

DIN EN ISO 18369-4



ICS 11.040.70

Entwurf

Einsprüche bis 2016-07-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 18369-4:2006-11

**Augenoptik –
Kontaktlinsen –
Teil 4: Physikalisch-chemische Eigenschaften von
Kontaktlinsenmaterialien (ISO/DIS 18369-4:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 18369-4:2016**

Ophthalmic optics –
Contact lenses –
Part 4: Physicochemical properties of contact lens materials (ISO/DIS 18369-4:2016);
German and English version prEN ISO 18369-4:2016

Optique ophtalmique –
Lentilles de contact –
Partie 4: Propriétés physicochimiques des matériaux des lentilles de contact
(ISO/DIS 18369-4:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 18369-4:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-05-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nafuo@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Feinmechanik und Optik (NAFuO) (Hausanschrift: Alexander-Wellendorff-Str. 2, 75172 Pforzheim).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 89 Seiten

DIN-Normenausschuss Feinmechanik und Optik (NAFuO)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18369-4:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 172 „Optics and photonics“ in Zusammenarbeit mit dem CEN/TC 170 „Augenoptik“ (beide Sekretariate: DIN, Deutschland) erarbeitet.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 027-01-08 AA „Augenoptik“, Arbeitskreis „Kontaktlinsen“ im DIN-Normenausschuss Feinmechanik und Optik (NAFuO).

Die Internationale Norm ISO 18369 besteht aus den folgenden Teilen, unter dem Haupttitel *Ophthalmic optics — Contact lenses*:

- *Part 1: Vocabulary, classification system and recommendations for labelling specifications*
- *Part 2: Tolerances*
- *Part 3: Measurement methods*
- *Part 4: Physicochemical properties of contact lens materials*

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 18369-1	siehe	DIN EN ISO 18369-1
ISO 18369-3	siehe	DIN EN ISO 18369-3

Es wird darauf hingewiesen, dass für die in der vorliegenden Norm verwendete Einheit „Dioptrie“ (SI-Einheit: m^{-1}) in Deutschland das Symbol „dpt“ gesetzlich festgelegt und daher anstelle dem in anderen Ländern vielfach üblichen Symbol „D“ zu verwenden ist. Dies ist in der Ausführungsverordnung zum Gesetz über die Einheiten im Messwesen und die Zeitbestimmung (Einheitenverordnung - EinhV), Anlage 1 (zu § 1) festgelegt.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 18369-4 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 18369-4:2006-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ergänzungen zum Prüfbericht in 4.4.5;
- b) Verschiebung und Erweiterung der „Bestimmung der Sauerstoffdurchlässigkeit unter Verwendung des coulometrischen Verfahrens“ in den informativen Anhang A;
- c) Verschiebung und Erweiterung der „Bestimmung des Wassergehalts durch Refraktionsmessung“ in den informativen Anhang B;

- d) Ergänzung der „Berechnung der Sauerstoffdurchlässigkeit von Hydrogellinsen basierend auf dem Wassergehalt“ im informativen Anhang C;
- e) Ergänzung der „Messung der Brechzahl mittels Prismenrefraktometer“ im informativen Anhang D;
- f) Aktualisierung der Literaturhinweise;
- g) Anpassung der Norm an die aktuellen Gestaltungsregeln;
- h) Übernahme der überarbeiteten Fassung des Internationalen Normentwurfs (z. Zt. ISO/DIS 18369-4).

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN EN ISO 14534, *Augenoptik — Kontaktlinsen und Kontaktlinsenpflegemittel — Grundlegende Anforderungen*

DIN EN ISO 18369-1, *Augenoptik — Kontaktlinsen — Teil 1: Begriffe, Einteilung von Kontaktlinsenmaterialien und Empfehlungen für die Schreibweise von Kontaktlinsenspezifikationen*

DIN EN ISO 18369-2, *Augenoptik — Kontaktlinsen — Teil 2: Grenzabweichungen*

DIN EN ISO 18369-3, *Augenoptik — Kontaktlinsen — Teil 3: Messverfahren*

— Leerseite —

Augenoptik — Kontaktlinsen — Teil 4: Physikalisch-chemische Eigenschaften von Kontaktlinsenmaterialien (ISO/DIS 18369-4:2016)

Optique ophtalmique — Lentilles de contact — Partie 4 : Propriétés physicochimiques des matériaux des lentilles de contact (ISO/DIS 18369-4:2016)

Ophthalmic optics — Contact lenses — Part 4: Physicochemical properties of contact lens materials (ISO/DIS 18369-4:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Physikalisch-chemische Eigenschaften von Kontaktlinsen	7
4.1 Wiederholpräzision, Prüfverfahren und Einheiten	7
4.2 Extrahierbare Anteile	8
4.2.1 Allgemeines	8
4.2.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens	8
4.2.3 Prüfeinrichtungen	9
4.2.4 Reagenzien	10
4.2.5 Prüfmuster	10
4.2.6 Vorgehensweise	10
4.2.7 Berechnung der Ergebnisse	11
4.2.8 Prüfbericht	11
4.3 Verformung durch Stauchung und Bruch bei formstabilen Kontaktlinsen	12
4.3.1 Kurzbeschreibung des Verfahrens	12
4.3.2 Muster	12
4.3.3 Vorbereitung der Muster	13
4.3.4 Geräte	13
4.3.5 Vorgehensweise	15
4.3.6 Ergebnisse	15
4.3.7 Prüfbericht	16
4.4 Sauerstoff-Permeabilität	16
4.4.1 Allgemeines	16
4.4.2 Festlegungen, die für alle Verfahren gleichermaßen gelten	17
4.4.3 Polarographisches Verfahren	18
4.4.4 Normalisierung der korrigierten Sauerstoffpermeabilität mittels Referenzlinsen	27
4.4.5 Prüfbericht	27
4.5 Brechzahl	28
4.5.1 Allgemeines	28
4.5.2 Abbe-Refraktrometer	28
4.5.3 Muster	28
4.5.4 Vorgehensweise	29
4.5.5 Darstellung der Prüfergebnisse	30
4.5.6 Prüfbericht	30
4.6 Wassergehalt	30
4.6.1 Allgemeines	30
4.6.2 Gravimetrische Bestimmung des Wassergehalts/Absorptionsverlust durch Trocknung mit einem Ofen	30
4.6.3 Prüfbericht	32
5 Prüfbericht	32
Anhang A (informativ) Bestimmung der Sauerstoffdurchlässigkeit unter Verwendung des coulometrischen Verfahrens	33

A.1	Allgemeines	33
A.2	Kurzbeschreibung des Verfahrens.....	33
A.3	Berechnete Werte.....	33
A.4	Randeffekt.....	34
A.5	Grenzflächen-Effekt.....	34
A.6	Reagenzien und Materialien.....	34
A.7	Geräte.....	34
A.7.1	Sauerstoffgas-Übertragungsgerät	34
A.7.2	Diffusionszelle	36
A.7.3	Neopren-O-Ring	36
A.7.4	Heizsystem und Sauerstofffalle.....	37
A.7.5	Coulometrischer Sensor.....	37
A.7.6	Coulometrischer Sensor und Anzeigegerät	37
A.8	Aufbereitung der Muster	38
A.9	Vorgehensweise.....	38
A.9.1	Dicke der Muster	38
A.9.2	Vorbereitung des Geräts.....	38
A.9.3	Einlegen des Musters	38
A.9.4	Reinigung des Systems von Sauerstoff	38
A.9.5	Bestimmung der Ausgangs-Spannung	38
A.9.6	Berechnung der Rate des Sauerstoffflusses ($\mu\text{l O}_2/\text{s}$)	38
A.9.7	Bestimmung der Kalibrierungskonstanten (K) mittels Referenzfilmen	39
A.9.8	Verfahrensweisen bei Abschaltung des Geräts	39
A.10	Prüfbericht.....	40
Anhang B (informativ) Bestimmung des Wassergehalts aus der Brechzahl.....		41
Anhang C (informativ) Berechnung der Sauerstoffdurchlässigkeit von Hydrogellinsen basierend auf dem Wassergehalt.....		42
Anhang D (informativ) Messung der Brechzahl mittels Prismenrefraktometer		43
D.1	Allgemeines	43
D.2	Kurzbeschreibung des Verfahrens.....	43
D.3	Verfahren.....	44
D.4	Ergebnisse.....	44
D.5	Prüfbericht.....	44
Literaturhinweise.....		45

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 18369-4:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 172 „Ophthalmic optics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 170 „Augenoptik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 18369-4:2006-11 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 18369-4:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 18369-4:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Föderation von Nationalen Normungsorganisationen (ISO Mitglieder). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, das Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison, nehmen ebenfalls an der Erarbeitung teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Regeln nach ISO/IEC Direktive, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe von Technischen Komitees ist es Internationale Normen zu erarbeiten. Internationale Norm-Entwürfe, die von Technischen Komitees verabschiedet wurden, werden den Mitgliedsorganisationen zur Abstimmung zur Verfügung gestellt. Für die Veröffentlichung als Internationale Norm werden mindestens 75 % Zustimmung der Mitgliedsorganisationen benötigt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/172 *Optics and photonics*, Unterkomitee SC 7 zusammen mit dem technischen Komitee CEN/TC 170, *Augenoptik*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste (ISO 18369-9:2006), die technisch überarbeitet wurde.

ISO 18369 besteht aus folgenden Teilen, unter dem Haupttitel *Ophthalmic optics – Contact lenses*:

- *Part 1: Vocabulary, classification system and recommendation for labelling specifications*
- *Part 2: Tolerances*
- *Part 3: Measurement methods*
- *Part 4: Physicochemical properties of contact lens materials*

Einleitung

Die Normenreihe ISO 18369 gilt für Kontaktlinsen, welche zum Tragen auf der Vorderfläche des Auges und in Kontakt mit dem Tränenfilm vorgesehen sind.

ISO 18369-1 befasst sich mit der Terminologie und Symbolen, der Klassifikation von Kontaktlinsenmaterialien und der Spezifikation von Kontaktlinsen.

Die Normenreihe ISO 18369 legt Grenzwerte für die Parameter sowie die sonstigen Eigenschaften von Kontaktlinsen fest, die gegeben sein müssen, damit die Kontaktlinse für den vorgesehenen Zweck tauglich ist. Dies umfasst Grenzwerte für Einstärkenkontaktlinsen und Bifokalkontaktlinsen, für Kontaktlinsen mit Transmissionseigenschaften, welche die Intensität oder die spektrale Zusammensetzung des Lichts in irgendeiner Weise verändern (gefärbte oder pigmentierte Kontaktlinsen, wie solche mit Verstärkung, Anpassung und/oder durchsichtige Einfärbungen) und für Kontaktlinsen mit signifikanter UV-absorbierender Wirkung.

ISO 18369-3 befasst sich mit dem anwendbaren Messverfahren für die Kontaktlinsenparameter.

ISO 18369-4 gilt für Kontaktlinsenmaterialien und empfohlene Verfahren für die Bestimmung dieser Materialien.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 18369 legt die Verfahren zur Prüfung der physikalisch-chemischen Eigenschaften von Kontaktlinsenmaterialien fest. Im Einzelnen handelt es sich um: Extrahierbare Substanzen, Verformung durch Stauchung und Bruch, Sauerstoff-Permeabilität, Brechzahl und Wassergehalt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO/DIS 18369-1:2016, *Ophthalmic optics — Contact lenses — Part 1: Vocabulary, classification system and recommendations for labelling specifications*

ISO/DIS 18369-3:2016, *Ophthalmic optics — Contact lenses — Part 3: Measurement methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung von diesem Dokument gelten die Begriffe nach ISO 18369-1.

4 Physikalisch-chemische Eigenschaften von Kontaktlinsen

4.1 Wiederholpräzision, Prüfverfahren und Einheiten

Bei den in Tabelle 1 angegebenen physikalisch-chemischen Eigenschaften bzw. Bedingungen handelt es sich um messbare Eigenschaften von Hydrogelmaterien und Nicht-Hydrogelmaterien, die in der Herstellung von Kontaktlinsen bewährt sind.

Tabelle 1 — Physikalisch-chemische Eigenschaften: Prüfverfahren und Einheiten

Eigenschaften	Einheiten	Prüfverfahren	Wiederholpräzision
Extrahierbare Anteile	Masse %	4.2	b
Verformung durch Stauchung	g	4.3	b
Sauerstoff-Permeabilität	Dk-Einheiten ^a	4.4	10 %
Brechzahl	dimensionslos	4.5	0,01
Wassergehalt	Gewichts %	4.6	2 % absolut
^a Der Dk-Wert wird in sogenannten „DK-Einheiten“, das sind $10^{-11} \text{ (cm}^2/\text{s) ml O}_2/(\text{ml} \times \text{mmHg})$ angegeben.			
^b Die Wiederholpräzision dieser Prüfergebnisse ist in den betreffenden Laboratorien gemäß den in ISO 18369-1 angegebenen Definitionen zu ermitteln.			

Andere Prüfverfahren und Geräte dürfen verwendet werden, vorausgesetzt die Richtigkeit und Genauigkeit sind gleich oder besser als die der beschriebenen Prüfverfahren.

Abschnitt 4 gilt für Prüflabore, Lieferanten und Anwender von Kontaktlinsenprodukten oder Dienstleistungen bei denen Messergebnisse verwendet werden, um die Übereinstimmung mit festgelegten Anforderungen zu belegen.

Bei der Entwicklung neuer Prüfverfahren, sollten diese in der Lage sein die verschiedenen Parameter mit einer Wiederholpräzision (R&R) von $\leq 30\%$ der erlaubten Grenzabweichung zu messen. Eine Auflösung von mehr als 10% der Grenzabweichung kann verwendet werden, wird aber die Bestimmung der Richtigkeit, Genauigkeit, Prozesseignung und Anzeigekapazität beeinflussen. Die Anzahl von unabhängigen Messungen sollte für jedes Verfahren so gewählt werden, dass eine angemessene Genauigkeit und Richtigkeit gewährleistet ist.

4.2 Extrahierbare Anteile

4.2.1 Allgemeines

Die Soxhlet-Extraktion mit verschiedenen Lösemitteln ist ein Standard-Verfahren zur quantitativen Bestimmung der aus Kontaktlinsen extrahierbaren Anteile. Die Kontaktlinsen werden bis zur Massenkonzanz getrocknet und die Differenz zwischen der ursprünglichen Trockenmasse der Kontaktlinse und der Trockenmasse nach Extraktion ergibt die Menge an extrahierbaren Anteilen.

Die Kenntnis der Menge und der Art der extrahierbaren Anteile ist bei der Bewertung von neuen Kontaktlinsenmaterialien und der Erstellung des nachfolgenden vorklinischen Untersuchungsprogramms hilfreich. Das aus den Kontaktlinsen extrahierte Material kann mittels geeigneter chromatographischer, spektralphotometrischer und nasschemischer Analysenverfahren untersucht werden, um Rückstände von Monomeren, Vernetzungsmitteln, Katalysatoren, usw., die während des Polymerisationsprozesses eingesetzt wurden, zu bestimmen.

4.2.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Das beschriebene Extraktionsverfahren verwendet das übliche Soxhlet-Gerät. Zur Extraktion werden Wasser und mindestens ein geeignetes organisches Lösemittel verwendet. Bei der Auswahl des (der) zu verwenden- den organischen Lösemittel(s) sollte die Auswirkung des Lösemittels auf die Matrix des Materials berücksichtigt werden. Im Idealfall sollte ein Lösemittel das Kontaktlinsenmaterial weder aufquellen lassen noch abbauen. Bei der Entwicklung von neuen Kontaktlinsenmaterialien kann jedoch ein Lösemittel, das eine reversible Quellung verursacht, wertvolle Informationen über eine mögliche Extraktion über längere Zeitspannen hinweg geben. Die Wahl eines Lösemittels, welches das Polymer während der Extraktion abbaut, wird nicht empfohlen, da es sowohl quervernetztes und nicht quervernetztes Material entfernt, was zu einer ungenauen Messung der extrahierbaren Anteile führt.

4.2.3 Prüfeinrichtungen

Es muss ein Standard-Borosilikatglas-Soxhlet-Extraktionsgerät (siehe Bild 1), bestehend aus Soxhlet-Extraktor (Empfehlung 30 ml), Kühler, Rundkolben (Empfehlung 100 ml), und Heizmantel, verwendet werden. Eine Extraktionshülse aus perforiertem Edelstahl, gesintertem Glas, Papier oder gleichwertigem und mit einem Glaswollstöpsel oder einem geeigneten Verschluss muss verwendet werden. Es wird ein Vakuumofen oder ein anderes gleichwertiges Trockengerät, sowie eine Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg, benötigt.

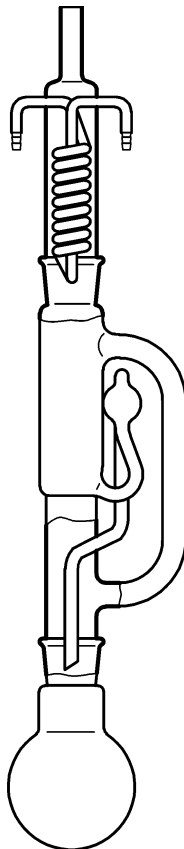


Bild 1 — Extraktionsgerät

4.2.4 Reagenzien

Es muss destilliertes oder entionisiertes Wasser der Qualität 3 nach ISO 3696:1987 verwendet werden. Bei dem verwendeten Lösemittel (siehe Tabelle 2) sollte es sich um Lösemittel der Qualität „zur Analyse“ oder besser handeln. Siedesteine oder Glasperlen, in Laborqualität, sowie ein geeignetes aktives Trocknungsmittel sind erforderlich. Die Auswahl des Trocknungsmittels hängt von den Eigenschaften des Prüfmaterials ab.

Tabelle 2 — Leitfaden für die Auswahl von Lösemitteln zur Anwendung bei der Extraktion von Kontaktlinsen

Material	Empfohlene Lösemittel	Bewirkt
Hydrogele (einschliesslich Silikon-Hydrogele)	Wasser (destilliert oder entionisiert) <i>n</i> -Hexan oder organischer Alkohol (z. B. Ethanol, Isopropanol, oder Methanol)	leichte Extraktion (simuliert die Extraktion auf dem Auge) leichte Extraktion (nichtpolares Lösemittel) Extraktion der meisten unvernetzten Anteile (verursacht aber Quellung und baut das Material möglicherweise ab)
formstabile und Silikon-Elastomere	Wasser (destilliert oder entionisiert) oder <i>n</i> -Hexan Dichlormethan oder Chloroform	leichte Extraktion (simuliert die Extraktion auf dem Auge) leichte Extraktion (nichtpolares Lösemittel) Extraktion aller unvernetzten Anteile (verursacht aber Quellung und baut das Material voraussichtlich ab)

4.2.5 Prüfmuster

Die Prüfmuster müssen für das fertige Produkt repräsentativ sein und müssen die Form fertiger Kontaktlinsen haben. Sie müssen so weit wie möglich genauso wie im üblichen Herstellungsprozess hergestellt und oberflächenbehandelt worden sein, einschließlich der Sterilisation. Es muss eine ausreichende Anzahl an Kontaktlinsen ausgewählt werden, so dass die gesamte Trockenmasse vor der Extraktion nicht unter 200 mg liegt.

Hydrophile Kontaktlinsen werden üblicherweise in einer Lösung, die anorganische Salze enthält, verpackt. Bei der Verwendung von Wasser als Extraktionsmittel sollte in der Berechnung des Ergebnisses der Beitrag des Gehalts der Versandlösung an anorganischen Salzen berücksichtigt werden. Zur genauen Bestimmung der Auswirkung des Salzgehalts auf das errechnete Ergebnis ist der Wassergehalt der Kontaktlinsen erforderlich. Alternativ dürfen die Kontaktlinsen vor Beginn der Extraktion bei mindestens zwei Wasserwechseln jeweils 24 h bei Raumtemperatur äquilibriert werden.

4.2.6 Vorgehensweise

Die Kontaktlinsen, vorzugsweise unter Vakuum, bei $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ oder einer anderen geeigneten Temperatur bis zur Massenkonstanz trocknen.

ANMERKUNG 1 Trocknung bis zur Massenkonstant ist erreicht, wenn zwei aufeinanderfolgende Messungen zwischen Trocknungsschritten sich um nicht mehr als 0,5 mg je g Linsenmasse unterscheiden.

Vor dem Wägen die Kontaktlinsen entweder unter Vakuum oder in einem geschlossenen Behälter durch aktives Trocknungsmittel auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Die trockenen Kontaktlinsen auf $\pm 0,1\text{ mg}$ wägen (m_1). Dann die Kontaktlinsen in die Extraktionshülse geben und, falls erforderlich, die Siedesteine in den Kolben geben und den Kolben bis auf etwa 70 % seines Nennvolumens mit dem geeigneten Lösemittel

(siehe Tabelle 2) füllen. Den Kolben in den Heizmantel einsetzen. Die Extraktionshülse in den Soxhlet-Extraktor einsetzen. Der Soxhlet-Extraktor an den Kolben anschließen. Ein Kühler oben auf das Extraktionsgerät montieren. Bei der Verwendung von flüchtigem oder entflammbarem Lösemittel sollte das Gerät in einen Abzug gestellt werden.

Heizung und Wasser anschalten und die Kontaktlinsen für mindestens 4 h extrahieren. Das Lösemittel auf Raumtemperatur abkühlen lassen, bevor die Kontaktlinsen aus der Extraktionshülse entnommen werden. Die Kontaktlinsen, wie oben beschrieben, bis zur Massenkonstanz trocknen und dann auf $\pm 0,1$ mg wägen (m_2). Die Ergebnisse mit Gleichung 1 berechnen.

ANMERKUNG 2 Wenn die getrockneten Linsen zerbrechlich sind oder eine Fragmentierung, die zu Messungenauigkeiten führt, aufgetreten ist, kann die Extraktionslösung quantitativ bis zur Massenkonstanz verdampft werden und die verbleibenden extrahierbaren Stoffe auf 0,1 mg (m_3) ausgewogen werden. In diesem Fall, Ergebnis nach Gleichung 2 berechnen.

4.2.7 Berechnung der Ergebnisse

Die Menge der extrahierten Anteile muss als prozentualer Massenanteil, ($m_{\text{extracted}}$) in Prozent, der ursprünglichen Trockenmasse berechnet werden [nach Gleichung 1]:

$$\%_{\text{extracted}} = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

m_1 die Masse der nicht extrahierten Kontaktlinsen;

m_2 die Masse der extrahierten Kontaktlinsen.

Alternativ kann das Lösemittel quantitativ bis zur Massenkonstanz verdampft werden und die verbleibenden extrahierbaren Stoffe auf 0,1 mg (m_3) gewogen werden und zur Berechnung der Menge von extrahiertem Material verwendet werden:

$$\%_{\text{extracted}} = \frac{m_3}{m_1} \times 100 \quad (2)$$

4.2.8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mit Abschnitt 5 übereinstimmen und die folgenden Angaben für hydrophiles Material enthalten:

- a) die Zusammensetzung der ersten Hydratationslösung;
- b) einen Vermerk darüber, ob der Prozentsatz der extrahierbaren Anteile um den Salzgehalt der Hydratationslösung korrigiert wurde;
- c) ob die Kontaktlinsen vor der Bestimmung in Wasser äquilibriert wurden;
- d) verwendetes Verfahren zur Berechnung der Menge des extrahierten Materials (z. B. ob Gleichung (1) oder Gleichung (2) zur Berechnung verwendet wurde).

4.3 Verformung durch Stauchung und Bruch bei formstabilen Kontaktlinsen

4.3.1 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Prüfung ist eine Zerstörungsprüfung; auf den Rand einer formstabilen Kontaktlinse wird im gesamten Durchmesserbereich eine zunehmende Kraft bis zum schließlichen Bruch des Musters ausgeübt. Die Prüfung wird in einem Gerät durchgeführt, das eine fortlaufende Überprüfung der Kraft und der Verformung durch Stauchung erlaubt. Dabei werden sowohl die Stauchungsverformungskraft als auch die Verformung durch Stauchung zum Zeitpunkt des Bruches sowie die Stauchungsverformungskraft bei Stauchung auf eine Verformung von 30 % bestimmt. Letztere kann von der Druck-Stauchkurve abgeleitet werden. Es können sowohl formstabile Kontaktlinsen aus der üblichen Produktion als auch besonders angefertigte geprüft werden.

Es sollte beachtet werden, dass Unterschiede bei den Prüfergebnissen auch auf Unbeständigkeiten im Verfahren der Kontaktlinsenfertigung zurückgeführt werden können und nicht unbedingt im Material selbst begründet sein müssen.

4.3.2 Muster

4.3.2.1 Allgemeine Muster

Um die Widerstandsfähigkeit des Materials gegen Bruch nachzuweisen, müssen allgemeine Muster für die Prüfung wie im Handel üblicherweise erhältliche formstabile Einstärken-Kontaktlinsen sein und dürfen weder besonders behandelt noch nachgearbeitet worden sein.

Kontaktlinsen mit torischen Zonen oder Stutzkanten dürfen nicht verwendet werden.

Der ausgewählte Scheitelbrechwert (F'_L) muss für alle Muster der gleiche sein und im Bereich zwischen +0,50 dpt und –0,50 dpt liegen.

Der ausgewählte Radius der rückwärtigen optischen Zone (r_0) oder der Radius des Scheitelkreises muss für alle Muster gleich sein und im Bereich zwischen 7,75 mm und 7,85 mm liegen.

4.3.2.2 Muster für den Materialvergleich

Wenn besondere Muster für Materialvergleiche benötigt werden, müssen die Kontaktlinsen die folgenden Fertigungsdaten aufweisen:

- Vorderfläche: Einkurvig, Krümmungsradius 8,00 mm $\pm$ 0,025 mm;
- Rückfläche: Einkurvig, Krümmungsradius 7,80 mm $\pm$ 0,025 mm;
- Gesamtdurchmesser: 9,5 mm $\pm$ 0,1 mm;
- Mittendicke: 0,20 mm $\pm$ 0,01 mm;
- Randdicke: 0,24 mm $\pm$ 0,01 mm;
- Randgestaltung: abgerundet;
- maximale prismatische Abweichung: 0,5 cm/m.

Das Herstellverfahren muss im Prüfbericht vermerkt werden.

4.3.2.3 Menge

Wenn eine Produktaussage hinsichtlich Verhalten bei Biegung oder Stabilität gemacht wird, müssen jeweils drei Kontaktlinsen aus drei verschiedenen Herstellungs-Chargen (insgesamt neun Kontaktlinsen) geprüft werden.

4.3.3 Vorbereitung der Muster

Die Muster müssen in Kochsalzlösung nach ISO/DIS 18369-3:2016, 4.9, für die Dauer von mindestens 48 h vor der Prüfung eingelagert werden. Die Temperatur dieser Kochsalzlösung muss $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ betragen.

4.3.4 Geräte

4.3.4.1 Prüfgerät (siehe Bild 2), das das Muster auf eine festgelegte Weise staucht, und zwar entweder in einer horizontalen oder einer vertikalen Lage, und bestehend aus den in 4.3.4.1 bis 4.3.4.3 beschriebenen Teilen.

Einspannvorrichtung für das Muster (siehe Bild 3) mit der die Kraft auf den Rand des Musters ausgeübt wird.

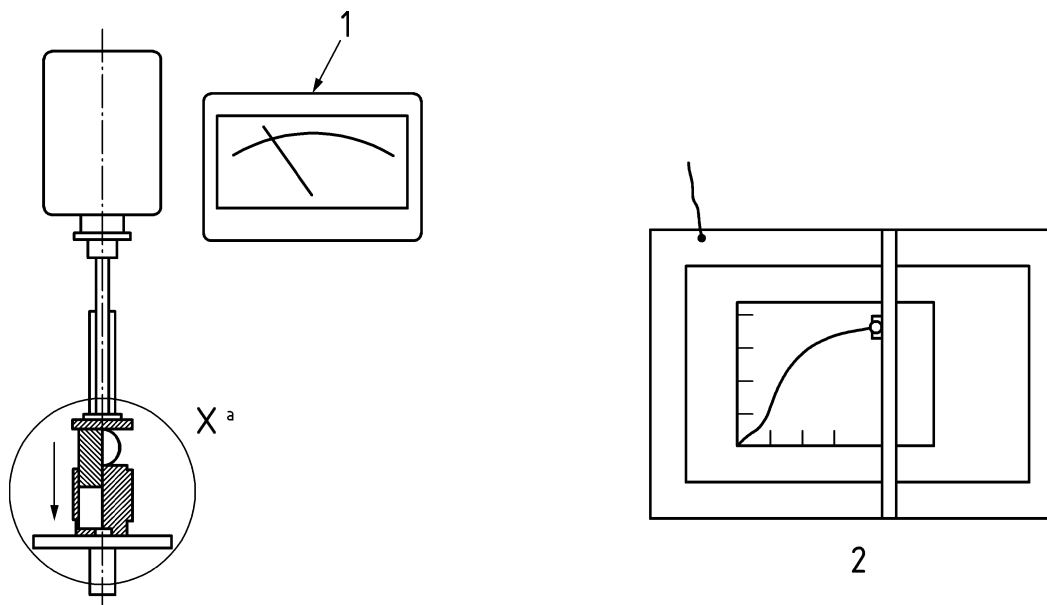
Das Muster wird in der Mitte der oberen und unteren Kontaktflächen eingesetzt, so dass die ganze Kraft im Randbereich zur Wirkung kommt.

ANMERKUNG Die Kontaktflächen sind so beschaffen, dass die ausgeübte Kraft ausschließlich auf das Muster einwirkt.

4.3.4.2 Kraftanzeige-Vorrichtung, die eine Anzeige der gesamten, auf das Muster ausgeübten Kraft ermöglicht.

4.3.4.3 Datenaufzeichnungsgerät, mit dem das Prüfgerät verbunden ist, und das nach Einsetzen der Kraftausübung auf das Muster die Aufzeichnung der gesamten auf das Muster ausgeübten Kraft in Abhängigkeit von der Zeit ermöglicht.

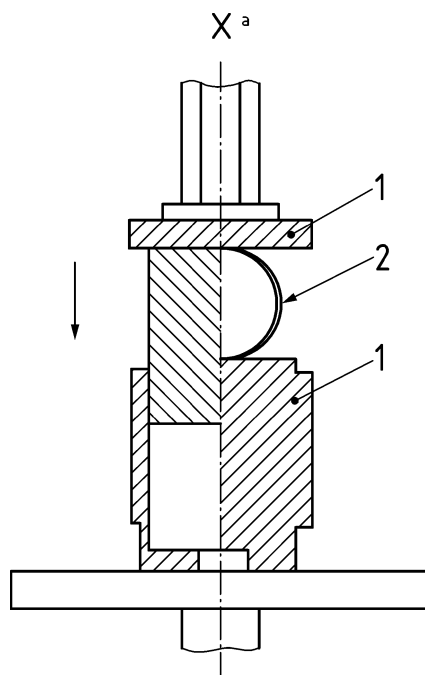
Wenngleich es üblich ist, die Aufzeichnung auf Geräten mit Diagrammpapierstreifen vorzunehmen, dürfen auch andere Vorrichtungen verwendet werden. Wenn ein Aufzeichnungsgerät mit Diagrammpapier verwendet wird, wird eine Papierdurchlaufgeschwindigkeit von mindestens 1 cm/s empfohlen.



Legende

- 1 Kraftanzeige-Vorrichtung
- 2 Datenaufzeichnungsgerät
- a Betreffend Detail X, siehe Bild 3.

Bild 2 — Prüfgerät



Legende

- 1 Einspannvorrichtung für das Muster
- 2 Muster
- a Detail von Bild 2.

Bild 3 — Einspannvorrichtung für das Muster

4.3.5 Vorgehensweise

Die richtige Funktion und Kalibrierung des Geräts prüfen.

Die Prüfung bei einer Raumtemperatur von $20\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ durchführen.

Das äquilibrierte Muster aus der Kochsalzlösung entnehmen und sorgfältig abtrocknen.

Der Radius der rückwärtigen optischen Zone, der Gesamtdurchmesser, die Mittendicke und der bildseitige Scheitelbrechwert nach ISO 18369-3 messen. Das Muster so in die Einspannvorrichtung einsetzen, dass die oberen und unteren Ränder des Musters auf der Mittellinie der unteren Kontaktfläche aufliegen. Die Geschwindigkeit der beweglichen Kontaktfläche auf 20 cm/min ($3,33\text{ mm/s}$) $\pm 10\%$ einstellen.

Das Muster und die Einspannvorrichtung dürfen horizontal oder vertikal positioniert werden. Wenn ein horizontales System verwendet wird, vor der Prüfung sicherstellen, dass sich die Ergebnisse nicht von denen unterscheiden, die bei Verwendung eines vertikalen Systems erreicht werden.

Das Datenaufzeichnungsgerät einschalten und die Kraftausübung auf das Muster beginnen. Bei Bruch des Musters die Kraftausübung beenden. Die Kraft bei der der Bruch eingetreten ist, in Gramm aufzeichnen. Die Prüfung mit jedem Muster wiederholen.

4.3.6 Ergebnisse

4.3.6.1 Allgemeines

Als das Prüfergebnis die arithmetischen Mittelwerte, sowie die zugehörige Standardabweichung (siehe ANMERKUNG) für die Stauchungsverformungskraft zum Zeitpunkt des Bruches (siehe 4.3.6.2), die Verformung durch Stauchung zum Zeitpunkt des Bruches (siehe 4.3.6.3), und die Stauchungsverformungskraft bei Stauchung auf 30 % Verformung (siehe 4.3.6.4) angeben.

ANMERKUNG Die geschätzte Standardabweichung (σ) wird mit dem folgenden Ausdruck wiedergegeben:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n - 1)}} \quad (3)$$

Dabei ist

- x der Wert des Einzelergebnisses;
- $\bar{x}$ das arithmetische Mittel ($\sum x/n$);
- n die Anzahl der Messungen/Muster im Datensatz.

4.3.6.2 Stauchungsverformungskraft zum Zeitpunkt des Bruches

Die Stauchungsverformungskraft zum Zeitpunkt des Bruches ist die Belastung, in Gramm, bei der während der Prüfung der Bruch eintritt.

4.3.6.3 Verformung durch Stauchung zum Zeitpunkt des Bruches

Bei bekanntem Zeitpunkt des Bruches und Belastungsgrad zu diesem Zeitpunkt wird die Entfernung (d) zwischen den Kontaktflächen berechnet, bei der der Bruch eingetreten ist. Diese Verformung wird als Prozentsatz vom Gesamtdurchmesser (D_T) des Musters wie folgt ausgedrückt:

$$100 * \left[1 - \frac{d}{D_T} \right] \quad (4)$$

4.3.6.4 Stauchungsverformungskraft bei einer Verformung von 30 %

Bei bekanntem Grad der Belastung ist der Zeitpunkt, an dem der Gesamtdurchmesser des Musters um 30 % kleiner ist, zu berechnen (siehe Beispiel) und die Belastung in Gramm zu bestimmen, die zu diesem Zeitpunkt ausgeübt wurde. Die Belastung kann auch von der Druck-Stauchkurve abgeleitet werden.

BEISPIEL

Der Gesamtdurchmesser der Kontaktlinse beträgt 9,6 mm.

Die Geschwindigkeit der beweglichen Kontaktfläche ist 20 cm/min (3,33 mm/s).

30 % Verformung = 2,9 mm.

Die von der beweglichen Kontaktfläche benötigte Zeit, um 2,9 mm zurückzulegen, beträgt 0,865 s.

Der benötigte Wert ist die aufgewandte Kraft nach 0,865 s vom Beginn der Verformung.

4.3.7 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss mit Abschnitt 5 übereinstimmen.

4.4 Sauerstoff-Permeabilität

4.4.1 Allgemeines

Zwei genormte Verfahren werden für die Bestimmung der Sauerstoff-Permeabilität von Kontaktlinsenmaterialien verwendet. Das polarographische Verfahren ist in 4.4.3 festgelegt und das coulometrische Verfahren ist in Anhang A festgelegt. Festlegungen, die für beide Verfahren gelten, sind in 4.4.2 beschrieben. Die Kalibrierung für beide Verfahren ist in 4.4.4 angegeben und die Erstellung des Prüfberichts findet sich in 4.4.5.

Es gibt weitere Verfahren zur Messung der Sauerstoff-Permeabilität sowie Abwandlungen der hier genormten Verfahren; diese dürfen ebenfalls verwendet werden, wenn gezeigt werden kann, dass die mit ihnen erhaltenen Ergebnisse nach Kalibrierung den mit einem der genormten Verfahren ermittelten Ergebnissen gleichwertig sind.

Die Sauerstoff-Permeabilität eines Materials wird durch vorläufige Messungen der Sauerstoff-Transmissibilität an mehreren Materialmustern, die die Form von Kontaktlinsen haben, bestimmt. Mit der Messung der Transmissibilität sind gewisse Fehlerquellen verbunden; diese können jedoch bei der anschließenden Ableitung der Sauerstoff-Permeabilität des Materials ausgeschaltet (d. h. korrigiert) werden. Es ist daher zweckmäßig und auch praktisch, zuerst aus den vorläufigen (unkorrigierten) Werten der Sauerstoff-Transmissibilität die für diese Effekte korrigierten Werte der Sauerstoff-Permeabilität abzuleiten. Die korrigierten Werte für die Permeabilität werden dann kalibriert. Korrigierte und kalibrierte Werte der Sauerstoff-Transmissibilität können wiederum aus den korrigierten und normalisierten Werten für die Permeabilität berechnet werden.

4.4.2 Festlegungen, die für alle Verfahren gleichermaßen gelten

4.4.2.1 Parameter

Wichtige Parameter im Zusammenhang mit der Messung und Ableitung der Sauerstoff-Permeabilität sind: Sauerstofffluss, Sauerstoff-Permeabilität, Sauerstoff-Transmissibilität, Dicke (d. h. radiale Dicke) und Mittel der Mittendicke. Entsprechende Definitionen dieser Begriffe finden sich in ISO 18369-1.

Beim coulometrischen Verfahren ist j gleich der Rate des Sauerstoffflusses am coulometrischen Sensor vorbei ($\mu\text{l O}_2/\text{s}$), dividiert durch die Fläche des Musters (A) durch die dem Sauerstofffluss ausgesetzt war. Beim polarographischen Verfahren ist j der Unterschied zwischen dem gemessenen Strom und dem Blindstrom, multipliziert mit der in Gleichung (5) enthaltenen Konstante, und dividiert durch die Fläche der Kathode.

Die Dicke (t) ist die lokale radiale Dicke an der gemessenen Stelle oder das Mittel der Mittendicke über der gemessenen Fläche. Wurde die Mittendicke gemessen und sind Brechzahl, Rückflächenradius und Scheitelpunkt einer Kontaktlinse bekannt, kann das harmonische Mittel der Mittendicke auch berechnet werden. Wenn nicht anders festgelegt, sollte t in Zentimetern (cm) angegeben werden.

Beim coulometrischen Verfahren ist Dk gleich der gemessenen Sauerstoff-Transmissibilität (Dk/t) multipliziert mit der Mittel der zentralen Dicke des Musters (t). Beim polarographischen Verfahren wird der für die Sauerstoff-Permeabilität ermittelte Wert unter Berücksichtigung der dem Sauerstofffluss ausgesetzten Fläche korrigiert, und es wird die Steigung der Gerade von $1/Dk$ ermittelt, die sich ergibt, wenn der gemessene elektrische Widerstand t/Dk gegen die Dicke (t) aufgetragen wird. Die Sauerstoff-Permeabilität ist eine physikalische Eigenschaft des Materials und hängt nicht von der Form oder Dicke des Materialmusters ab.

Beim coulometrischen Verfahren ist Dk/t gleich dem Sauerstofffluss (j) dividiert durch den Druckunterschied des Sauerstoffs (Sauerstoff-Partialdruck) vor und hinter den beiden ausgesetzten Oberflächen des Musters (der Kontaktlinse). Beim polarographischen Verfahren ist die Sauerstoff-Transmissibilität die für Randeffekte und Grenzflächenfilm-Effekte korrigierte Sauerstoff-Permeabilität (Dk) dividiert durch die Dicke (t). Die Sauerstoff-Transmissibilität ist eine Eigenschaft des Materials und der Dicke der Kontaktlinse, und ist daher vom Design der Kontaktlinse abhängig.

4.4.2.2 Muster

Dieser Teil von ISO 18369 kann sowohl zur Bestimmung der Sauerstoff-Permeabilität von hydrogelen und nicht-hydrogelen flexiblen Materialien an Hand von fertigen Kontaktlinsen verschiedener Brechwerte und Designs angewendet werden, als auch zur Bestimmung der Sauerstoff-Permeabilität von hydrogelen und nicht-hydrogelen Materialien in der Form von genormten Mustern. Prüfmuster mit gegenüberliegenden Oberflächen die annähernd parallel sind werden vorgezogen. (Siehe 4.4.3.7.1.)

Wenn das Ziel der Untersuchung eine Bestimmung der Sauerstoff-Permeabilität an Hand der Messung der vorläufigen Sauerstoff-Transmissibilität von fertigen Kontaktlinsen ist, dann sollte das Mittel der Dicke im zentralen Bereich der dem Sauerstofffluss ausgesetzten Kontaktlinse (siehe 4.4.2.1) in den Prüfbericht aufgenommen werden (siehe 4.4.5). Diese Dicke beeinflusst jedoch nicht die Berechnung der vorläufigen Sauerstoff-Transmissibilität (Dk/t) aus den Sauerstofffluss-Messungen [Gleichungen (5) und (10)].

Die Radien der rückwärtigen, zentralen optischen Zone müssen bekannt sein. Die Durchmesser der hinteren und vorderen optischen Zone müssen größer sein als der Sehnendurchmesser ($2h$) des zentralen Bereichs, der auf Gasaustausch geprüft wird. Die Prüfmuster müssen sauber und poliert sein und einem Qualitätsstandard entsprechen, der in der üblichen Produktion von Kontaktlinsen für den menschlichen Gebrauch gefordert wird.

Bei Hydrogelmaterialien müssen die Muster vor der Prüfung in Standard-Kochsalzlösung (siehe ISO/DIS 18369-3:2016, 4.9) eingelagert werden und bei Augentemperatur ($35^\circ\text{C} \pm 1,0^\circ\text{C}$) äquilibriert werden (siehe ISO/DIS 18369-1:2016, 2.1.1.21, zur Definition). Die Bedingungen der Äquilibration werden im Prüfbericht beschrieben.

4.4.3 Polarographisches Verfahren

4.4.3.1 Allgemeines

Das beschriebene Verfahren erlaubt die Bestimmung der Sauerstoff-Permeabilität von hydrogelen und nicht-hydrogelen, formstabilen und flexiblen Kontaktlinsenmaterialien unter Verwendung eines polarographischen Sauerstoff-Fühlers. Die beschriebene Verfahrensweise legt fest, wie die Messungen durchgeführt werden und unter welchen Bedingungen sie erfolgen.

Das polarographische Verfahren ist anwendbar zur Bestimmung der korrigierten Sauerstoff-Permeabilität (Dk) von formstabilen, hydrogel und nicht-hydrogelen flexiblen Kontaktlinsen – unter Berücksichtigung verschiedener Scheitelbrechwerte und rotationssymmetrischer Kontaktlinsengeometrien. Es ist ebenfalls anwendbar auf korrigierte Sauerstoff-Permeabilität (Dk) von hydrogelen, nicht-hydrogelen, flexiblen und formstabilen Kontaktlinsenmaterialien in der Form von genormten Mustern.

4.4.3.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Mit dem polarographischen Verfahren wird unmittelbar die Anzahl der Sauerstoff-Moleküle gemessen, die durch ein Stück des Prüfmateri als dringen, nachdem die Moleküle elektrochemisch ausgesondert werden, sobald sie durch das Material dringen. Nachdem sich ein Sauerstoff-Molekül aus dem Muster des Materials löst, berührt es die mittlere Elektrode (Kathode) des Sauerstoff-Fühlers, der an der Rückfläche des Musters platziert wird und ist im gleichen Augenblick an einer chemischen Reaktion beteiligt, die vier Hydroxyl-Ionen erzeugt. Diese Erzeugung von Ionen stellt den elektrischen Strom dar, der sich proportional zur Anzahl ausgeschiedener Moleküle verhält und den das Gerät misst. Der gemessene Strom wird verwendet um die vorläufige (unkorrigierte) Sauerstoff-Transmissibilität Dk/t (preliminary), ausgedrückt in $\text{ml O}_2/(\text{A} \cdot \text{s})$, durch das Material nach Gleichung (4) zu berechnen:

$$\frac{Dk}{t}(\text{preliminary}) = \frac{(I - I_d)}{p_A \times A} * 5,804 \times 10^{-2} \quad (5)$$

Dabei ist

- p_A der (barometrische Druck minus dem Wasserdampfdruck), ausgedrückt in mmHg, multipliziert mit dem Sauerstoffanteil im sauerstoffangereicherten Gas (z. B. 0,209 für Luft);
- A die Fläche, in cm^2 , der Kathodenfläche im Sauerstoffsensor;
- I der gemessene Strom, in Ampere, vom Sauerstoffsensor (100 % Umwandlungseffizienz wird angenommen);
- I_d der „Blindstrom“ der Zelle, in Ampere, des Sauerstoffsensors (d. h. derjenige Strom, der in Abwesenheit des Sauerstoffflusses fließt);

$5,804 \times 10^{-2}$ ist das Produkt des Volumen von einem Mol Sauerstoff bei Standardtemperatur und Druck (STP), dividiert durch die Faraday-Konstante, dividiert durch die Anzahl der Ladungen je reduziertem Sauerstoff-Molekül, wobei angenommen wird, dass es für jedes reduzierte Sauerstoff-Molekül vier Ladungen gibt.

Um die Sauerstoff-Permeabilität von Kontaktlinsen aus einem bestimmten Material zu ermitteln, muss die Korrektur von Randeffekten (siehe 4.4.3.3) und von Grenzflächenfilm-Effekten (siehe 4.4.3.4) vorgenommen werden. Erst dann darf daraus die korrigierte Sauerstoff-Transmissibilität einer Kontaktlinse aus dem betreffenden Material berechnet werden.

4.4.3.3 Korrektur des Randeffectes

Ein Artefakt, der allen Diffusionsverfahren eigen ist, wird als „Randeffect“ bezeichnet und muss im beschriebenen Verfahren berücksichtigt werden. Dieser Effekt stellt sich dann ein, wenn sich der Querschnitt des Materials, durch den der Sauerstoff fließt, von einer Musteroberfläche zur anderen unterscheidet. Beim polarographischen Verfahren strömt der Sauerstoff von einer größeren Vorderfläche des Musters zu einer kleineren Rückfläche, wo er die Kathode möglicherweise erreicht. Das heißt, A in Gleichung (5) wurde zu niedrig angenommen, und der Sauerstofffluss ist nicht mehr eine einfache, lineare Funktion der Kathodenfläche, wie dies in der Gleichung impliziert ist. Wenn jedoch der Kathodendurchmesser mindestens 10mal größer als die Musterdicke ist, kann ein vergleichsweise einfaches Rechenverfahren zur Korrektur der vorläufigen Werte für Dk/t angewendet werden, um den Randeffect mit der im Rahmen von diesem Teil von ISO 18369 erforderlichen Genauigkeit zu korrigieren.

Da in 4.4.3.4 der Kehrwert der Transmissibilität (also t/Dk , d. h. der elektrische Widerstand) erforderlich ist, wird die Korrektur des Randeffects auf den Kehrwert des vorläufigen Wertes angewendet. Jeder vorläufige Wert für t/Dk ist unter Verwendung der jeweils zutreffenden Gleichung auf den Randeffect zu korrigieren. In den folgenden vier Gleichungen [Gleichungen (6) bis (9)], sind t sowie der Kathodendurchmesser, D_{cathode} , in Millimeter und – um die Berechnung zu vereinfachen – die Dk -Werte in „ Dk -Einheiten“ einzusetzen (d. h. Dk -Werte in Einheiten von 10^{-11} werden vor dem Einsetzen in die Gleichung mit 10^{11} multipliziert):

Für Hydrogele und bei Prüfung mit einer Kathode mit sphärischer Oberfläche errechnet sich der korrigierte Wert für t/Dk , t/Dk (corrected), nach Gleichung (6):

$$t/Dk(\text{corrected}) = t/Dk(\text{preliminary}) * \left[1 + \frac{(2,35 * t)}{D_{\text{cathode}}} \right] \quad (6)$$

Für Hydrogele und bei Prüfung mit einer Kathode mit flacher Oberfläche errechnet sich der korrigierte Wert für t/Dk , t/Dk (corrected), nach Gleichung (7):

$$t/Dk(\text{corrected}) = t/Dk(\text{preliminary}) * \left[1 + \frac{(1,89 * t)}{D_{\text{cathode}}} \right] \quad (7)$$

Für Nicht-Hydrogele und bei Prüfung mit einer Kathode mit sphärischer Oberfläche errechnet sich der korrigierte Wert für t/Dk , t/Dk (corrected), nach Gleichung (8):

$$t/Dk(\text{corrected}) = t/Dk(\text{preliminary}) * \left\{ 1,01725 + \frac{[0,587 - 0,00193(Dk)] * 4t}{D_{\text{cathode}}} \right\} \quad (8)$$

Für Nicht-Hydrogele und bei Prüfung mit einer Kathode mit flacher Oberfläche errechnet sich der korrigierte Wert für t/Dk , t/Dk (corrected), nach Gleichung (9):

$$t/Dk(\text{corrected}) = t/Dk(\text{preliminary}) * \left\{ 1,01575 + \frac{[0,471 - 0,00193(Dk)] * 4t}{D_{\text{cathode}}} \right\} \quad (9)$$

Die Korrekturfaktoren für Nicht-Hydrogele enthalten den Wert von Dk , der zu diesem Zeitpunkt unbekannt ist. Um diese Schwierigkeit zu überwinden, wird der Dk unter Verwendung von (für den Grenzflächenfilm-Effekt unkorrigierten) Werten für t/Dk berechnet. Die auf diese Weise ermittelten Werte kommen den wahren Werten nahe genug, um sie in den Gleichungen zur Korrektur des Randeffektes zu verwenden. Dies erfolgt nach der folgenden Regressionsgleichung (10) oder durch Anwendung geeigneter Statistiksoftware:

$$Dk = \frac{\left[i \sum t_i^2 - \frac{(i \sum t_i)^2}{n} \right]}{\left\{ i \sum t_i(t/Dk)_i - \frac{(\sum t_i) \left[i \sum \left(\frac{t}{Dk} \right)_i \right]}{n} \right\}} \quad (10)$$

dabei ist

$i \sum$ die Summierung über n unterschiedliche Messungen, jede Messung hat einen Wert der Mittendicke (t_i) und einen Wert des elektrischen Widerstands (t/Dk) _{i} .

Der Wert von Dk , der aus Gleichung (5) resultiert, kommt dem wahren Wert nahe genug, um in den Gleichungen (6) bis (9) zur Korrektur des Randeffektes verwendet zu werden. Dann wird der Dk nach 4.4.3.4 nochmals berechnet, indem die für den Randeffekt korrigierten Werte von t/Dk verwendet werden. Dieser Dk -Wert ist schließlich das für Randeffekt und Grenzflächenfilm-Effekt korrigierte Endergebnis.

4.4.3.4 Korrektur des Grenzflächenfilm-Effektes

Für jedes zu prüfende Material werden vorläufige Dk/t -Werte an mindestens vier Kontaktlinsen, die sich voneinander jeweils signifikant in ihrer Dicke unterscheiden müssen, ermittelt. Die unterschiedlichen Dickenwerte dürfen durch Stapelung parallel oder annähernd paralleler Linsen erhalten werden.

ANMERKUNG Das Stapeln von Linsen, um dickere Muster zu erhalten, ist nicht ideal. Es sollte nur dann angewandt werden, wenn monolithische Proben nicht erhältlich sind. Ein Hinweis über die Verwendung gestapelter Linsen zur Bestimmung der Permeabilität sollte in den Ergebnissen enthalten sein.

Wird der Kehrwert der Transmissibilität, (t/Dk) gegen die Dicke (t) aufgetragen, so ist die Steigung der Regressionsgerade (Methode der kleinsten Fehlerquadrate) die Inverse der Sauerstoff-Permeabilität ($1/Dk$) nach Korrektur der Grenzflächenfilm-Effekte. (Refojo and Leong, 1979)

Dieses etwas komplexe Verfahren wird angewandt, um einen experimentellen Artefakt auszuschalten, der durch die stets gleichmäßigen Grenzflächenfilme von Wasser, die sich an Vorder- und/oder Rückfläche der Kontaktlinse bzw. am feuchten Filterpapier („Feuchtigkeitsbrücke“) zwischen Nicht-Hydrogelkontaktlinse und Kathode, bilden, hervorgerufen wird. Diese Grenzflächenfilme stellen für den Sauerstofffluss – zusätzlich zu dem Muster selbst – eine beständige und bedeutsame Sperre dar. Der Widerstand dieser Filme stärkt den Widerstand des Musters, um so einen Gesamtwiderstand zu bilden, der in den vorläufigen Dk/t -Wert eingeht, der sich aus dem am Sensor gemessenen und auf Randeffekte korrigierten Strom ergibt. Diese zusätzlichen Grenzflächenfilm-Widerstände ändern sich – sofern das Gerät richtig gebaut und die festgelegte Vorgehensweise eingehalten wird – jedoch nicht mit der Dicke des Musters. Folglich wird ihr Einfluss auf den für die Permeabilität Dk berechneten Wert durch die Anwendung des oben genannten Verfahrens (Bildung von Kehrwert und Regressionsgerade) ausgeschaltet.

4.4.3.5 Reagenzien und Materialien

4.4.3.6.1 Sauerstoffangereichertes Gas, bestehend aus einem Gemisch aus Sauerstoff und Stickstoff oder anderen Gasen. Raumluft darf verwendet werden. Das Gas muss in dem Maß befeuchtet werden, dass es wasserdampfgesättigt ist, wenn es mit der Vorderfläche des Musters in Berührung kommt. Andere Gasmischungen können mit einer angemessenen Begründung verwendet werden und der Partialdruck in Gleichung (5) entsprechend angepasst werden.

4.4.3.6.2 Filterpapier, gesättigt mit Standard-Kochsalzlösung zur Verwendung als „Feuchtigkeitsbrücke“ zwischen der Rückfläche von Mustern aus Nicht-Hydrogelen und der Vorderfläche der Kathode. Die Schicht des Filterpapiers muss bei allen Messungen dieselbe Art und Dicke haben, und sie muss gleichmäßig gesättigt sein. Üblicherweise wird ein geeignetes Zigarettenpapier verwendet, aber andere Arten von Filterpapier sollten auch genügen.

ANMERKUNG Linsen, die ein untypisches Äquilibrationsverhalten aufweisen, können eine Feuchtigkeitsbrücke erforderlich machen.

4.4.3.6 Gerät

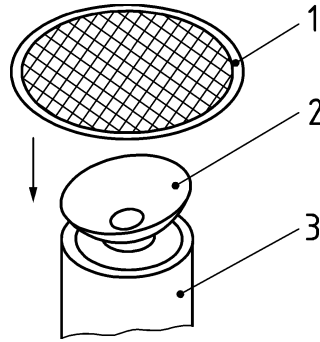
Sauerstoff-Übertragungsgerät, gleichwertig dem in den Bildern 5 und 6 abgebildeten Rehder single-chamber system¹⁾), bestehend aus Befestigungsvorrichtung, Spannring, Nylongaze, Filterpapier, heizbarem Behälter, Thermofühler, polarographischer Zelle, Widerstands-Messgerät und Mikro-Amperemeter. Die Befestigungsvorrichtung presst das Muster fest gegen die Kathode des Sensors, indem sie die Nylongaze fest über die Vorderfläche des Musters zieht. Der Spannring fixiert die Nylongaze an ihrem Platz. Auf diese Weise ist das Hydrogelmuster zwischen der polarographischen Zelle und der Nylongaze fest eingeschlossen (siehe Bilder 4 und 5).

Das Zellgehäuse der polarographischen Zelle, in das die Elektroden und der Thermofühler eingebaut sind, besteht aus einem sauerstoff-undurchlässigem Polymer. Die Kathode des polarographischen Sensors besteht aus Platin oder aus 24-Karat Gold und hat einen Durchmesser von 4 mm. Die Silberanode (Reinheit $\geq 99,8\%W$) ist ein Hohlzylinder, der die Kathode umgibt, und ist von der Kathode durch das sauerstoffundurchlässige Polymer getrennt (d. h. isoliert). In der Anode befindet sich eine kleine Bohrung, in die der Thermofühler eingesetzt wird. Die Oberfläche des Sensors wird – in gleicher Weise wie eine Kontaktlinse – auf einer Kontaktlinsen-Drehbank gedreht und poliert. Für die Prüfung von formstabilen, Hydrogel- und Nicht-Hydrogelkontaktlinsen muss die Oberfläche des Sensors sphärisch und konvex (typischer Weise mit einem Radius von 7,5 mm bis 9,0 mm, um der Krümmung der Prüflinsen zu entsprechen) ausgeführt sein. Für flache Muster und für Hydrogelkontaktlinsen wird ein Sensor in ähnlicher Ausführung, jedoch mit einer flachen Oberfläche verwendet.

Die polarographische Zelle lässt sich auseinander bauen, so dass verschiedene Kathoden – mit flacher und mit konvexer Oberfläche – eingesetzt werden können. Die Kathodenvorrichtung ist aus einem nicht gasdurchlässigen Kunststoff gefertigt, in der auf der Mittellinie die Gold- oder Platin-Elektrode angebracht ist. Das Muster wird durch ein Nylongaze, fixiert durch den Spannring, auf die Kathode gedrückt.

Die im Gerät installierte Elektronik besteht aus einem digitalen Spannungsmessgerät zum Ablesen des Thermofühlers, einem Mikro-Amperemeter zur Messung des Sauerstoff-Fließstromes und des nötigen Stromkreises, um eine konstante Spannung zwischen der Kathode und der Anode des Sauerstoffsensors einzuhalten.

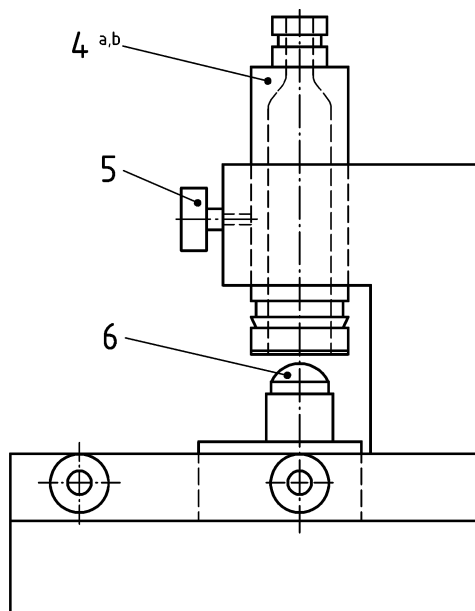
¹⁾ Rehder single-chamber system ist der Handelsname eines Produkts der Firma Rehder Development Company, West Lafayette, Indiana, USA. Diese Information ist als Hilfestellung für die Anwender dieser Internationalen Norm gedacht und stellt keine Empfehlung dieses Produktes durch ISO dar. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn gezeigt werden kann, dass sie zu denselben Ergebnissen führen.



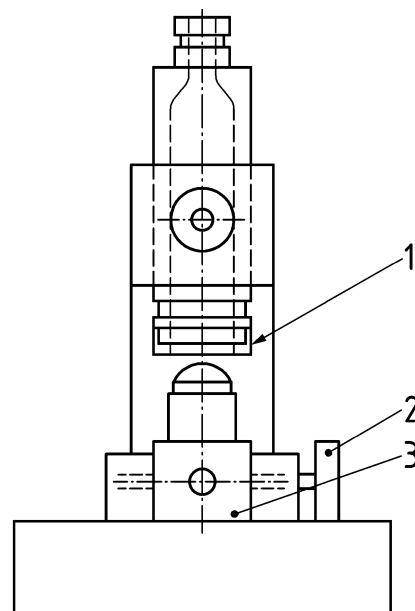
Legende

- 1 Spannring mit Gaze
- 2 Hydrogelkontaktlinse
- 3 flacher polarographischer Sensor

Bild 4 — Hydrogelkontaktlinse zwischen dem Sensor und der Gaze zur ihrer Befestigung



a) Vorderansicht

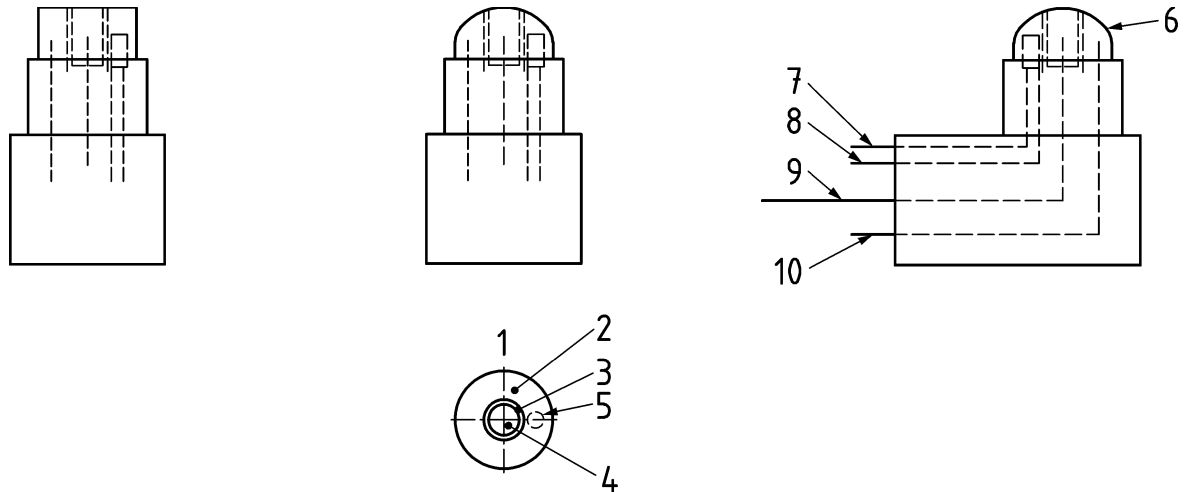


b) Seitenansicht

Legende

- 1 Gaze wird über den Rand der Buchse gezogen, um das Muster auf die Zelle zu pressen
- 2 Befestigungsschraube der polarographischen Zelle
- 3 Zelle passt zwischen die Schienen
- 4 bewegliche Buchse
- 5 Befestigungsschraube für die Buchse
- 6 polarographische Zelle
- a schmales Ende zur Befestigung flacher Muster
- b breites Ende zur Befestigung sphärischer Muster

Bild 5 — Befestigungsmechanismus für das polarographische Verfahren



a) Vorderansicht; flache Zelle

b) Vorderansicht; sphärische Zelle

c) Seitenansicht

Legende

1	Draufsicht der flachen oder sphärischen Zelle	6	Krümmung stimmt mit Basiskurve des Musters überein
2	Silberanode	7	Verbindung zur Temperaturanzeige
3	Isolierung	8	Temperaturfühler
4	Gold oder Platinkathode	9	Kathode
5	Temperaturfühler	10	Anode

Bild 6 – Zellgehäuse der polarographischen Zelle

Die gesamte Vorrichtung wird in einen vorgewärmten Behälter gestellt, der bei $35\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ gehalten wird. Im Behälter befindet sich ein Behältnis mit Wasser, das eine wasserdampfgesättigte Atmosphäre an der Oberfläche des Musters sicherstellt.

Im Fall eines nicht-hydrogelen formstabilen Musters muss die Rückfläche des Polymers eng an der gekrümmten Oberfläche des Sensors und der Kathode anliegen. Vor der Befestigung wird ein Stück mit Saline gesättigten Papiers (dünnen Filterpapiers oder Zigarettenpapiers) in das System eingebracht. Das Filterpapier wird zwischen die Rückfläche des nicht-hydrogelen Musters und den Sauerstoff-Fühler platziert, und bildet die zuvor beschriebene „Feuchtigkeitsbrücke“, die für die ordnungsgemäße Funktion des polarographischen Fühlers notwendig ist (siehe Bild 7).