



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0021479

(51)⁷ **C08L 83/04, C08K 5/13, C08J 3/24**

(13) **B**

(21) 1-2013-00812

(22) 23.06.2011

(86) PCT/JP2011/064470 23.06.2011

(87) WO2012/035844A1 22.03.2012

(30) 2010-209659 17.09.2010 JP

2010-209675 17.09.2010 JP

(45) 26.08.2019 377

(43) 25.06.2013 303

(73) TERUMO KABUSHIKI KAISHA (JP)

44-1, Hatagaya 2-chome, Shibuya-ku, Tokyo 151-0072 Japan

(72) Hiromasa KOHAMA (JP), Makoto ONISHI (JP), Yuki SOUMA (JP)

(74) Công ty TNHH Quốc tế D & N (D&N INTERNATIONAL CO.,LTD.)

(54) **THIẾT BỊ Y TẾ BAO GỒM CHẾ PHẨM CAO SU SILICON VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT THIẾT BỊ Y TẾ NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm cao su silicon chứa chất chống oxy hóa được phân tán trong chế phẩm này. Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm cao su silicon, bao gồm bước: trộn tiền chất cao su silicon với chất chống oxy hóa và lưu hóa hỗn hợp thu được; hoặc thấm ướt cao su silicon bằng chất chống oxy hóa dạng lỏng. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất thiết bị y tế, bao gồm bước đưa chế phẩm cao su silicon thu được bằng phương pháp điều chế được đề cập trên đây vào trong thiết bị y tế; đóng gói thiết bị y tế thu được; và chiếu bức xạ cho thiết bị y tế đã được đóng gói.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm cao su silicon. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến chế phẩm cao su silicon, có thể được sử dụng thích hợp cho thiết bị y tế được khử trùng bằng bức xạ.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Cao su silicon được sử dụng rộng rãi làm vật liệu dẻo hoặc vật liệu sợi trong các thiết bị y tế.

Ví dụ, tài liệu sáng chế 1 bộc lộ thiết bị y tế dạng ống dùng để đặt (dụng cụ để đặt) được sử dụng khi đưa các dụng cụ y tế có hình dạng thuôn dài, như ống thông hoặc dây dẫn vào trong cơ thể sống. Dụng cụ để đặt này có thân chính hình ống, nắp đậy nằm ở một đầu của thân chính, và thân van đặt ở đường đi trong ống của thân chính và được cố định ở trạng thái bị kẹp giữa thân chính và nắp đậy.

Thân van có rãnh xẻ ở phần tâm của nó. Rãnh xẻ mở khi ống thông hoặc dụng cụ tương tự được lồng vào trong thân chính, và rãnh xẻ đóng khi ống thông hoặc dụng cụ tương tự được kéo ra từ thân chính, nhờ đó ngăn ngừa máu không chảy ra. Do đó, thân van phải được mở và đóng bằng lực đàn hồi đồng thời với việc lồng vào và kéo ống thông hoặc dụng cụ tương tự ra. Thân van này được làm bằng vật liệu dẻo mà dễ uốn và có độ bền thích hợp. Là vật liệu dẻo, cao su silicon được sử dụng rộng rãi do nó có độ tính thấp đối với cơ thể sống.

Tài liệu tình trạng kỹ thuật

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số Hei 2-949

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Thiết bị y tế như được đề cập trên đây phải được đưa vào xử lý khử trùng trước khi sử dụng, nhờ đó các vi sinh vật trên bề mặt hoặc bên trong thiết bị y tế bị tiêu diệt hoặc được loại bỏ. Ví dụ về phương pháp khử trùng bao gồm khử trùng bằng bức xạ như

khử trùng bằng tia γ và khử trùng bằng chùm tia điện tử, v.v., khử trùng bằng khí etylen oxit, và khử trùng bằng hơi nước áp lực cao (nồi hấp khử trùng). Trong số các phương pháp này, được ưu tiên là phương pháp khử trùng bằng bức xạ, do thời gian xử lý ngắn, có thể thực hiện xử lý liên tục, và không cần sử dụng thêm bất kỳ phương pháp xử lý nào sau đó.

Tuy nhiên, nếu thiết bị y tế bao gồm cao su silicon được đưa vào khử trùng bằng bức xạ, cao su silicon sẽ trở nên cứng do chiếu bức xạ, dẫn đến làm hỏng độ đàn hồi mong muốn.

Do đó, mục tiêu của sáng chế là đề xuất phương pháp để hạn chế sự hóa cứng cao su silicon.

Giải pháp kỹ thuật

Để giải quyết vấn đề nêu trên, các tác giả sáng chế đã thực hiện các nghiên cứu trên phạm vi rộng và chuyên sâu. Trong quá trình nghiên cứu, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng có thể hạn chế được sự hóa cứng cao su silicon một cách hiệu quả bằng cách bổ sung chất chống oxy hóa vào cao su silicon. Dựa trên phát hiện này, sáng chế được hoàn thiện.

Cụ thể là, sáng chế đề xuất chế phẩm cao su silicon chứa chất chống oxy hóa được phân tán trong ít nhất một phần của cao su silicon.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất phương pháp điều chế chế phẩm cao su silicon, phương pháp này bao gồm bước trộn tiền chất cao su silicon với chất chống oxy hóa và lưu hóa hỗn hợp thu được; hoặc bước thấm ướt cao su silicon bằng chất chống oxy hóa dạng lỏng.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất thiết bị y tế, bao gồm bước kết hợp cao su silicon thu được bằng phương pháp điều chế được đề cập trên đây vào trong thiết bị y tế, bước đóng gói thiết bị y tế thu được, và chiếu xạ cho thiết bị y tế đã được đóng gói này.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, có thể hạn chế được sự hóa cứng cao su silicon.

Mô tả chi tiết sáng chế

Dưới đây là phần mô tả phương án được ưu tiên theo sáng chế.

Chế phẩm cao su silicon

Theo phương án này, chế phẩm cao su silicon được đặc trưng ở chỗ có chứa chất chống oxy hóa được phân tán trong ít nhất một phần của cao su silicon.

Cao su silicon thông thường có hạn chế là khi chúng được chiếu bức xạ như tia γ hoặc chùm tia điện tử, sẽ xảy ra sự hóa cứng cao su silicon, do đó làm mất tính đàn hồi (tính dẻo) của cao su silicon. Hiện tượng này xảy ra là do cơ chế sau. Khi cao su silicon được chiếu bức xạ, các gốc được tạo ra do sự phân cắt liên kết siloxan, kéo ra các nhóm thế được liên kết vào nguyên tử silic, kéo ra nguyên tử hydro có mặt trên các nhóm thế được liên kết vào nguyên tử silic, hoặc tương tự. Các gốc được tạo ra khi đó được liên kết với nhau, do đó tạo ra các liên kết chéo trong phân tử hoặc giữa các phân tử, và hạn chế sự chuyển dịch của các phân tử, dẫn đến sự hóa cứng cao su silicon.

Các tác giả sáng chế đã tìm kiếm phương pháp nhằm hạn chế sự hóa cứng cao su silicon này. Kết quả của nghiên cứu này là đã phát hiện ra rằng có thể đạt được hiệu quả hạn chế sự hóa cứng cao su silicon rõ rệt bằng cách bổ sung chất chống oxy hóa vào cao su silicon. Nghiên cứu này cũng phát hiện ra rằng, những thay đổi về tính chất vật lý của cao su silicon do bổ sung chất chống oxy hóa vào là rất nhỏ. Dựa trên các phát hiện này, sáng chế được hoàn thiện. Chất chống oxy hóa được cho là có hoạt động như tác nhân bắt giữ gốc trong cao su silicon, nhờ đó hạn chế được sự hóa cứng của cao su silicon.

Dưới đây là phần mô tả các thành phần của chế phẩm cao su silicon theo phương án này.

Cao su silicon

Cao su silicon theo phương án này không bị giới hạn cụ thể chỉ cần là polysiloxan có cấu trúc liên kết chéo và có các đặc tính tương tự cao su. Thông thường, cao su silicon được điều chế bằng việc tạo liên kết chéo cho polysiloxan, một tiền chất cao su silicon.

Cao su silicon theo phương án này tốt hơn là cao su silicon thu được bằng cách tạo liên kết chéo cho tiền chất cao su silicon, bao gồm polyorganosiloxan chứa nhóm alkenyl (A) và hydropolysiloxan hữu cơ (B). Trong phần mô tả dưới đây, polyorganosiloxan

chứa nhóm alkenyl (A) còn được gọi là “polysiloxan (A),” và hydropolysiloxan hữu cơ (B) còn được gọi là “polysiloxan (B).”

Polyorganosiloxan chứa nhóm alkenyl (A) được đề cập trên đây có nghĩa là polysiloxan có nhóm alkenyl được liên kết vào nguyên tử silic. Hàm lượng của nhóm alkenyl không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là không nhỏ hơn 0,005% mol, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1% mol, tính trên 1 mol phân tử polysiloxan (A).

Ví dụ về nhóm alkenyl bao gồm nhóm vinyl, nhóm allyl, nhóm propenyl, nhóm metallyl, nhóm butenyl, và nhóm hexenyl. Trong số các nhóm alkenyl này, ưu tiên sử dụng nhóm vinyl.

Polysiloxan (A) có thể có nhóm thế hoặc các nhóm thế (nhóm hoặc các nhóm hữu cơ) khác với (các) nhóm alkenyl. Ví dụ về (các) nhóm thế khác bao gồm các nhóm alkyl được thế hoặc không được thế có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, các nhóm alkoxy được thế hoặc không được thế có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon, nhóm aryl được thế hoặc không được thế, và các nhóm aralkyl được thế hoặc không được thế.

Ví dụ cụ thể về các nhóm alkyl có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon bao gồm các nhóm methyl, ethyl, n-propyl, isopropyl, n-butyl, isobutyl, sec-butyl, tert-butyl, hexyl, và octyl. Trong số các nhóm alkyl này, ưu tiên sử dụng là nhóm methyl.

Ví dụ về các nhóm alkoxy có từ 1 đến 8 nguyên tử cacbon bao gồm các nhóm methoxy, ethoxy, n-propoxy, isopropoxy, n-butoxy, isobutoxy, sec-butoxy, tert-butoxy, hexyloxy, và octyloxy. Ví dụ về các nhóm aryl bao gồm các nhóm phenyl, và methylphenyl. Ví dụ về các nhóm aralkyl bao gồm benzyl, phenethyl, và các nhóm diphenylmethyl.

Ngoài ra, ví dụ về nhóm mà có thể được thế bằng nhóm alkenyl, nhóm alkyl, nhóm alkoxy, nhóm aryl, hoặc nhóm aralkyl bao gồm nguyên tử halogen, các nhóm axyl, các nhóm alkyl, nhóm phenyl, các nhóm alkoxyl, nhóm amino, các nhóm alkylamino, nhóm carbonyl, và nhóm xyano.

Trong đó, polysiloxan (A) ở dạng bất kỳ trong số các dạng mạch thẳng, mạch nhánh, và mạch vòng. Ngoài ra, các polysiloxan (A) này có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều loại trong số chúng.

Hydropolysiloxan hữu cơ (B) được đề cập trên đây là polysiloxan mà có ít nhất hai nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử silic. Hai nguyên tử hydro này được cộng hợp vào liên kết đôi của nhóm alkenyl trong polyorganosiloxan (A), do đó tạo nên cấu trúc liên kết chéo.

Ngoài ra, polysiloxan (B) có thể có nhóm thế hoặc các nhóm thế (nhóm hoặc các nhóm hữu cơ) khác với nguyên tử hydro. Ví dụ về (các) nhóm thế bao gồm các nhóm giống như các nhóm được đề cập trên đây làm ví dụ về (các) nhóm thế trong polysiloxan (A). Trong đó, polysiloxan (B) có thể ở dạng bất kỳ trong các dạng có cấu trúc mạch thẳng, mạch nhánh, và mạch vòng. Ngoài ra, các polysiloxan (B) này có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều loại trong số chúng.

Tỷ lệ của polysiloxan (A) và polysiloxan (B) được sử dụng trong chế phẩm cao su silicon không bị giới hạn cụ thể. Tốt hơn là, các polysiloxan (A) và (B) này được sử dụng theo các tỷ lệ mà lượng của nguyên tử hydro liên kết với silic có mặt trong polysiloxan (B) là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0 mol cho 1 mol nhóm alkenyl có mặt trong polysiloxan (B).

Cao su silicon theo phương án này có thể còn chứa chất xúc tác cho phản ứng tạo liên kết chéo của các polysiloxan có mặt làm tiền chất cao su silicon. Chất xúc tác này không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là chất xúc tác bạch kim. Ví dụ cụ thể về chất xúc tác này bao gồm bạch kim đen, bạch kim trên chất mang silic oxit, bạch kim trên chất mang cacbon, axit cloplatinic, dung dịch rượu của axit cloplatinic, phức bạch kim/olefin, phức bạch kim/alkenylsiloxan, phức bạch kim/ β -diketon, và phức bạch kim/phosphin. Chất xúc tác này có thể được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 500 phần triệu (parts per million - ppm) (làm Pt) tính trên tổng khối lượng của tiền chất cao su silicon.

Ngoài ra, cao su silicon theo phương án này có thể chứa, ngoài các thành phần được đề cập trên đây, chất độn vô cơ để kiểm soát độ cứng, cải thiện tính chịu nhiệt, hoặc làm tăng thể tích. Có thể sử dụng nhiều loại vật liệu khác nhau mà thường được sử dụng trong cao su silicon làm chất độn vô cơ. Ví dụ về chất độn vô cơ này bao gồm muối silic oxit, chất kết tủa silic oxit, silic oxit dạng hạt thu được bằng cách xử lý bề mặt các silic oxit này, và còn có dạng bột của đất diatomit, thạch anh, và đất sét.

Chất chống oxy hóa

Trong chế phẩm cao su silicon theo phương án này, chất chống oxy hóa có chức năng làm tác nhân bắt giữ gốc để hạn chế phản ứng tạo liên kết chéo.

Chất chống oxy hóa để sử dụng theo phương án này không bị giới hạn cụ thể, và tốt hơn là dùng các chất chống oxy hóa mà có thể được sử dụng làm các chất phụ gia thực phẩm. Ví dụ cụ thể về chất chống oxy hóa được sử dụng ở đây bao gồm tert-butylhydroxyanisol (sau đây được gọi là “BHA”), và vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó (sau đây được gọi là “vitamin E hoặc hợp chất tương tự” hoặc “vitamin E và hợp chất tương tự”).

Thuật ngữ “tert-butylhydroxyanisol” được sử dụng ở đây là khái niệm bao gồm tert-butylhydroxyanisol được thế một lần trong đó 4-hydroxyanisol được thế bằng một nhóm tert-butyl, như 2-tert-butyl-4-hydroxyanisol (2BHA) và 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol (3BHA); và tert-butylhydroxyanisol được thế hai lần trong đó 4-hydroxyanisol được thế bằng hai nhóm tert-butyl, như 2,6-di-tert-butyl-4-hydroxyanisol (2,6-DBHA) và 3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyanisol (3,5-DBHA). Trong chế phẩm cao su silicon theo phương án này, có thể sử dụng hợp chất bất kỳ trong số các hợp chất tert-butylhydroxyanisol này. Trong số các tert-butylhydroxyanisol này, ưu tiên sử dụng 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol, hợp chất này thể hiện hiệu quả hạn chế sự hóa cứng cao.

Ví dụ về vitamin E bao gồm α -tocopherol, β -tocopherol, γ -tocopherol, δ -tocopherol, α -tocotrienol, β -tocotrienol, γ -tocotrienol, và δ -tocotrienol. Mỗi hợp chất trong số các hợp chất này có thể là chất hoạt quang hoặc chất triệt quang. Ngoài ra, ngoài các tocopherol và tocotrienol nêu trên, các chất tương tự của chúng (các hợp chất vòng chroman, v.v.) có tác dụng ngăn ngừa sự oxy hóa (tác dụng chống oxy hóa) cũng có thể được sử dụng làm vitamin E theo phương án này.

Ví dụ về dẫn xuất của vitamin E bao gồm este của axit axetic của vitamin E, este của axit nicotinic của vitamin E, este của axit linoleic của vitamin E, và este của axit suxinic của vitamin E.

Muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó không bị hạn chế chỉ cần là muối được chấp nhận về sinh lý. Ví dụ về muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó mà có thể được sử dụng thích hợp bao gồm các muối của kim loại kiềm như natri, kali, v.v., các muối của kim loại kiềm thổ như canxi, magie, v.v., các muối của amin hữu cơ như trietanolamin, trietylamin, v.v., các muối amoni, và các muối bazơ của axit amin như alginin, lysin, v.v..

Trong đó, vitamin E và hợp chất tương tự có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều trong số chúng.

Trong số các vitamin E và hợp chất tương tự, khi xét về hiệu quả ngăn ngừa oxy hóa, tốt hơn nên sử dụng α -tocopherol hoặc α -tocopherol axetat, và tốt hơn nữa là sử dụng α -tocopherol.

Trong đó, các chất chống oxy hóa được đề cập trên đây có thể được sử dụng riêng hoặc ở dạng kết hợp của hai hoặc nhiều trong số chúng.

Hàm lượng của chất chống oxy hóa có mặt trong chế phẩm cao su silicon theo phương án này không bị giới hạn cụ thể, chỉ cần là nằm trong phạm vi hàm lượng mà không làm giảm rõ rệt đặc tính của chế phẩm cao su silicon. Xét về hiệu quả hạn chế sự hóa cứng, giới hạn dưới của hàm lượng này tốt hơn là không nhỏ hơn 0,1% khối lượng, tốt hơn nữa là không nhỏ hơn 0,125% khối lượng, và tốt hơn nữa là không nhỏ hơn 0,5% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon. Ngoài ra, để có thể duy trì được các đặc tính vật lý của chế phẩm cao su silicon, giới hạn trên của hàm lượng này không lớn hơn 10,0% khối lượng, tốt hơn nữa là không lớn hơn 5,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

Cao su silicon theo phương án này chứa chất chống oxy hóa được phân tán trong ít nhất một phần của cao su silicon. Dạng phân tán không bị giới hạn cụ thể. Do đó, chất chống oxy hóa có thể tập trung trong một phần của cao su silicon (ví dụ, tập trung trong phần bề mặt của cao su silicon), hoặc có thể được phân tán cơ bản là đồng nhất trong toàn bộ cao su silicon. Để cải thiện hiệu quả hạn chế sự hóa cứng đối với chế phẩm cao su silicon, tốt hơn chất chống oxy hóa được phân tán cơ bản là đồng nhất (tốt hơn là đồng nhất) trong toàn bộ cao su silicon.

Polydimetylsiloxan

Ngoài chất chống oxy hóa được đề cập trên đây, chế phẩm cao su silicon theo phương án này có thể còn chứa polydimetylsiloxan (polydimethylsiloxane - PDMS) (dầu silicon). Cụ thể là, theo phương án được ưu tiên để thực hiện sáng chế, chế phẩm cao su silicon còn chứa polydimetylsiloxan trong ít nhất một phần của cao su silicon. Cụ thể, khi chất chống oxy hóa là vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó, tốt hơn là, PDMS được phân tán trong ít nhất một phần của cao su silicon. PDMS có chức năng hạn chế sự hóa cứng cao su silicon hiệu quả hơn và kiểm soát tính

đẻo của cao su silicon. PDMS khác với cao su silicon ở chỗ là nó có cấu trúc mạch thẳng không được tạo liên kết chéo và hòa tan được trong dung môi hữu cơ như toluen.

Hiệu quả hạn chế sự hóa cứng cao su silicon do PDMS được cho là theo cơ chế sau. Khi PDMS được chiếu bức xạ, các gốc được tạo ra do sự phân cắt liên kết siloxan trong PDMS, kéo ra các nhóm metyl từ PDMS, kéo ra nguyên tử hydro có mặt trên các nhóm metyl trong PDMS, hoặc tương tự, giống như trong trường hợp của cao su silicon. Sau đó, các gốc được tạo ra được liên kết với nhau, tạo thành các liên kết chéo trong phân tử hoặc giữa các phân tử. Khi chế phẩm cao su silicon chứa PDMS, PDMS cản trở theo cách cạnh tranh sự tạo ra gốc và/hoặc phản ứng tạo liên kết chéo trong cao su silicon, nhờ đó hạn chế được sự hóa cứng cao su silicon. Do PDMS thực chất không có cấu trúc liên kết chéo như ở cao su silicon, thậm trí nếu việc tạo ra gốc và/hoặc phản ứng tạo liên kết chéo xảy ra trong PDMS, cũng không có ảnh hưởng đáng kể đến độ cứng của chế phẩm cao su silicon.

Độ nhớt (ở 25°C) của PDMS tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 12500 mm²/s, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 1000. Khi sử dụng PDMS có trị số độ nhớt nằm trong khoảng này, có thể hạn chế việc hóa cứng cao su silicon một cách hiệu quả. Liên quan đến trị số độ nhớt được đề cập trong sáng chế, chấp nhận trị số độ nhớt được đo bằng phương pháp theo ASTM D2515.

Hàm lượng của PDMS trong chế phẩm cao su silicon theo phương án này có thể được điều chỉnh thích hợp theo độ cứng của cao su silicon được sử dụng. Để đạt được hiệu quả hạn chế sự hóa cứng, giới hạn dưới của hàm lượng này tốt hơn là không nhỏ hơn 1,0% khối lượng, tốt hơn nữa là không nhỏ hơn 5,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon. Ngoài ra, để duy trì các đặc tính vật lý của chế phẩm cao su silicon, giới hạn trên của hàm lượng này tốt hơn là không lớn hơn 30,0% khối lượng, tốt hơn nữa là không lớn hơn 25,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

Ngoài cao su silicon, chất chống oxy hóa và PDMS, nếu cần chế phẩm cao su silicon theo phương án này có thể chứa các chất phụ gia khác nhau với lượng nằm trong khoảng mà không làm ảnh hưởng đáng kể đến hiệu quả theo sáng chế.

Ví dụ về các chất phụ gia bao gồm các tác nhân tạo liên kết chéo, chất độn, chất hấp thụ tia tử ngoại, chất dẻo hóa, chất tạo màu, tác nhân khử tĩnh điện, chất ổn định

hiệt, tác nhân chống oxy hóa, chất ổn định ánh sáng, chất hãm cháy, chất làm trơn, chất chống oxy hóa, chất chống lão hóa, chất trợ phản ứng, chất ức chế phản ứng, và nhựa.

Trong khi chế phẩm cao su silicon theo phương án này được mô tả trên đây, còn có trường hợp khi chất chống oxy hóa được đề cập trên đây được phân tán trong vật liệu cao su khác mà có thể lưu hóa dễ dàng nhờ việc chiếu bức xạ, có thể hạn chế sự hóa cứng vật liệu cao su khác này. Ví dụ về vật liệu cao su khác bao gồm cao su tự nhiên, cao su flo, cao su butadien, cao su butyl, cao su etylen-propylen, và cao su acrylic.

Phương pháp điều chế chế phẩm cao su silicon

Chế phẩm cao su silicon theo phương án này có thể được điều chế bằng cách: (I) trộn tiền chất cao su silicon với chất chống oxy hóa và lưu hóa hỗn hợp thu được; hoặc (II) thấm ướt cao su silicon bằng chất chống oxy hóa dạng lỏng.

Trong phương pháp (I) trên đây, đầu tiên, đo lường định trước của tiền chất cao su silicon không có liên kết chéo, chất chống oxy hóa (ví dụ, BHA hoặc vitamin E hoặc hợp chất tương tự), và các chất phụ gia tùy ý và hợp chất tương tự, và trộn bằng thiết bị trộn hoặc tương tự, sao cho các thành phần được phân tán đồng nhất. Ví dụ về thiết bị trộn được sử dụng theo sáng chế bao gồm con lăn trộn, máy nhào trộn nén, máy nghiền trục lăn, máy trộn Banbury, máy nghiền hai trục lăn, máy nghiền ba trục lăn, thiết bị khuấy trộn đồng nhất, máy nghiền kiểu bi, và máy nghiền kiểu hạt. Ngoài ra, nhiệt độ để trộn không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn là thực hiện trộn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 100°C trong trường hợp sử dụng BHA làm chất chống oxy hóa. Khi vitamin E hoặc hợp chất tương tự được sử dụng làm chất chống oxy hóa, tốt hơn là tiến hành trộn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 50°C. Nhiệt độ này đảm bảo việc trộn dễ dàng hơn. Trong khi, việc trộn có thể được tiến hành trong không khí (với sự có mặt của oxy), và nếu cần thiết, việc trộn có thể được tiến hành trong môi trường khí trơ, như nitơ, để ngăn ngừa chất chống oxy hóa khỏi bị oxy hóa. Sau đó, nếu cần thiết, hỗn hợp thu được được tiếp tục đưa vào bước tạo hình và/hoặc bước lưu hóa, để thu được chế phẩm cao su silicon có hình dạng mong muốn và các đặc tính vật lý mong muốn (ví dụ, tính dẻo). Thiết bị, điều kiện và các yếu tố tương tự được sử dụng trong bước tạo hình và bước lưu hóa không bị giới hạn cụ thể, và những kiến thức trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể được áp dụng thích hợp. Phương pháp theo sáng chế có ưu điểm là dễ dàng kiểm soát hàm lượng chất chống oxy hóa có mặt trong chế phẩm cao su silicon.

Mặt khác, trong phương pháp (II) trên đây, cao su silicon liên kết chéo được thấm ướt với chất chống oxy hóa dạng lỏng (ví dụ, BHA hoặc vitamin E hoặc hợp chất tương tự) để đưa chất chống oxy hóa vào bên trong cao su silicon. Thuật ngữ “chất chống oxy hóa dạng lỏng” được sử dụng ở đây là để chỉ chất chống oxy hóa nóng chảy ở nhiệt độ không thấp hơn so với nhiệt độ nóng chảy của nó. Ví dụ về chất chống oxy hóa dạng lỏng là α -tocopherol, một dạng của vitamin E. Do α -tocopherol có nhiệt độ nóng chảy nằm trong khoảng từ 2,5 đến 3,5°C và nhiệt độ sôi nằm trong khoảng từ 200 đến 220°C, nên hợp chất này tồn tại ở dạng lỏng trong điều kiện nhiệt độ bình thường. Cao su silicon được sử dụng trong phương pháp theo sáng chế tốt hơn là cao su silicon thu được bằng cách trộn sơ bộ (các) tiền chất cao su silicon với các chất phụ gia cần thiết, tạo hình cho hỗn hợp, và lưu hóa sản phẩm đã được tạo hình này. Nói cách khác, phương pháp theo sáng chế đảm bảo rằng việc đưa chất chống oxy hóa vào có thể được tiến hành trong khi sử dụng thành phần cao su silicon với hình dạng và các đặc tính vật lý mong muốn mà thường được sử dụng; vì lý do này, phương pháp theo sáng chế có ưu điểm hơn phương pháp (I) được đề cập trên đây. Sau đó, thấm ướt cao su silicon bằng chất chống oxy hóa dạng lỏng. Ở thời điểm thấm ướt, tốt hơn là cao su silicon được cho tiếp xúc hoàn toàn với chất chống oxy hóa. Ngoài ra, nhiệt độ thấm ướt và thời gian thấm ướt được điều chỉnh theo kích thước và hình dạng của cao su silicon. Trong trường hợp sử dụng BHA làm chất chống oxy hóa, bước thấm ướt được tiến hành ở nhiệt độ không thấp hơn nhiệt độ nóng chảy của BHA và không cao hơn 100°C trong thời gian từ 1 đến 500 giờ, nhờ đó BHA có thể được đưa vào trong cao su silicon một cách hiệu quả. Mặt khác, khi sử dụng vitamin E hoặc hợp chất tương tự làm chất chống oxy hóa, bước thấm ướt thường được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0 đến 150°C trong thời gian từ 1 đến 500 giờ, nhờ đó vitamin E hoặc hợp chất tương tự có thể được đưa vào trong cao su silicon một cách hiệu quả. Đặc biệt là, khi tăng nhiệt độ của bước thấm ướt sẽ đẩy nhanh quá trình đưa chất chống oxy hóa vào cao su silicon. Thông thường, bước thấm ướt có thể được tiến hành trong không khí (với sự có mặt của oxy), nếu cần thiết, bước này có thể được tiến hành trong môi trường khí trơ, như nitơ, để ngăn ngừa chất chống oxy hóa khỏi bị oxy hóa.

Ngoài ra, trong trường hợp chế phẩm cao su silicon chứa PDMS, phương pháp bổ sung PDMS không bị giới hạn cụ thể. Tuy nhiên tốt hơn, phương pháp này (i) là phương pháp mà trong đó PDMS được bổ sung và trộn với tiền chất cao su silicon, hoặc (ii)

phương pháp mà trong đó cao su silicon được thấm ướt với PDMS. Cụ thể hơn, trong trường hợp áp dụng phương pháp (i) trong đó PDMS được bổ sung và trộn với tiền chất cao su silicon, phương pháp (I) được đề cập trên đây được tiến hành theo cách mà trong đó PDMS được bổ sung và trộn với tiền chất cao su silicon trước hoặc sau khi trộn tiền chất cao su silicon với chất chống oxy hóa (ví dụ, BHA hoặc vitamin E), hoặc đồng thời với việc trộn với chất chống oxy hóa. Mặt khác, phương pháp (II) được đề cập trên đây được tiến hành theo cách mà trong đó PDMS được bổ sung và trộn với tiền chất cao su silicon chưa được tạo hình, sau đó tiến hành bước tạo hình và lưu hóa, tiếp theo, cao su silicon đã được tạo hình và lưu hóa được thấm ướt bằng chất chống oxy hóa (ví dụ, BHA hoặc vitamin E). Ngoài ra, trong trường hợp áp dụng phương pháp (ii) trong đó cao su silicon được thấm ướt với PDMS, phương pháp (I) được đề cập trên đây được tiến hành theo cách mà trong đó tiền chất cao su silicon và chất chống oxy hóa được trộn với nhau, và hỗn hợp thu được được tạo hình và lưu hóa, tiếp theo là bước thấm ướt cao su silicon đã được tạo hình và lưu hóa với PDMS. Mặt khác, phương pháp (II) được đề cập trên đây cũng được thực hiện bằng cách thấm ướt cao su silicon với PDMS trước hoặc sau khi tiến hành thấm ướt bằng chất chống oxy hóa, hoặc đồng thời với việc thấm ướt bằng chất chống oxy hóa.

Thiết bị y tế

Do chế phẩm cao su silicon được đề cập trên đây trở nên hơi cứng khi được chiếu bức xạ, nên nó có thể được sử dụng thích hợp làm vật liệu dẻo cho thiết bị y tế mà được đưa vào khử trùng bằng bức xạ. Do đó, thiết bị y tế bao gồm chế phẩm cao su silicon cũng nằm trong phạm vi kỹ thuật của sáng chế.

Ví dụ về thiết bị y tế bao gồm, nhưng không chỉ giới hạn ở, ống thông; ống; dụng cụ để đặt, được sử dụng để đưa các dụng cụ y tế hình thuôn dài, như ống thông hoặc dây dẫn vào trong cơ thể sống; ống dẫn dịch cơ thể trong trường hợp ghép tim nhân tạo, ống dẫn máu, thẩm tách nhân tạo và tương tự; ống dẫn truyền để truyền dịch thuốc vào trong cơ thể sống liên tục trong một khoảng thời gian nhất định; nút chọc thủng được bằng kim tiêm để được chọc thủng bằng kim tiêm hoặc tương tự; và nắp đậy của chai thuốc lỏng. Trong các thiết bị y tế này, chế phẩm cao su silicon được sử dụng, ví dụ, làm các quả bóng của ống thông; van cầm máu của dụng cụ để đặt; vật liệu dẻo để bao gói

các ống dẫn dịch cơ thể hoặc ống dẫn truyền dịch; van kiểm soát trong ống dẫn truyền dịch; và các vòng O (O-ring) và các chi tiết nối trong các thiết bị khác nhau.

Thiết bị y tế có thân van (van cầm máu) được tạo bằng cách sử dụng chế phẩm cao su silicon được đề cập trên đây thể hiện sự biến đổi một chút về độ cứng trước và sau khi chiếu chùm tia điện tử vào, do vậy mà đặc tính của thân van được duy trì mặc dù có khử trùng bằng chùm tia điện tử. Ví dụ, trong trường hợp thân van bao gồm chế phẩm cao su silicon và được đề xuất với rãnh xẻ, rãnh xẻ sẽ thường bị dính khi chiếu chùm tia điện tử vào. Kết quả là, có thể làm tăng tính kháng chộc thủng trên que nong được lồng vào trong thân van và kháng lồng vào trên ống thông. Mặt khác, trong trường hợp sử dụng chế phẩm cao su silicon được đề cập trên đây theo phương án này, sự dính của rãnh xẻ được hạn chế, và tính kháng trên thiết bị y tế như que nong hoặc ống thông được duy trì theo cách tương tự như trong trường hợp khi tiến hành khử trùng bằng khí etylen oxit. Ngoài ra, thậm chí trong trường hợp khi thực hiện khử trùng bằng chùm tia điện tử, độ đàn hồi của chế phẩm cao su silicon có thể được duy trì. Do đó, cũng trong trường hợp này, sự rò rỉ chất lỏng ở thân van có thể hạn chế theo cách tương tự như trong trường hợp khử trùng bằng khí etylen oxit.

Thiết bị y tế được đề cập trên đây được sản xuất bằng phương pháp tương tự như phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này, ngoại trừ việc chế phẩm cao su silicon theo sáng chế được kết hợp vào trong thân chính của thiết bị y tế.

Bước khử trùng

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất thiết bị y tế, phương pháp này bao gồm bước khử trùng thiết bị y tế bằng cách chiếu bức xạ. Theo phương án được ưu tiên, thiết bị y tế được đóng gói, và sau đó chiếu bức xạ cho thiết bị y tế đã được đóng gói này. Bằng cách đóng gói này, có thể duy trì được trạng thái được khử trùng của thiết bị y tế. Do đó, thiết bị y tế có thể được đưa vào sử dụng ngay, không cần bước khử trùng tại khu vực chăm sóc sức khỏe.

Liều bức xạ ở thời điểm chiếu xạ thay đổi tùy thuộc vào sản phẩm được chiếu xạ, và không bị giới hạn cụ thể. Liều bức xạ này nằm trong khoảng từ 5 đến 100 kGy, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 60 kGy.

Các dạng bức xạ có thể được sử dụng để chiếu xạ bao gồm chùm tia điện tử, tia γ , và tia X. Trong số các dạng bức xạ này, ưu tiên sử dụng là chùm tia điện tử được cung

cấp bằng máy gia tốc điện tử và tia γ từ coban-60 vì dễ sản xuất công nghiệp, và ưu tiên sử dụng hơn là chùm tia điện tử. Máy gia tốc điện tử tốt hơn là máy gia tốc điện tử có năng lượng trung bình đến năng lượng cao với điện áp gia tốc không nhỏ hơn 1 MeV, để cho phép chiếu xạ vào bên trong thiết bị y tế hoặc tương tự có chi tiết tương đối dày.

Môi trường để tiến hành chiếu xạ bằng bức xạ ion hóa không bị giới hạn cụ thể, và việc chiếu xạ có thể được tiến hành trong môi trường đã được loại bỏ không khí, như môi trường khí trơ hoặc chân không. Ngoài ra, việc chiếu bức xạ ion hóa có thể được tiến hành sau khi đóng gói thiết bị y tế bằng vật liệu bao gói. Trong trường hợp này, bên trong vật liệu bao gói có thể được nạp không khí hoặc khí trơ hoặc có thể ở trạng thái chân không. Mặc dù, việc chiếu xạ có thể được tiến hành ở nhiệt độ tùy ý, nhiệt độ chiếu xạ thường là nhiệt độ trong phòng (25°C).

Ví dụ thực hiện sáng chế

Hiệu quả của sáng chế sẽ được mô tả thông qua các ví dụ và ví dụ so sánh dưới đây. Tuy nhiên, cần lưu ý rằng phạm vi kỹ thuật của sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này.

Điều chế chế phẩm cao su silicon chứa 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol

Ví dụ 1

Chế phẩm A và chế phẩm B chứa cao su silicon dạng có thể nghiền được (độ cứng A 35) (MED, là sản phẩm của NuSil Technology LLC), mỗi chế phẩm với lượng là 50 phần khối lượng, được làm mềm sơ bộ bằng cách nhào trộn ở nhiệt độ trong phòng (25°C, bước này và các bước sau đó). Bổ sung 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol (sau đây còn được gọi là “3BHA”) (là sản phẩm của Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) với lượng là 1,0 phần khối lượng (1,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế phẩm B)) vào 50 phần khối lượng chế phẩm A, và trộn hỗn hợp này ở nhiệt độ 65°C. Sau đó, làm mát hỗn hợp được trộn đến nhiệt độ trong phòng, bổ sung vào đó 50 phần khối lượng chế phẩm B, và tiếp tục trộn hỗn hợp thu được.

Hỗn hợp thu được được tạo hình dạng tấm có độ dày 2mm và tấm này được lưu hóa bằng cách xử lý nhiệt ở 116°C trong 10 phút, tạo ra chế phẩm cao su silicon.

Ví dụ 2

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 2,0 phần khối lượng (2,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 3

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 3,0 phần khối lượng (3,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 4

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 4,0 phần khối lượng (4,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 5

Đầu tiên, điều chế cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc không bổ sung 3BHA vào cao su silicon. Đặt miếng cao su silicon thu được trong bình thủy tinh, sau đó bổ sung 3BHA vào bình với lượng đủ để phủ miếng cao su này, và đậy nắp bình thủy tinh. Đặt bình thủy tinh trong lò ở nhiệt độ 65°C trong 9 ngày, nhờ đó thấm ướt miếng cao su bằng 3BHA. Sau đó, lấy miếng cao su ra, và lau sạch 3BHA bám dính lên bề mặt của miếng cao su, thu được chế phẩm cao su silicon.

So sánh khối lượng của miếng cao su thu được với khối lượng trước khi thấm ướt, và tính lượng 3BHA có mặt trong chế phẩm cao su silicon. Lượng 3BHA có mặt là 4,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

Ví dụ 6

Chế phẩm A và chế phẩm B chứa cao su silicon dạng có thể nghiền được (độ cứng A 50) (MED, là sản phẩm của NuSil Technology LLC), mỗi chế phẩm với lượng là 50 phần khối lượng, được làm mềm sơ bộ bằng cách nhào trộn ở nhiệt độ trong phòng. Bổ sung 3BHA (là sản phẩm của Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) với lượng 0,5 phần khối lượng (0,5% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế phẩm B)) và polydimethylsiloxan (360 Medical Fluid, là sản phẩm của Dow Corning Corporation; 100 cSt) với lượng 20,0 phần khối lượng (20,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế

phẩm B)) vào 50 phần chế phẩm A, và trộn hỗn hợp thu được ở 65°C. Sau đó, làm mát hỗn hợp được trộn đến nhiệt độ trong phòng, bổ sung vào hỗn hợp này 50 phần khối lượng chế phẩm B, và tiếp tục trộn hỗn hợp này.

Hỗn hợp thu được được tạo hình dạng tấm có độ dày 2mm, và tấm này được lưu hóa bằng cách xử lý nhiệt ở 116°C trong 10 phút, tạo ra chế phẩm cao su silicon.

Ví dụ 7

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 6, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 1,0 phần khối lượng (1,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 8

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong Ví dụ 6, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 2,0 phần khối lượng (2,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 9

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 6, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 3,0 phần khối lượng (3,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 10

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 6, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 4,0 phần khối lượng (4,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ so sánh 1

Điều chế cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 1, ngoại trừ việc không bổ sung 3BHA vào cao su silicon.

Bước khử trùng

Chiếu xạ các chế phẩm cao su silicon bằng chùm tia điện tử 40 kGy nhờ sử dụng máy gia tốc điện tử 10 MeV ở nhiệt độ trong phòng.

Đánh giá đặc tính

Độ cứng

Đo độ cứng của các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 1 đến 10 và ví dụ so sánh 1 trên đây trước và sau khi xử lý khử trùng (trước và sau khi chiếu xạ bằng chùm tia điện tử vào chế phẩm), theo JIS K 6253. Tiến hành việc đo này bằng cách sử dụng máy đo độ ứng cao su Asker loại A. Các kết quả được thể hiện trong bảng 1 dưới đây.

[Bảng 1]

	3BHA (% khối lượng)	PDMS (% khối lượng)	Phương pháp bổ sung	Độ cứng (A)		
				Trước khi chiếu xạ	Sau khi chiếu xạ	Chênh lệch
Ví dụ 1	1,0	-	Trộn	39	43	+4
Ví dụ 2	2,0	-		38	42	+4
Ví dụ 3	3,0	-		39	41	+2
Ví dụ 4	4,0	-		40	41	+1
Ví dụ 5	4,0	-	Thấm ướt	38	42	+4
Ví dụ 6	0,5	20,0	Trộn	34	37	+3
Ví dụ 7	1,0	20,0		33	35	+2
Ví dụ 8	2,0	20,0		33	34	+1
Ví dụ 9	3,0	20,0		31	31	+0
Ví dụ 10	4,0	20,0		39	38	-1
Ví dụ so sánh 1	-	-	-	41	46	+5

Từ bảng 1, thấy rằng đã thu được hiệu quả hạn chế sự hóa cứng do chiếu bức xạ cho các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 1 đến 4 bằng cách trộn cao su silicon với 3BHA và chế phẩm cao su silicon thu được trong ví dụ 5 bằng cách thấm ướt cao su silicon bằng 3BHA, khi so với cao su silicon thu được trong ví dụ so sánh 1 trong đó, không bổ sung 3BHA vào cao su silicon. Ngoài ra, từ các kết quả thu được trong các ví dụ từ 1 đến 4, cũng chứng tỏ rằng hiệu quả hạn chế sự hóa cứng được cải thiện khi tăng lượng bổ sung 3BHA. Trong đó, thay đổi về độ cứng bằng cách chỉ bổ sung 3BHA (chênh lệch giữa độ cứng (giá trị ghi trên sản phẩm) của cao su silicon và độ cứng của chế phẩm cao su silicon trước khi chiếu chùm tia điện tử vào) là rất nhỏ. Ngoài ra, các kết quả này cũng chứng tỏ rằng các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 6 đến 10 bằng cách bổ sung polydimetylsiloxan ngoài việc bổ sung 3BHA thể hiện sự hóa cứng khi chiếu chùm tia điện tử vào được hạn chế hiệu quả hơn, khi so với các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 1 đến 5.

Điều chế chế phẩm cao su silicon chứa α -tocopherol

Ví dụ 11

Chế phẩm A và chế phẩm B chứa cao su silicon dạng có thể nghiền được (độ cứng A 50) (SILASTIC, là sản phẩm của Dow Corning Corporation), mỗi chế phẩm với lượng là 50 phần khối lượng, được làm mềm sơ bộ bằng cách nhào trộn ở nhiệt độ trong phòng (25°C, bước này và các bước sau đó). Bổ sung α -tocopherol (là sản phẩm của Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) với lượng 1,0 phần khối lượng (1,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế phẩm B)) và polydimethylsiloxan (360 Medical Fluid, là sản phẩm của Dow Corning Corporation; 100 cSt) với lượng 20,0 phần khối lượng (20,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế phẩm B)) vào 50 phần khối lượng chế phẩm A, và trộn hỗn hợp thu được ở nhiệt độ trong phòng. Sau đó, bổ sung 50 phần khối lượng chế phẩm B vào hỗn hợp được trộn này, và tiếp tục trộn đều hỗn hợp thu được.

Hỗn hợp thu được được tạo hình dạng tấm có độ dày 2mm, và lưu hóa bằng cách xử lý nhiệt ở 116°C trong 10 phút, tạo ra chế phẩm cao su silicon.

Ví dụ 12

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 11, ngoại trừ việc α -tocopherol được bổ sung với lượng là 2,0 phần khối lượng (2,0% khối lượng tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 13

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 11, ngoại trừ việc α -tocopherol được bổ sung với lượng là 3,0 phần khối lượng (3,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 14

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 11, ngoại trừ việc α -tocopherol được bổ sung với lượng là 4,0 phần khối lượng (4,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ so sánh 2

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 11, ngoại trừ việc không bổ sung α -tocopherol (nói cách khác, chỉ bổ sung PDMS vào chế phẩm cao su silicon).

Ví dụ so sánh 3

Chế phẩm A và chế phẩm B chứa cao su silicon dạng có thể nghiền được (độ cứng A 35) (SILASTIC, là sản phẩm của Dow Corning Corporation), mỗi chế phẩm với lượng là 50 phần khối lượng được làm mềm sơ bộ bằng cách nhào trộn ở nhiệt độ trong phòng (25°C, bước này và các bước sau đó). Bổ sung α -tocopherol (là sản phẩm của Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) với lượng 3,0 phần khối lượng (3,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế phẩm B)) vào 50 phần khối lượng chế phẩm A, và trộn hỗn hợp thu được ở nhiệt độ trong phòng. Sau đó, bổ sung 50 phần khối lượng chế phẩm B vào hỗn hợp được trộn này, và tiếp tục trộn hỗn hợp thu được (nói cách khác, chỉ bổ sung α -tocopherol).

Hỗn hợp được trộn thu được được tạo hình dạng tấm có độ dày 2mm, và lưu hóa bằng cách xử lý nhiệt ở 116°C trong 10 phút, tạo ra chế phẩm cao su silicon.

Ví dụ so sánh 4

Điều chế cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ so sánh 3, ngoại trừ việc không bổ sung α -tocopherol (tức là, không bổ sung α -tocopherol cũng như PDMS).

Xử lý khử trùng

Các chế phẩm cao su silicon thu được như trên đây được chiếu xạ bằng chùm tia điện tử 40 kGy nhờ sử dụng máy gia tốc điện tử 10 MeV ở nhiệt độ trong phòng.

Đánh giá đặc tính

Độ cứng

Đo độ cứng cho các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 11 đến 14 và ví dụ so sánh 4 trước và sau khi xử lý khử trùng (trước và sau khi chiếu chùm tia điện tử vào các chế phẩm cao su này) theo JIS K 6253. Tiến hành việc đo này bằng cách sử dụng máy đo độ ứng cao su Asker loại A. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 2 dưới đây.

Môđun kéo

Từ các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 11 đến 14 và ví dụ so sánh 4, điều chế mẫu thử nghiệm dumbbell dạng 5B được định rõ trong tài liệu ISO 527-2 bằng cách sử dụng đĩa cắt. Mẫu thử nghiệm dumbbell được đưa vào đo môđun kéo bằng thử nghiệm kéo ở tốc độ thử nghiệm là 10mm/phút bằng cách sử dụng thiết bị tự ghi (AG-IS, là sản phẩm của Shimadzu Corporation).

[Bảng 2]

	α -Tocopherol [% khối lượng]	PDMS [% khối lượng]	Môđun kéo [N/mm ²]			Độ cứng (A)		
			Trước khi chiếu xạ	Sau khi chiếu xạ	Chênh lệch	Trước khi chiếu xạ	Sau khi chiếu xạ	Chênh lệch
Ví dụ 11	1,0	20,0	0,86	0,91	+0,05	42	45	+3
Ví dụ 12	2,0	20,0	0,79	0,83	+0,04	40	44	+4
Ví dụ 13	3,0	20,0	0,86	0,83	-0,03	40	42	+2
Ví dụ 14	4,0	20,0	0,70	0,82	+0,12	39	41	+2
Ví dụ so sánh 2	-	20,0	0,95	1,23	+0,28	42	47	+5
Ví dụ so sánh 3	3,0	-	1,55	1,39	-0,16	37	46	+9
Ví dụ so sánh 4	-	-	1,73	2,14	+0,41	38	52	+14

Các kết quả trên bảng 2 đã chứng tỏ rằng các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 11 đến 14 bằng cách bổ sung α -tocopherol và PDMS vào cao su silicon đã được hạn chế về sự tăng độ cứng khi chiếu chùm tia điện tử vào một cách hiệu quả khi so với các ví dụ so sánh từ 2 đến 4 trong đó, các chế phẩm cao su silicon không được bổ sung α -tocopherol hoặc PDMS. Ngoài ra, các kết quả từ các ví dụ từ 11 đến 14 cũng chứng tỏ rằng, hiệu quả hạn chế sự tăng độ cứng có xu hướng gia tăng khi tăng lượng α -tocopherol bổ sung vào. Trong đó, thay đổi về độ cứng bằng cách chỉ bổ sung α -tocopherol và PDMS (chênh lệch giữa độ cứng (giá trị ghi trên sản phẩm) của cao su silicon và độ cứng của chế phẩm cao su silicon trước khi chiếu chùm tia điện tử vào) là rất nhỏ.

Ngoài ra, các kết quả này cũng chứng tỏ rằng, các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 11 đến 14 bằng cách bổ sung α -tocopherol và PDMS vào cao su silicon thể hiện có sự thay đổi một chút về môđun kéo khi chiếu chùm tia điện tử vào, khi so với các ví dụ so sánh từ 2 đến 4, trong đó các chế phẩm cao su silicon không được bổ sung α -tocopherol hoặc PDMS.

Sản xuất thân van cao su silicon và thiết bị y tế

Ví dụ 15

Chế phẩm A và chế phẩm B chứa cao su silicon dạng có thể nghiền được (độ cứng A 50) (MED, là sản phẩm của NuSil Technology LLC), mỗi chế phẩm với lượng là 50 phần khối lượng được làm mềm sơ bộ bằng cách nhào trộn ở nhiệt độ trong phòng. Bổ sung 3BHA (là sản phẩm của Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) với lượng 1,0 phần khối lượng (1,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế phẩm B)) và polydimethylsiloxan (360 Medical Fluid, là sản phẩm của Dow Corning Corporation; 100 cSt) với lượng 20,0 phần khối lượng (20,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon (tổng khối lượng của chế phẩm A và chế phẩm B)) vào 50 phần khối lượng chế phẩm A, và trộn hỗn hợp thu được ở 65°C. Sau đó làm mát hỗn hợp được trộn này đến nhiệt độ trong phòng, rồi bổ sung 50 phần khối lượng chế phẩm B vào đó, và tiếp tục trộn hỗn hợp thu được.

Hỗn hợp được trộn thu được được tạo hình dạng tấm có độ dày 1,3mm, và lưu hóa tấm này bằng cách xử lý nhiệt ở 116°C trong 10 phút, tạo ra chế phẩm cao su silicon. Sau đó, cắt chế phẩm này ra thành dạng tấm tròn có đường kính là 8,0mm, và tạo rãnh xẻ có độ dài 4,5mm và sâu 0,88mm để đi thông qua tâm của tấm tròn. Mặt khác, tấm tròn được đề xuất ở phía dưới một rãnh xẻ mà tương đương với rãnh xẻ phía trên về độ dài và độ sâu và kéo dài theo cùng một hướng, tạo nên hình chữ thập cùng với rãnh xẻ phía trên (theo hướng mà rãnh xẻ phía dưới kéo dài vuông góc với rãnh xẻ phía trên), nhờ đó tạo ra thân van y tế. Trong đó, từng rãnh xẻ không xuyên qua tấm tròn sang phía đối diện, và cả hai rãnh xẻ giao nhau bên trong tấm tròn, độ dài phần giao nhau là 0,46 mm. Thân van thu được được kết hợp vào trong dụng cụ để đặt (là sản phẩm của Terumo Corporation), để thu được thiết bị y tế (vỏ bọc của dụng cụ để đặt). Vỏ bọc của dụng cụ để đặt được chiếu xạ bằng chùm tia điện tử 40 kGy ở nhiệt độ trong phòng nhờ sử dụng máy gia tốc điện tử 10 MeV, để thu được thiết bị y tế được khử trùng (vỏ bọc của dụng cụ để đặt).

Ví dụ 16

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 15, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 2,0 phần khối lượng (2,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 17

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 15, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 3,0 phần khối lượng (3,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ 18

Điều chế chế phẩm cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 15, ngoại trừ việc bổ sung 3BHA với lượng là 4,0 phần khối lượng (4,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon).

Ví dụ so sánh 5

Điều chế cao su silicon bằng phương pháp tương tự như trong ví dụ 15, ngoại trừ việc không bổ sung 3BHA vào cao su silicon.

Đánh giá các đặc tính

Độ cứng

Các thân van thu được trong các ví dụ từ 15 đến 18 và ví dụ so sánh 5 được đưa vào để đo độ cứng, theo JIS K 6253, trước và sau khi chiếu chùm tia điện tử (tiến hành chiếu xạ bằng cách chiếu chùm tia điện tử 40 kGy vào thân van ở nhiệt độ trong phòng nhờ sử dụng máy gia tốc điện tử 10 MeV). Tiến hành đo độ cứng bằng cách sử dụng Máy đo độ ứng cao su Asker loại A. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Độ bền đối với thử nghiệm chọc thủng bằng que nông

Vỏ bọc của dụng cụ để đặt được khử trùng thu được trong các ví dụ từ 15 đến 18 và ví dụ so sánh 5 được đánh giá về độ bền với thử nghiệm chọc thủng tại thời điểm lồng que nông vào trong vỏ bọc của dụng cụ để đặt, khi so với trường hợp vỏ bọc của dụng cụ để đặt được khử trùng bằng EOG (được khử trùng bằng khí etylen oxit). Trong đó, que nông tương ứng với dây dẫn 0,889mm (0,035inch) của dụng cụ để đặt 6 Fr là sản phẩm của Terumo Corporation được sử dụng làm dụng cụ nông. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Độ cản trượt ống thông

Làm cho que nông chọc thủng qua từng vỏ bọc của dụng cụ để đặt được khử trùng thu được trong các ví dụ từ 15 đến 18 và ví dụ so sánh 5, và làm cho que nông trượt một vài lần. Sau đó, đánh giá về độ cản trượt của ống thông (ở thời điểm lồng vào và ở thời

điểm kéo ra) trên mỗi vỏ bọc của dụng cụ để đặt được khử trùng, khi so với trường hợp vỏ bọc của dụng cụ để đặt được khử trùng bằng EOG. Trong đó, sử dụng ống thông loại 5 Fr “Heartcath,” là sản phẩm của Terumo Corporation. Đánh giá độ cản trượt theo bốn tiêu chí sau. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Thử nghiệm về sự rò rỉ

Làm cho que nong chọc thủng qua từng vỏ bọc của dụng cụ để đặt được khử trùng thu được trong các ví dụ từ 15 đến 18 và ví dụ so sánh 5, và làm cho que nong trượt một vài lần. Sau đó, nén không khí, và đánh giá từng vỏ bọc của dụng cụ để đặt được khử trùng về khả năng dễ thoát không khí ra qua phần thân van. Trong đó, tiến hành đánh giá bằng cách đo góc phát sinh rò rỉ quan sát được khi dây dẫn được lồng vào và dây dẫn được uốn cong dọc theo rãnh xẻ ở phía trên và rãnh xẻ ở phía dưới ở thân van (số lượng thử nghiệm là 5). Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

[Bảng 3]

	3BHA [% khối lượng]	PDMS [% khối lượng]	Phương pháp bổ sung	Độ cứng (A)			Độ bền với thử nghiệm chọc thủng bằng que nong	Độ cản trượt ống thông		Thử nghiệm rò rỉ
				Trước khi chiếu xạ	Sau khi chiếu xạ	Chênh lệch		Hướng lồng vào	Hướng kéo ra	
Ví dụ 15	1,0	20,0	Trộn	33	35	+2	△	◎	○	◎
Ví dụ 16	2,0	20,0		33	34	+1	○	◎	○	△
Ví dụ 17	3,0	20,0		31	31	0	◎	◎	○	○
Ví dụ 18	4,0	20,0		39	38	-1	○	◎	○	◎
Ví dụ so sánh 5	-	-	-	39	43	+4	×	◎	○	△

<Đánh giá độ bền khi thử nghiệm chọc thủng bằng que nong và độ cản trượt ống thông>

◎ (Tuyệt vời): Tương đương hoặc tốt hơn so với sản phẩm được khử trùng bằng EOG

○ (Tốt): Có thể so sánh được với sản phẩm được khử trùng bằng EOG

△ (Chấp nhận được): Kém hơn sản phẩm được khử trùng bằng EOG nhưng có thể sử dụng được

× (Không chấp nhận được): Kém hơn sản phẩm được khử trùng bằng EOG

<Đánh giá các kết quả của thử nghiệm về sự rò rỉ khí>

◎ (Tuyệt vời): Tương đương hoặc tốt hơn so với sản phẩm được khử trùng bằng EOG theo tất cả các tiêu chí

○ (Tốt): Tương đương hoặc tốt hơn so với sản phẩm được khử trùng bằng EOG ở mức trung bình và thể hiện không có rò rỉ

△ (Chấp nhận được): Tương đương hoặc tốt hơn so với sản phẩm được khử trùng bằng EOG ở mức trung bình và thể hiện là có rò rỉ

× (Không chấp nhận được): Kém hơn sản phẩm được khử trùng bằng EOG theo tất cả các tiêu chí

Từ bảng 3, thấy rằng các thân van được điều chế bằng cách sử dụng các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 15 đến 18 bằng cách trộn cao su silicon với 3BHA và PDMS thể hiện có độ cứng tăng một chút, hoặc hạn chế sự tăng về độ cứng hiệu quả hơn, khi chiếu chùm tia điện tử vào, khi so với trường hợp của ví dụ so sánh 5 trong đó, trong đó các chế phẩm cao su silicon không được bổ sung 3BHA và PDMS. Ngoài ra, các kết quả từ các ví dụ từ 15 đến 18 thể hiện rằng, hiệu quả hạn chế sự hóa cứng được cải thiện khi tăng lượng bổ sung 3BHA.

Các kết quả từ bảng trên cũng chứng tỏ rằng các thân van và vỏ bọc của dụng cụ để đặt được tạo ra bằng cách sử dụng các chế phẩm cao su silicon thu được trong các ví dụ từ 15 đến 18 duy trì được đặc tính của chúng thậm chí khi được chiếu xạ bằng chùm tia điện tử. Đặc biệt là, các sản phẩm trong ví dụ 17 thể hiện không có thay đổi về độ cứng trước và sau khi chiếu chùm tia điện tử vào, là tương đương hoặc tốt hơn so với sản phẩm được khử trùng bằng EOG trong thử nghiệm độ bền với việc chọc thủng bằng que nong. Ngoài ra, các sản phẩm trong các ví dụ 15 và 18 là tương đương hoặc tốt hơn so với sản phẩm được khử trùng bằng EOG khi được đưa vào thử nghiệm về sự rò rỉ khí.

Mặt khác, sản phẩm trong ví dụ so sánh 5 thể hiện độ bền với thử nghiệm chọc thủng bằng que nong cực cao, và thể hiện là có rò rỉ theo thử nghiệm rò rỉ. Điều này được cho là do sự bám dính của các rãnh xẻ ở thân van, và sự hóa cứng của silicon trong vùng lân cận quanh rãnh xẻ, khi chiếu chùm tia điện tử vào.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thiết bị y tế bao gồm chế phẩm cao su silicon, trong đó chế phẩm cao su silicon này chứa chất chống oxy hóa được phân tán trong ít nhất một phần của cao su silicon, và cao su silicon này được lưu hóa nhờ tiền chất cao su silicon chứa polyorganosiloxan chứa nhóm alkenyl và organohydropolysiloxan; và

chất chống oxy hóa là tert-butylhydroxyanisol, vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó; và

hàm lượng chất chống oxy hóa nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

2. Thiết bị y tế theo điểm 1, trong đó chất chống oxy hóa là tert-butylhydroxyanisol.

3. Thiết bị y tế theo điểm 2, trong đó thiết bị này còn bao gồm polydimetylsiloxan được phân tán trong ít nhất một phần của cao su silicon.

4. Thiết bị y tế theo điểm 3, trong đó hàm lượng polydimetylsiloxan nằm trong khoảng từ 1,0 đến 30,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

5. Thiết bị y tế theo điểm 1, trong đó:

chất chống oxy hóa là vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó; và

chế phẩm cao su silicon còn chứa polydimetylsiloxan được phân tán trong ít nhất một phần của cao su silicon.

6. Thiết bị y tế theo điểm 5, trong đó hàm lượng polydimetylsiloxan nằm trong khoảng từ 1,0 đến 30,0% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

7. Phương pháp sản xuất thiết bị y tế bao gồm chế phẩm cao su silicon, bao gồm các bước:

trộn tiền chất cao su silicon với chất chống oxy hóa và lưu hóa hỗn hợp thu được, trong đó tiền chất cao su silicon chứa polyorganosiloxan chứa nhóm alkenyl và organohydropolysiloxan;

đưa chế phẩm cao su silicon thu được vào trong thiết bị y tế;

đóng gói thiết bị y tế thu được; và

chiều bức xạ vào thiết bị y tế đã được đóng gói; trong đó:

chất chống oxy hóa là tert-butylhydroxyanisol, vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó; và

hàm lượng chất chống oxy hóa nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

8. Phương pháp sản xuất thiết bị y tế bao gồm chế phẩm cao su silicon, bao gồm các bước:

làm ướt cao su silicon bằng chất chống oxy hóa dạng lỏng;

đưa chế phẩm cao su silicon thu được vào trong thiết bị y tế;

đóng gói thiết bị y tế thu được; và

chiếu bức xạ vào thiết bị y tế đã được đóng gói; trong đó:

cao su silicon được lưu hóa nhờ tiền chất cao su silicon chứa polyorganosiloxan chứa nhóm alkenyl và organohydropolysiloxan; và

chất chống oxy hóa là tert-butylhydroxyanisol, vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó; và

hàm lượng chất chống oxy hóa nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10% khối lượng, tính trên tổng khối lượng cao su silicon.

9. Phương pháp sản xuất thiết bị y tế theo điểm 7 hoặc điểm 8, trong đó chất chống oxy hóa là tert-butylhydroxyanisol.

10. Phương pháp sản xuất thiết bị y tế theo điểm 7, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước trộn tiền chất cao su silicon, vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó và polydimetylsiloxan và lưu hóa hỗn hợp thu được.

11. Phương pháp sản xuất thiết bị y tế theo điểm 8, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước làm ướt cao su silicon bằng vitamin E hoặc dẫn xuất của nó hoặc muối của vitamin E hoặc dẫn xuất của nó và polydimetylsiloxan, những hợp chất này ở trạng thái lỏng.