

ICS 11.040.70
CCS C40



中华人民共和国国家标准

GB/T 11417.7—××××
代替GB/T 11417.7—2012

眼科光学 接触镜 第7部分： 理化性能试验方法

Ophthalmic optics - Contact lenses -

Part 7: Testing methods for physicochemical properties

(草案稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前 言.....	I
引 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 接触镜的理化性能.....	1
4.1 试验方法、单位和重复性.....	1
4.2 萃取.....	1
4.3 透氧系数.....	3
4.4 折射率.....	13
4.5 含水量.....	15
4.7 褪色.....	18
5 试验报告.....	18
附 录 A（资料性）根据含水量计算水凝胶镜片的透氧系数.....	19
附 录 B（资料性）使用棱镜耦合装置测量折射率.....	20

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

GB (T) 11417《眼科光学 接触镜》、GB/T 28538《眼科光学 接触镜和接触镜护理产品 兔眼相容性研究试验》和 GB/T 28539《眼科光学 接触镜和接触镜护理产品 防腐剂的摄入和释放的测定指南》共同构成接触镜系列国家标准。

本文件是 GB (T) 11417《眼科光学 接触镜》的第7部分。GB (T) 11417 已经发布了以下部分：

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

本文件代替 GB/T 11417.7—2012《眼科光学 接触镜 第7部分：理化性能试验方法》，与 GB/T 11417.7—2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了“范围”（见第1章，2012年版的第1章）；
- 更改了“规范性引用文件”（见第2章，2012年版的第2章）；
- 更改了“术语和定义”（见第3章，2012年版的第3章）；
- 更改了“试验方法、单位和重复性”（见4.1，2012年版的4.1）；
- 更改了“萃取”（见4.2，2012年版的4.2）；
- 更改了“透氧系数”（见4.3，2012年版的4.3）；
- 更改了“折射率”（见4.4，2012年版的4.4）；
- 更改了“含水量”（见4.5，2012年版的4.5）；
- 更改了“接触角”（见4.6，2012年版的4.6）；
- 增加了“褪色”（见4.7）
- 更改了“试验报告”（见第5章，2012年版的第5章）。

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

本文件由国家药品监督管理局提出。

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

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——2012年首次发布为GB/T 11417.7-2012。

——本次为第一次修订。

引 言

GB (T) 11417《眼科光学 接触镜》分为以下部分：

- 第1部分：词汇、分类和推荐的标识规范。目的在于规定接触镜的术语和定义；
- 第2部分：硬性接触镜。目的在于规定硬性接触镜的性能要求；
- 第3部分：软性接触镜。目的在于规定软性接触镜的性能要求；
- 第4部分：试验用标准盐溶液。目的在于规定接触镜试验用标准盐溶液的规范；
- 第5部分：光学性能试验方法。目的在于规定接触镜光学性能的试验方法；
- 第6部分：机械性能试验方法。目的在于规定接触镜机械性能的试验方法；
- 第7部分：理化性能试验方法。目的在于规定接触镜材料理化性能的试验方法；
- 第8部分：有效期的确定。目的在于规定接触镜在贮存期间稳定性的试验程序；
- 第9部分：紫外和可见光辐射老化试验（体外法）。目的在于规定接触镜在模拟日光照射下老化的体外试验方法。

眼科光学 接触镜 第7部分：理化性能试验方法

1 范围

本文件描述了接触镜材料理化性能的试验方法。
本文件适用于接触镜。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该注日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11417.1 眼科光学 接触镜 第1部分：词汇、分类和推荐的标识规范

GB 11417.2 眼科光学 接触镜 第2部分：硬性接触镜

GB 11417.3 眼科光学 接触镜 第3部分：软性接触镜

GB/T 11417.4 眼科光学 接触镜 第4部分：试验用标准盐溶液

GB/T 11417.6 眼科光学 接触镜 第6部分：机械性能试验方法

3 术语和定义

GB/T 11417.1界定的术语和定义适用于本文件。

4 接触镜的理化性能

4.1 试验方法、单位和重复性

表1中列出的应用于制作市售接触镜的水凝胶和非水凝胶材料的理化性能是可测的。

表1 理化性能：试验方法、单位和重复性

性能	单位	试验方法	重复性
萃取	质量分数	4.2	b
透氧系数	Dk单位 ^a	4.3	10%
折射率	无量纲	4.4	0.001
含水量	重量%	4.5	2%（绝对值）
接触角	(°)	4.6	2°

^a Dk的单位是 10^{-11} (cm²/s) [ml O₂/(ml×mmHg)]，称为“Dk单位”或“barrer”。

^b 根据GB/T 11417.1中的术语和定义，这些测试结果的重复性应由独立实验室建立。

第4章适用于接触镜产品或服务的测试实验室、供应商和用户。测量结果可用于证明接触镜产品或服务符合规定要求。如果替代测试方法和设备的准确度和精密度等同于或优于所描述的测试方法，则可采用此类替代方法和设备。

在开发新的测试方法时，这些方法应能够对各类参数进行测量，测量精密度（R&R）小于或等于允许允差的30%。可以使用10%允差以上的分辨率，但这会对准确度、精密度、制程能力和量具能力的测定产生影响。针对每种方法选择相应的独立测量次数，以确保精密度和准确度适用。

4.2 萃取

4.2.1 通则

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

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

4.2.2 原理

本方法使用的是通用的索氏萃取器。萃取中要选用水和至少一种合适的有机溶剂。在选用有机溶剂时，要考虑到溶剂对镜片材料基质的影响。理论上溶剂不应使镜片材料溶胀或降解。然而，对于新研发的接触镜材料，选择一种使其产生可逆溶胀的溶剂将为超时萃取的可能提供有价值的信息。不建议选择在萃取过程中会使聚合物网络降解的溶剂，因为此类溶剂会去除非交联和交联材料，导致可萃取物测量不准确。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 标准的硼硅酸盐玻璃索氏萃取器（见图1）由圆底烧瓶（建议100 ml）、索氏萃取管（建议30 ml）、冷凝器和加热套组成。

4.2.3.2 多孔不锈钢板、烧结玻璃、滤纸或等效的带有玻璃棉塞或其他合适密闭材料组成的萃取套管。

4.2.3.3 真空干燥箱或类似的干燥仪器和一个具有0.1 mg精度的分析天平。

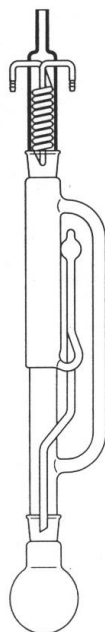


图1 萃取仪器

4.2.4 试剂

4.2.4.1 应采用符合GB/T 6682中三级要求的蒸馏水或去离子水。

4.2.4.2 应采用分析纯或更高级别的有机溶剂（见表2）。

4.2.4.3 应采用实验室级沸石或防暴沸颗粒。根据被测材料的性能选用合适的活性干燥剂。

表2 镜片萃取用溶剂的选用指导

材料	溶剂	萃取
水凝胶材料 (包括硅水凝胶)	水（蒸馏水或去离子水）	温和萃取（模拟眼内萃取）
	正己烷 或 有机醇（如乙醇，异丙醇或甲醇）	轻微萃取（非极性溶剂）
		萃取多数非交联材料（但会引起镜片材料溶胀，可能引起降解）

硬性透气型和聚硅氧烷弹性材料	水（蒸馏水或去离子水）	温和萃取（模拟眼内萃取）
	正己烷 或 二氯甲烷或氯仿	轻微萃取（非极性溶剂） 萃取所有非交联材料（但会引起镜片材料溶胀，更可能引起降解）

4.2.5 试验样品

试验样品应代表成品，并应为终产品形态。镜片的制备和精加工方法应尽可能反映包括灭菌在内的正常生产过程。应抽取足量的镜片，确保镜片在萃取之前的总干重不少于200 mg。

亲水性镜片通常包装在含有无机盐的溶液中。当用水作为萃取溶剂时，为减少包装液中无机盐对测试结果的影响，应在计算时做出适当的调整。还需要镜片的含水量，从而精确计算出无机盐对可萃取物的影响。或者，在测试开始前，要将镜片在室温下的水中浸泡，中间至少换水两次，每隔24小时换水一次，以达到平衡。

4.2.6 测试步骤

在60°C±5°C温度或其他适宜温度下，最好在真空状态中，将试样干燥至恒重。

注1：经干燥，镜片前后两次称重之差不超过0.5 mg/g时，则认为干燥至恒重。

称重前镜片在真空状态中或含活性干燥剂的密闭容器中冷却至室温，称重精确至0.1 mg (m_1)。将镜片放入萃取套管中，向烧瓶中加入体积约为其容量70%的合适溶剂（溶剂选用见表2）。如需要，可在烧瓶中放入沸石。将圆底烧瓶放在加热套上，萃取套管插入索氏萃取管中，然后再将萃取管与烧瓶连接，在其顶部插入冷凝器。当使用极易挥发或易燃溶剂时，整个装置应置于通风柜中。

接通水源并开始加热，萃取应至少进行4h。当溶剂冷却至室温后，从萃取套管中取出镜片。按上述方法干燥镜片至恒重，称重精确至0.1 mg (m_2)。根据公式（1）计算结果。

注2：如果干燥后的镜片易碎且镜片破碎可能会导致测量不准确，则萃取溶剂可被定量干燥至恒重，并将所得可萃取残留物重量精确到±0.1 mg (m_3)。在这种情况下，根据公式（2），计算结果。

4.2.7 结果计算

萃取材料的量应表述为质量分数，即可萃取物质量占初始干重量的百分比，见公式（1）：

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

式中：

m_1 ——萃取前镜片质量；

m_2 ——萃取后镜片质量。

或者，将萃取溶剂定量干燥至恒重，并称所得可萃取残留物重量精确至0.1 mg (m_3)，以计算萃取材料的量，见公式（2）：

$$w_{\text{萃取}} = \frac{m_3}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

4.2.8 试验报告

可萃取物的试验报告应符合第5章的要求，亲水材料还应包含以下内容：

- 最初水合溶液的成分；
- 指明是否根据水合溶液中的盐分含量，对所得到的可萃取物百分比进行调整；
- 本试验前接触镜是否在水中平衡；
- 计算萃取材料的量的方法，如是否使用公式（1）或公式（2）计算。

4.3 透氧系数

4.3.1 通则

接触镜材料透氧系数的测定有2种标准方法，分别是极谱法（见4.3.3）和库仑法（见4.3.4）。两种方法的共同要素见4.3.2，校准见4.3.5，报告要求见4.3.6。

也可采用其他测量透氧系数的方法和与标准方法不同的方法，但需表明经过校准的结果与标准方法测得结果具有等效性。

测量几个接触镜样品的初始透氧量，从而测定材料的透氧系数。虽然在测量透氧量时可能会产生某些误差，推导出材料的透氧系数时能有效地将误差减小至可忽略（被修正）。因此，可从初始（未经修正）透氧量推导出修正了这些误差的透氧系数。然后对修正的透氧系数值进行校准。最后，可根据修正并标准化后的透氧系数值计算出修正并校准的透氧量值。

基于含水量计算水凝胶镜片的透氧系数见附录 A。

4.3.2 方法的共同要素

4.3.2.1 参量

测量和推导透氧系数的重要参量包括氧流量（ j ）、透氧系数（ Dk ）、透氧量（ Dk/t ）、厚度（如：径向厚度）和调和平均厚度。见GB/T 11417.1中的术语和定义。

当采用库仑法时， j 等于氧气流过库仑传感器的速率（ $\mu\text{l O}_2/\text{s}$ ）除以氧气流过的面积（ A ）。当采用极谱法时， j 是实测电流与暗电流的差值乘以公式（3）中的常量，然后除以阴极面积。

厚度 t 是测量点的径向厚度或测量区域的调和平均厚度。通过测得的中心厚度、已知的折射率、后表面曲率半径和后顶焦度，计算得到调和平均厚度。除非另有说明， t 的单位宜为厘米。

当采用库仑法时， Dk 等于测得的透氧量 Dk/t 乘以样品调和平均厚度 t 。当采用极谱法时，透氧系数通过调整氧气流过面积的取值，以及从测量的氧阻 t/Dk 与厚度 t 的曲线得到斜率 $1/Dk$ 来修正。透氧系数是材料的物理性能，与材料样品形状或厚度无关。

当采用库仑法时， Dk/t 等于氧流量 j 除以样品两侧氧张力（氧分压）差。当采用极谱法时，透氧量 Dk/t 等于通过边缘效应和边界层效应修正的透氧系数 Dk 除以厚度 t 。透氧量是镜片材料和镜片厚度的特性，取决于镜片的设计。

4.3.2.2 试验样品

本部分可用于测定各种焦度和设计的水凝胶和非水凝胶弹性材料成品接触镜的透氧系数。同样也可用于测定水凝胶和非水凝胶弹性材料标定片的透氧系数。优先选择上下表面接近平行的试验样品（见4.3.3.7.1）。

如果研究的目的是通过测量初始透氧量来测定成品镜片透氧系数，应在试验报告（见4.3.6）中给出流过氧气的接触镜中心区域上的调和平均厚度（见4.3.2.1）。这个厚度与从测量氧流量推导出的初始透氧量无关[见公式（3）或公式（8）]。

试验样品的后光学区曲率半径应是已知的。后、前光学区直径应大于用于气体交换的被测中心区域的弦直径（ $2h$ ）。试验样品表面应清洁，且抛光质量应与常规成品镜片一致。

对于水凝胶材料，试验样品宜保存在标准盐溶液（见GB/T 11417.4），并且在等效眼温度（ $35^\circ\text{C}\pm 1.0^\circ\text{C}$ ）条件下达到平衡（见GB/T 11417.1的3.1.1.21）。平衡条件在试验报告中描述。

4.3.3 极谱法

4.3.3.1 通则

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

极谱法适用于测量各种焦度和旋转对称的硬性、水凝胶和非水凝胶弹性材料成品片的修正透氧系数（ Dk ），同样适用于测定水凝胶、非水凝胶弹性和硬性接触镜材料标定片的修正透氧系数。

4.3.3.2 原理

极谱法通过电化学方式将透过材料的氧分子从溶液中去除，直接测量穿过测试材料的氧分子扩散数。当从样品中逸出一个氧分子，它与贴合在样品的后表面的氧探头中心电极（阴极）接触，瞬间电化转化成4个氢氧根离子。产生的离子形成仪器可测量的电流，它与去除的氧分子数成比例。测得的电流代入（3）

式计算初始（未经修正）透氧量，表达为 $\text{ml O}_2/(\text{A}\cdot\text{s})$ ：

$$\left(\frac{Dk}{t}\right)_{\text{初始}} = \frac{(I - I_d)}{p_A \times A} \times 5.804 \times 10^{-2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中

p_A ——大气压与水汽压的差，单位 mmHg，乘以大气中氧气含量百分比值（如空气中为 0.209）；

I ——安培表测得的稳态电流值（假定换能效率为 100%），单位安培 A；

A ——氧探头阴极面的面积，单位 cm^2 ；

I_d ——氧探头暗电流（无氧流量的电流），单位安培 A；

5.804×10^{-2} ——假定去除每个氧分子需要 4 个电荷，在标准温度和压力下（STP），1 mol 理想气体的体积除以法拉第（Faraday）常数，除以去除每个氧分子所需的电荷数得到的值。

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

4.3.3.3 边缘效应修正

扩散类方法中普遍存在“边缘效应”，应予以考虑。当氧气通过的前后扩散区域是不相等且不对齐时，就会发生这种效应。在极谱法中，最终与镜片后表面的阴极接触的氧气，从面积更大的样品前表面传输到后表面上的阴极区域。实际上，公式（3）中的 A 被低估，氧流量不再是公式给出的阴极面积的简单线性函数。然而，如果阴极直径至少比样品厚度大 10 倍，可采用一个相对简单的计算方法修正初始 Dk/t 的边缘效应，且准确度符合本文件要求。

在 4.3.3.4 中需要用到透氧量的倒数，因此对初始透氧量的倒数（ t/Dk 或氧阻）进行边缘效应修正。可采用适用的公式（4）、式（5）、式（6）、式（7）修正初始 t/Dk 值。在下式中， t 和阴极直径 D 的单位为 mm，为了方便起见， Dk 的单位表述为“ Dk 单位”，即在公式中使用前，对 Dk 单位中的 10^{-11} 乘上 10^{11} ：

当使用球面阴极测量水凝胶镜片：

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{初始}} \times \left(1 + \frac{2.35t}{D}\right) \quad \dots\dots\dots (4)$$

当使用平面阴极测量水凝胶镜片：

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{初始}} \times \left(1 + \frac{1.89t}{D}\right) \quad \dots\dots\dots (5)$$

当使用球面阴极测量非水凝胶镜片：

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{初始}} \times \left[1.01725 + \frac{4t[0.587 - 0.00193(Dk)]}{D}\right] \quad \dots\dots\dots (6)$$

当使用平面阴极测量非水凝胶镜片：

$$\left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{修正}} = \left(\frac{t}{Dk}\right)_{\text{初始}} \times \left[1.01575 + \frac{4t[0.471 - 0.00193(Dk)]}{D}\right] \quad \dots\dots\dots (7)$$

非水凝胶镜片修正公式中包含 Dk 值，在这个阶段是未知的。为了解决这个难点，按公式（8）用 t/Dk 值（未修正边界层效应）计算 Dk ，用该方法得到的 Dk 值足够接近于真实值。或使用适当的统计软件，来实现上述目的：

$$Dk = \frac{\left[i \sum t_i^2 - \frac{(i \sum t_i)^2}{n} \right]}{\left\{ i \sum t_i (t/Dk)_i - (i \sum t_i) [i \sum (t/Dk)_i] / n \right\}} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

$i \sum$ —— n 个测量值的总和，每次测量都有厚度测量值 (t_i) 和氧阻测量值 ($(t/Dk)_i$)。

公式（8）得到的 Dk 值已经与用于边缘效应修正公式（4）～公式（7）所需的值足够接近。然后使

用经边缘效应修正的 t/Dk 按照 4.3.3.4 再次计算 DK，该 Dk 值是经过边缘效应和边界层效应修正的最终结果。

4.3.3.4 边界层效应修正

对每种材料测试时，至少采用4个厚度差异较大的镜片来测定初始 Dk/t 值。可通过叠加平行或接近平行的镜片，获得不同厚度值。叠加镜片来模拟较厚的样品是不理想的。这种方法只宜在无法获得合适单片样品时使用。使用叠加镜片来测定透氧系数的信息宜被记录在结果中。

对透氧量的倒数 (t/Dk) 与厚度 (t) 按最小二乘法进行线性拟合，得到的斜率是经边界层效应修正后的透氧系数的倒数 ($1/Dk$)。

上述步骤用于减少实验假象，包括在样品前表面和/或后表面停滞的水层，和在非水凝胶镜片和氧探头的阴极间的“水桥”（湿润滤纸）。除了试验样品本身的阻力之外，这些界层对氧流量产生了一个稳定的，较大的阻力。这些膜层的阻力加上样品的阻力影响了初始 Dk/t 值，该初始 Dk/t 值是通过探头电流计算并经过边缘效应修正。但是，如果仪器准确且操作步骤正确，这些边界层效应不随厚度变化。这样，通过上述取倒数求斜率的统计方法可消除边界层效应对计算初始 Dk 值的影响。

4.3.3.5 试剂和材料

4.3.3.5.1 混合氧气：由氧气和氮气/其他气体组成的气体混合物，若大气符合要求也可使用。应对气体进行增湿处理，使其与试验样品前表面接触时为饱和水蒸气。可使用其他合理的混合气体物并对公式（3）中的分压进行相应调整。

4.3.3.5.2 滤纸：滤纸需在标准盐溶液中浸湿，在非水凝胶材料的后表面与氧探头的前表面间作为“水桥”。测量时滤纸层应采用同样的类型和厚度，并始终处于浸湿的状态。通常使用适合的卷烟纸，但也可以使用其他形式的滤纸。

注：产生非典型平衡反应的镜片可能需要水桥。

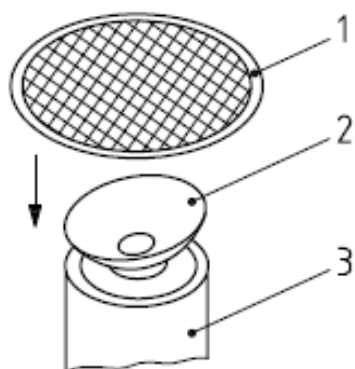
4.3.3.6 仪器

在图3和图4中给出了一个透氧仪的示意图，它由一个夹紧装置，O形圈，尼龙网，滤纸，加热箱，热敏电阻，极谱探头，欧姆表和微安表组成。通过让夹紧装置压住尼龙网，使尼龙网紧贴在试验样品的前表面，从而将试验样品牢牢地固定在探头传感器阴极上。当夹紧时，水凝胶试验样品被夹在极谱探头与尼龙网之间（见图2和图3）。

极谱探头主体（见图4）带有电极和热敏电阻，由不透氧的聚合物制成。极谱探头的阴极为铂或24K金制成，直径为4mm。银的阳极（纯度 $\geq 99.8\%$ ）是环状的，环绕阴极，中间由不透氧的聚合物将阳极与阴极隔开。在阴极上钻一个小孔，埋入热敏电阻。采用与接触镜一样的加工过程切削和抛光探头表面。当测试硬性的、水凝胶和非水凝胶接触镜时，探头的表面应为凸起的球面（通常曲率半径为7.5mm~9.0mm，以匹配镜片样品的曲率）。具有同样设计的平面探头，可用于测试平面样品和水凝胶接触镜。

极谱探头是可拆卸的，平面和凸面探头可互相替换。阴极埋在不透气塑料的中心线上。O形圈固定尼龙网使样品紧贴在阴极表面上。

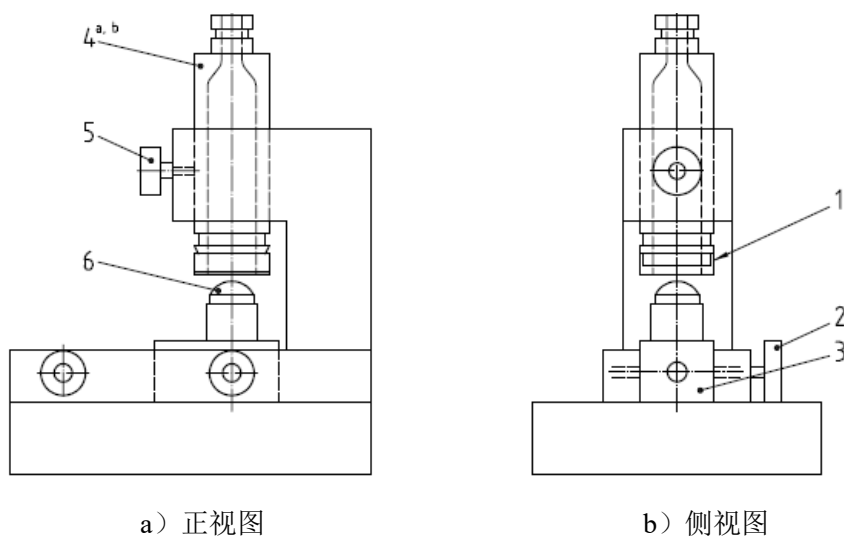
电子装置包括用于读取热敏电阻值的欧姆表，用于测量电流的微安表，以及必要的用于维持氧探头阳极和阴极间电压恒定的电路。



标引序号说明：

- 1——带尼龙网的O形圈；
- 2——水凝胶镜片；
- 3——平面探头。

图2 探头和尼龙网间的水凝胶样品



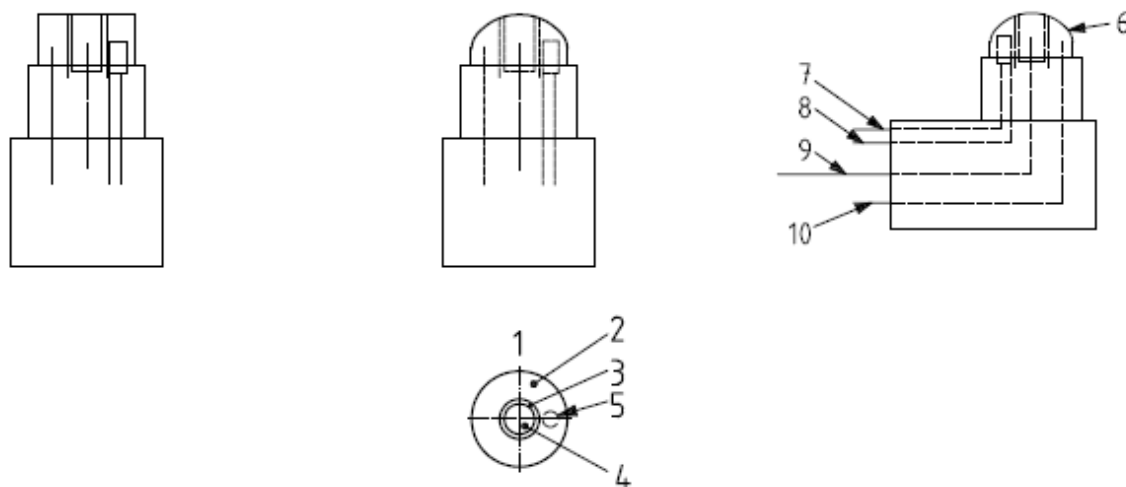
a) 正视图

b) 侧视图

标引序号说明：

- 1——用于固定样品的套筒末端的尼龙网；
- 2——极谱探头的固定螺栓；
- 3——探头的固定装置；
- 4——移动套筒；
- 5——套筒固定螺栓；
- 6——极谱探头；
- a——移动套管的小端口，用于放置平面样品；
- b——移动套管的大端口，用于放置曲面样品。

图3 极谱法测量的夹紧装置



a) 平面探头正视图

b) 曲面探头正视图

c) 侧视图

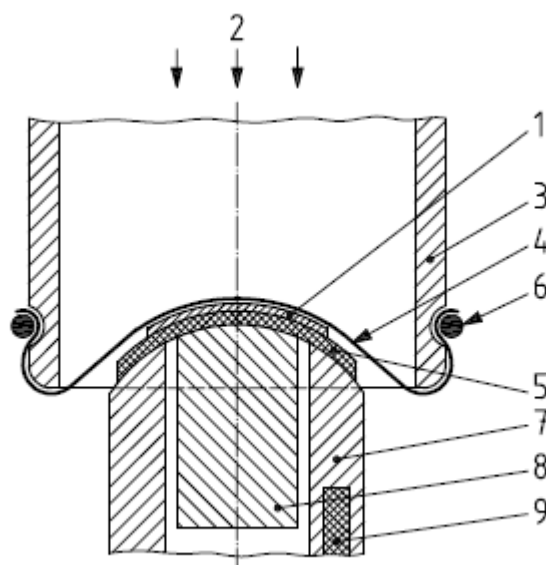
标引序号说明:

- | | |
|-----------------|--------------|
| 1——曲面或平面探头的俯视图; | 6——与样品匹配的曲率; |
| 2——银阳极; | 7——温度输出连接; |
| 3——绝缘层; | 8——温度传感器; |
| 4——金或铂阴极; | 9——阴极; |
| 5——温度传感器; | 10——阳极。 |

图4 极谱探头主体

把带有试验样品的整个测试装置放置在加热箱内, 并将温度维持在 $35^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。箱中带有储水盒, 维持试验样品暴露的表面处于饱和水蒸气的环境中。

对于非水凝胶硬性试验样品, 它的后表面应尽可能与探头和阴极表面的曲率相匹配。在夹紧前放置一层由盐溶液浸湿的纸(薄滤纸或卷烟纸)。这张滤纸放置在非水凝胶试验样品后表面和氧探头之间, 以提供前文所述的“水桥”, 使极谱探头正常运行(见图5)。



标引序号说明:

- 1——接触镜；
- 2——氧流量；
- 3——移动套筒；
- 4——将样品固定在探头上的尼龙网；
- 5——浸湿了盐溶液的滤纸；
- 6——O形圈；
- 7——银阳极；
- 8——金或铂阴极；
- 9——热敏电阻。

图5 极谱探头示意图，非水凝胶样品位于探头和尼龙网之间

4.3.3.7 步骤

4.3.3.7.1 样品厚度

按照GB/T 11417.6中4.4的方法测量平行或近似平行样品的厚度。通常，焦度在-1.00 D至零之间的成品镜片被认为是表面近似平行的样品。

注1：若镜片的焦度超出这个范围可能会降低测量准确度。

有焦度样品需测量调和平均厚度（ t_{HM} ）。

旋转对称接触镜厚度的计算方法为一系列（ $h+1$ ）径向厚度的测量，测量从圆形区中心点（点0）到边缘点（点 h ）相等环形区域的间隔，表达式见公式（9）：

$$t_{HM} = \frac{h+1}{\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_1} + \frac{1}{t_2} + \frac{1}{t_3} + \dots + \frac{1}{t_h}} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

h ——从镜片几何中心到样品区域边缘的一系列同心环数；

t_{HM} ——径向对称试验样品的调和平均厚度；

t_0 至 t_h ——从圆形区中心点（ t_0 ）到样品区域边缘（ t_h ）的相等环形区域测量其间隔得出的径向厚度。

注2：区的数目等于 $h+1$ 。

当镜片相关的几何和光学性能已知时，这些性能可被用来计算调和平均厚度，单位为毫米，如公式（10）所示：

$$\frac{1}{t_{HM}} = \frac{-4.606(n-1)}{d^2 F \times 10^{-3}} \log_{10}[1 - (d^2 F \times 10^{-3}) / (2(n-1)t_c)] \dots\dots\dots (10)$$

式中：

n ——折射率；

F ——镜片焦度，单位为屈光度（D）；

$2d$ ——中心区直径，单位为毫米（mm）；

t_c ——中心厚度，单位为毫米（mm）。

此外，调和平均厚度可以通过测量中心区域适当位置的局部厚度来测定。

4.3.3.7.2 暗电流 I_d 的测定

这个步骤基于零透氧材料建立参考电流。用隔氧屏障代替试验样品，用电流表测量平衡电流。屏障可由两片PMMA接触镜和一片置于这两个接触镜之间的铝箔片组成。屏障的必要特性应包括：

——不透氧

——紧贴氧探头，使氧气不能穿过其边缘和底部到达阴极

——为非导体。当阴极接收不到透过或绕过屏障的氧分子，此时微弱的平衡电流即为暗电流。

测量暗电流的另一种方法是把水凝胶镜片放置在探头上，并将镜片置于水蒸气饱和且无氧环境中进行调节，直至建立平衡电流。

4.3.3.7.3 平衡电流的测量

将测试设备放置在一个恒定的 $35^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 温度中，将试验样品从保存液中取出。若样品由不含水材料制成，在探头表面放置一张浸湿的滤纸再放上样品，若材料含水，则不需滤纸。将样品紧压在阴极表面，使样品固定在阴极和带有O形圈的尼龙网之间。

在测试前应达到平衡条件。然后，在 35°C 下读取一个稳定的电流值并记录。这个平衡电流用于计算初始 Dk/t 。

将镜片取下，对每种试验材料，至少对4片厚度不同样品重复以上步骤，厚度建议为：最低可为 0.04mm ，最高可为 0.40mm 。可通过增加每片的独立测量次数（至少4次）和试验样品的数量提高准确度。独立测试是从仪器上取下样品，在盐溶液中重新平衡样品，再次测量平衡电流。

注：通常在30分钟或更短时间内达到平衡，但也可能需要长达2小时。

4.3.3.8 数据分析

对每个试验样品按照4.3.3.2的方法计算初始 Dk/t ，平面阴极的面积可用公式（11）计算：

$$A = \pi h^2 \dots\dots\dots (11)$$

球面阴极的面积可用公式（12）计算：

$$A = 2\pi r \left[r - (r^2 - h^2)^{1/2} \right] \dots\dots\dots (12)$$

式中

2h——阴极的弦直径；

r——阴极表面的曲率半径；

A——阴极的面积。

通过计算每个试验样品的初始透氧量的倒数（ t/Dk ，或氧阻），选用4.3.3.3中适用的边缘修正公式。对相同接触镜材料制成的样品取边缘修正 t/Dk 值，再按4.3.3.4修正边界层效应。 t/Dk 的平均值与 t 应近似线性关系，这样可以测定一个有效的 Dk 值。每种材料测量多种厚度可提升获得所需线性结果的能力， Dk 测试范围可达 $190 \times 10^{-11} (\text{cm}^2/\text{s}) [\text{ml O}_2/(\text{ml} \cdot \text{mmHg})]$ 。修正的透氧系数 Dk 最终应按照4.3.5进行标准化。

4.3.4 库仑法

4.3.4.1 通则

本方法描述了用库仑法测定接触镜材料的透氧系数。步骤中给出了测量方法和测试条件。

库仑法适用于测量各种焦度和旋转对称的硬性接触镜的透氧量。同样适用于接触镜材料的标定片。

4.3.4.2 原理

将接触镜放置在仪器上，在眼温度（ 35°C ）下使接触镜前、后表面区域接触到气体混合物。接触镜把前气体环境和后气体环境分离开，形成了一个阻碍氧气流从前环境室流动到后环境室的屏障。在前环境室充入含氧气体，并通过接触镜扩散。使无氧的惰性载气流过在接触镜后表面的后环境室，带走已经穿过接触镜屏障的氧分子。含有低浓度氧的载气输入至库仑传感器，该传感器产生一个与流经探测器的氧浓度成比例的电流。仪器经适当校准后，以测定并记录通过探测器的氧流量。

4.3.4.3 计算值

已知氧流过的试验样品的面积（A），试验样品的厚度（t），计算所得的氧流量率（ q_{O_2} ）或记录经过探测器的氧流量率，和测试时前、后环境室氧分压差值（ $P_A - P_P$ ，单位是mmHg，其中 P_A 大约为155mmHg，假定 P_P 为零），可用公式（13）推导出透氧量（ Dk/t ）和透氧系数（ Dk ）。

$$Dk = \frac{t \times q_{\text{O}_2}}{P_A \times A} \times \frac{1}{10^3} \dots\dots\dots (13)$$

式中：

Dk ——试验样品的透氧系数，单位为 $10^{-11} (\text{cm}^2/\text{s}) \cdot [\text{ml O}_2/(\text{ml} \cdot \text{mmHg})]$ ；

P_A ——大气压—水汽压，单位mmHg，乘上大气中氧气含量百分比值（如空气中是0.209）；

t——试验样品径向厚度或调和平均厚度，单位：cm；

A——试验样品的暴露面积，单位： cm^2 ；

q_{O_2} ——流经探测器的氧流量率，单位： $\mu\text{l O}_2/\text{s}$ ；

$\frac{1}{10^3}$ ——单位 μl 转换成 ml 的系数。

4.3.4.4 边缘效应

采用库仑法时，将前表面部分区域覆盖，以便与后表面区域匹配，从而使“边缘效应”可以忽略不计。所测得的 Dk/t 与极谱法所描述的边缘效应修正后的 Dk/t 等效。

4.3.4.5 边界层效应

如果在前后环境室中使用气体，则水溶液不会接触被测样品的任何表面，并且不存在边界层。在这种情况下，库仑法不需要对边界层效应进行修正。如果用于维持镜片水合的水溶液与前表面接触，则需要按照 4.3.3.5 对边界层效应进行修正。

4.3.4.6 试剂和材料

4.3.4.6.1 无氧载气：由氮气（容积百分比97%到99.5%）和氢气（容积百分比0.5%到3%）组成的气体混合物。载气应干燥，其氧含量不超过 $100\mu\text{l/L}$ [100ppm]。在该气体到达扩散腔之前，使用氧去除器。在载气接触到测试镜片之前，根据需要进行加湿处理，例如，可以使载气通过一定体积的无氧水。

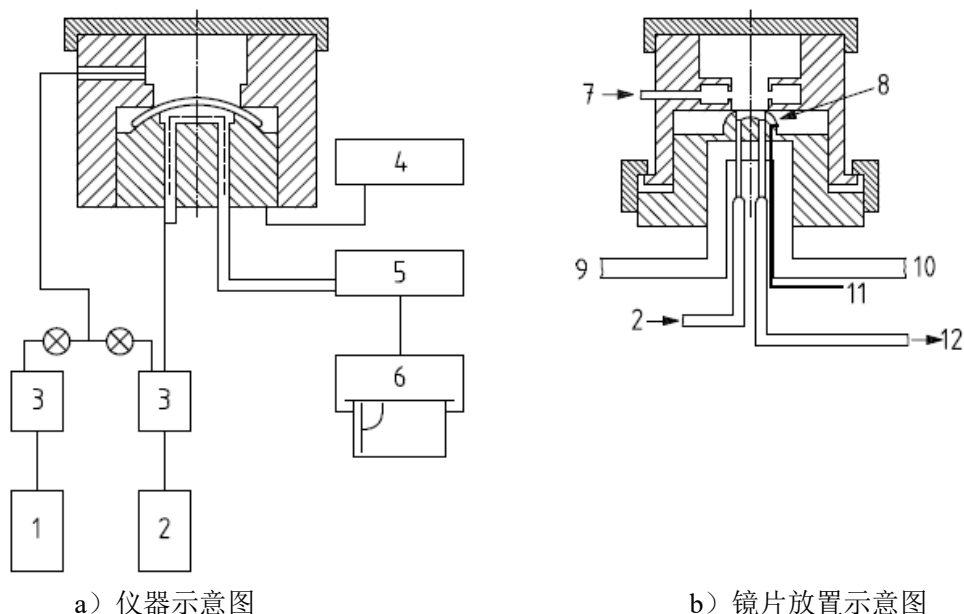
4.3.4.6.2 含氧的测试气体：由已知浓度的氧气和氮气组成的气体混合物，例如容积百分比20.9%的氧气，剩余为氮气。在载气接触到试验镜片之前根据需要进行加湿处理，例如使载气通过一定体积的无氧水。这部分的水汽可能会与镜片表面接触，使镜片保持水合状态。

4.3.4.6.3 密封油脂：几乎不透氧的高粘度无硅活塞油脂，或高真空油脂。必要时，密封油脂用于将试验镜片密封在扩散腔的两部分之间。这主要用于硬性镜片。

4.3.4.7 仪器

4.3.4.7.1 氧气传输仪器

氧气输送仪器由扩散腔、O型圈、加热装置、流量计、库仑氧气传感器、负载电阻和记录仪组成。使用不透氧接口，阀和管路，可用于清除扩散腔内两个环境室中的氧，并将含氧的测试气体引入前环境室内（见图6中上室），输送载气流经后环境室（见图6中下室）到达库仑氧传感器。载气进入后环境室前，氧去除器确保它无氧，若需要，使用水分去除器确保干燥。



a) 仪器示意图

b) 镜片放置示意图

标引序号说明：

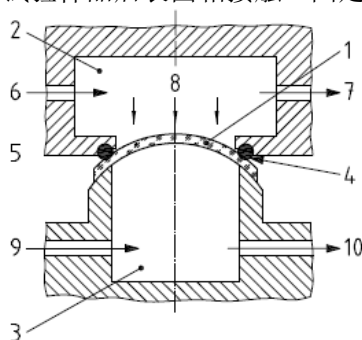
1——空气源；

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

图6 库仑仪器示意图

4.3.4.7.2 扩散腔

见图7。当扩散腔密闭包围试验样品，则扩散腔被样品分为两个环境室。当夹紧时，上下腔容积的准确数值并不是重要因素。这些容积宜足够小，可允许气体快速交换，但是不能太小，否则导致不能支撑一个试验样品，从而发生下凹或者凸起，接触到腔的顶部或底部。腔内应包含一个测试温度的装置，并应安装一个加热装置维持环境室和样品温度在 $35^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。扩散腔前半部（这半部输送含氧的测试气体到样品的前表面）有一个尺寸适当的环状凹槽，嵌装一个聚氯乙烯O型圈，与试验样品前表面接触。腔后半部的表面应有一个平滑的环状固定凸缘，与试验样品后表面相接触。固定凸缘应无径向划痕。



标引序号说明：

- 1——硬性接触镜样品；
- 2——前室；
- 3——后室；
- 4——O型圈；
- 5——涂抹密封油脂扩散腔表面；
- 6——测试气体流入；
- 7——流出；
- 8——氧流量；
- 9——载气流入；
- 10——流出到库仑氧气传感器。

图7 库仑法扩散腔

4.3.4.7.3 聚氯乙烯O型圈

当扩散腔两部分封闭时，聚氯乙烯O型圈压在试验样品前表面，决定了与氧流量接触的试验样品的面积。因此，试验样品被夹在扩散腔前室的O型圈和扩散腔后室的环状光滑表面之间。试验材料的机械可塑性通常足以确保充分密封。对于硬性镜片，与样品接触的每个环形区域应涂抹密封油脂，以确保充分密封。

与氧气流接触的试验样品的面积（A）可看作后室的孔径。此外，当使用密封油脂时，在测量氧流量后，将试样从扩散腔取出，通过检测遗留在试样前后表面的环形印记测定其面积。面积计算见4.3.3.8。

4.3.4.7.4 加热系统和氧去除器

由简单的电阻加热装置或等效装置组成，能将扩散腔和试验样品的温度提高到35°C。一个热敏电阻和适当的电子控制反馈回路应能监测和维持温度在稳定值（±0.5°C）。“氧去除器”包含3 g~5 g含有0.5%铂或钯的氧化铝或其他等效物，应基本上去除载气中的所有残留氧气。氧去除器通过催化氧分子（O₂）与载气中的氢分子（H₂）反应除去氧。这样的去除器有规定的容量，在使用过程中若出现容量已满则需更换。流量范围为5ml/min~100ml/min的流量计用于检测载气和测试气体的流速。

4.3.4.7.5 库仑传感器

宜按照制造商的建议，对库仑仪器和传感器进行维护。

4.3.4.7.6 库仑传感器和记录系统

经过适当的校准后，氧敏感的库仑传感器按其基础效能（95%或更高）应将载气的氧质量转换成通过探测器的氧流量。应避免让盐水、游离氯、氧化剂和二氧化碳与传感器接触。

输出电压和负载电阻被用来测定由氧气产生的电流。选择的负载电阻通常为5.3Ω~53Ω，其输出电压由电压记录仪记录测量。该记录仪的可读电压范围宜为0.100mV~50mV，最小分辨率10μV。输入阻抗为5000Ω或更高是可以接受的。

4.3.4.8 试验样品处理

除另有说明外，试验样品的处理与4.3.2.2一致。

4.3.4.9 步骤

4.3.4.9.1 样品厚度

平行或近似平行的样品的厚度应该参照4.3.2来测试。其它样品的调和平均厚度应参照4.3.2测定。

4.3.4.9.2 仪器准备

宜按照制造商的说明，对仪器进行安装和操作。

4.3.4.9.3 安装试验样品

试验样品从其平衡环境中取出，其后表面周边放置于后环境室固定凸缘的环形光滑表面上。确保样品无皱褶和折痕。下一步放置扩散腔的前半部，使得试验样品的前表面的O型圈直接接触样品的环形区域，该区域的后表面已经与固定凸缘相接触。将扩散腔的两部分紧密的夹紧，试验样品被封闭在两者之间。

4.3.4.9.4 除氧系统

将不透氧屏障放在镜片测座上，使系统达到平衡的电压就是零电压输出（V₀）。此外，可以使用一个分流器，让载气绕过环境室，直接流向传感器，所测电压为零电压输出。

4.3.4.9.5 最终电压输出测定

一旦V₀建立起来，载气维持相同的速率流经扩散腔的后环境室。安装镜片（若未放样），然后含氧的测试气体开始以类似的流速经过前环境室。氧透过接触镜试验样品，由载气导向库仑传感器，探测器输出电压逐渐增加，最后，输出值稳定在一个值，就是最终电压输出（V_E）。输出应在大约15分钟内稳定下来，但低透氧量的接触镜（厚的，低Dk），则需要相对长的时间（1h到2h）去稳定在一个低的最终电压输出。在测量高透氧镜片之后立即检测低透氧镜片，这种现象会非常明显。因此，透氧系数接近的试验样品宜一同测试。

4.3.4.9.6 计算氧流量率（μl O₂/s）

经过库仑传感器的氧流量率是推导出透氧量和透氧系数的关键值。已知零输出电压和最终输出电压（V₀和V_E）、负载电阻（R_L）和校正常数（K），氧流量率 q_{O_2} 可按公式（14）推算：

$$q_{O_2} = \frac{K(V_E - V_0)}{R_L} \dots\dots\dots (14)$$

式中：

- K——校正常数；
- V_E ——最终电压输出；
- V_0 ——零电压输出；
- R_L ——负载电阻。

该计算可预置在现代自动化仪器的软件内部，在这种情况下，需遵循制造商的计算方法。

4.3.4.9.7 利用参考膜测定校正常数 (K)

通过按 4.3.4.9.4 和 4.3.4.9.5 的方法测定一个已知透氧量 (Dk/t) 的非水凝胶标准参考材料 (SRM) 的 V_E 和 V_0 。通常情况下，使用参考材料 SRM1470 进行检测，该材料已被美国国家标准和技术研究所 (NIST) 认可。SRM 1470 的 Dk/t 为 0.072 ± 0.0045 Dk/t 单位。已知参考样品暴露的面积、前环境室的氧分压和氧流量可以通过公式 (13) 计算得到。 P_A 约为 207 hPa (155 mmHg)，但是可能受试验时所在地的大气压影响 (见式 (13))。然后根据已知 R_L 和测得的 V_E 和 V_0 ，由公式 (14) 可计算校正常数 (K)。

仪器校准最好用不同标准参考材料样品进行多次校核，为校正常数 (K) 建立一个严格的置信区间。若 K 值随时间明显漂移可能表示库仑传感器效能的下降。

使用 NIST 溯源的试验样品，校正常数的测定流程可预置在特殊设计的现代自动化仪器的软件内部在这种情况下，需遵循制造商的程序。

4.3.4.9.8 关闭步骤

在测试结束时，若本次测试完毕后，不久就进行下次测试，仪器应处于待机状态：

- a) 旁路库仑传感器；
- b) 关闭测试气体，并重新将载气输送到扩散腔前室，使载气持续流入后环境室；
- c) 降低输送气体流速至 5ml/min 以下；

避免气体反向扩散进入系统是很重要的，因此，宜始终确保载气正向流经系统。仪器不使用时，气流可以很低 (<5ml/min)。当仪器可能很长时间不用时，可切断加热装置的电源。

4.3.5 使用参考镜片对修正的透氧系数进行归一化

已知透氧系数的参考材料应至少采用 4 片不同厚度接触镜，以进行标准化处理。参考镜片的设计应与 4.3.2.2 中标准试验样品相同。参考镜片的透氧量 (Dk/t) 和参考材料的透氧系数 (Dk) 应能够确定适当范围的测量准确度。材料的 Dk 参考值准确度应为 $\pm 5\%$ 。

每个参考镜片的初始 Dk/t 应至少测量 4 次，并计算每个镜片的算术平均值。若适用，应对边缘和边界层效应进行修正。t/Dk 与 t 应为近似线性关系。若适用，测得的 Dk 修正值与参考材料的 Dk 参考值之间的关系应被用来构建最终校准曲线。

采用极谱法、库仑法或其他方法测得的经过归一化和修正的 Dk 和 Dk/t 的再现性宜为 10% 或更小。

4.3.6 试验报告

除了第 5 章中所述事项外，试验报告还需包括以下内容：

- a) 试验样品标识，包括后光学区曲率半径和直径、焦距、暴露区域的中心厚度，及阴极的弦直径 (2h) (极谱法) 或在测试过程中样品与氧流量接触的圆形面积 (库仑法)；
- b) 测试时所在地的大气压以及含氧测试气体中的氧气百分比；
- c) 经第 4.3.5 章节中所述最终校准曲线修正的样品材料的平均透氧系数 (Dk) 及试验样品的平均透氧量 (Dk/t)；
- d) 试验样品的测试次数。测试确定平均电流 (极谱法) 或平均氧流量 (库仑法)，以计算 Dk 和 Dk/t 及标准差。
- e) 所采用的方法 (极谱法或库仑法)；

4.4 折射率

4.4.1 通用要求

接触镜材料的折射率应在 589 nm（钠 D 线）或 546.1 nm（汞 e 线）波长下测量。根据接触镜的形状和测量条件（例如干燥、吸干或浸泡在溶液中），可以采用不同测量方法。

4.4.2 阿贝折射仪

在室温下，采用校准的阿贝折射仪或等效折射仪，在特定波长 546.1nm（汞 e 线）或 589nm（钠 d 线）下测量发生全反射时的临界角来测定折射率。光线通过折射仪的棱镜表面进入接触镜材料。根据斯涅尔（Snell）定律，临界角与平板样品的折射率和用于放置样品的折射仪透明参考平面的折射率相关，可用公式（15）计算：

$$n = \frac{n' \sin(\alpha)}{\sin(90^\circ)} \dots\dots\dots (15)$$

式中

- n——试验样品的折射率；
- n'——参考平面的折射率；
- α ——参考平面的临界角。

除了水凝胶材料以外，其他所有的接触镜材料在测试时都必须在材料与折射仪棱镜表面之间注入折射液。折射液的折射率应大于试验样品的折射率，且不应损坏试验材料和折射仪棱镜组件。折射仪的精密度应至少为 0.0005，该方法的重复性为 ± 0.001 。

因接触镜材料的折射率一般不会超过 1.55，所以折射率不小于 1.55 的折射液即可满足要求。不宜使用有机溶剂。水溶液，例如饱和的溴化锌溶液（ $n_d=1.564$ ，密度 $\rho=2.510\text{g/ml}$ ）是合适的折射液。

使用棱镜耦合装置对折射率进行测量，可以提高接触镜几何形状和测量条件的灵活性。

4.4.3 试验样品

试验样品应是平面的或在测量时可以压平在折射仪的参考平面上。与参考平面接触的测试面应抛光至光滑。若使用水凝胶样品，应在 $20^\circ\text{C}\pm 0.5^\circ\text{C}$ 的标准盐溶液（见 GB/T 11417.4）或包装液中平衡（见 GB/T 11417.1 的 3.1.1.21 定义），以符合标签值。

水凝胶试验样品可从盐溶液中取出置于棱镜上，可观察到盐溶液的阴影线和水凝胶的阴影线。

4.4.4 表面盐溶液的去除

在测定含水材料折射率前，宜有效的吸干或甩脱样品表面多余的盐水，而该操作的优劣将限制本试验方法的准确度。但不能过度吸干。吸干或甩脱样品表面多余盐水的操作应尽可能的快以防止水分蒸发。

4.4.5 步骤

4.4.5.1 样品的准备

4.4.5.1.1 通则

如果试验样品是着色材料，透过材料的光线可能不足以在目镜上形成清晰的明暗分界像。遇到这种情况时，若材料在聚合前未着色，应使用未着色的相同材料的样品进行测定。

4.4.5.1.2 硬性和非水凝胶材料

准备一个试验样品，它的尺寸与折射仪的棱镜上抛光的光学平面（测试面）相符合。如果需要使光线由样品的侧面进入测试系统，需确保样品的侧面为抛光的光学平面且与测试面垂直。

注1：软性非水凝胶材料样品，例如硅酮类，可用于接触镜成品。

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

4.4.5.1.3 水凝胶材料

确保试验样品与棱镜的接触面（测试面）光滑，样品厚度基本均匀。测试前，在 $20^\circ\text{C}\pm 0.5^\circ\text{C}$ 的标准盐溶液（见 GB/T 11417.4）中浸泡，使样品平衡（见 GB/T 11417.1 的 3.1.1.21）。

注：厚度均匀的接触镜是水凝胶材料的理想样品。

4.4.5.2 测试

4.4.5.2.1 硬性和非水凝胶材料

确保样品和折射仪在20°C-25°C温度下,在折射仪棱镜面上滴一滴折射液,将样品抛光面紧压在棱镜上,并对准光源。用于测量折射率的棱镜组件温度应为 $20.0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

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

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

4.4.5.2.2 水凝胶材料

使折射仪在20°C-25°C温度下,将根据4.4.5.1制备的样品从水合溶液中取出,宜轻吸或甩脱镜片表面多余的水分,然后立即将样品测试面紧压在折射仪的棱镜面上。按4.4.5.2测量折射率。用于测量水凝胶折射率的棱镜组件温度应为 $20.0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

注:在目镜中的亮区和暗区有一个清晰的界线时指明试验样品和棱镜之间的接触符合要求。如果样品在棱镜上压得不够紧,则在清晰的界线旁边可能观察到一条较模糊的线。这是由水合溶液所引起的,其折射率可以通过单独测量水合溶液的折射率进行验证。

4.4.5.2.3 非均质材料

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

4.4.5.3 结果的表述

至少进行3次独立测量。试验结果应包括平均值,标准差和样品尺寸。如果折射仪的刻度是用溶质含量百分比表示的或折射仪未采用参考波长进行校准,需将读数修正到参考波长时的结果。

4.5 含水量

4.5.1 通用要求

4.5.2规定了用于测量含水量的称重法,4.5.3规定了用于测量含水量的折射率法。

含水量是水凝胶材料中水的总量,用质量百分数(w_{water})表示,该水凝胶材料在室温下标准盐溶液中完全平衡,按公式(16)计算:

$$w_{\text{water}} = \frac{m_{\text{water, 水凝胶材料}}}{m_{\text{水凝胶材料}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (16)$$

式中

$m_{\text{water, 水凝胶材料}}$ ——水凝胶材料中水的质量;

$m_{\text{水凝胶材料}}$ ——水凝胶材料的质量。

此处,水凝胶镜片的质量包含溶解的溶质如氯化钠以及缓冲液的质量。

4.5.2 称重法测量水凝胶接触镜含水量/蒸发损失

4.5.2.1 通用要求

使用称重法,在室温下,测量水凝胶和非水凝胶试样样品的干态重量和水合重量后按公式(17)计算含水量 w_{water} :

$$w_{\text{water}} = \frac{m_{\text{水合}} - m_{\text{干}}}{m_{\text{水合}}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中

$m_{\text{水合}}$ ——水合水凝胶和非水凝胶试验样品的质量;

$m_{\text{干}}$ ——干态水凝胶和非水凝胶样品的质量。

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

4.5.2.2 表面盐溶液的去除

4.5.2.2.1 通用要求

本方法的准确度受镜片表面盐溶液吸干程度的影响。应仔细地去除镜片表面全部水分，但是不应过度吸干样品，导致镜片材料中的水分流失。吸水应尽可能得快，避免试验样品水分蒸发。

为了尽量减少因去除多余盐溶液产生的误差，水凝胶试验样品的重量范围宜为 100mg~300mg。循环试验结果表明，厚样品多次（3 次）测量的含水量再现性为±0.4%。单个镜片的含水量测试结果的再现性为±1.0%。如果试验样品重量少于 100mg，则要求用多个试验样品进行测试，以获得稳定的再现性。

注：模压镜片的重量可能明显低于 100 mg。因为制造更厚的样品可能是不切实际的，且也可能无法代表成品片。由于表面积与体积之比增加，因此，重量低于 100mg 的镜片对吸干操作误差更加敏感。

4.5.2.2.2 干吸水法

样品放置于干燥、清洁、无脱落纤维、吸水的棉布或亚麻布上，折叠织物覆盖在镜片上，用指尖轻触三次。干吸水法会增加过度吸水的风险，导致含水量测量值偏低。

4.5.2.2.3 湿吸水法

样品放置于清洁的，无脱落纤维的由盐溶液恰好湿润的吸水布上，试样的上下表面与吸水布接触并施加适当的压力。湿吸水法会增加表面水分残留的可能性，导致含水量测量值偏高。

4.5.2.3 水凝胶试验样品质量的测量

将吸干表面水分的水凝胶试验样品立刻置于已干燥并称量过的载玻片（或合适的称重盘）上，称取载玻片和试验样品的总重量，读数至 0.1mg。减去载玻片重量得到水凝胶样品质量。称量过程应尽可能迅速，以减少试验样品水分蒸发而造成的失水。

4.5.2.4 试验样品的烘干

载玻片和试验样品在传统烘箱内烘干至恒重，温度为 100°C~110°C（通常 16h~18h）。然后把载玻片和样品放置在一个半满活性干燥剂（如：无水硫酸钙）的容器中密封，冷却 30 分钟至室温。

注 1：干燥时连续两次称重之差不得超过 0.1 mg~0.3 mg（假定样品为 100 mg~300 mg）时，则认为干燥至恒重。

注 2：如果样品在 100°C~110°C 会降解，应按 4.2.6 的方法干燥。

使用新的活性干燥剂重复干燥和称重步骤，直到样品达到恒重。

此外，镜片最好在真空条件下在 60 °C ± 5 °C 或其他适当温度下干燥至恒重。然后在称重前，将镜片在真空、干燥的环境或含有活性干燥剂的密闭容器中冷却至室温。

4.5.2.5 干态试验样品质量的测量

称取干态试验样品和已称量的载玻片或合适的称重盘的总重量，读数精确至 0.1mg，减去载玻片或称重盘的质量，以得到干态试验样品质量。称量过程应尽可能迅速，以避免材料从空气中吸收水分。

4.5.2.6 含水量的计算

基于测得的干态质量和水合质量，用公式（17）计算含水量。

4.5.3 用折射率测定含水量

根据 Gladstone 和 Dale 原理，水凝胶接触镜材料的折射率是其液体成分折射率和固体成分折射率，以及这些成分所占材料比例的函数。所以水凝胶的含水容量 ϕ_{water} 可根据水合材料的折射率（ $n_{\text{湿}}$ ）、干态材料的折射率（ $n_{\text{干}}$ ）和用于平衡的标准盐溶液（见 GB/T 11417.4）的折射率（ $n_{\text{盐}}$ ）计算得出：

$$\phi_{H_2O} = \frac{n_{\text{干}} - n_{\text{湿}}}{n_{\text{干}} - n_{\text{盐}}} \times 100\% \dots\dots\dots (18)$$

按照 4.5 的要求测量水合水凝胶试验样品的折射率，若已知干态材料的折射率，已知测量标准盐溶液的

折射率，则可用公式（18）计算含水容量。否则，在代入公式前，干态材料的折射率和盐溶液的折射率也要按照 4.4 的方法测量。已知试验样品密度，含水容量 ρ_{water} 可转化为质量单位含水量 w_{water} 。

若干态材料折射率是估计值，则含水容量也是估计值。若使用的试验材料密度是估计值，同样含水量也是估计值。

4.6 接触角

4.6.1 通则

当一滴液滴落在处于空气中的聚合物表面或当一个气泡上升到水中的聚合物表面时，就形成了气—液—固的交界面。聚合物表面与液滴或气泡在接触点的切线之间的夹角，从切线的液面一侧开始测量，即为“接触角”。在所有其他的影响因素都进行规范后，接触角与聚合物表面特性有关，比如水凝胶/非水凝胶和表面电荷等。在本文件中有两种方法可以用来测量聚合物表面的接触角，分别为滴液法（见 4.6.2）或气泡捕获法（见 4.6.3）。

4.6.2 滴液法

4.6.2.1 原理

在室温及饱和水蒸气条件下，一滴不大于 $2\mu\text{l}$ 的标准盐溶液滴在经预处理的聚合物表面上，就在气—液—固交界面形成了“接触角”。测量聚合物表面与液滴交界处的切线之间形成的夹角，从切线的液面一侧开始测量。

4.6.2.2 设备规范

接触角测角仪或等效的仪器应配置一个用来放置塑料材质平面样品的圆柱形筒。该筒中应有一个透明的环境室，该室应能够存放去离子水，且不与样品接触。这样，样品的环境中水蒸气达到饱和。测角仪应在适当的背景中观察到经放大的高对比度的液滴和聚合物表面的轮廓。测角仪应配有以度为最小单位的量角器和一条用于通过旋转调整使其和三态交界面处液滴的切线平行的刻线。此外，可以通过采集图像来测量接触角。微量加样器（微量注射器）应能够推注 $2\mu\text{l}$ 的标准盐溶液。

4.6.2.3 样品的准备

4.6.2.3.1 非水凝胶类镜片样品准备

每种非水凝胶类的试验材料都应准备五片毛坯材料（大约直径 13mm，厚度 4mm），镜片表面经车削加工，并抛光到与接触镜成品片一致。

每个经过加工和抛光的测试表面，应清洁去污至少 24 小时。完成清洁后，测试表面应使用标准盐溶液进行深度漂洗。

经过抛光和漂洗，采用一次性无脱落纤维的布或滤纸吸干表面。该表面在光学球径仪下观察应是均匀的。表面所成的像在明亮的背景下清晰无变形。

测试表面应再次浸入市售的接触镜复合的清洗和保存液中进行清洁。再次清洁过程应模拟实际应用，持续约 30s。接着测试表面应在室温下，置于清洗/保存液浸泡约 6 天时间。存放后，在测量之前，每个测试表面应从保存液中取出，用标准盐溶液进行深度漂洗。接着将其置于标准盐溶液中平衡至少 24h。在按 4.6.2.4 中方法测量接触角前，立即用无脱落纤维的布或滤纸吸干表面水分。

4.6.2.3.2 水凝胶镜片表面准备

需要至少五片抛光至与成品镜片一致，在室温下置于标准盐溶液中充分水合。对于车削镜片，可以使用抛光平面。

4.6.2.4 测试方法

经过预处理的吸干测试表面应置于筒的环境室中，抛光面朝上，被标准盐溶液包围但不要和贮液器碰到。如果是水凝胶镜片，则要除去表面上的所有水分和皱折。为使镜片表面和环境达到平衡，该系统应保持密封 3min。通过微量加样器，在聚合物表面上滴上标准盐溶液液滴。滴液宜保持平衡。

通过图像采集系统采集和分析液滴轮廓左侧的气—液—固界面的放大轮廓图。此外，通过测角仪查看

液滴轮廓，并将量角器的中心对齐，使其与界面重合。聚合物表面必须是水平的，或者调整量角器以使聚合物表面的切线对应于 0 度和 180 度。然后调整旋转刻线，使其与气—液—固界面处液滴轮廓的切线对齐。记录旋转刻线与水平面或处于 0-180 度的量角器线相交的角度。应通过查看液滴轮廓的右侧来重复此过程。接触角读数应为照此评估的一对（左和右轮廓图）角度的平均值。左右两边获得的接触角的读数值应取平均，作为评价接触角的依据。

每个聚合物表面宜至少记录两对接触角读数。宜进行足够的测量以达到表 1 中所述的重复性。

4.6.3 气泡捕获法

4.6.3.1 原理

在室温及饱和水蒸气条件下，一个 10 μ l 大小的气泡形成于经标准盐溶液浸泡预处理的聚合物表面的下方，这样就在气—液—固三态交界面形成了“接触角”。该接触角在聚合物表面和气泡切线之间形成，从液体切线一侧进行测量。

4.6.3.1 设备规范

接触角测角仪或等效设备，应配备一个支架用于将塑料样品浸入装有标准盐溶液的“气泡室”中。测角仪应提供在合适的背景上的气泡和聚合物表面轮廓的高对比度放大像。该仪器应配有以度为最小分度的量角器和用以旋转调整使其与三态交界面上气泡切线平行的刻线。需要镊子和微量加样器用于放置镜片和释放气泡。微量加样器应配有弯头针，应能够在样品下方释放 10 μ l 大小的气泡，气泡上升并与聚合物下表面接触。

4.6.3.2 样品准备

4.6.3.2.1 非水凝胶类镜片样品准备

每种非水凝胶类的试验材料都应准备五片毛坯材料（大约直径 13mm，厚度 4mm），镜片表面经车削加工，并抛光到与接触镜成品片一致。

每个经过加工和抛光的测试表面，应清洁去污至少 24 小时完成清洁后，测试表面应使用标准盐溶液进行深度漂洗。

经过抛光和漂洗，采用一次性无脱落纤维的布或滤纸吸干表面。该表面在光学球径仪下观察应是均匀的。表面所成的像在明亮的背景下清晰无变形。

测试表面应再次浸入市售的接触镜复合的清洗和保存液中进行清洁。再次清洁过程应模拟实际应用，持续约 30s。接着测试表面应在室温下，置于清洗/保存液浸泡约 6 天时间。存放后，在测量之前，每个测试表面应从保存液中取出，用标准盐溶液进行深度漂洗。接着将其置于标准盐溶液中平衡至少 24h，按 4.6.3.3 中方法测量接触角。

4.6.3.2.2 水凝胶镜片表面准备

需要至少五片抛光至与成品镜片一致，在室温下置于标准盐溶液中充分水合。对于车削镜片，可以使用抛光平面。

4.6.3.3 测试方法

经过预处理的表面应置于气泡室中的支架上，浸入到标准盐溶液中。为使镜片表面和环境达到平衡，该系统应保持密封 3min。通过加样器，使弯头针在镜片表面下方挤出一个 10 μ l 气泡。针头从密闭环境室一侧且位于贮液器上部 1mm 直径的小孔伸入。借助针头的曲度，针头可以伸入盐溶液表面使针尖位于聚合物表面下方。气泡和聚合物表面接触区域的宽度约为 2~3mm，气泡宜保持平衡。

通过图像采集系统采集和分析气泡轮廓左侧的气—液—固界面的放大轮廓图。此外，通过测角仪查看气泡轮廓，并将量角器的中心对齐，使其与界面重合。聚合物表面必须是水平的，或者调整量角器以使聚合物表面的切线对应于 0 度和 180 度。然后调整旋转刻线，使其与气—液—固界面处气泡轮廓的切线对齐。记录旋转刻线与水平面或处于 0-180 度的量角器线相交的角度。应通过查看气泡轮廓的右侧来重复此过程。接触角读数应为照此评估的一对（左和右轮廓图）角度的平均值。测量并记录左右两边获得的接触角，取平均值，作为评价接触角的依据。

每个聚合物表面宜至少记录两对接触角读数。宜进行足够的测量以达到表 1 中所述的重复性。

4.6.4 测试结果

试验报告应符合第5章要求。应记录每种材料多次测量的平均接触角和标准差。还应说明测试的材料、使用的方法（滴液法或气泡捕获法），接触镜清洁器具以及复合的清洗/贮存液。

4.7 褪色

4.7.1 通则

为评价着色接触镜在配戴时是否会出现褪色现象，接触镜在护理液中涡旋震荡，或采用其他经验证的有效的方法及仪器，模拟接触镜在使用过程中受到的摩擦。采用拍摄图像的方法对比镜片在震荡后是否褪色。

4.7.2 测试步骤

使用合适的成像系统对浸泡在护理液中的着色接触镜进行拍摄，记录着色接触镜着色区域的颜色及图案分布。拍摄完成后，将接触镜放置在装有护理液的容量瓶或离心管中，用涡旋混匀仪进行震荡。震荡时间、次数及转速由制造商确定。取出接触镜，再次在同样的条件下进行拍摄，观察是否出现褪色现象。

5 试验报告

若按照本文件的试验方法进行试验，则试验报告应至少包含以下内容：

- a) 实验室名称
- b) 识别被测接触镜所有需要的详细信息；
- c) 对本文件及相关子条款的引用；
- d) 任何与规定方法的偏离；
- e) 测试结果，适用时，包括估计误差；
- f) 测试日期和责任人。

附录 A

(资料性)

根据含水量计算水凝胶镜片的透氧系数

在传统（非硅）水凝胶接触镜（含水量超过 36%）中，固相基本上不透氧。氧气实际上只能通过水相进行输送。因此，可以根据传统水凝胶接触镜材料的含水量预测其透氧系数。

$$Dk = 1.67e^{0.0397 \times WC} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

*WC%*指镜片的含水量。

如果预计固相会输送一定量的氧气，则不应使用公式（A.1）。

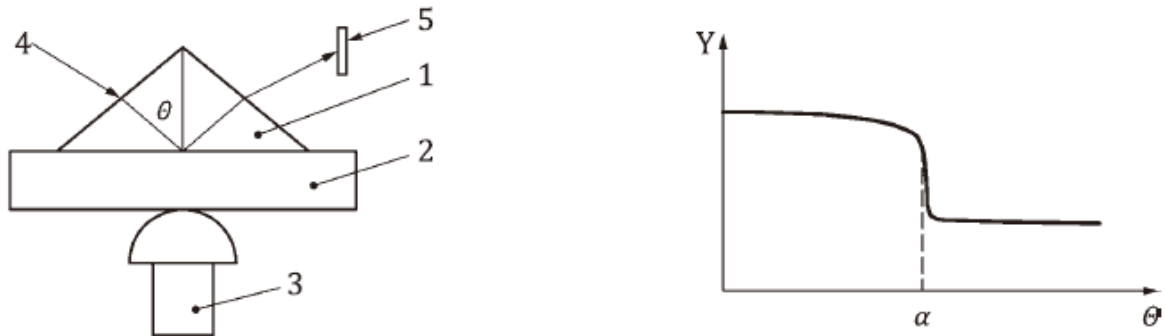
附录 B

(资料性)

使用棱镜耦合装置测量折射率

B.1 概述

测量折射率的棱镜耦合装置可以提高接触镜几何形状和测量条件的灵活性。例如，可以测量干燥的硬性接触镜，也可以测量完全饱和的、浸泡过的水凝胶接触镜的折射率。



标引序号说明：

- | | |
|-------------------|-------------------|
| 1 —— 棱镜 (n') | 5 —— 探测器 |
| 2 —— 块状材料 (n) | Y —— 探测器强度 |
| 3 —— 耦合头 | θ —— 入射角 |
| 4 —— 激光 | α —— 临界入射角 |

图 B.1 使用棱镜耦合装置对块状材料进行测量

B.2 原理

对接触镜（或块状材料）进行测量时，棱镜耦合仪器会利用临界角来测定折射率。激光以不同的入射角照射到棱镜底部。当入射角大于临界角时，光束将在棱镜底部完全反射。在这种情况下适用公式 (B.1)：

$$n = \frac{n' \sin(\alpha)}{\sin(90^\circ)} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- n ——试验样品的折射率；
 n' ——参考平面的折射率；
 α ——参考面平的临界入射角。

一旦入射角 (θ) 等于临界角 (α)，激光就会被块状材料吸收，且探测器信号强度降低（如图 B.1 所示）。由于棱镜的折射率 (n') 是已知的，因此，可使用公式 (B.1) 准确地计算块状材料的折射率。块状材料需与棱镜底部紧密接触，这非常重要。

B.3 方法

测量水凝胶折射率的棱镜组件温度应为 $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$ 。
 至少进行 3 次独立测量。

B.4 结果

测试结果应给出平均值，标准差和样品尺寸。如果折射仪刻度以固体百分比表示，或如果折射仪在与所选参考波长不同的波长下校准，则需修正读数，以给出参考波长下的折射率。