



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0681.4—2010

无菌医疗器械包装试验方法 第4部分：染色液穿透法测定透气包装 的密封泄漏

Test methods for sterile medical device package—
Part 4: Detecting seal leaks in porous packages by dye penetration

2010-12-27 发布

2012-06-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

前 言

YY/T 0681 标准的总标题为《无菌医疗器械包装材料试验方法》，由以下部分组成：

- 第 1 部分：加速老化试验指南；
- 第 2 部分：软性屏障材料的密封强度；
- 第 3 部分：无约束包装抗内压破坏；
- 第 4 部分：染色液穿透法测定透气包装的密封泄漏；
- 第 5 部分：内压法检测粗大泄漏（气泡法）；
- 第 6 部分：软包装材料上印刷墨迹和涂层化学阻抗评价；
- 第 7 部分：用胶带评价软包装材料上墨迹或涂胶层；
- 第 8 部分：涂胶层重量的测定；
- 第 9 部分：约束板内部气压法软包装密封胀破；
- 第 10 部分：透气包装材料阻微生物穿透等级试验。

其他部分将陆续制定¹⁾。

本部分为 YY/T 0681 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YY/T 0681 本部分修改采用 ASTM F 1929—1998《染色液穿透法测定透气包装的密封泄漏试验方法》。

本部分由全国医用输液器具标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心。

本部分主要起草人：张丽梅、董丹丹、钱承玉。

1) 其他部分将转化 ASTM F 中有关医用包装的试验方法标准。

无菌医疗器械包装试验方法

第4部分:染色液穿透法测定透气包装的密封泄漏

1 范围

YY/T 0681 的本部分规定了能检测透明膜和透气材料之间用丝线形成的密封边中大于或等于 50 μm 通道,并识别出通道位置所用材料和程序。将一种染色液局部作用于供泄漏试验的密封边,与染色液接触一个规定的时间后,目力检验包装上的染色穿透。

本试验方法预期用于透明膜和透气材料之间形成的密封边的检验。本试验方法只限于能保持染色液并能在 20 s 的最低时间内不会使整个密封区都变色的透气材料。无涂胶纸特别容易受染色液渗透影响,在使用本试验方法时必须认真予以评价。

本试验方法要求不透明的包装材料对染色液有好的衬托。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

毛细作用 wicking

液体向纤维材料内移动。

2.2

染色液 dye penetrant

一种染色剂和一种表面活性剂的混合水溶液,设计成在发生毛细作用前(这会模糊缺陷的存在)的时段内用以指示有缺陷的部位。

2.3

通道 channel

跨过包装密封宽度的小的连续开放路径,微生物可通过它进入包装。本试验方法的目的,就是通过目力观察染料的透过,而发现缺陷的存在。

3 意义和应用

3.1 有害微生物或微粒污染可通过泄漏进入器械。这些泄漏经常出现在包装的相同或不同材料间形成的密封处。泄漏也可由材料上的针孔所致。

3.2 本染色液程序只适用于一个包装封口处的独立泄漏,而不适用透气性包装材料中发现的多个小泄漏,这需要用其他技术来检测。

3.3 对于特定包装而言,什么样的泄漏程度才被认为有害,目前尚未达成共识。然而,因为本试验是用来检测封口处泄漏的,任何泄漏迹象通常都判定为不合格。

3.4 由于泄漏程度会因环境条件的不同而有所差异,不同的试验地点间的数据的可比性尚不明确。因

此方法常以“通过”和“不通过”作为结果。

3.5 染色液将在毛细作用下随时间渗入到透气材料,但这一般不会在建议的最大时间内发生。可通过观察密封区的透气面来验证是否发生毛细作用。发生毛细作用前染料将不会染到材料的表面。

3.6 当穿刺包装注入染色液时,宜特别注意不要刺破另一侧包装面。如果是在包装内模拟器械的附近穿刺,穿刺就很方便。器械会起到将两个包装表面分离开的作用,从而减少了同时刺透两侧包装面的机会。

4 仪器

4.1 破坏包装材料的工具,如小刀。

4.2 染色液分配器,如滴眼器或注射染色液的注射器。

4.3 显微镜或放大5倍~20倍的光学放大镜。

4.4 新鲜染色穿透水溶液,含有以下重量百分浓度:

毛细作用剂:TRITON X-100²⁾ 0.5%

指示染液:甲苯胺蓝(Toluidine) 0.05%

其他着色液或荧光染色液也可用以代替甲苯胺蓝,但它们的精密度和偏倚应通过试验来确定。

由于TRITON X-100具有粘性,该溶液的制备最好是用已知皮重的容器,内装约所需量10%的水,将相应量的TRITON X-100加入到水中,搅动或振动使之混合。TRITON X-100散开后加入其余的水,最后加入甲苯胺蓝染料。

5 安全措施

用皮下注射针和注射器向包装内注射染色液是本试验常用的方法,这可能会导致用污染的针头刺伤皮肤,因此不予推荐。由于有这一危害,建议用一个软管与注射器连接,通过用切割器械切制的开口向里送入染色液。

6 试验样品

6.1 如果该试验用于质量控制,试验样品应装有一个完成的器械。如果不影响试验的结果,可以使用不合格产品,并在试验前予以记录。

6.2 对于过程控制试验、产品可接受性试验或材料开发试验,可使用模拟的试验项目、空包装或封边样品。

7 校准和标准化

这些程序适用于在接收检验中对选择样本部分,或在生产控制中发现和确定泄漏点进行试验。试验不是定量的,不能推判出泄漏大小。

8 状态调节

8.1 包装应是无冷凝或无其他来源的液态水。密封缺陷中如果有水,会影响染色液的可检测性。如果

2) TRITON 是 Union Carbide 公司的注册商标,已发现适用于本部分。

有任何迹象表明包装已接触过任何液体,试验前应在其典型的贮存温度下充分干燥。

8.2 试验样品应在试验前进行状态调节,当没有规定的状态调节要求时,且包装材料对水分敏感,建议在温度 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 和相对湿度 $(50\pm 2)\%$ 环境下进行状态调节,试验前至少状态调节 24 h。

9 程序

9.1 在染色液应用前不必清洁包装。

9.2 向包装内注入足够的染色液,使能覆盖包装的最长边,深约 5 mm,让染色液与密封边保持接触至最短 5 s,最长 20 s。在这一时间段内将检测出通道。但超过 20 s,染色液将通过透气包装的毛细作用使整个密封处染色。

9.3 按需要旋转包装,使各边接触染色液。如需要,补充染色液,以确保完整覆盖包装边缘。

9.4 通过包装的透明面目力检验密封区。密封区的通道将无放大地呈现出来。随着染色液快速渗入通道的邻近区域,这使得通道染色逐渐比实际通道尺寸扩大。可使用 5 倍~20 倍的光学放大镜进行细致地检验。

10 报告

报告应包括以下信息:

- a) 本试验方法的引用;
- b) 所用染色液;
- c) 检查方法;
- d) 结果:

——染色液透过密封区到达另一侧或染色液通过确定的通道进入密封区的内部的迹象,应作为泄漏点存在的判定。

——染色液通过表面的毛细作用透过透气材料的迹象,不应作为泄漏点存在的判定。

——泄漏点的定性描述或用图示描述。

附录 A

(资料性附录)

试验方法的精密度和偏倚

A.1 从 1997 年 6 月到 1998 年 3 月, ASTM 组织三家独立的实验室用本方法对四个制造商的包装进行了试验。用在密封区内放置直径为 50 μm 丝线的方式人为制造包装密封区的缺陷。丝线被抽出后便形成了一个与该丝线直径相当的通道。对每个样品组制备 50 个包装, 其中 25 个带有丝线制备的缺陷, 25 个作为对照, 无人为缺陷。表 A.1 中以(正确识别缺陷的数量)/(试验包装的数量)示出了其结果。

表 A.1 用 50 μm 丝线抽制成的通道的密封试验结果

试验地	1	2	3	
样品 1:透气组合袋;涂胶 44# 纸				
有缺陷	25/25	24/25	22/24	
无缺陷	24/24	24/24	25/25	
样品 2:盘与透气盖;未涂胶的 TYVEK ^a				
有缺陷	25/25	25/25	24/25	
无缺陷	25/25	25/25	25/25	
样品 3:透气组合袋;涂胶的 TYVEK				
有缺陷	25/25	25/25	24/24	
无缺陷	23/25	25/25	25/25	
样品 4:透气组合袋;无涂胶的 TYVEK				
有缺陷	24/25	25/25	25/25	25/25 ^b
无缺陷	25/25	25/25	25/25	25/25 ^b
总结				
	有缺陷	无缺陷		
正确识别数量	318	321		
总试验数量	323	323		
正确识别百分率	98%	99%		
*TYVEK 是杜邦公司的注册商标。				
^b 在制造地试验。				

A.2 试验结果表明,用本方法规定的染色剂对一面是透气材料的包装进行检验时,对直径为 $50\ \mu\text{m}$ 丝线构建的通道的测出置信度大于 95%。在此试验系列中观察到,用甲苯胺蓝以外的指示剂染液对两面都由塑料膜组成的袋子试验时,试验性能显著降低(检出一个缺陷的概率 $<60\%$)。早期开展的试验表明,用其他毛细作用试剂时,检验能力明显较差,这些试验结果导致规定了本试验方法中染色剂和毛细作用剂的配方。

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
无 菌 医 疗 器 械 包 装 试 验 方 法
第 4 部 分：染 色 液 穿 透 法 测 定 透 气 包 装
的 密 封 泄 漏

YY/T 0681.4—2010

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号 (100013)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址 www.spc.net.cn

总 编 室：(010)64275323 发 行 中 心：(010)51780235

读 者 服 务 部：(010)68523946

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

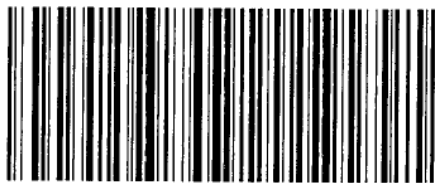
*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 11 千 字
2012 年 1 月 第 一 版 2012 年 1 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·2-22831 定 价 16.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话：(010)68510107



YY/T 0681.4—2010