

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 630 757**

51 Int. Cl.:

C08F 2/40 (2006.01)

B29D 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.03.2014 PCT/US2014/025303**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.09.2014 WO14151254**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.03.2014 E 14716700 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.12.2016 EP 2970520**

54 Título: **Método y aparato para retrasar la polimerización**

30 Prioridad:

15.03.2013 US 201361794992 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

23.08.2017

73 Titular/es:

**BAUSCH & LOMB INCORPORATED (100.0%)
1400 North Goodman Street, Area 62
Rochester, NY 14609, US**

72 Inventor/es:

**LYONS, SEAN;
DOWLING, JOSEPH;
LIU, X. MICHAEL;
MAZIARZ, E. PETER y
FLYNN, JOHN**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 630 757 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método y aparato para retrasar la polimerización

5 **Campo de la técnica**

La presente invención se refiere a un método para conservar las mezclas monoméricas iniciadas, en particular a la reposición sistemática automática de oxígeno en formulaciones líquidas de monómero para controlar y prolongar la vida útil de los materiales monoméricos iniciados. Además, la invención se refiere a un aparato para prolongar la vida útil de una mezcla monomérica iniciada.

Antecedentes

15 Ciertos artículos o materiales poliméricos, por ejemplo lentes de contacto, se preparan mediante la síntesis de mezclas de monómeros, iniciando estos y luego colocando la mezcla iniciada en una cavidad de molde y sometiéndola a condiciones de polimerización. Estas etapas no siempre se llevan a cabo directamente una después de la otra y, por lo tanto, se requiere el almacenamiento de cada una de la mezcla de monómeros inicial y la mezcla iniciada.

20 Por "iniciada" se quería decir que se ha añadido un iniciador de radicales a la mezcla de monómeros, es decir un iniciador que genera un centro activo del que se puede generar una cadena polimérica.

Los monómeros iniciados curarán más rápidamente cuando se almacena fuera de su temperatura de almacenamiento óptima o cuando el oxígeno disuelto presente en la mezcla de monómero se ha consumido.

25 El curado prematuro (polimerización) de los materiales monoméricos iniciados no es deseable, ya que hace que la mezcla de monómeros sea inadecuada para la preparación del producto final deseado, por ejemplo, lentes de contacto, y pueden causar la obstrucción de las máquinas utilizadas para hacer este tipo de productos. En particular, cuando la mezcla de monómeros comienza a polimerizar prematuramente, lentamente forma un gel, típicamente desde la parte inferior del recipiente hacia arriba. No obstante, algunas mezclas de monómeros, se autoaceleran y pueden reaccionar con bastante violencia.

Si los monómeros empiezan a polimerizar en las líneas de alimentación de una línea de producción por moldeo de lente de contacto, esto puede ser catastrófico y puede dar como resultado el apagado de la línea de un período considerable de tiempo, durante el cual se deben limpiar las líneas y volver a validar la línea de producción.

40 Para la mayoría de las mezclas químicas, manteniendo el monómero frío (~ 4 °C) mejora la estabilidad mediante la reducción de la reactividad del iniciador y, por lo tanto, el número de radicales formados. Sin embargo, algunos componentes de la mezcla monomérica precipitan a temperaturas superiores a 4 °C (por ejemplo, 10-12 °C) y, por lo tanto, tales soluciones no se pueden estabilizar mediante dicho enfriamiento.

45 La inhibición química de la polimerización, por ejemplo, con butilhidroxitolueno (BHT) o 4-metoxifenol (MEHQ), también se ha utilizado para evitar el curado prematuro. Sin embargo, el uso de inhibidores químicos es, efectivamente, la adición de otro componente de formulación a la mezcla. Esto sirve para añadir al proceso de mezcla más variables de formulación innecesarias y añade una oportunidad para el error.

Adicionalmente, si los componentes brutos en la mezcla de monómeros ya contienen pequeñas cantidades de BHT, las concentraciones (ppm) de BHT en los componentes tendrían que medirse con precisión y formularse en consecuencia, esto representaría un arduo proceso. Por último, y quizá lo más importante, durante el procesamiento (antes del curado del monómero, en el horno), no es posible eliminar cualquier inhibidor residual sin reaccionar durante esta etapa.

Sumario de la invención

55 Por tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un método mejorado para aumentar la vida útil de las mezclas de monómero iniciadas.

60 Según la invención, se proporciona un método para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada que comprende la prevención de la polimerización por radicales libres prematura mediante la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente de la mezcla de monómeros iniciada y proporcionando agitación mecánica al recipiente.

65 En un aspecto preferido de la invención, el tratamiento de la mezcla de monómeros iniciada, es decir, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno, se lleva a cabo en un ambiente de temperatura y presión controlados, preferentemente a una temperatura por debajo de la temperatura ambiente, particularmente preferentemente a una temperatura de 15 °C (+/- 3 °C).

Preferentemente, el gas que contiene oxígeno es aire. Esto reduce al mínimo los problemas de seguridad que pueden existir cuando se almacena y/o usa oxígeno a presión. Particularmente preferentemente, el aire se filtra y se seca antes de ser introducido en el recipiente de la mezcla de monómeros iniciada.

5 Descripción detallada de las realizaciones preferidas

En una realización, el método se lleva a cabo manualmente mediante la exposición de la mezcla de monómeros iniciada al aire atmosférico abriendo el recipiente y, posteriormente, cerrando el recipiente y agitándolo, por ejemplo, mediante agitación manual. Este método puede denominarse regeneración del espacio de cabeza.

10 Como alternativa, se automatiza el método. El método automatizado se lleva a cabo en un ambiente cerrado, donde la temperatura, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno se controlan y supervisan mediante un controlador electrónico. Esto tiene la ventaja añadida de que un operario humano no tiene que abrir el contenedor y no se liberan monómeros y / o iniciador a la atmósfera en la realización del método. La prevención de la exposición de los trabajadores humanos a los aerosoles de estos materiales es siempre deseable y es particularmente deseable si cualquiera o todos los componentes son peligrosos para la salud humana.

15 Otra ventaja muy deseable del método automatizado es que el controlador electrónico permite al operario establecer las condiciones de presión, temperatura, velocidad de agitación, duración de la agitación y frecuencia de los ciclos de aireación / agitación. Esto significa que diferentes lotes de soluciones de monómero iniciadas pueden tratarse de una manera consistente, proporcionando de ese modo una seguridad mejorada contra las variaciones entre lotes resultantes en cualquier curado por lotes antes de su vida útil prevista.

20 Para asegurar que esta consistencia del tratamiento es significativa, cada lote de monómero iniciado se prepara exactamente en el mismo volumen. Una vez que cualquier contenedor dado de monómero iniciado se elimina del ambiente controlado, se utiliza en su totalidad o se descarta. Los recipientes parcialmente usados no se devuelven nunca al ambiente controlado para su uso posterior.

25 El método, ya sea manual o automatizado, se lleva a cabo, preferentemente, en ciclos al menos una vez al día. Preferentemente, se lleva un registro con el número de lote de la mezcla y la hora y la fecha de la regeneración del espacio de cabeza para evitar perder ciclos.

30 En el método manual, la mezcla de monómeros iniciada se expone, preferentemente, al aire atmosférico durante 30 segundos (± 10 segundos), es decir, en atmósfera ambiente. Si el recipiente de monómero se almacena en un ambiente de temperatura controlada, debe retirarse de la unidad de almacenamiento con el fin de realizar el método manual.

35 Los inventores han encontrado, sorprendentemente, que la introducción de oxígeno, por ejemplo como aire, a una mezcla de monómeros iniciada y agitando la mezcla mejora en gran medida la estabilidad de la mezcla de monómeros contra el curado, lo que da como resultado una vida útil más larga antes de colocar la mezcla en una cavidad de molde y sometiénola a condiciones de polimerización. Sin estar ligado a teoría alguna, se sugiere que esta mejora de la estabilidad se debe a que el oxígeno introducido en la mezcla de monómeros iniciada que actúa temporalmente como inhibidor de la polimerización debido a los radicales resultantes de la iniciación de la mezcla de monómeros que reacciona con oxígeno molecular forma radicales de oxígeno menos reactivos, que esencialmente terminan la cadena. Se entiende que diversas mezclas de monómeros iniciada consumirán el oxígeno disuelto a velocidades diferentes y pueden seleccionarse las condiciones de oxigenación y agitación para satisfacer las mezclas de monómeros específicos.

40 Los métodos descritos en el presente documento extienden la vida útil de la mezcla de monómeros iniciada hasta 7 días después de la iniciación. Una mezcla de monómeros preferida utilizada en las lentes Biotrue ONEday de los solicitantes y descrita en la patente de Estados Unidos n.º 8.197.841 y la patente de Estados Unidos n.º 8.138.290 (de Bausch & Lomb), tiene una vida útil de aproximadamente dos días cuando no se utiliza ningún proceso de reoxigenación.

45 Preferentemente, el volumen del recipiente es al menos 20 % mayor que el volumen de la mezcla de monómeros iniciada contenida en el mismo, en particular, preferentemente, de 20 % a 100 % más grande, por ejemplo, 50 %. Esto proporciona espacio de cabeza, es decir, espacio en el recipiente por encima de la mezcla de monómeros iniciada, para el oxígeno o gas que contiene oxígeno introducido para los gases de escape procedentes de la reacción del oxígeno con la mezcla.

50 En una realización, el oxígeno o gas que contiene oxígeno se introduce en el espacio de cabeza del recipiente por encima de la mezcla de monómeros iniciada contenida en el mismo, es decir, el oxígeno se introduce por encima del menisco de la mezcla líquida. Como alternativa y preferentemente, el oxígeno o gas que contiene oxígeno se rocía en la mezcla de monómeros iniciada.

65

ES 2 630 757 T3

Por "burbujeo" se entiende introducir burbujas de gas a través de la mezcla de monómeros, es decir, el oxígeno se introduce por debajo del menisco de la mezcla líquida. Por "aireación" se entiende burbujeo con aire.

5 En una realización preferida, la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno a la mezcla se lleva a cabo para una duración predeterminada. La duración preferida está en el intervalo de aproximadamente 5 segundos a aproximadamente 5 minutos, preferentemente de aproximadamente 10 segundos a aproximadamente 3 minutos, por ejemplo 30 segundos. Para el método manual de la duración preferida de agitación está en el intervalo de aproximadamente 28 segundos a aproximadamente 32 segundos. En el método automático es, preferentemente, de 60 segundos.

10 La velocidad de burbujeo preferida está en el intervalo de aproximadamente 0 a aproximadamente $5,0E-05 \text{ m}^3/\text{s}$ (por ejemplo, de aproximadamente 0 a aproximadamente 3 slpm (litros estándar por minuto)), por ejemplo, aproximadamente $3,33E-05 \text{ m}^3/\text{s}$ (aproximadamente 2 slpl).

15 En un método particularmente preferido, cada 2,5 horas el sistema agita un estante durante 10 minutos a 130 RPM (2,167 Hz). Durante los primeros 30 segundos de este ciclo de mezcla de 10 minutos, el aire se rocía a 2 slpl (es decir, 2 litros estándar por minuto, un litro estándar es un litro que se ha corregido para representar la temperatura y la presión estándar, corresponde a aproximadamente $3,33E-05 \text{ m}^3/\text{s}$ de un caudal en volumen), es decir, el burbujeo y la agitación se producen parcialmente de forma simultánea.

20 $3,33E-05 \text{ m}^3/\text{s}$ de un caudal de volumen suma 0,33 litros de aire por 2 litros de monómero durante un ciclo de mezclado. Si se supone que aproximadamente el 21 % del aire es oxígeno que equivale a 0,0693 litros de oxígeno por 2 litros de monómero por ciclo de mezclado. Los estantes están separados entre sí por 50 minutos para evitar la mezcla de los estantes a la vez y poner una carga de vibración demasiado grande sobre el esqueleto de la nevera.

25 El burbujeo y la agitación mecánica se pueden producir en etapas posteriores separadas o de forma simultánea. Preferentemente, la introducción de oxígeno o de gas que contiene oxígeno a los contenidos del recipiente se produce simultáneamente con la agitación del recipiente. Particularmente preferentemente, la duración de la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno en la mezcla es una función de la duración de la agitación, por ejemplo, entre 0 y 1/3 de la duración de la agitación. Por tanto, en una realización preferida, la introducción de oxígeno o de gas que contiene oxígeno a los contenidos del recipiente se produce, al menos parcialmente, simultáneamente con la agitación del recipiente.

30 La agitación mezcla el oxígeno introducido con la mezcla de monómeros iniciada e incluye agitación, rotación y similares. La velocidad y la duración de la agitación precisas asegura una mezcla homogénea de oxígeno y se obtiene monómero iniciado.

35 En una realización preferida, la agitación mecánica del recipiente se lleva a cabo a una velocidad predeterminada y / o para una duración predeterminada.

40 La tasa de agitación preferida está en el intervalo de aproximadamente 0,10 Hz a aproximadamente 4 Hz, preferentemente de aproximadamente 2 Hz a aproximadamente 4 Hz, por ejemplo, 2,167 Hz (130 rpm).

45 La duración preferida de la agitación está en el intervalo de aproximadamente 5 segundos a aproximadamente 15 minutos, preferentemente de aproximadamente 3 minutos a aproximadamente 12 minutos, por ejemplo 10 minutos. Para el método manual de la duración preferida de agitación está en el intervalo de aproximadamente 8 segundos a aproximadamente 12 segundos. En el método automático es, preferentemente, de 10 minutos.

50 El método automatizado de la invención puede usarse para tratar simultáneamente una pluralidad de recipientes de mezclas de monómeros iniciadas. Preferentemente, de 2 a 24 envases se tratan de forma simultánea, particularmente preferentemente de 12 a 18. Por ejemplo, en cuatro recipientes pueden introducirse simultáneamente burbujas con aire y agitarse durante un tiempo predeterminado.

55 Los contenedores se tratan, preferentemente, en lotes, donde el tratamiento se cicla y se supervisa mediante un controlador electrónico. Por ejemplo, se puede tratar a 18 recipientes en lotes de 6, es decir, se realizan tres ciclos de tratamiento.

60 En el método automático, el ciclo se inicia, preferentemente de forma automática, basándose en la entrada del operario.

En una realización preferida de la invención, un ciclo tiene lugar cada 1 a 5 horas, preferentemente cada 2 a 3 horas, por ejemplo cada 2,5 horas.

65 El ciclo preferido es el siguiente: la primera etapa es una verificación de que el medio ambiente está a la temperatura correcta. A continuación, se comprueba que los puertos de acceso están cerrados y seguros. Después, el oxígeno gas que contiene oxígeno típicamente aire) entrante se filtra opcionalmente y se seca para asegurar la calidad y la

5 presión del mismo se reduce, opcionalmente, para controlar la presión experimentada por cada recipiente. Al mismo tiempo, se lleva a cabo el ciclo de agitación. Aquí se realizan comprobaciones de los errores del motor, se establece la velocidad de mezclado y cada recipiente se mezcla durante un tiempo determinado por el temporizador del aparato basado en la entrada del operario. Después de proporcionar a los recipientes oxígeno, por ejemplo, se han
 5 airado y agitado durante un tiempo predeterminado, el ciclo comienza de nuevo después de que ha transcurrido una cantidad de tiempo predeterminada.

10 Ventajosamente, un estante se agita durante 10 minutos a 130 RPM (2,167 Hz) cada 2,5 horas. Durante los primeros 30 segundos de este ciclo de mezcla de 10 minutos, el aire se rocía a 2 slpl (es decir, 2 litros estándar por minuto, un litro estándar es un litro que se ha corregido para representar la temperatura y la presión estándar, corresponde a aproximadamente $3,33E-05 \text{ m}^3/\text{s}$ de un caudal en volumen). Preferentemente, los estantes están separados entre sí por 50 minutos para evitar la mezcla de los estantes a la vez y poner una carga de vibración demasiado grande sobre el esqueleto de la nevera.

15 Preferentemente, el oxígeno se introduce en un recipiente en cantidades medidas, si se introduce como oxígeno puro, aire u otro gas que contiene oxígeno. La medición precisa de oxígeno añadido asegura que cada recipiente recibe una cantidad equivalente de oxígeno en función del volumen de monómero iniciado.

20 Además de ampliar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada, el método automatizado tiene una o más de las siguientes ventajas sobre el método manual:

Todas las etapas están automatizadas y eliminan la necesidad de intervención del operario;

25 La adición de oxígeno se mide con precisión en comparación con, simplemente, dejar el recipiente del monómero abierto a la atmósfera;

cada recipiente de monómero iniciado recibe exactamente la misma cantidad de oxígeno en volumen / volumen y, si se utiliza aire, este se puede filtrar y secar adecuadamente antes de la introducción al monómero;

30 El sistema automatizado que proporciona el oxígeno en un ambiente de temperatura controlada y supervisada;

La mezcla del monómero se controla a una velocidad y duración precisas para asegurar que se obtiene una mezcla homogénea;

35 El tiempo entre los ciclos de mezcla se optimiza y los ciclos se producen automáticamente; y

Sólo los usuarios con privilegios de acceso suficientes pueden alterar el proceso de mezcla.

40 Una ventaja adicional del sistema automatizado es que permite tratar varios recipientes de monómero iniciado de una manera consistente sin ningún compromiso de la identidad deseada del tratamiento de cada lote. Por ejemplo, una unidad refrigerada puede estar configurada con tres estantes, conteniendo cada uno lugares de agitación para cuatro recipientes de monómeros distintos. Cada estante puede tratarse mediante el sistema independientemente de cada estante y se puede configurar para experimentar el ciclo de aireación / agitación independientemente de los otros estantes.

45 El sistema también puede configurarse para proporcionar una visualización que indique a un operario qué recipiente de monómero iniciado ha estado en la unidad durante más tiempo y, por lo tanto, el siguiente que se usará para la fabricación del producto.

50 Además, el sistema puede configurarse para detectar cuándo se abre y cierra la puerta de la unidad y para compensar cualquier interrupción en los ciclos de todos los lotes de todos los estantes causada por la abertura. Esto es deseable, ya que para alargar la vida de trabajo útil de la unidad de refrigeración, se establecerán diferentes estantes para agitar en momentos diferentes uno respecto de otro.

55 El sistema también se configura ventajosamente para interrumpir un ciclo de aireación o agitación si se abre la puerta, para detectar la duración de la interrupción de todos los lotes y para reiniciar el ciclo como si se ha producido ninguna interrupción.

60 Las mezclas de monómeros iniciadas cuya estabilidad se mejora mediante los métodos descritos en el presente documento son aquellas que se pueden curar fácilmente a las formas deseadas por métodos convencionales, tales como polimerización UV, o polimerización térmica, o combinaciones de los mismos, tal como se utiliza habitualmente en la polimerización de compuestos etilénicamente insaturados.

65 Por tanto, la invención es aplicable a una amplia variedad de mezclas de monómeros iniciadas, especialmente las enumerados en la patente de Estados Unidos n.º 8.197.841 y la patente de Estados Unidos n.º 8.138.290 (de Bausch & Lomb). La mezcla monomérica no iniciada comprende, preferentemente: (a) una cantidad mayoritaria de

un monómero hidrófilo que no contiene silicona; (B) un monómero hidrófobo; y (c) un agente de reticulación. Como alternativa, la mezcla monomérica no iniciada comprende uno o al menos dos de los comonómeros y oligómeros y tensioactivos funcionalizados, es decir, copolímeros de bloques de poloxámero y poloxamina químicamente modificados se proporcionan en la patente de Estados Unidos n.º 8.197.841Y, cuando se demanden uno o más agentes de reticulación. Sin embargo, la vida útil de cualquier mezcla de monómeros iniciada que se somete a polimerización por radicales libres y es adecuada para la preparación de lentes de contacto se puede prolongar utilizando el método de acuerdo con la invención.

Por ejemplo, las mezclas de monómeros para hidrogeles pueden tratarse por el método de la invención.

La mezcla de monómeros puede contener uno o más de los compuestos de silicio, por ejemplo, oligómeros de siloxanilo (met)acrilato, siloxanilo (met)acrilamida y silicona.

Los monómeros hidrófilos que no contienen silicona adecuados incluyen amidas tales como N,N-dimetilacrilamida, N,N-dimetilmetacrilamida, lactamas cíclicas tales como N-vinil-2-pirrolidona, poli(alquenglicoles) funcionalizados con grupos polimerizables. Ejemplos de poli(alquenglicoles) funcionalizados útiles incluyen poli(dietilenglicoles) de longitud de cadena variable que contienen monometacrilato o dimetacrilato con protecciones en los extremos. En una realización preferida, el polímero de poli(alquenglicol) contiene al menos dos unidades monoméricas de alquenglicol- Otros ejemplos adicionales son los monómeros de carbonato de vinilo o carbamato de vinilo hidrófilos divulgados en la patente de Estados Unidos 5.070.215 y los monómeros de oxazolona hidrófilos descritos en la solicitud de patente de Estados Unidos 4,910,277. Otros monómeros hidrófilos adecuados serán evidentes para un experto en la técnica. Mezclas de los monómeros hidrófilos que no contienen silicona anteriores también se pueden utilizar en las mezclas monoméricas en el presente documento.

Monómeros hidrófobos (b) adecuados incluyen monómeros hidrófobos etilénicamente insaturados, tales como, por ejemplo, monómeros hidrófobos que contienen (met)acrilatos, monómeros hidrófobos que contienen N-alquil(met)acrilamidas, monómeros hidrófobos que contienen carbonatos de alquilvinilo, monómeros hidrófobos que contienen carbamatos de alquilvinilo, monómeros hidrófobos que contienen (met)acrilatos de fluoroalquilo, monómeros hidrófobos que contienen N-fluoroalquil(met)acrilamidas, monómeros hidrófobos que contienen vinilcarbonatos de N-fluoroalquilo, monómeros hidrófobos que contienen vinilcarbamatos de N-fluoroalquilo, monómeros hidrófobos que contienen (met)acrilatos de silicona, monómeros hidrófobos que contienen (met)acrilamidas, monómeros hidrófobos que contienen carbonatos de vinilo, monómeros hidrófobos que contienen carbamatos de vinilo, monómeros hidrófobos que contienen estireno, monómeros hidrófobos que contienen polioxipropil(met)acrilato y similares, y mezclas de los mismos. Como se usa en el presente documento, el término "(met)" indica un sustituyente metilo opcional. Por tanto, los términos tales como "(met)acrilato" indican metacrilato o acrilato y "(met)acrilamida" indican metacrilamida o acrilamida.

El monómero hidrófobo estará presente normalmente en la mezcla monomérica en una cantidad que varía de 0,5 a 25 y, preferentemente, de 1 a 10 por ciento en peso, basado en el peso total de la mezcla monomérica.

Los agentes de reticulación adecuados son bien conocidos en la técnica.

La mezcla monomérica puede contener, además, varios aditivos, tales como un antioxidante, agente colorante, absorbente del ultravioleta, lubricante, agentes de humectación interna, agentes de endurecimiento y otros constituyentes, como se conoce bien en la técnica.

La mezcla de monómeros no iniciada generalmente puede iniciarse hasta 21 días después de la preparación. La mezcla monomérica se inicia mediante la adición de un iniciador de radicales. Los expertos en la técnica conocerán bien iniciadores representativos. Los iniciadores de la polimerización térmica por radicales libres representativos se seleccionan entre 2'-azobis(2,4-dimetilvaleronitrilo), peróxido de dilauroílo, bis(4-t-butilciclohexil)peroxidicarbonato, peroxibenzoato de terc-amilo, 4,4-Azobis(ácido 4-cianoaléxico), peróxido de benzoílo, 2,2-bis(terc-butilperoxi)butano, 1,1-bis(terc-butilperoxi)ciclohexano, hidroperóxido de terc-butilo, peróxido de dicumilo, peróxido de ciclohexanona, hidroperóxido de cumeno, carbonato de terc-butilperoxiisopropilo, peroxibenzoato de terc-butilo, peracetato de terc-butilo. Esta lista no es, sin embargo, exhaustiva de ningún modo. Un iniciador particularmente preferido es AIBN.

El iniciador, por ejemplo, AIBN, normalmente se añade a la mezcla monomérica no iniciada en un ambiente de aire seco cuando se requiere la iniciación.

En general, el iniciador se empleará en la mezcla monomérica a una concentración de 0,1 a 5 por ciento en peso de la mezcla total. La cantidad de iniciador normalmente se calcula utilizando la siguiente ecuación: Peso neto del monómero en gramos x 0,00418 = gramos de Iniciador requerido. La cantidad de iniciador añadido idealmente debe ponderarse usando una tolerancia de $\pm 0,20$ %.

En una realización particularmente preferida, la mezcla de monómeros que se va a tratar mediante los métodos como se describe en el presente documento comprende N-vinilpirrolidona, metacrilato de t-butil-hidroxiciclohexilo,

1,2-propanodiol, metacrilato de 2-hidroxietilo, dimetacrilato de etilenglicol, metacrilato de alilo, metacrilato de 2-[3-(2H-benzotriazol-2-il)-4-hidroxifenil]etilo y poloxómero 407 dimetacrilato. También se pueden tratar mezclas monoméricas que además comprenden el tinte de visibilidad de monómeros (RD-322).

5 En un aspecto adicional, la invención proporciona un aparato para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada, comprendiendo el aparato:

- medios de refrigeración;
- medios para introducir oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente de mezcla de monómeros iniciada, preferentemente donde dicha introducción se realiza mediante burbujeo en la mezcla;
- medios para evacuar los gases de escape generados por la reacción del oxígeno con la mezcla;
- medios para la agitación mecánica del recipiente; y
- un controlador eléctrico para controlar la temperatura de refrigeración, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno.

15 El controlador eléctrico se adapta para controlar en qué momento se ha retirado un recipiente o se ha colocado en el aparato y para indicar al operario qué recipiente debe retirarse el siguiente, es decir, qué mezcla de monómeros está más cerca de la vida útil máxima y, por lo tanto, debe usarse la siguiente.

20 En una realización de este aspecto de la invención, los medios para la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente comprenden líneas de entrada y salida de aire a presión. En una realización particularmente preferida, estas líneas están conectadas a la tapa del recipiente.

25 El aparato tiene, preferentemente, una puerta de acceso frontal. Hay una pantalla de interfaz de usuario y botones de control del operario situados, preferentemente, por encima de la puerta.

En un aspecto adicional, la invención proporciona un sistema para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada, comprendiendo el sistema:

- uno o más recipientes de mezcla de monómeros iniciada;
- uno o más estantes para los recipientes;
- medios de refrigeración;
- medios para introducir oxígeno o gas que contiene oxígeno en el recipiente;
- medios para evacuar los gases de escape generados por la reacción del oxígeno con la mezcla;
- medios para la agitación mecánica del recipiente, estando los medios unidos a un estante; y
- un controlador eléctrico para controlar la temperatura del sistema, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno;
- una pantalla de interfaz del usuario que muestra la información del proceso en relación con el sistema; y
- botones de control del operario para controlar uno o más de: la temperatura, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno.

45 El estado de los diversos indicadores del proceso se puede comprobar desde la pantalla de interfaz de usuario. Se puede comprobar uno o más de la temperatura, la agitación, la duración, la velocidad de agitación, el caudal del oxígeno o gas que contiene oxígeno y/o la presión. Preferentemente cada uno de estos indicadores del proceso se puede comprobar desde la pantalla de interfaz de usuario.

50 Todas las funciones del aparato y el sistema son utilizadas, preferentemente, desde la pantalla de interfaz de usuario. Por ejemplo, pulsando los botones correspondientes de la pantalla táctil en la pantalla de interfaz de usuario, puede alterarse el valor entre el tiempo de fijado y / o los límites de la velocidad.

55 Los medios de introducción del aparato o sistemas descritos en el presente documento comprenden, preferentemente, particularmente preferentemente todos de, una unidad de servicio de aire, un secador de aire con prefiltro (por ejemplo, 0,01 µm), un controlador del flujo, un regulador de la presión y válvulas/colectores de distribución.

Si el aparato o sistema comprende un secador de aire con prefiltro, el controlador eléctrico está adaptado, preferentemente, para controlar el periodo de tiempo en que ha estado activo el secador y para visualizar esta información en la pantalla de interfaz de usuario.

60 La pantalla de interfaz de usuario es capaz de permitir a los usuarios acceso suficiente para cambiar uno o más parámetros críticos para la adición de aire a las mezclas de monómeros.

Un sistema preferido tiene una pluralidad de recipientes separados en uno o más estantes. Cada recipiente se encuentra, preferentemente, en su propio nido de agarre que está montado sobre una plataforma de agitación en el

estante. La agitación del estante induce un movimiento de la mezcla de monómeros iniciada en el interior del recipiente a una velocidad que es, preferentemente, variable desde la pantalla de la interfaz de usuario del operario.

5 Los motores de accionamiento para la agitación de los estantes se localizan, preferentemente, debajo de cada estante dentro de un alojamiento.

Un interruptor de la puerta se proporciona, preferentemente, en la puerta de acceso frontal para detectar el estado de la puerta (abierta o cerrada). Además, esta puerta está cerrada preferentemente mientras que se lleva a cabo la agitación, para evitar la apertura accidental.

10 En aún un aspecto adicional, la invención proporciona un controlador electrónico para un aparato de agitación y oxigenación o aireación de refrigeración, que comprende:

- 15 • medios para recibir y visualizar la información del proceso en relación con la velocidad y la duración de la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente y la velocidad y duración de la agitación del recipiente;
- medios para visualizar y ajustar la temperatura del aparato; y
- medios para visualizar y establecer dentro y fuera de los períodos de tiempo para el aparato.

20 La invención se entenderá más claramente a partir de la descripción siguiente de algunas realizaciones de la misma no limitante, proporcionada a modo de ejemplo únicamente, con referencia a los dibujos adjuntos donde:

Breve descripción de los dibujos

25 Las figuras 1a y 1b muestran, respectivamente, vistas frontal y lateral de un aparato preferido para realizar el método según la invención cargado con recipientes;

la figura 1c muestra una vista en despiece ordenado del aparato de las figuras 1a y 1b.

30 La Figura 2 es un diagrama de flujo que muestra un proceso para la liberación de oxígeno para poner en contacto mezclas de monómeros de lentes de acuerdo con la invención; y

La figura 3 es un ejemplo de una pantalla de entrada para un aparato de realización del método de acuerdo con la invención.

35 Descripción detallada con referencia a las figuras del dibujo

Haciendo referencia a los dibujos, se muestra un aparato para el burbujeo automático de oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente de mezcla de monómeros iniciada al tiempo que proporciona agitación mecánica al recipiente.

40 Las figuras 1a, 1b y 1c muestran un aparato 1 preferido para realizar el método de acuerdo con la invención. El aparato preferido 1 tiene una pluralidad de recipientes 2 espaciados más de tres estantes 3. Cada recipiente 2 se encuentra en su propio nido de agarre 4 que está montado en una plataforma rotatoria 5. Por encima de la puerta de acceso frontal 6 del aparato hay una pantalla de interfaz de usuario 7 y botones de control para el operario 8. La interfaz de control de refrigeración 9 se encuentra a la izquierda de la pantalla de interfaz de usuario 7.

50 Los motores de accionamiento para la agitación de los estantes se localizan debajo de cada estante 3 dentro de un alojamiento de aluminio. Esto hace rotar la plataforma rotatoria para inducir un movimiento de chapoteo en la mezcla de monómeros iniciada a una velocidad que es variable desde la pantalla de interfaz de usuario del operario 7 (aproximadamente entre 2 y 4 Hz (entre 10 y 200 rpm).

55 Un interruptor de la puerta se proporciona en la puerta de acceso frontal para detectar el estado de la puerta (abierta o cerrada). Además, esta puerta 6 se cierra con un tornillo solenoide, mientras que se lleva a cabo la agitación, para evitar la apertura accidental. En una realización alternativa, puede proporcionarse un sensor para detectar cuándo se abre la puerta y enviar una señal que provoca la rotación de una plataforma que está en la parte de rotación del ciclo para cesar hasta que la puerta se cierra. Todos los componentes neumáticos residen en el cerramiento neumático 10 en la parte trasera de la máquina. Este panel 10 contiene la unidad de servicio de aire, secador de aire con prefiltro (0,01 μm), controlador de flujo, regulador de la presión y válvulas/colectores de distribución (no mostrados).

60 El secador de aire funciona en una disposición de funcionamiento-en espera con medios desecantes que llevan a cabo la función de secado. Desde la salida del aire del secador de aire entra, a continuación, en el regulador de presión de precisión. Este regulador está destinado a reducir la presión experimentada por los recipientes 2 (5-30 psi o aproximadamente 34-207 kPa). El valor de esta presión se mide mediante el controlador de flujo de aguas abajo.

Este controlador de flujo regula el flujo de masa suministrada a cada estante agitador (0-2 slpm). Por último, el aire que sale del controlador de flujo se distribuye entre tres bloques de colectores, uno por estante 3. Cada bloque de colector está aislado por una válvula de cierre 2/2 (normalmente cerrada). Un filtro final (0,5 µm) se coloca entre la válvula y el colector para evitar cualquier posibilidad de que las partículas se desprendan de la válvula que entrar en la corriente de aire. Los gases de escape (retorno) desde los recipientes 2 se canalizan hacia el colector de escape en la parte inferior derecha del panel 10. A continuación, este aire puede retirarse mediante el puerto de escape en el exterior del panel 10.

Una vez que el aire se ha limpiado y preparado en el panel neumático 10, se canaliza fuera de los recipientes 2 en cada estante agitador 3 mediante un tubo de pared duro. A Cada estante 3 están dirigidos doce tubos: seis líneas de entrada de aire a presión y seis líneas de aire de escape (no mostradas). Estas líneas están montadas en la tapa 11 que se proporciona para cada recipiente 2.

El mecanismo de agitación utilizado para agitar los recipientes, está diseñado de tal manera que mitigue la mayoría, si no toda, de la vibración asociada con la rotación de una carga fuera de balance. Los seis nidos 4 están alineados con el fin de que siempre tengan dos recipientes opuestos 2 que se contrarrestan directamente entre sí cuando sus respectivos centros de gravedad se mueven. Cuando un nido 4 en concreto no está en uso, los accesorios de conexión rápida para dicho nido 4 deben acoplarse para formar una trayectoria de flujo directa entre la línea de presión y la línea de escape.

Para iniciar el sistema, el operario debe asegurarse primero de que se han introducido los parámetros de funcionamiento correctos y pulsar el botón de inicio en la pantalla de interfaz de usuario.

La Figura 2 es un diagrama de flujo que muestra las etapas preferidas del ciclo de proceso de acuerdo con el método de la invención. En este método preferido, las etapas de distribución de aire seco y filtrado, y agitación de la mezcla de monómeros se realizan en ciclos con una duración y velocidad determinadas por el operario y preprogramadas en el controlador electrónico.

El ciclo de oxigenación / aireación A1-A5 se inicia automáticamente en función de la entrada del operario. La primera etapa de este ciclo después de la iniciación A1 es una comprobación de que el medio ambiente está a la temperatura correcta (A2a y A2b). A continuación, se comprueba que los puertos de acceso están cerrados y seguros (A2). El aire entrante se filtra y se seca para asegurar la calidad y la presión del mismo se reduce para controlar la presión experimentada por cada recipiente (A3). Los datos relativos a la presión que entra en cada recipiente se proporciona al controlador electrónico y estos datos se utilizan para controlar el caudal de aireación (A4 y A5). Al mismo tiempo, se lleva a cabo el ciclo de agitación B1-B5. Aquí se realizan comprobaciones de los errores del motor (B2), se establece la velocidad de mezclado (B3) y cada recipiente se mezcla durante un tiempo determinado por el temporizador del aparato basado en la entrada del operario (B5).

Una vez que se han aireado y agitado los recipientes durante el tiempo predeterminado, cada ciclo comienza de nuevo.

Si alguna de las comprobaciones falla, saltarán las alarmas del controlador electrónico y se llamará a un operario o técnico. La pantalla de interfaz de usuario es capaz de permitir a los usuarios acceso suficiente para cambiar los parámetros críticos para la adición de aire a las mezclas de monómeros.

Un ejemplo de una pantalla de interfaz de usuario se muestra en la Figura 3. En ella, el ciclo está configurado para repetirse cada 6 horas, la duración de la agitación ("tiempo de mezcla") es de 10 minutos y la velocidad de agitación ("velocidad de mezcla") es de 130 rpm (2,167 Hz).

Ejemplos

Ejemplo 1:

Preparación de mezcla de monómeros iniciada

Durante el desarrollo de la formulación de monómero nesofilcon A (la formulación de monómero utilizada en la producción de lentes de Biotrue ONEday), se observó que la introducción de oxígeno en la formulación mejoró considerablemente la estabilidad de la mezcla de monómeros, que dio como resultado la prolongación de la vida útil. De media, la mezcla del monómero nesofilcon A una utilizada en la lente Biotrue ONEday tiene una vida útil de aproximadamente dos días cuando no se utiliza ningún proceso de reoxigenación.

La mezcla del monómero nesofilcon A se preparó de modo que contuviera los siguientes ingredientes:

PRINCIPIO ACTIVO
N-vinilpirrolidona

PRINCIPIO ACTIVO
Metacrilato de t-butil-hidrox ciclohexilo
1,2-propanodiol
Metacrilato de 2-hidroxietilo
Dimetacrilato de etilenglicol
Metacrilato de alilo
Metacrilato de 2-[3-(2H-benzotriazol-2-il)-4-hidroxifenil]etilo
Dimetacrilato de Poloxómero 407
Tinte de visibilidad de monómero (RD-322))

Se usaron los requisitos de la formulación para calcular la cantidad de cada ingrediente necesario para la fabricación de lotes de 2 l y 10 l de tamaño. Los ingredientes individuales se dosificaron en la formulación utilizando una precisión mínima de dos decimales.

5

Iniciación de la mezcla de monómero nesofilcon A:

PRINCIPIO ACTIVO
2,2'-Azobisisobutironitrilo (AIBN)

10 La cantidad de iniciador necesaria se calculó utilizando la siguiente ecuación:

Peso neto del monómero en gramos x 0,00418 = gramos de Iniciador requerido. La cantidad de iniciador añadido se pesó usando una tolerancia de $\pm 0,20$ %.

15 En un entorno de aire seco, se añadió a la mezcla la cantidad calculada del iniciador 2,2-azobisisobutironitrilo (AIBN), el recipiente se selló, se devolvió a un refrigerador a 15 °C (+/- 3 °C) y se agitó durante 1 hora, (± 5 minutos), a 15 °C (+/- 3 °C). Inmediatamente se transfirieron aproximadamente 2.100 g de monómero se a un recipiente de plástico HDPE de 3,0 l, dejando aproximadamente 1 l de espacio libre para asegurar el espacio de cabeza adecuado para inhibir la polimerización. La transferencia al recipiente más grande se llevó a cabo en un ambiente de aire seco. La
20 mezcla se almacenó a 15 °C (+/- 3 °C) hasta su uso, con regeneración diaria del espacio de cabeza en el recipiente de HDPE.

Ejemplo 2:

25 **Regeneración: Método manual**

Un recipiente que contenía la mezcla iniciada del Ejemplo 1 (aproximadamente 2.100 g de monómero iniciado, capacidad del recipiente de 3,0 l) se abrió durante 30 segundos, (± 10 segundos), en atmósfera ambiente. A continuación, el recipiente se selló y se agitó durante 10 segundos. Se mantuvo un registro con el número de lote de la mezcla y la hora y fecha de la regeneración del espacio de cabeza.
30

La mezcla iniciada se almacenó a 15 °C (+/- 3 °C) sin polimerización prematura durante hasta 7 días.

Ejemplo 3:

35

Regeneración: Método automático

18 botellas que contenían la mezcla iniciada del Ejemplo 1 (aproximadamente 2.100 g l del monómero iniciado, capacidad del recipiente de 3,0 l) se cargaron en un refrigerador Sanyo LabCool modificado para acomodar tres estantes de agitación; cada estante compuesto por seis receptáculos de botellas alineados a fin de tener siempre dos botellas opuestas de contrapeso cada otro cuando sus respectivos centros de gravedad se están moviendo.
40

Cada botella se ubicó en su propio nido de agarre montado sobre un mecanismo de agitación de la plataforma rotatoria.
45

Cada 2,5 horas, el sistema agitó un estante durante 10 minutos a 2.167 Hz (130 rpm). Este agitó las botellas para inducir un movimiento de chapoteo en la mezcla de monómeros.

50 Durante los primeros 30 segundos de este ciclo de mezcla/agitación de 10 minutos / agitación, se burbujeó aire a un caudal en volumen de aproximadamente $3,33E-05$ m³/s (o 2 slpm, es decir, 2 litros estándar por minuto, siendo un litro estándar un litro que se ha corregido para representar la temperatura y la presión estándar). Esto equivale a

0,33 litros de aire por 2 litros de monómero durante un ciclo de mezcla.

5 Suponiendo que aproximadamente el 21 % del aire es oxígeno, equivale a 0.0693 litros de oxígeno por 2 litros de monómero por ciclo de mezcla. Los ciclos de agitación para cada estante se separaron entre sí por 50 minutos para evitar la mezcla de los estantes a la vez y poner una carga de vibración demasiado grande sobre el esqueleto de la nevera.

10 El aire que se ha filtrado (filtración de 40 µm) y se ha secado (separación de agua) para obtener aire con una pureza de clase 2.1.1 (como se indica en la norma ISO8573-1) se canalizó al compartimiento de refrigeración y al interior de las botellas a una presión de aire establecida en 700 kPa a través de líneas de entrada de aire a presión. Estas líneas y las líneas de aire de escape se ajustaron a cada tapa de la botella proporcionada para cada botella. La tapa de cada botella permitía la libre rotación del núcleo de acero inoxidable mientras se aprieta el anillo de la tapa.

15 La mezcla iniciada se almacenó a 15 °C (+/- 3 °C) sin polimerización prematura durante hasta 7 días.

Ejemplo 4:

Pruebas de estabilidad

20 9 lotes de la mezcla iniciada del Ejemplo 1 se dejaron curar y se evaluó visualmente el tiempo que tardó la mezcla en iniciar el curado.

25 Como se ve en la Tabla 1 a continuación, tres lotes (1, 2 y 3) se trataron con el método manual del Ejemplo 2. Tres lotes (4, 5 y 6) no se trataron en absoluto y tres lotes (7, 8 y 9) se trataron con el método automático del Ejemplo 3. Estos datos son representativos de los resultados que han visto los inventores durante el desarrollo (es decir, durante los protocolos para investigar diferentes aspectos del proceso de fabricación). Estas vidas útiles mencionadas a continuación se observaron una y otra vez.

Tabla 1

Lote	Vida útil	Método utilizado para aumentar la vida útil
1	4 días	Manual
2	4,5 días	Manual
3	4 días	Manual
4	46 horas	Ninguno
5	51 horas	Ninguno
6	53 horas	Ninguno
7	8 días	Automático
8	7,5 días	Automático
9	8 días	Automático
* Tiempo utilizado por el contenido del recipiente para comenzar a gelificar		

30

Ejemplo 5:

Pruebas de estabilidad

35 Un único lote de 10 l de mezcla iniciada de acuerdo con el Ejemplo 1 se dividió en diez botellas de vidrio de 2 l idénticas, de tal manera que cada botella contenía un volumen y peso idénticos (1,00 kg) de la mezcla iniciada. Cada botella tenía un volumen idéntico de espacio libre (aproximadamente 1 l). Dado que cada botella de 2 l se decantó del mismo lote de 10 l, todos los componentes de las materias primas eran idénticos.

40 Cada una de las botellas de 2 l se almacenó a 15 °C (+/- 3 °C) de acuerdo con la Tabla 2.

Tabla 2

Número de botella	Botella sin abrir	Método manual ^b	Método automático ^c
1	√		
2	√		
3	√		
4	√		
5		√	
6		√	

Número de botella	Botella sin abrir	Método manual ^b	Método automático ^c
7		√	
8			√
9			√
10			√

En cada caso, las condiciones fueron las siguiente para la duración del estudio: Botella sin abrir: cada botella 2 l (botellas de 1 a 4) se colocó en el entorno de temperatura controlada y sin abrir. Método manual: cada botella de 2 l (botellas 5 a 7) se colocó en el entorno de temperatura controlada, se abrió a la atmósfera una vez al día durante 30 segundos, se volvió a tapar y se agitó enérgicamente a mano durante un mínimo de 2 minutos. Método automático: cada botella de 2 l (botellas de 8 a 10) se colocó en ambiente de temperatura controlada y se conectó a un sistema automatizado que inicia un ciclo de cada 150 minutos, consistente en agitación durante 10 minutos a 2,167 Hz acoplado a 30 segundos de burbujeado en aire seco a un caudal en volumen de aproximadamente 3,33E-05 m³/s.

- 5 Cada botella se evaluó visualmente con regularidad, es decir, un mínimo de una vez cada 24 horas, para detectar signos de polimerización prematura que se caracterizan por un aumento visual de la viscosidad del monómero, la presencia de materiales sólidos en la solución, el cambio de consistencia de del monómero y cambios de color.
- 10 Cada botella se evaluó visualmente con regularidad, es decir, un mínimo de una vez cada 24 horas, para detectar signos de polimerización prematura que se caracterizan por un aumento visual de la viscosidad del monómero, la presencia de materiales sólidos en la solución, el cambio de consistencia de del monómero y cambios de color.

En la tabla 3 muestran los tiempos señalados para el inicio de curado prematuro de cada botella:

15

Tabla 3

Número de botella	Tiempo hasta el curado prematuro
1	47 horas
2	52 horas
3	50 horas
4	48 horas
5	3,5 días
6	4 días
7	4 días
8	> 9 días*
9	> 9 días*
10	> 9 días*

* No se observó curado prematuro después de un tiempo de almacenamiento de 9 días. A los 10 días, había comenzado algo de curado.

Como en el ejemplo 4, el Ejemplo 5 muestra que el uso de aire para regenerar el espacio de cabeza de un recipiente de mezcla de monómeros iniciada mejora la vida útil y es preferible para el almacenamiento sellado. Además, el método automático mejora la vida útil más que el método manual.

20

Ejemplo 6:

Se prepara una mezcla de monómero mezclando los siguientes ingredientes: N-vinilpirrolidona (90 por ciento en peso), metacrilato de 4-t-butil-hidroxiclohexilo (10 por ciento en peso), Pluronic® F127 Dimetacrilato (5 por ciento en peso), dimetacrilato de etilenglicol (0,15 por ciento en peso), metacrilato de alilo (0,15 por ciento en peso) y metacrilato de 2-hidroxipropilo (2 por ciento en peso). Se añade 0,5 por ciento en peso de AIBN y la mezcla se trata con el método automático del Ejemplo 3. La mezcla de monómeros iniciada no comienza a curar durante al menos 8 días.

30

A medida que el monómero empezó a reaccionar, la viscosidad del líquido aumentó. Esto se produjo lentamente (a lo largo de 2-3 horas) y la mezcla se convirtió en menos "similar al agua" y más "similar a la miel".

A medida que procedió la gelificación, el monómero se endureció, típicamente, desde el fondo del recipiente hacia arriba (ya que este es el monómero que está más lejos del aire presente en el recipiente). Una vez se produjo este endurecimiento, el monómero curado se parecía a una masa sólida y ya no era móvil. A medida que la reacción alcanzó la finalización de todo el monómero líquido disponible lentamente se convirtió en sólido.

35

Todos los ensayos se llevaron a cabo en el mismo laboratorio, en las mismas condiciones. Se introdujeron 2 l de monómero en un recipiente de HDPE de 3 l (dejando 1 l aproximadamente de espacio de aire). Las botellas se iniciaron y se almacenaron en el mismo ambiente de 15 °C y se monitorizaron durante varios días. Se dijo que los lotes habían gelificado cuando un operario comunicó gelificación visualmente. Para los lotes no tratados, las botellas

40

no se abrieron una vez que se hubo producido la iniciación Sin tratamiento (ya sea manual o automático), la vida útil utilizable de este monómero fue de menos de 46 horas. Más tarde (e incluso si no hay signos de aumento de la viscosidad presentes), la reacción ya había comenzado. Si el monómero que había empezado a reaccionar se añadió a los moldes para la fabricación de la lente, esto llevaría a problemas graves en la fabricación.

5 Con el tratamiento manual o automático, la vida útil del monómero fue de aproximadamente 7 días. Se observó un ligero aumento de la vida útil cuando se utiliza el método automático sobre el método manual.

Realizaciones preferidas

10 En ciertas realizaciones preferidas de la invención se divulga en el presente documento:

15 1. Un método para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada que comprende la prevención de la polimerización por radicales libres prematura mediante la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente de la mezcla de monómeros iniciada y proporcionando agitación mecánica al recipiente.

20 2. El método de la realización preferida 1, donde dicho gas que contiene oxígeno es aire.

20 3. El método de la realización preferida 2, donde dicho aire se filtra y / o se seca antes de su introducción en dicho recipiente.

25 4. El método de la realización preferida 1, donde dicho método está automatizado y se lleva a cabo en ciclos en un ambiente cerrado y donde las condiciones del medio ambiente son controlados y supervisadas por un controlador electrónico que permite a un operario establecer una o más de la presión, la temperatura, la velocidad de agitación, la duración de la agitación, la frecuencia de los ciclos introducción de oxígeno o de gas que contiene oxígeno y la frecuencia de los ciclos de agitación.

30 5. El método de la realización preferida 4, donde el método comprende burbujeo de dicho oxígeno o gas que contiene oxígeno en el recipiente.

6. El método de la realización preferida 5, donde dicho gas que contiene oxígeno es aire.

35 7. El método de la realización preferida 6, donde dicho aire se filtra y / o se seca antes de su introducción en dicho recipiente.

8. El método de la realización preferida 1, donde dicho método se lleva a cabo a una temperatura de 15 °C.

9. El método de la realización preferida 4, donde dicho método se lleva a cabo a una temperatura de 15 °C.

40 10. El método de la realización preferida 1, donde dicha introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno y dicha agitación mecánica se produce al menos en parte simultáneamente.

45 11. El método de la realización preferida 4, donde dicha introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno y dicha agitación mecánica se produce al menos en parte simultáneamente.

12. El método de la realización preferida 11, donde dicho gas que contiene oxígeno es aire.

50 13. El método de la realización preferida 12, donde dicho aire se filtra y / o se seca antes de su introducción en dicho recipiente.

14. El método de la realización preferida 1, donde dicha introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno y dicha agitación mecánica se llevan a cabo cada uno de forma independiente al menos una vez cada de 1 a 24 horas.

55 15. El método de la realización preferida 4, donde dicha introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno y dicha agitación mecánica se llevan a cabo cada uno de forma independiente al menos una vez cada de 1 a 24 horas.

60 16. El método de la realización preferida 15, donde dicho gas que contiene oxígeno es aire.

17. El método de la realización preferida 16, donde dicho aire se filtra y / o se seca antes de su introducción en dicho recipiente.

65 18. El método de la realización preferida 1, donde la agitación mecánica del recipiente se lleva a cabo a una velocidad predeterminada y / o para una duración predeterminada.

19. El método de la realización preferida 4, donde la agitación mecánica del recipiente se lleva a cabo a una velocidad predeterminada y / o para una duración predeterminada.
- 5 20. El método de la realización preferida 19, donde cada 2,5 horas se agita un estante durante 10 minutos a 130 RPM (2,167 Hz) y durante los primeros 30 segundos de esta mezcla de 10 minutos se burbujea aire a 2 slpm (aproximadamente $3,33E-05 \text{ m}^3/\text{s}$).
- 10 21. El método de la realización preferida 20, donde dicho aire se filtra y / o se seca antes de su introducción en dicho recipiente.
22. Un aparato para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada, comprendiendo el aparato:
- medios de refrigeración;
- 15 medios para introducir oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente de mezcla de monómeros iniciada;
- medios para evacuar los gases de escape generados por la reacción del oxígeno con la mezcla;
- 20 medios para la agitación mecánica del recipiente; y
- un controlador eléctrico para controlar la temperatura de refrigeración, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno.
- 25 23. El aparato de la realización preferida 22, donde dichos medios para la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno es un medio de burbujeo.
24. El aparato de la realización preferida 22, donde el medio de introducción comprende una unidad de servicio de aire, un secador de aire con prefiltro y, opcionalmente, un controlador del flujo, un regulador de la presión y
- 30 válvulas/colectores de distribución.
25. El aparato de la realización preferida 24, donde dicho medio de introducción es un medio de burbujeo.
- 35 26. El aparato de la realización preferida 22, donde el controlador eléctrico está adaptado para controlar el periodo de tiempo que el secador ha estado en uso y para visualizar esta información en una pantalla de interfaz de usuario.
27. El aparato de la realización preferida 26, donde el estado de cada uno de los indicadores del proceso, temperatura, duración de la agitación, velocidad de la agitación, caudal de oxígeno o de gas que contiene
- 40 oxígeno y / o la presión se puede comprobar en la pantalla de interfaz de usuario.
28. El aparato de la realización preferida 26, donde todas las funciones del aparato se manejan desde la pantalla de interfaz de usuario.
- 45 29. El aparato de la realización preferida 26, donde la pantalla de interfaz de usuario es capaz de permitir a los operarios cambiar uno o más parámetros críticos para la adición de oxígeno o de gas que contiene oxígeno a las mezclas de monómeros iniciadas.
- 50 30. El aparato de la realización preferida 22, donde el medio de refrigeración presenta al menos un estante y motores de accionamiento para la agitación del estante se encuentran debajo de cada estante.
31. El aparato de la realización preferida 22, donde el medio de refrigeración tiene una puerta de acceso frontal y un interruptor de puerta provisto en la puerta de acceso frontal para detectar si la puerta está abierta o
- 55 cerrada.
32. El aparato de la realización preferida 31, donde la puerta está cerrada mientras se lleva a cabo la agitación para evitar la apertura accidental.
- 60 33. Un controlador electrónico para agitación y oxigenar o airear el aparato de refrigeración, que comprende:
- medios para recibir y visualizar la información del proceso en relación con la velocidad y la duración de la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente y la velocidad y duración de la
- 65 medios para visualizar y ajustar la temperatura del aparato; y
- agitación del recipiente;

medios para visualizar y establecer dentro y fuera de los períodos de tiempo para el aparato.

- 5 34. El controlador electrónico de la realización preferida 33, donde el estado de cada uno de los indicadores del proceso, temperatura, duración de la agitación, velocidad de la agitación, caudal de oxígeno o de gas que contiene oxígeno y / o la presión se puede comprobar en la pantalla de interfaz de usuario.
35. El aparato electrónico de la realización preferida 33, donde todas las funciones del aparato se manejan desde la pantalla de interfaz de usuario.
- 10 36. El controlador electrónico de la realización preferida 35, donde la pantalla de interfaz de usuario es capaz de permitir a los operarios cambiar uno o más parámetros críticos para la adición de oxígeno o de gas que contiene oxígeno a las mezclas de monómeros iniciadas.
- 15 37. Un sistema para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada, comprendiendo el sistema:
 uno o más recipientes de mezcla de monómeros iniciada;
 uno o más estantes para los recipientes;
 20 medios de refrigeración;
 una puerta de acceso;
 medios para introducir oxígeno o gas que contiene oxígeno en el recipiente;
 25 medios para evacuar los gases de escape generados por la reacción del oxígeno con la mezcla;
 medios para la agitación mecánica del recipiente, estando los medios unidos a un estante; y
 30 un controlador eléctrico para controlar la temperatura del sistema, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno;
 una pantalla de interfaz del usuario que muestra la información del proceso en relación con el sistema; y
 35 botones de control del operario para controlar uno o más de: la temperatura, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno.
- 40 38. El sistema de la realización preferida 37, donde se realiza un ciclo cada 2,5 horas, donde el sistema agita un estante durante 10 minutos a 130 RPM (2,167 Hz) y se burbujea aire a 2 slpm (aproximadamente $3,33E-05 \text{ m}^3/\text{s}$) durante los primeros 30 segundos de este ciclo de mezcla de 10 minutos.
39. El sistema de la realización preferida 37, donde una pluralidad de recipientes están separados sobre los uno o más estantes.
- 45 40. El sistema de la realización preferida 37, donde cada recipiente se encuentra en su propio nido de agarre que está montado en los medios de agitación mecánica.
- 50 41. El sistema de la realización preferida 37, donde la velocidad de agitación es variable en la pantalla de interfaz de usuario del operario.
42. El sistema de la realización preferida 37, donde dichos medios para la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno es un medio de burbujeo.
- 55 43. El sistema de la realización preferida 37, donde dicho recipiente es al menos un 20 % mayor que el volumen de la mezcla de monómero iniciada contenida en el mismo.
- 60 44. El sistema de la realización preferida 37, donde el medio de introducción comprende una unidad de servicio de aire, un secador de aire con prefiltro y, opcionalmente, un controlador del flujo, un regulador de la presión y válvulas/colectores de distribución.
- 65 45. El sistema de la realización preferida 44, donde dichos medios para la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno es un medio de burbujeo.
46. El sistema de la realización preferida 37, donde el controlador eléctrico está adaptado para controlar el periodo de tiempo que el secador ha estado en uso y para visualizar esta información en una pantalla de interfaz de usuario.

47. El sistema de la realización preferida 37, donde el estado de cada uno de los indicadores del proceso, temperatura, duración de la agitación, velocidad de la agitación, caudal de oxígeno o de gas que contiene oxígeno y / o la presión se puede comprobar en la pantalla de interfaz de usuario.

5 48. El sistema de la realización preferida 37, donde todas las funciones del aparato se manejan desde la pantalla de interfaz de usuario.

10 49. El sistema de la realización preferida 37, donde la pantalla de interfaz de usuario es capaz de permitir a los operarios cambiar uno o más parámetros críticos para la adición de oxígeno o de gas que contiene oxígeno a las mezclas de monómeros iniciadas.

50. El sistema de la realización preferida 37, donde el medio de refrigeración presenta al menos un estante y motores de accionamiento para la agitación del estante se encuentran debajo de cada estante.

15 51. El aparato de la realización preferida 37, donde el medio de refrigeración tiene una puerta de acceso frontal y un interruptor de puerta provisto en la puerta de acceso frontal para detectar si la puerta está abierta o cerrada.

20 52. El aparato de la realización preferida 51, donde la puerta está cerrada mientras se lleva a cabo la agitación para evitar la apertura accidental.

Los aspectos de la presente invención se han descrito a modo de ejemplo únicamente y se debe apreciar que se pueden realizar adiciones y / o modificaciones a la misma sin apartarse del alcance de la misma, tal como se define en las reivindicaciones adjuntas.

25

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada que comprende la prevención de la polimerización por radicales libres prematura mediante la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente de la mezcla de monómeros iniciada y proporcionando agitación mecánica al recipiente.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde dicho gas que contiene oxígeno es aire.
- 10 3. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, donde dicho método es automático y se realiza en un ambiente cerrado con la temperatura controlada.
4. El método de acuerdo con la reivindicación 3, donde el método comprende burbujeo de dicho oxígeno o gas que contiene oxígeno en el recipiente.
- 15 5. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde dicho método se lleva a cabo a una temperatura de 15 °C.
- 20 6. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde dicha introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno y dicha agitación mecánica se producen de forma simultánea.
7. El método de acuerdo con la reivindicación 1, donde la vida útil de la mezcla de monómeros iniciada se extiende a por lo menos cuatro días.
- 25 8. Un aparato para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada, comprendiendo el aparato:
medios de refrigeración;
medios para introducir oxígeno o gas que contiene oxígeno en un recipiente de mezcla de monómeros iniciada;
medios para evacuar el gas de escape generado por la reacción del oxígeno con la mezcla;
medios para la agitación mecánica del recipiente; y
30 un controlador eléctrico para controlar la temperatura de refrigeración, la agitación y la introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno.
9. El aparato de acuerdo con la reivindicación 8, donde dicha introducción de oxígeno o gas que contiene oxígeno se realiza mediante burbujeo en la mezcla.
- 35 10. Un sistema para prolongar la vida útil de una mezcla de monómeros iniciada, comprendiendo el sistema:
uno o más recipientes de mezcla de monómeros iniciada;
uno o más estantes para los recipientes;
40 medios de refrigeración;
medios para introducir oxígeno o gas que contiene oxígeno en el recipiente;
medios para evacuar el gas de escape generado por la reacción del oxígeno con la mezcla;
medios para la agitación mecánica del recipiente, estando los medios unidos a un estante; y
un controlador eléctrico para controlar la temperatura del sistema, la agitación y la introducción de oxígeno o gas
45 que contiene oxígeno;
una pantalla de interfaz de usuario que muestra la información del proceso en relación con el sistema; y
botones de control del operario para controlar uno o más de: la temperatura, la agitación y la introducción de
oxígeno o gas que contiene oxígeno.

50

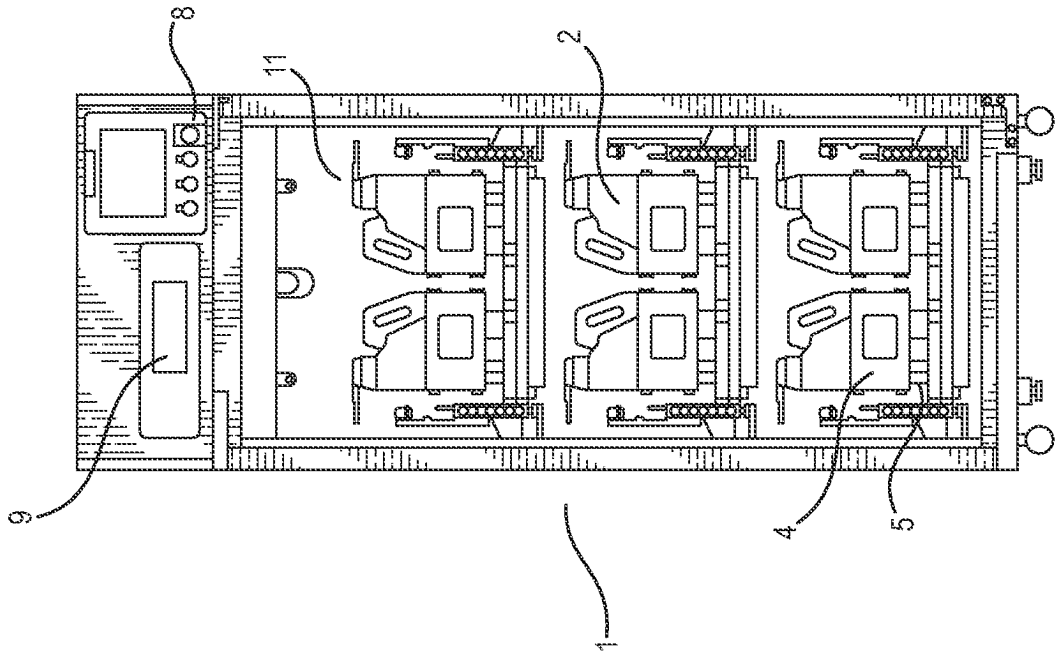


FIG. 1a

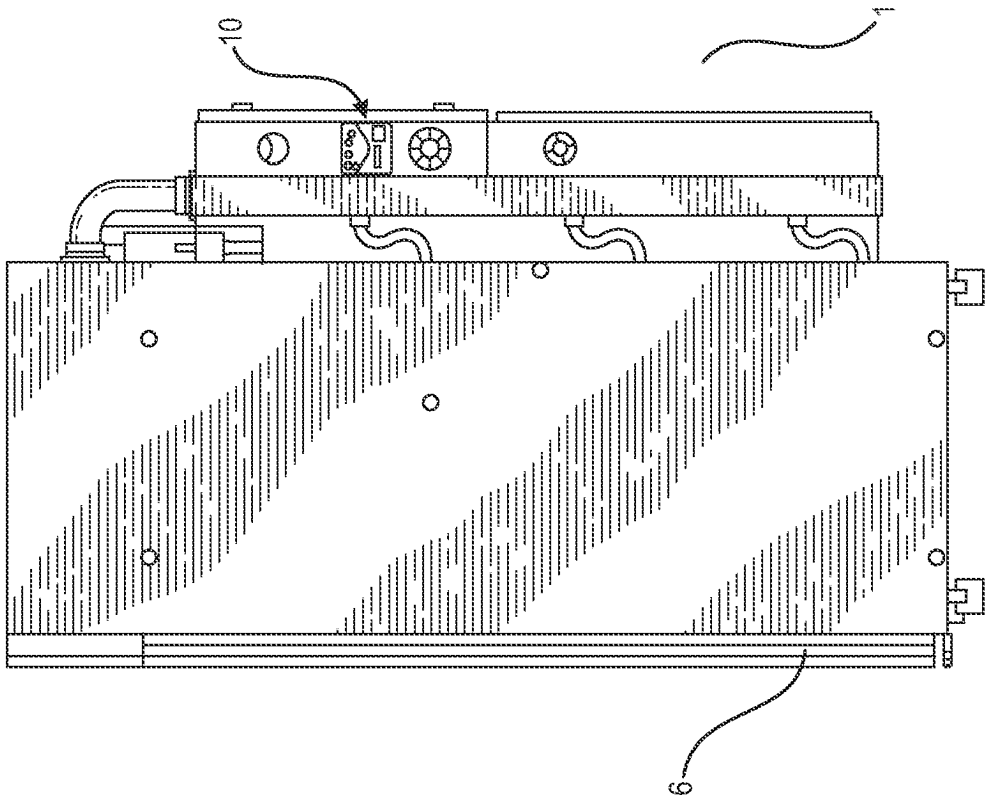


FIG. 1b

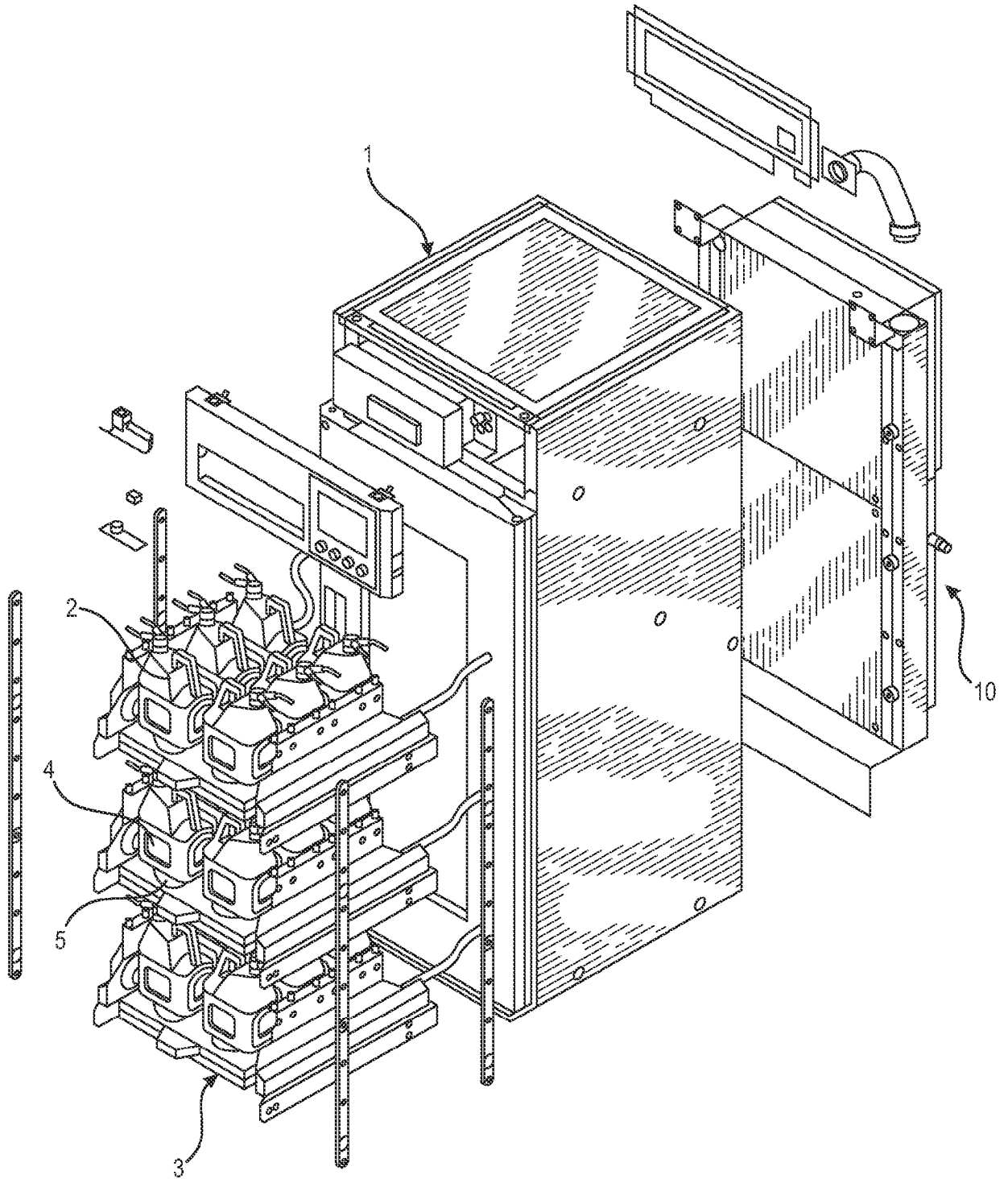


FIG. 1c

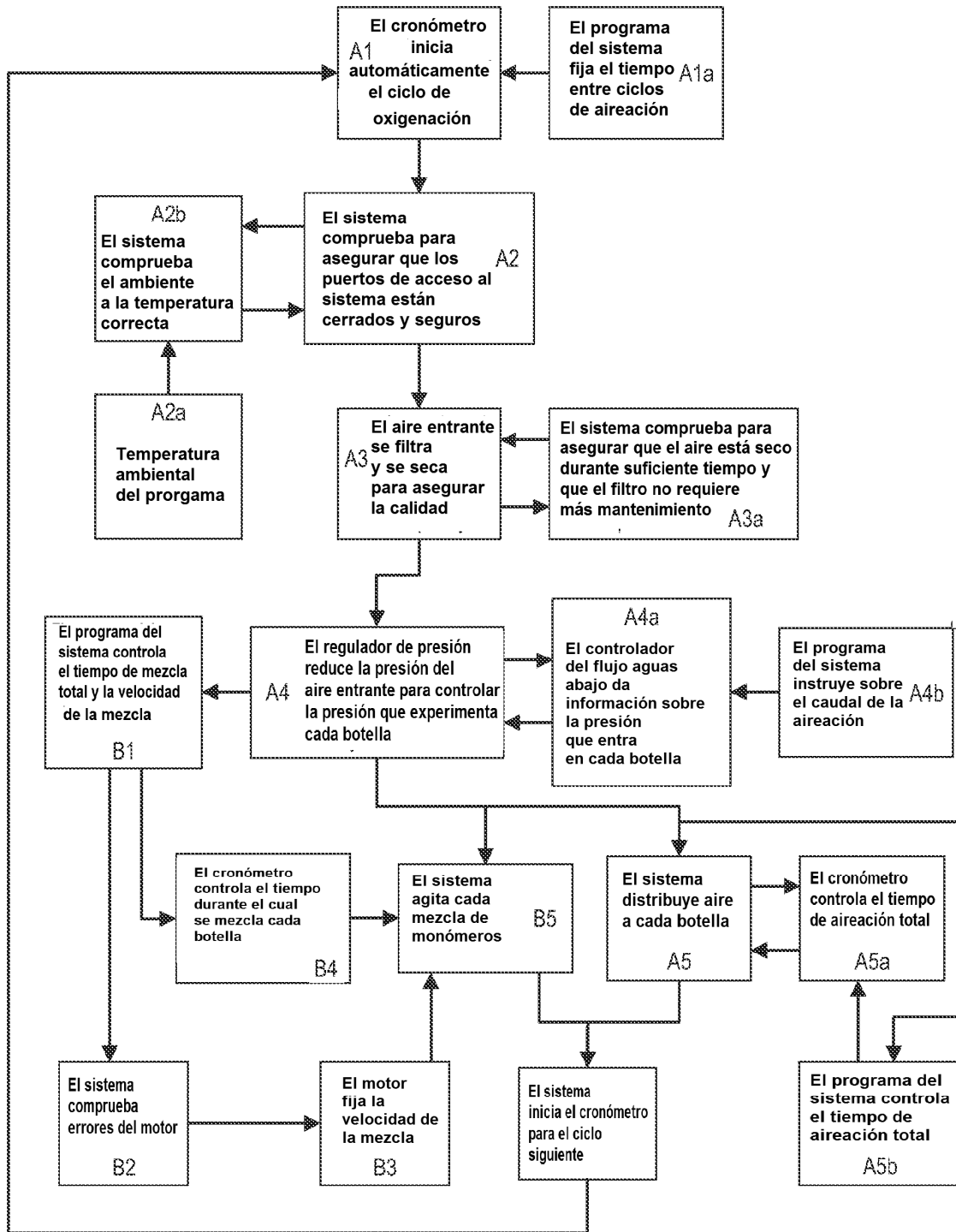


FIG. 2

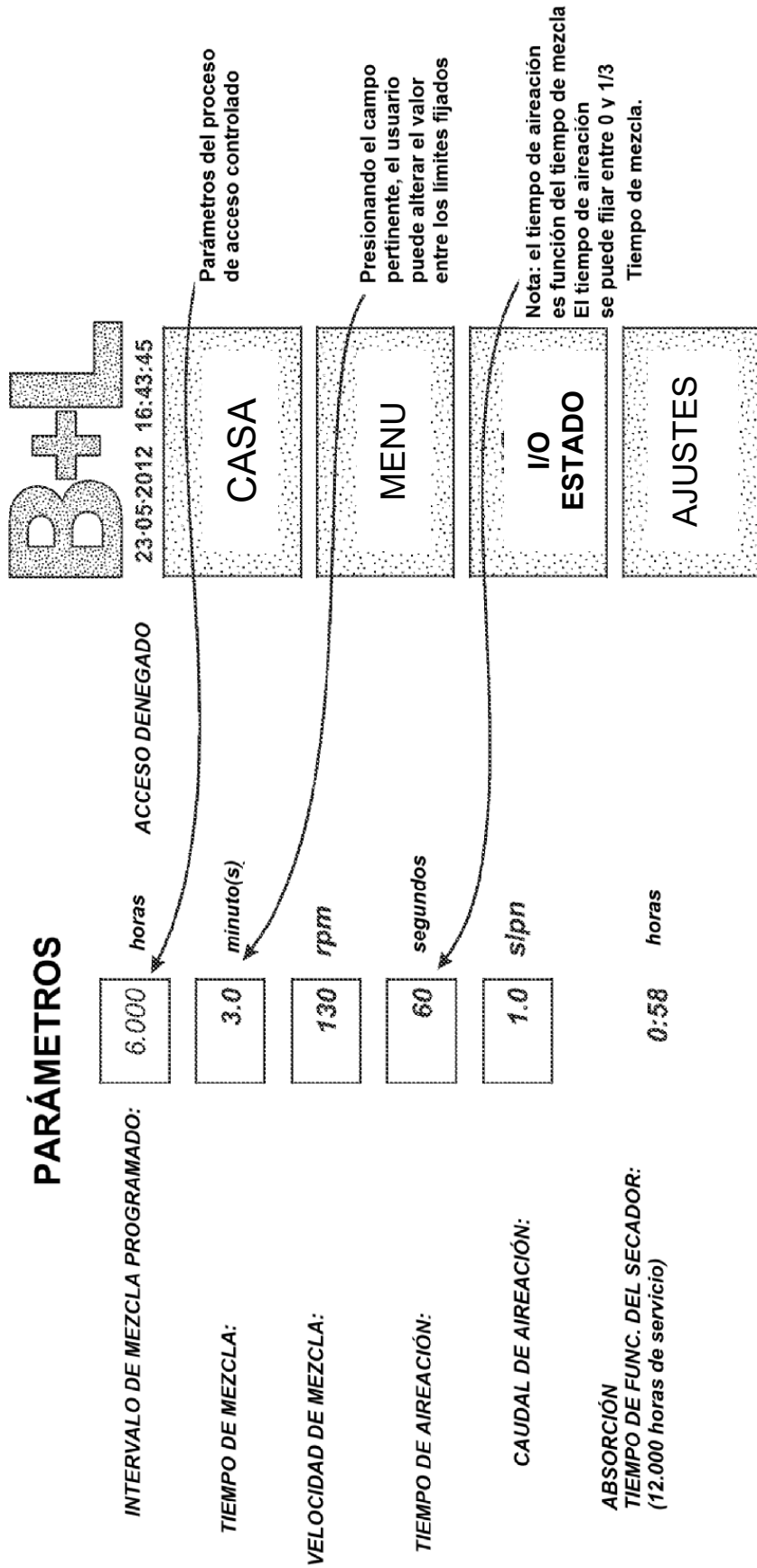


FIG. 3