량체 혼합물을 공중합시켜 제조한 중합반응 생성물의 상이 분리되는 것을 최소화시킨다. 또한, 유기 희석제는 반응하는 중합체 혼합물의 유리전이온도를 일반적으로 낮춤으로써 더 효율적인 경화 공정을 제공하고, 최종적으로는 더 균일한 중합반응 생성물을 제공한다. 실리콘 함유 단량체를 포함하는 데 기인하여, 상기 출발 단량체 혼합물과 중합 반응 생성물의 균일성은 실리콘 하이드로겔에 있어서 매우 중요하다.

상술된 유기 희석제 예로는 모노히드릭 알콜, 특히 C_{6-10} 직쇄 지방족 모노히드릭 알콜(n-헥산올 및 n-노난올)이 바람직하며; 디올(예, 에틸렌 글리콜); 폴리올(예, 글리세린); 에테르(예, 디에틸렌 글리콜 모노에틸 에테르); 케톤(예, 메틸 에틸 케톤); 에스테르(예, 메틸 에난테이트); 및 탄화수소물(예, 톨루엔)을 포함한다. 유기 희석제는 주변 압력 또는 이에 가까운 압력에서 증발함으로써 경화된 물품으로부터 유기 희석제를 쉽게 제거할 정도로 충분한 휘발성을 갖는 것이 바람직하다. 당업자라면 다른 적합한 유기 희석제를 명확히 알 수 있을 것이다.

상기 유기 희석제는 소정의 효과를 제공하기에 유효한 양으로 사용된다. 일반적으로는 단량체 혼합물에 대해 5-60 중량%이며, 특히 바람직하게는 10-50 중량%이다.

본 방법에 따라, 하나 이상의 친수성 단량체, 하나 이상의 실리콘 함유 단량체 및 유기 희석제를 포함하는 단량체 혼합물은 정지 캐스팅 또는 스펀캐스팅과 같은 통상의 방법으로 경화된다.

이후에 충분한 양의 유기 희석제를 경화된 물품에서 제거하여 물품의 기계가공성을 향상시킨다. 본 출원인은 유기 희석제를 사용하면 단량체의 비상용성, 상분리 또는 불균일한 중합반응과 연관된 문제를 최소화할 수 있긴 하지만, 과량의 잔류 희석제는 정상의 유연한 실리콘 하이드로겔 물품의 점성 또는 탄성을 증가시키고 기계가공을 더 어렵게 할 수 있으며; 사실상, 경화된 물품의 기계가공을 전적으로 불가능하게 할 수도 있다는 사실을 발견했다. 놀랍게도, 본 발명의 방법은 렌즈의 뒤틀림과 같은 물품의 변형을 초래하지 않으면서 경화된 물품에서 유기 희석제를 제거하는 단계를 제공한다.

유기 희석제는 주변 압력 또는 이에 가까운 압력에서 제거되는 것이 바람직하며, 높은 온도를 적용하여 상기 희석제를 증발시키는 데 필요한 시간을 단축할 수 있다. 제거 단계에 필요한 시간, 온도 및 압력 조건은 희석제의 휘발성과 특정 단량체 성분 같은 인자에 따라 달라질 것이고, 당업자라면 이를 쉽게 측정할 수 있다. 바람직한 구체예에 따르면, 제거 단계에 적용되는 온도는 50°C 이상, 더욱 바람직하게는 55

℃ 이하다. 희석제를 제거한 후 경화된 물품은 바람직하게는 20 중량% 이하, 더욱 바람직하게는 5 중량% 이하의 희석제를 함유할 것이다.

유기 희석제를 제거한 후, 성형된 물품은 당래 기술에 공지된 여러 방법에 따라 기계가공된다. 기계가공 단계는 렌즈 표면을 선반 절단하는 것, 렌즈 가장자리를 선반 절단하는 것, 렌즈 가장자리를 버프 연마하는 것 또는 렌즈 가장자리나 표면을 광택처리하는 것을 포함한다. 본 방법은, 렌즈 표면이 점성이 있거나 탄성을 가질 때 렌즈 표면을 기계가공하는 것이 특히 어려우므로, 렌즈 표면을 선반 절단하는 방법에 있어서 특히 유리하다.

일반적으로 상기 기계가공 공정은 물품을 주형부에서 박리시키기 전에 수행된다. 기계가공 후, 렌즈를 주형부에서 박리시킨 다음 수화시킬 수 있다. 또는, 물품을 주형부에서 박리시킨 뒤 기계가공하고, 이어서 수화시킬 수도 있다.

대표적인 제제들을 이하에 제시한다. :

제제 A

성분	중량부
TRIS-VC	55
NVP	30
V ₂ D ₂₅	15
VINAL	1
n-노난올	15
다로커(Darocur)	0.2
착색제	0.05

제제 B

성분	중량부(또는 중량 %)
IDS3H	35
트리스	35
DMA	39
MAA	1
n-헥산올	40
TXN	0.1%
MDEA	0.2%
착색제	0.007%

제제 C

성분	중량부(또는 중량 %)
IDS3H	30
트리스	30
NVP	27
DMA	9
VDMO	1
HEMAvc	0.15
n-헥산올	30
다로커	0.5%
착색제	0.03%

제제 D

성분	중량부(또는 중량 %)
IDS3H	30
트리스	30
NVP	27
DMA	9
VDM	1
HEMAvc	0.15
n-노난올	30
다로커	0.5%
착색제	0.03%

제제 E

성분	중량부(또는 중량 %)
IDS3H	35
트리스	35
DMA	48
MAA	1
n-헥산올	40
TXN	0.1%
MDEA	0.2%
착색제	0.007%

위에 표시된 물질들은 다음을 이르는 것이다.

다로커 다로커-1173, UV 개시제

DMA N,N-디메틸아크릴아미드

HEMAvc 메타크릴옥시에틸 비닐카보네이트

IDS3H 이소포론 디이소시아네이트, 디에틸렌 글리콜 및 α, ω -비스 (히드록시부틸디메틸실릴)폴리실록산으로부터 유도되고 2-히드록시에틸 메타크릴레이트에 의해 그 말단이 캡핑된 우레탄 예비중합체(미국 특허 제5,034,461호에 개시)

MAA 메타크릴산

MDEA 메틸 디에탄올아민

NVP N-비닐 피롤리돈

착색제 1,4-비스[4-(2-메타크릴옥시에틸)페닐아미노]안트라퀴논

TRIS 트리스(트리메틸실록시)실릴프로필 메타크릴레이트

TRIS-VC 트리스(트리메틸실록시)실릴프로필 비닐 카르바메이트

TXN 티오크산톤

V₂D₂₅ 전술한 바와 같은 실리콘 함유 비닐카보네이트

VDMO 2-비닐-4,4-디메틸-2-옥사졸린-5-온

VINAL N-비닐옥사카르보닐 알라닌

다음은 실시예에 의거하여 본 발명의 바람직한 실시양태를 구체적으로 설명한다.

[실시예 1]

불활성 질소 대기하에서, 바렉스 수지(아크릴로니트릴과 메틸아크릴레이트로 이루어진 고무 개질 공중합체)로 제조된 깨끗한 개방형 오목 주형에 20 μ l의 제제 A를 주입하였다. UV 광(흑색광 UV 미터로 측정시, 1-2.5 mW/cm²) 존재하에 320rpm으로 약 5분 동안 상기 주형을 회전시키고, 추가로 약 30분 동안 UV 광에 노출시켜 경화를 완료했다.

렌즈를 60℃에서 3시간 동안 강제 기류 오븐(forced air oven)내에 유지시켜서 n-노난올을 제거하였다. 이어서, 렌즈를 주형내에 둔 채로 테두리 처리하고 25g의 힘을 가하여 6초 동안 1000 rpm으로 볼(ball) 버프 연마시켰다. 렌즈를 50℃의 수중에서 주형으로부터 수동으로 박리시키고, 실온의 이소프로판올 중에 서 최소 48 시간 동안 추출하였다. 이어서, 렌즈를 약 85℃의 물로 4 시간 동안 추출하였다. 최종적으로,

렌즈를 완충 염수를 함유하는 바이알 내에서 고압증기멸균시켰다.

[실시예 2]

불활성 질소 대기하에서, 바렉스 수지로 제조된 깨끗한 개방형 오목 주형에 30 μ l의 제재 B를 주입했다. UV 광(흑색광 UV 미터로 측정시, 1-2.5 mW/cm²) 존재하에 341 rpm으로 약 15분 동안 상기 주형을 회전시키고, 추가로 약 30분 동안 UV 광에 노출시켜 경화를 완료했다.

렌즈를 실온에서 하룻밤동안 방치해서 n-헥산올을 제거하였다. 이어서, 렌즈를 주형내에 둔 채로 테두리 처리하고 130g의 힘을 가하여 3초 동안 1000 rpm으로 볼 버프 연마시켰다. 렌즈를 에탄올/물 매체 중에서 주형으로부터 박리시키고, 실온의 에탄올 중에서 최소 48 시간 동안 추출한 후, 80℃의 물로 4 시간 동안 추출하였다. 최종적으로, 렌즈를 세정하고 신선한 완충 염수를 사용하여 고압증기멸균 시켰다.

[실시예 3]

불활성 질소 대기하에서, 바렉스 수지로 제조된 깨끗한 오목 주형 반구에 45 μ l의 제재 C를 주입하고 폴리프로필렌 수지로 제조된 볼록 주형 반구로 덮었다. 주형 반구들을 70 psi의 압력으로 가압하고, UV 광(스펙트로닉 UV 미터로 측정시, 6-11 mW/cm²) 존재하에 약 15분 동안 경화시키고, 추가로 약 5분 동안 UV 광에 더 노출시켰다.

상부 주형 반구를 제거하고, 렌즈를 강제 기류 오븐내에서 3시간 동안 60℃로 유지시켜서 n-헥산올을 제거하였다. 이어서, 렌즈의 가장자리를 선반 절단하고 60g의 힘을 가하여 2300 rpm으로 10초 동안 볼 버프 연마시켰다. 렌즈를 50℃의 수중에서 주형으로부터 수동으로 박리시키고, 실온의 이소프로판올 중에서 최소 48 시간 동안 추출한 후, 약 85℃의 물로 4 시간 동안 추출하였다. 최종적으로, 신선한 완충 염수를 사용하여 렌즈를 살균 소독하였다.

[실시예 4]

불활성 질소 대기하에서, 바렉스 수지로 제조된 깨끗한 개방형 오목 주형에 80 μ l의 제재 C를 주입하였다. 주형들을 UV 광(스펙트로닉 UV 미터로 측정시, 6-10 mW/cm²) 존재하에 약 20분 동안 약 400 rpm으로 회전시키고, 추가로 약 12분 동안 UV 광에 노출시켰다.

성형품을 강제 기류 오븐 내에서 3 시간 동안 60℃로 유지시켜서 n-헥산올을 제거하였다. 이어서, 성형품의 후방을 선반 절단한 후, 렌즈를 30초 동안 광택처리하였다. 렌즈를 50℃의 수중에서 주형으로부터 수동으로 박리시키고, 이소프로판올 중에서 최소 48 시간 동안 추출한 후, 약 85℃의 수중에서 4 시간 동안 추출하였다. 최종적으로, 렌즈를 완충 염수중에서 고압증기멸균 시켰다.

[실시예 5]

제재 C 대신에 30 중량부의 n-노난올을 포함하는 제재 D를 사용한 것을 제외하고는 실시예 4의 절차에 따라 수행하였다.

[실시예 6]

제재 X-1, X-2 및 X-3 (각각 10, 15 및 20 중량부의 n-헥산올 함유)를 각각 평면형 폴리프로필렌 원반 주형에 정지 캐스팅하여 UV 광으로 경화시켰다. 경화된 평면형 원반을 검사했다. 각각 15 및 20 중량부의 n-헥산올을 함유하는 제재 X-2 및 X-3으로 캐스팅된 원반은 너무 두꺼워서 과량의 잔류 n-헥산올로 인해 테두리를 기계가공하기가 곤란한 반면, 단지 10중량부의 n-헥산올을 함유하는 제재 X-1으로 캐스팅된 원반은 비-점성인 것으로 나타났다.

제재 X-1, X-2, X-3

성분	중량부(또는 중량 %)
IDS3H	35
트리스	35
DMA	30
n-헥산올	10, 15, 20
BME	0.2%
BME	벤조인 메틸 에테르, UV 개시제

[실시예 7]

실시예 1의 절차에 따라 제재 A (15중량부의 n-헥산올 함유)로 렌즈를 스펀캐스팅하였다. 스펀캐스팅된 렌즈를 주형내에 둔 채로 50℃, 55℃ 및 60℃의 온도로 유지되는 강제 기류 오븐내에 방치했다.

55℃ 및 60℃에서 건조시킨 렌즈에 대해서, 주형내에 있는 2개의 렌즈를 각각 0(대조예), 1, 2, 3, 4, 5, 6 및 24시간 간격으로 오븐에서 제거하고, 2ml의 이소프로판올로 최소 12 시간 동안 추출하였다. 50℃에서 건조된 렌즈에 대해서, 주형내에 있는 2개의 렌즈를 각각 0(대조예), 1, 6 및 25시간 간격으로 제거하고, 각 샘플을 2ml의 이소프로판올로 최소 12 시간 동안 추출하였다. 각 이소프로판올 추출물(0.1 μ l) 시료를 채취하고 모세관 가스 크로마토그래피를 수행하여 n-노난올 함량을 측정하였다.

55℃ 및 60℃에서 2시간 건조시킨 후, 그리고 50℃에서 6시간 건조시킨 후 샘플중의 n-노난올 함량(%)은 대조예의 5% 이하였다.

[실시예 8]

실시예 1의 절차에 따라 제제 A (15 중량부의 n-노난올 함유)로 렌즈를 다시 스펀캐스팅하였다. 스펀캐스팅된 렌즈를 주형내에 둔 채로 55℃의 온도로 유지되는 강제 기류 오븐내에 방치했다. 10개의 주형을 각각 1, 2, 3, 4, 5 및 6시간과 24시간(대조예) 간격으로 제거하고, 렌즈를 실시예 1의 절차에 따라 테두리 처리 하였다.

55℃에서 1시간 동안 유지시킨 렌즈의 가장자리는 조합한 외관을 가졌으며 테두리 처리 후에 부서진 반면, 55℃에서 24 시간 동안 유지시킨 렌즈는 매끈하게 테두리 처리되었다. 테두리 처리가 불량한 렌즈는 렌즈내에 과량의 잔류 n-노난올을 함유하고 있었다. 55℃에서 2시간 이상 유지시킨 렌즈는 55℃에서 24 시간 동안 유지시킨 렌즈에 필적하게 테두리 처리되었다. 따라서, 렌즈를 55℃에서 2 시간 이상 유지 함으로써 스펀캐스팅된 렌즈로부터 희석제를 충분히 제거하여 렌즈의 가장자리를 기계가공하였다. 실시예 7로부터의 데이터를 기초로 할 때, n-노난올을 5% 이하로 제거하는 것은 매끈한 테두리 처리를 수행하기에 충분하였다.

이상은 특정의 바람직한 실시예에 의거하여 설명하였지만, 당업자라면 본 발명이 이들에 제한되는 것이 아니며 다양한 변경 및 수정이 가능함을 이해할 것이다.

(57) 청구의 범위**청구항 1**

하기 단계를 포함하는 실리콘 하이드로겔 콘택트 렌즈를 제조하는 방법 : (a) 실리콘 함유 단량체, 친수성 단량체 및 유기 희석제를 포함하는 단량체 혼합물을 제공하는 단계; (b) 상기 단량체 혼합물을 주형에 장입하고, 주형내에서 제제를 경화시켜 성형품을 수득하는 단계; (c) 상기 성형품에서 희석제를 제거하여 성형품의 기계가공성을 개선시키는 단계; 및 (d) 상기 성형품을 기계가공하여 콘택트 렌즈를 수득하는 단계.

청구항 2

제1항에 있어서, 전방 렌즈 표면을 형성하기 위한 표면을 포함하는 제1주형부 및 후방 렌즈 표면을 형성하기 위한 표면을 포함하는 제2주형부를 포함하는 주형에 상기 단량체 혼합물을 장입하는 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단량체 혼합물을 스펀캐스팅(spincasting)에 의해 경화시키는 방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 (d)가 렌즈 표면을 기계가공하는 것을 포함하는 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 기계가공이 후방 렌즈 표면을 선반 절단하는 것을 포함하는 방법.

청구항 6

제4항에 있어서, 상기 기계가공이 전방 렌즈 표면을 선반 절단하는 것을 포함하는 방법.

청구항 7

제4항에 있어서, 상기 기계가공이 렌즈 표면을 광택 처리하는 것을 포함하는 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 단계 (d)가 렌즈 형태의 물품의 가장자리를 기계가공하는 것을 포함하는 방법.

청구항 9

제8항에 있어서, 상기 기계가공이 상기 가장자리를 선반 절단시키는 것을 포함하는 방법.

청구항 10

제8항에 있어서, 상기 기계가공이 상기 가장자리를 버프 연마하는 것을 포함하는 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 하기 단계를 포함하는 방법 : (a) 상기 단량체 혼합물을 제공하는 단계; (b) 전방 렌즈 표면을 형성시키기 위한 오목 표면을 포함하는 주형에 과량의 상기 혼합물을 장입하고 주형내에서 제제를 스펀캐스트 경화시켜 전방 렌즈 표면을 갖는 성형품을 수득하는 단계; (c) 상기 성형품에서 희석제를 제거하여 성형품의 기계가공성을 개선시키는 단계; 및 (d) 상기 물품의 후면을 선반 절단하여 콘택트 렌즈를 수득하는 단계.

청구항 12

제1항에 있어서, 하기 단계를 포함하는 방법 : (a) 상기 단량체 혼합물을 제공하는 단계; (b) 전방 렌즈 표면을 형성하기 위한 표면을 포함하는 제1주형부 및 후방 렌즈 표면을 형성하기 위한 표면을 포함하는 제2주형부를 포함하는 주형에 상기 단량체 혼합물을 장입하고, 주형내에서 상기 제제를 경화시켜 전방 및 후방 렌즈 표면을 갖는 렌즈 형태의 물품을 수득하는 단계; (c) 희석제를 제거하여 상기 물품의 기계가공

성을 개선시키는 단계; 및 (d) 상기 물품의 가장자리를 기계가공하여 콘택트 렌즈를 수득하는 단계.

청구항 13

제1항에 있어서, 하기 단계를 포함하는 방법 : (a) 상기 단량체 혼합물을 제공하는 단계; (b) 전방 렌즈 표면을 형성하기 위한 음각(negative) 성형 표면을 포함하는 주형에 상기 단량체 혼합물을 장입하고, 주형내에서 단량체 혼합물을 스펀캐스트 경화시켜 전방 렌즈 표면 및 후방 렌즈 표면을 갖는 렌즈 형태의 물품을 수득하는 단계; (c) 희석제를 제거하여 성형품의 기계가공성을 개선시키는 단계; 및 (d) 상기 물품의 가장자리를 기계가공하여 콘택트 렌즈를 수득하는 단계.

청구항 14

제1항에 있어서, 상기 단계 (d)에서 수득한 렌즈를 수화시키는 것을 추가로 포함하는 방법.

청구항 15

제1항에 있어서, 상기 유기 희석제가 알콜인 방법.

청구항 16

제15항에 있어서, 상기 유기 희석제가 n-헥산올 및 n-노난올로 구성된 군에서 선택되는 방법.

청구항 17

제15항에 있어서, 상기 단계(c)가 고온에서 상기 성형품을 건조시키는 것을 포함하는 방법.

청구항 18

제1항에 있어서, 상기 실리콘 함유 단량체가 실리콘 함유 비닐카보네이트 예비중합체 및 실리콘 함유 비닐 카르바메이트 예비중합체로 구성된 군에서 선택되는 방법.

청구항 19

제1항에 있어서, 상기 실리콘 함유 단량체가 실리콘 함유 우레탄 예비중합체인 방법.

청구항 20

제1항의 방법으로 제조된 실리콘 하이드로겔 콘택트 렌즈.