

# 中 华 人 民 共 和 国 医 药 行 业 标 准

YY/T 0681.10-2011

---

## 无菌医疗器械包装试验方法 第 10 部分：透气包装材料微生物屏障分等试验

Test methods for sterile medical device package—  
Part 10: Test for microbial barrier ranking of porous package materials

www.docin.com

2012-12-31 发布

2013-06-01 实施

---

国家食品药品监督管理局 发布



[www.docin.com](http://www.docin.com)

## 前 言

YY/T 0681本部分在技术方面修改采用ASTM F 1608-00《透气包装材料微生物屏障分等试验方法（试验箱法）》。

YY/T 0681 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：软包装材料上印墨和涂层抗化学性评价；
- 第7部分：用胶带评价软包装材料上印墨或涂层牢固性；
- 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试验；
- 第10部分：透气包装材料微生物屏障分等试验。

本部分由国家食品药品监督管理局济南医疗器械质量监督检验中心归口。

本部分起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心、山东新华股份有限公司。

本部分主要起草人：王文庆、吴平、张步增、钟文泉。

www.docin.com



[www.docin.com](http://www.docin.com)

## 引 言

ASTM 曾对 11 个参加实验室进行了实验室协同研究。各实验室重复试验了六个市售透气材料样品以测定 Log 降低值 (LRV)。在本试验方法规定的标准条件下对供试材料进行了试验,反馈回的平均值范围从 LRV1.7 至 LRV4.3。

实验室协同研究的结果表明,当比较试验数据和对材料定等级时要持谨慎态度,尤其是对样品重复次数不多时所进行的试验。另外,用本试验方法来制定包装性能标准时,还需进一步开展实验室间的合作研究。





[www.docin.com](http://www.docin.com)

## 无菌医疗器械包装试验方法

### 第 10 部分：透气包装材料微生物屏障分等试验

#### 1 范围

YY/T 0681 本部分规定的试验方法用以测定空气传播细菌对用于无菌医疗器械包装的透气材料的穿透性。该试验方法设计成在细菌芽孢能够穿透试验材料的条件下对材料进行试验，以便于对材料进行分等。

本试验方法需要操作微生物，只能由经过培训的人员来进行操作。

注：本试验方法的精密度和偏倚的信息见附录 B。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 10739 纸、纸板和纸浆状态调节和试验的标准大气条件(GB/T 10739-2002, eqv ISO 187:1990)

#### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

透气包装材料 porous package material

医用包装中使用的用以提供环境和生物学屏障，同时在气体灭菌中（如环氧乙烷、蒸汽、气体等离子体）能使足够的气流通过的材料。

#### 4 试验方法概述

##### 4.1 概述

在试验箱内使透气材料样品经受萎缩芽孢杆菌芽孢气溶胶。用滤膜收集穿透透气样品的芽孢并对其计数。用挑战芽孢数的对数值与穿透透气材料芽孢数的对数值之差计算对数降低值（LRV）。

##### 4.2 标准条件设置

本试验方法规定了标准条件设置。标准条件设置能使实验室间的材料评价具有可比性。本试验方法所描述的标准条件的确定因素有多个。首先，很难在长时间内维持芽孢气溶胶（芽孢挑战时间过长，也会增加试验成本）。其次，要确定材料间的差异，必须是在能使细菌芽孢穿透的条件下进行试验。如果一个材料不使任何芽孢穿透，可表述为它具有比挑战条件更严格的屏障性能。第三，要使所有市售范围内的透气材料都能检验出芽孢穿透，就必须有一个大的芽孢挑战水平。本方法所描述的标准条件就是基于这些因素设置的。然而，由于影响透气材料测定的因素很多（见第 5 章），使用者在标准条件下进行研究之后，可以改进这些条件（即细菌挑战时间、流量）。本试验的标准试验参数设置是：

- a) 通过样品的流量：2.8L/min；
- b) 挑战时间：15min；
- c) 微生物挑战量： $1 \times 10^6$ CFU/样品口。

#### 5 意义和应用

本试验箱法用以在试验规定的条件下定量测定透气材料的微生物屏障性能。本试验中获取的数据用于评价特定透气材料相对于另外一个透气材料对包装内容物无菌状态保持性的相对能力。这一试验方法

不能给出给定材料在特定的无菌包装应用中的性能。特定包装应用中无菌状态的保持取决于诸多因素，包括但不限于：

a) 包装在运输和使用过程中遇到的细菌挑战（微生物数量和种类）；

注：这可能会受到运输方法、预期货架寿命、地理位置和贮存条件的影响。

b) 包装的设计；

注：包括材料间的粘合、有或没有第二层包装和第三层包装以及包装内器械的性质。

c) 透气材料在其运输和货架寿命期间经受的空气交换速率和体积；

注：运输、处置、气候或机械干扰（如房门关闭和采暖通风与空调系统）都会引起包装内自由空气量和压力变化从而导致空气交换。

d) 在不同的气流条件下透气材料的微观结构会影响其吸附和/或透过微生物的相对能力。

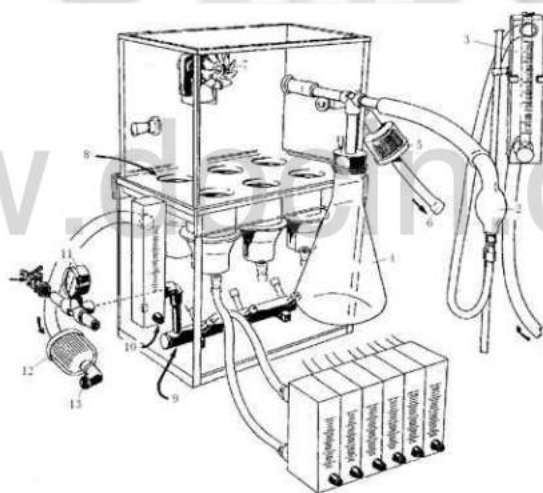
## 6 设施和仪器

### 6.1 设施

本试验宜由经过培训的人员在微生物学实验室中进行。因此，应具备进行常规微生物学操作（如标准平板计数、压力蒸汽灭菌等）的设备和供应品。

### 6.2 试验箱

试验箱主要由丙烯酸板制成，由上下两部分组成，基本型式如图 1 所示。箱的下部分包括一个具有六个端口的多路管，每个端口连接一个流量计，六个流量计再通过软管与六个过滤装置连接。多路管的出口通过真空压力表与真空源连接。试验箱的上部分包括一个用以吹散细菌气溶胶的风扇、一个与喷雾器连接的接口、一个排雾接口、和一个与六个一次性使用或可重复灭菌的过滤装置连接的平板组成。该试验箱可使用一次性使用过滤装置也可使用重复性使用过滤装置。



1- 经过滤的空气；

2- 喷雾器；

3- 流量计；

4- 诱捕瓶；

5- 空气过滤器；

6- 排雾管；

7- 风扇；

8- 样品口；

9- 多路管；

10- 开启阀；

11- 压力表（可选）；

12- 空气过滤器；

13- 接至真空泵。

图 1 试验箱



## 7 材料

- 7.1 萎缩芽孢杆菌(ATCC 9372)芽孢水悬液。
- 7.2 大豆酪蛋白消化琼脂 (SCDA)。
- 7.3 无菌硝酸纤维素滤膜, 直径为 47 mm 或 50 mm, 取决于过滤装置, 孔径为 0.45  $\mu$ m。
- 7.4 无菌过滤装置。
- 7.5 喷雾器。
- 7.6 无菌镊子。
- 7.7 培养箱, 30℃至 35℃。
- 7.8 圆片切制器,  $\phi$ 47 mm 或  $\phi$ 50 mm, 取决于过滤装置。
- 7.9 无菌手套。
- 7.10 无菌注射器, 3 mL, 带针头或微量移液管。
- 7.11 无菌移液管, 0.1mL、1mL、10mL 和 25mL。
- 7.12 匀浆器, 带 300mL 无菌匀浆瓶。
- 7.13 涡旋混合器。
- 7.14 真空泵, 带有空气过滤装置。
- 7.15 校准过的计时器。
- 7.16 校准过的流量计, 一个范围在 5 L/min~ 30 L/min, 六个范围在 1.0 L/min~ 5.0 L/min。
- 7.17 无菌培养平板。
- 7.18 无菌水, 100 mL 用于洗提, 9.9 mL 用于稀释 (译注: 见图 3)。
- 7.19 软管和管路, 长度和直径见第 9 章。
- 7.20 打孔的橡胶塞, 尺寸见第 9 章。
- 7.21 诱捕瓶 (Trap jar)。
- 7.22 校准过的真空表。
- 7.23 压缩气源, 带有空气过滤器。
- 7.24 生物安全柜。
- 7.25 氯漂白粉或适宜的杀芽孢剂。

## 8 样品制备

按过滤装置所需尺寸 (直径 47 mm 或 50 mm) 用圆片切制器随机切取所需数量的试验样品。一般在试验前用适用于试验材料的方法对试验样品灭菌。材料还可以在经受其他条件 (受热或受冷、相对湿度、不同的灭菌过程、实时老化或加速老化) 前后进行试验。样品在试验前可贮存在无菌培养平板内或其他适宜的无菌容器内, 在 GB/T 10739 规定的条件下状态调节至少 24h。

## 9 仪器准备

### 9.1 试验箱准备

由于仪器使用过程中会产生细菌芽孢气溶胶, 试验箱 (见图 1) 宜在生物安全柜内安装和使用。

- 9.1.1 箱体的上部置于基体上。
- 9.1.2 用内径为 6.5mm 的软管将多路管与六个流量计的上口连接, 并将多路管与装有过滤器的真空源连接。
- 9.1.3 用内径为 6.5mm 的软管将各样品流量计的底端与各过滤装置的连接端口连接。
- 9.1.4 用橡胶管将喷雾器与 T 型件连接。T 型件由一个内径为 13 mm 的 PVC 三通和三段内径为 6 mm、长度约 7.5 cm 的 PVC 管组成。
- 9.1.5 将 T 型件的垂直端路通过内径为 6.5mm 孔的橡胶塞与诱捕瓶连接。诱捕瓶用于捕获喷雾器产生的未悬浮的液滴。

- 9.1.6 T型件的第二端通过内径 13mm、长约 3.8cm 的橡胶管与箱体的前口连接。
- 9.1.7 T型件的第三端通过内径 13mm、长约 16cm 的橡胶管与喷雾器的喷口端连接。
- 9.1.8 喷雾器的进口通过内径 5mm 的橡胶管与校准过的流量计（5 L/min~30 L/min）的上口连接。
- 9.1.9 喷雾器的下口与过滤空气源连接。
- 9.1.10 将内径 13mm 的管路与箱体上的排雾口连接，再依次与空气过滤器和真空源连接。
- 9.2 过滤装置准备
- 9.2.1 用灭菌包裹材料对每个非无菌的可灭菌过滤装置进行包裹。
- 9.2.2 按制造商规定对过滤装置进行灭菌。事先已灭菌的过滤装置无需再灭菌。

## 10 仪器确认

### 10.1 首次确认

#### 10.1.1 总则

在首次使用试验仪器前，应对试验箱每个样品口进行细菌挑战确认，确认至少进行三次。以下描述了对试验程序的确认，每个样品口在 15min 内以 2.8L/min 的流量经受  $1 \times 10^6$  CFU 的挑战。如果试验采用其他参数，则确认也应在那些参数下进行。

#### 10.1.2 确认步骤

- 10.1.2.1 用无菌镊子和手套在每个过滤装置的底座上无菌放置一个  $0.45 \mu\text{m}$  滤膜（图 2）。



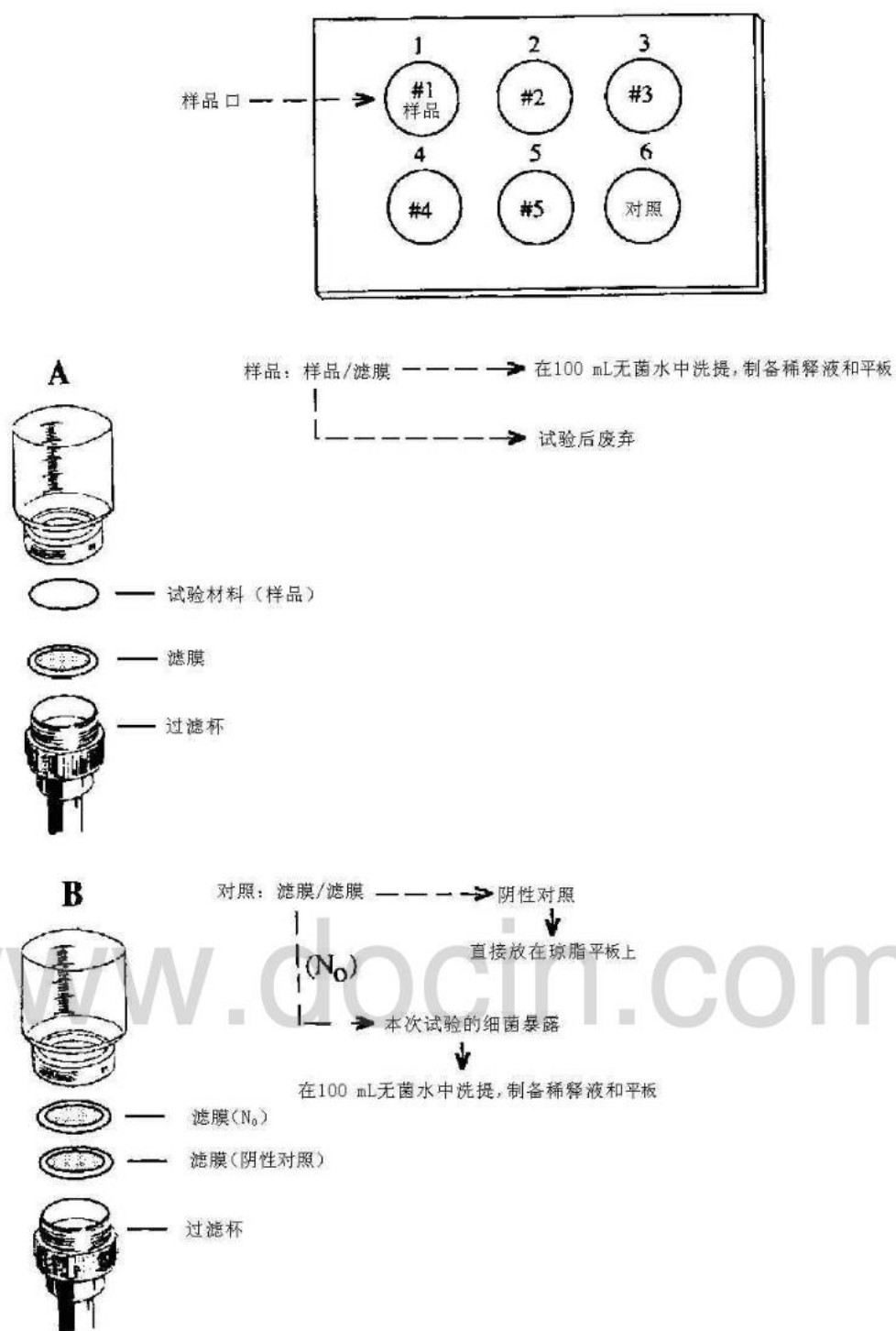


图2 样品和对照材料的布置

10.1.2.2 将过滤装置的上端与试验箱的底部连接，将各过滤装置与各自的流量计连接。

10.1.2.3 向喷雾器内加入 3.0mL 试验用芽孢悬液。

注：当使用DeVilbiss #40 型喷雾器时，每样品口 15min内要达到  $1 \times 10^6$  CFU ( $\pm 0.5 \log$ ) 的挑战芽孢数，则需要 3.0mL 浓度为  $5 \times 10^7$  CFU /mL 的芽孢悬液。

10.1.2.4 开启试验箱上的风扇。

10.1.2.5 调节样品口流量计到 2.8L/min。重要的是将各样品口的流量计调节到相同流量，并在试验过

程中对流量进行监视。在调节各流量计之前，完全打开各阀，然后缓慢打开真空泵，进行微调，直至达到期望的流量。

10.1.2.6 按喷雾器制造商推荐调节喷雾器的流速，使其产生相应粒径范围的气溶胶。

注：当使用 DeVilbiss #40 型喷雾器时，应使用 8.5L/min 的流量。

10.1.2.7 立即启动 15 min 计时器，在该 15 min 试验时间内，定期观察并调节（如必要）各流量计，以保持所设置的流量。

注：能对流量实现自动控制更为理想。

10.1.2.8 挑战试验后，关闭喷雾器的气流、真空泵和风扇。

10.1.2.9 通过真空源和空气过滤器使试验箱向外排雾 15min。

10.1.2.10 用稀释的氯消毒液（5mL 氯漂白粉加至 245mL 水中，当天配制）或其他适宜的杀孢剂对各过滤装置外部消毒。

10.1.2.11 将软管与各过滤装置断开。从试验箱底板上取下各过滤装置。

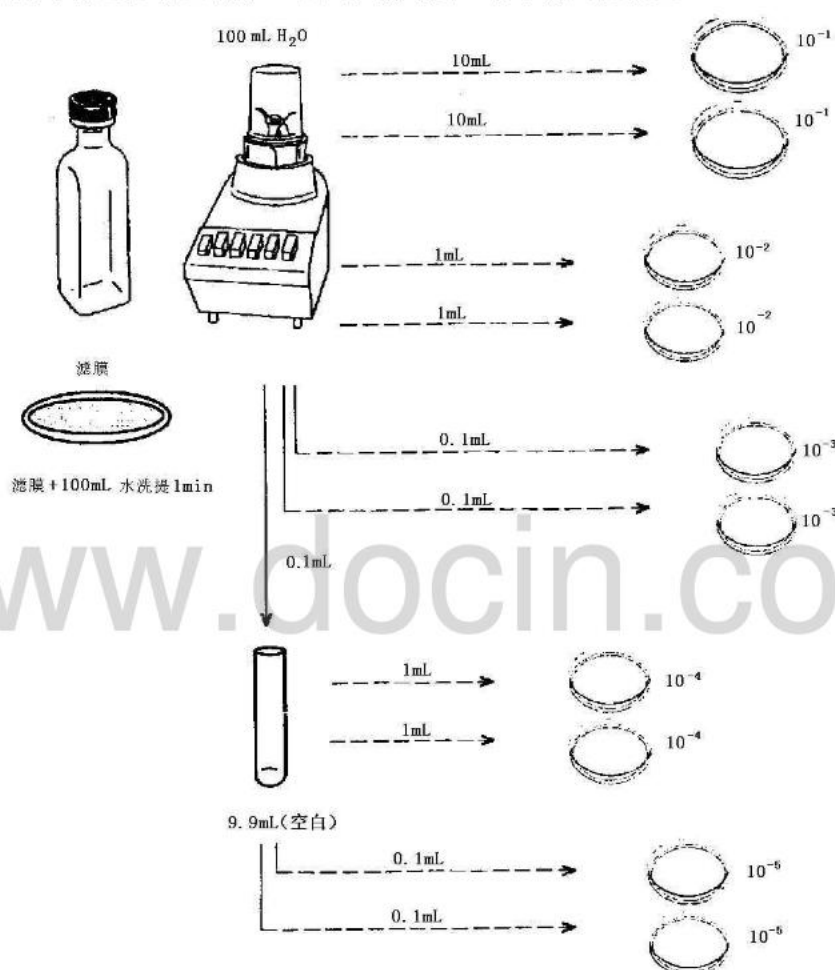


图3 稀释方案

10.1.2.12 无菌取下各滤膜，对各膜上的微生物计数（图3）。由于预计每个滤膜上的芽孢会多于 100CFU，所以需要在内装 100.0mL 无菌水的 300 mL 无菌匀浆瓶内洗滤膜 1min，以将芽孢从膜上洗提下来。在用标准平板计数法对芽孢数进行精确测定前，对样品进行系列稀释。比如，制备含 10.0 mL、1.0 mL 和 0.1 mL 洗提液的平板各两份。再将 0.1mL 洗提液加到 9.9mL 的无菌水中进行 100 倍稀释后，制备含 1.0mL 和 0.1mL 稀释液的平板各两份。这一方案得到了 10<sup>-1</sup>、10<sup>-2</sup>、10<sup>-3</sup>、10<sup>-4</sup> 和 10<sup>-5</sup> 的稀释因子。也可使用其他稀释方案。宜选用含有 25CFU 至 250CFU 的平板进行计数。如果用其他试验条件进行试验，



上述稀释方案可能不适宜。如果洗提滤膜和制平板程序持续导致所有的稀释的结果都低于 25CFU，可考虑将滤膜的挑战面向上直接放在一只SCDA平板上培养计数。

10.1.2.13 将计数培养平板置于 30℃~35℃培养至少 24h。如果超过 24h，要确认各菌落仍为单菌落，没有连片生长。

10.1.2.14 完成培养后，计数并记录各滤膜的 CFU 数和稀释因子。

10.1.2.15 建议每个样品口的芽孢分布数是  $1 \times 10^6 \text{CFU} (\pm 0.5 \log)$ <sup>1</sup>。如需要增加每个样品口的芽孢挑战数，需增加芽孢水悬液的浓度，而不是增加体积。

10.1.2.16 成功的确认是所有样品口都必须接受相同数量的细菌挑战 ( $\pm 0.5 \log$ )。

## 10.2 重新确认

用 10.1 所述的标准试验参数进行完确认以后，当有可能影响细菌分布的参数发生改变时，宜重新进行确认。环境条件、设备改进、以及试验参数改变时，需要考虑重新确认。如果期望用不同的试验参数进行试验，试验仪器宜用相应的试验条件重新确认。

## 11 试验样品的微生物挑战程序

11.1 将无菌过滤装置放入生物安全柜中。

11.2 以无菌操作的方式用无菌镊子和手套在每个过滤装置上的底座上放置一个 0.45 μm 滤膜（图 2）。

11.3 将适宜直径的无菌试验材料放于滤膜上面。

如果已知供试材料具有高的 Log 降低值（LRV），最好是在每次试验中包括一个已知能使芽孢穿透的材料。该已知材料可以作为供试材料的阳性对照。

11.4 将挑战对照膜（N<sub>0</sub>）置于其中一个过滤装置的 0.45 μm 的滤膜上（图 2），下面的 0.45 μm 的滤膜作为阴性对照。

11.5 将各过滤装置的上部与其基座连接，然后将各过滤装置装于试验箱的底板上。

11.6 将各过滤装置与各自的流量计的接口连接。

11.7 将喷雾器组件与试验箱连接。

11.8 向喷雾器装入合适体积的芽孢悬液。芽孢悬液的浓度应使用仪器确认中所确定的浓度，以达到所需要的挑战水平。悬液宜在使用前充分混合。

11.9 打开试验箱上的风扇。

11.10 开启真空泵，调节连接于过滤装置的流量计至所需流速。为比较材料的差异，标准试验参数设定流量为 2.8L/min。这能在 15min 内对每个样品提供至少  $1.0 \times 10^6 \text{CFU} \pm 0.5 \log$  的挑战菌数。如使用不同的参数，试验结果可能就不具可比性，或不能指示出材料的特性。

11.11 将喷雾器的流量计设定到能使试验箱内达到适宜的气溶胶条件。

11.12 如有必要，调节系统真空度以达到需要的流量。当对材料样品试验时，注意施加足够的真空，以达到需要的流量，但又不足以引起 0.45 μm 滤膜或试验材料损坏。如果试验材料的孔隙率太低，不能在不使滤膜或材料损坏的情况下采用规定的流量，则宜使用较低的流量并形成文件。如果不能达到足够的流量，本试验方法就不宜使用。一般使用低于 40kPa 的真空不会导致滤膜或试验材料损坏。

11.13 立即启动 15 min 计时器，在该 15 min 时间或其他确认的时间间隔内，定期观察并记录各流量计流量值。

11.14 挑战试验后，关闭喷雾器的气流、真空泵和风扇。

11.15 通过真空源和空气过滤器使试验箱向外排雾 15min。

11.16 用稀释的氯消毒液（5mL 氯漂白粉加至 245mL 水中，当天配制）或其他适宜的杀孢剂对各过滤装置外部进行消毒。

11.17 将软管与各过滤装置断开。从试验箱底板上取下各过滤装置。

11.18 用无菌镊子取下试验材料，弃去，或留做进一步试验（如需要）。

<sup>1</sup> 满足试验要求的挑战菌数为 300 000~3 000 000。

11.19 无菌取下各滤膜，用洗提、稀释和制平板法（见 10.1.2.12）对各滤膜上的微生物进行计数。如果所有的稀释结果都小于 25 CFU/平板，可直接将滤膜的挑战面向上放在 SCDA 平板上培养计数。直接对滤膜进行计数时要谨慎操作，这一计数方法提高了检测限，但如果所有芽孢聚集在一个小的区域内形成一个菌落群，就会导致数不清穿透材料的芽孢的实际数量。

11.20 用无菌操作法取下挑战对照膜（ $N_0$ ），在一个内装 100.0mL 无菌水的 300mL 无菌匀浆瓶内洗滤膜 1min。系列稀释，并进行标准制平板程序，以精确测定芽孢数量（10.1.2.12）。取下阴性对照膜，按照 11.19 将其直接放在 SCDA 平板上进行培养计数。

11.21 将各 SCDA 平板置于 30℃~35℃ 培养至少 24h。如果超过 24h，要确认各菌落仍为单菌落，没有连片生长。

11.22 完成培养后，计数并记录各滤膜的 CFU 数和稀释因子。如果对滤膜直接进行计数的数量超过 100 CFU/膜，可能需要重新进行试验，并采用 10.1.2.12 中描述的洗提、稀释和制平板程序对滤膜进行分析。

## 12 Log 降低值（LRV）的计算<sup>2</sup>

12.1 包装材料微生物屏障的能力用 Log 降低值（LRV）表示。用下式计算。

$$LRV = \log_{10} N_0 - \log_{10} N_1 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$N_0$ — 挑战对照滤膜测定的平均细菌挑战数量，CFU

$N_1$ — 穿透试验样品的平均细菌数量，CFU。如果  $N_1 < 1$ ，则 LRV 表述为  $> \log_{10} N_0$ 。

12.2 如果任何一次试验挑战对照滤膜上的挑战芽孢数量偏离超过了目标均值  $\pm 0.5 \log$ ，宜认为试验无效，并重新进行试验。

12.3 如果试验中在阴性对照滤膜上出现了大量的菌落，则试验数据可能不适宜。这要根据试验样品的检测限来判断。如果阴性对照上出现了 1 CFU，而试验材料的检测限是 5 CFU，则试验所得数据宜有效。但如果阴性对照上出现了 100 CFU，而试验材料的均值是 10 CFU，则数据的有效性可疑。

## 13 报告

试验报告应至少包括以下信息：

- a) 样品的识别；
- b) 样品的预处理；
- c) 试验组数；
- d) 各试验组内的试验样品数量；
- e) 试验参数（芽孢悬液浓度和体积、喷雾器气压、真空度、挑战时间、通过样品的流量等）；
- f) 微生物挑战量（ $N_0$ ）；
- g) 阴性对照微生物透过数量；
- h) Log 降低值（LRV）。

<sup>2</sup> LRV 的计算举例以及 LRV 与芽孢截留率的关系见附录 A。

## 附录 A

(资料性附录)

## LRV 的计算举例以及 LRV 与芽孢截留率的关系

## A.1 LRV 的计算举例

表A.1 给出了 12 个相同试验样品 ( $N_1$ )、三个 $N_0$ 对照膜、三个阴性对照膜和三个阳性对照样品重复进行三组试验的试验结果计算举例。

注：阳性对照是在给定芽孢挑战水平下有一定穿透量的材料，用以证实操作者和/或试验仪器的一致性。在一个常规检验中不一定包括阳性对照。

表 A.1 LRV 计算举例

| 试验组<br>编号 | 试验样品，CFU <sup>A</sup> |      |      |      | 对照，CFU                                             |    |                                        |
|-----------|-----------------------|------|------|------|----------------------------------------------------|----|----------------------------------------|
|           | A                     | B    | C    | D    | N <sub>0</sub><br>(×10 <sup>4</sup> ) <sup>A</sup> | 阴性 | 阳性<br>(×10 <sup>2</sup> ) <sup>A</sup> |
| 1         | 37.5                  | 47.0 | 41.0 | 53.5 | 84.2                                               | 0  | 31.5                                   |
| 2         | 57.0                  | 55.5 | 43.0 | 62.5 | 102.8                                              | 0  | 46.0                                   |
| 3         | 33.0                  | 50.5 | 53.0 | 48.5 | 86.0                                               | 0  | 53.0                                   |
| 均值        | 48.5                  |      |      |      | 9.1×10 <sup>5</sup>                                | 0  | 4.4×10 <sup>3</sup>                    |
| Log       | 1.686                 |      |      |      | 5.959                                              | B  | 3.643                                  |
| LRV       | 4.27                  |      |      |      | B                                                  | B  | 2.32                                   |

A 两只平板计数的均值。

B 不适用。

平均细菌挑战数量 ( $N_0$ ) 是从 $N_0$ 对照滤膜上测定的, 计算为  $9.1 \times 10^5$ , 三次试验的挑战对照都在  $1.0 \times 10^6 \pm 0.5 \log$  范围内。

穿透试验材料的平均细菌数量 ( $N_1$ ) 是从各样品下面的滤膜上测定的, 计算得出 48.5CFU。

将这些值带入公式 1, 得:

$$\begin{aligned}
 LRV &= \log_{10}(9.1 \times 10^5) - \log_{10}(48.5) \\
 &= 5.959 - 1.686 \\
 &= 4.27
 \end{aligned}$$

## A.2 LRV 与芽孢截留率的关系

试验材料的 Log 降低值 (LRV) 与芽孢截留率的关系如下:

| LRV | 芽孢截留率, % |
|-----|----------|
| 1.0 | 90       |
| 2.0 | 99       |
| 3.0 | 99.9     |
| 4.0 | 99.99    |
| 5.0 | 99.999   |

附录 B  
(资料性附录)  
精密度和偏倚

## B.1 精密度

### B.1.1 多个实验室进行的试验数据

1993 年, ASTM 进行实验室协同研究。十一个实验室各由一个操作人员对从六种材料上分别随机裁取的两个样品和一个阳性对照进行试验。试验均在本方法中所描述的标准条件下进行。阳性对照跟试验样品之一的(45B)是同一材料。测量的微生物屏障效果用 Log 降低值(LRV)表示。当时使用了汇总的所有材料的实验室内和实验室间的变异估计值来得到具有足够自由度的一个操作者和多实验室的精密度估计值。

### B.1.2 试验结果

表 B.1 给出了 LRV 均值的精密度信息, 用于两组  $n$  个试样的试验结果均值间的比较。

表 B.1 透气材料的微生物屏障特性: 用 ASTM E 691<sup>AB</sup> 计算的统计数据

| 材料                  | X      | Sr     | SR     | r    | R    |
|---------------------|--------|--------|--------|------|------|
| A1, 阳性对照            | 1.7151 | 0.2592 | 0.3441 | 0.73 | 0.96 |
| A2 (45B)            | 1.7326 | 0.2571 | 0.3566 | 0.72 | 1.00 |
| A3 (A1 和 A2 的汇总)    | 1.7221 | 0.2507 | 0.3478 | 0.70 | 0.97 |
| F (36.5)            | 2.1008 | 0.2251 | 0.3286 | 0.63 | —    |
| B (53)              | 2.5619 | 0.3061 | 0.3976 | 0.86 | 1.11 |
| C (50)              | 3.2820 | 0.3130 | 0.6075 | 0.88 | 1.89 |
| D (CT)              | 4.3416 | 0.2744 | 0.9812 | 0.77 | 2.75 |
| E (45MF)            | 3.3666 | 0.5513 | 0.6454 | 1.54 | 1.81 |
| G (0.45 $\mu$ m 滤膜) | 5.9620 | 0.2077 | 0.2753 | 0.58 | 0.77 |

<sup>A</sup> E691 中规定表 1 所用的字母符号为:

X — 各实验室测得各材料 LRV 的均值的均值。

S<sub>r</sub> — 各材料的重复性标准差。

S<sub>R</sub> — 各材料的再现性标准差。

r — 各材料的 95%重复性限。

R — 各材料的 95%再现性限。

<sup>B</sup> 表 B.1 中表述的信息是从试验材料的 LRV 计算出来的。在实验室协同研究中, 阳性对照材料也是试验材料 45B。在进行统计学分析时, 先作为两个不同的实体(A1、A2)来对待, 然后将两组数据汇总为 LRV 数据(A3)。材料 G 是用以测定微生物挑战数量的 0.45  $\mu$ m 滤膜, 表 B.1 中的数据是对该滤膜上的 CFU 数取 Log10 对数值后计算的。

### B.1.3 变异系数或相对误差来表示的精密度

见表 B.2、表 B.3 和表 B.4。由临界极差表示的试验结果的差异, 即是在 95%置信水平上的统计学差异。

表 B.2 95%重复性限 (即实验室内一个操作者的临界极差)

| n | 临界极差, % | 标准差          |
|---|---------|--------------|
| 2 | 16.0    | 试验结果均值的 5.7% |
| 5 | 10.1    | 3.6%         |



|    |     |      |
|----|-----|------|
| 10 | 7.0 | 2.5% |
|----|-----|------|

表 B.3 单一材料 95%再现性限（即单一材料实验室间临界极差）

| n  | 临界极差, % | 标准差                    |
|----|---------|------------------------|
| 2  | 39.8    | 试验结果均值的 14.2%<br>13.2% |
| 5  | 37.5    |                        |
| 10 | 37.0    |                        |

表 B.4 多材料 95%再现性限（即多材料实验室间临界极差）

| n  | 临界极差, % | 标准差                             |
|----|---------|---------------------------------|
| 2  | 52.4    | 试验结果均值的 18.7%<br>18.1%<br>18.0% |
| 5  | 50.7    |                                 |
| 10 | 50.4    |                                 |

## B.1.4 以绝对值表示的精密度的

见表 B.5、表 B.6 和表 B.7。

表 B.5 95%重复性限（即实验室内一个操作者两个试验结果间的临界极差）

| n  | 临界极差, LRV         | 标准差, LRV |
|----|-------------------|----------|
| 2  | 0.44 <sup>A</sup> | 0.156    |
| 5  | 0.28              | 0.098    |
| 10 | 0.19              | 0.070    |

<sup>A</sup> 例如，两个试验结果相差 0.44LRV 或更多，是两个试样均值试验结果在 95%置信水平上的统计学差异。

表 B.6 单一材料 95%再现性限（即实验室间单一材料两个试验结果间的临界极差）

| n  | 临界极差, LRV | 标准差, LRV |
|----|-----------|----------|
| 2  | 1.09      | 0.386    |
| 5  | 1.03      | 0.367    |
| 10 | 1.01      | 0.360    |

表 B.7 多材料 95%再现性限（或实验室间多材料两个试验结果的临界极差）

| n  | 临界极差, LRV | 标准差, LRV |
|----|-----------|----------|
| 2  | 1.44      | 0.510    |
| 5  | 1.39      | 0.495    |
| 10 | 1.37      | 0.491    |

本试验方法给出的临界极差宜被认为是重复性或再现性精密度的一般描述，尤其是在再现性或实验室间的精密度方面。任何两个实验室间的统计学偏倚量，必须是建立在对随机抽取的同一材料的最新试验数据的基础上才有意义。

## B.2 偏倚

由于 LRV 的真实值是不可知的，不能验证本试验方法的偏倚，所以本试验方法的偏倚不可知。

参考文献

ASTM E 691 确定试验方法精密度的实验室间研究的规范

