



中华人民共和国医药行业标准

YY 0770.1—2009

医用输、注器具用过滤材料 第 1 部分：药液过滤材料

Filter material for medical infusion equipments

Part 1: Fluid filter material

2009-12-30 发布

2011-06-01 实施



国家食品药品监督管理局

发布

前 言

YY 0770 的总标题是医用输、注器具用过滤材料,包括以下部分:

第1部分:药液过滤材料。

第2部分:空气过滤材料。

本部分附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 均为规范性附录。

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提出并归口。

本部分起草单位:杭州科诺过滤器材有限公司、乐清市赛络奇滤网有限公司、上海振浦医疗设备有限公司。

本部分主要起草人:宫美乐、张宪顺、朱景元、王晓红、严俭林、郭茂春。

引 言

本标准规定的输液用过滤材料,在最终使用中是通过药液与人体血液间接接触的,因此,要求以洁净的状态供应给客户。对于不能进行清洗的材料,需要在整个生产过程中对生产环境进行控制。对于能在最终产品上清洗的材料,则需要在末道清洗及以后的生产过程对生产环境进行控制。

本标准同时给出了微粒脱落的基本试验方法(A.3)和补充试验方法(A.4),基本试验方法用于评价过滤材料的总体脱落。当过滤材料不能满足基本试验方法时,补充试验方法用以进一步评价微粒脱落是否发生在材料表面。

医用输、注器具用过滤材料 第1部分:药液过滤材料

1 范围

本部分规定了医用输、注器具用标称孔径为 $0.22\mu\text{m}\sim 20\mu\text{m}$ 的药液过滤材料(以下简称过滤材料)的分类、标记、材料、物理、化学、生物、标志和包装要求。

本部分规定的过滤材料包括过滤膜材和过滤网材。主要用于滤除药液中过滤材料标称孔径以上不溶性微粒。

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,仅所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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB 8368 一次性使用输液器 重力输液式(GB 8368—2005,ISO 8536-4:2004,MOD)

GB/T 14233.1 医用输液、输血、注射器具检验方法 第1部分:化学分析方法

GB/T 14233.2 医用输液、输血、注射器具检验方法 第2部分:生物学试验方法

GB/T 16886.1 医疗器械生物学评价 第1部分:评价与试验(GB/T 16886.1—2001,idt ISO 10993-1:1997)

YY 0286.1—2007 专用输液器 第1部分:一次性使用精密过滤输液器

YY 0321.3—2000 一次性使用麻醉用过滤器

3 分类

3.1 过滤材料类型分为过滤膜材(M型)和过滤网材(W型)。

注:目前常用的过滤网材是尼龙66。

3.2 过滤材料按供应规格分为:

— 卷材:以(长)m $\times$ (宽)mm表示规格;

— 片材:以 Φ (直径)mm或(长)mm $\times$ (宽)mm表示规格。

过滤材料规格按订货合同。

3.3 过滤材料按标称孔径分为: $0.22\mu\text{m}\sim 20\mu\text{m}$ 。

注:标称孔径小于 $2.0\mu\text{m}$ 时,本标准采用泡点压力评价。标称孔径大于或等于 $2.0\mu\text{m}$ 时,本标准采用对同规格的标称粒子的滤除率评价。

4 标记

产品标记以文字描述(过滤材料)、本标准编号、过滤材料分类、规格尺寸和孔径规格。

示例1:符合本标准要求、尺寸规格为 $30\text{m}\times 300\text{mm}$ 、标称孔径为 $0.45\mu\text{m}$ 的过滤膜材(M)卷材过滤材料的标记为:

过滤材料 YY 0770.1 M- $30\text{m}\times 300\text{mm}$ - $0.45\mu\text{m}$

示例 2:符合本标准要求、直径为 $\Phi 25\text{mm}$ 、标称孔径为 $20\mu\text{m}$ 的过滤网(W)片材过滤材料的标记为:
过滤材料 YY XXXX.1 W- $\Phi 25\text{mm}$ - $20\mu\text{m}$

5 材料

过滤材料应符合本标准的第 6 章、第 7 章和第 8 章的要求。

注:过滤材料应能经受输、注器具灭菌过程。

6 物理要求

6.1 外观

6.1.1 在自然光照条件下,用正常视力或矫正视力检验时,过滤材料表面应清洁、平整,无机械损伤,无纤维脱落。片材的切边应无明显毛边或拉丝。

6.1.2 过滤网材在经向检验台上,通过光源反射进行检验时,交叉编织夹层中不应有明显的色差、锈渍、油渍、渍经、渍纬和藏留的外来异物。

6.2 过滤性能

6.2.1 滤除率(适用于标称孔径大于等于 $2\mu\text{m}$ 的过滤材料)

按 A.2.1 进行试验时,过滤材料的滤除率应不小于 90%。

6.2.2 泡点压力(适用于标称孔径小于 $2\mu\text{m}$ 的膜材)

按 A.2.2 对标称孔径小于 $2\mu\text{m}$ 过滤膜材进行试验时,泡点压力应符合表 1 规定。

表 1 过滤膜材的泡点压力

标称孔径, μm	0.22	0.45	0.8	1.2
泡点压力值, MPa	≥ 0.35	≥ 0.23	≥ 0.07	≥ 0.04

6.2.3 单位面积 10min 流量

按 A.2.3 试验时,过滤材料 10min 单位面积流量应不低于标示值(以毫升每平方厘米表示)。

6.3 微粒脱落

按 A.3 和/或 A.4 试验时,洗脱液中 $5\mu\text{m}$ 以上的微粒数不应超过 50 个/mL, $15\mu\text{m}\sim 25\mu\text{m}$ 的微粒数不应超过 10 个/mL;大于 $25\mu\text{m}$ 的微粒数不应超过 3.0 个/mL。

试验应先按 A.3 进行。当试验结果不能符合要求时,用户方可用 A.4 给出的方法对该材料进行进一步试验,以评价微粒脱落是发生在材料表面还是周边。

注 1:对于不能满足 A.3 试验要求而能满足 A.4 试验要求的材料,输注器具制造商采用的前提是,需对所采用材料的切制、贮运和组装等过程不会因材料周边的脱落而影响预期组装后过滤器的质量进行确认。

注 2:第三方检验时,承检方可根据所提供的周边是否脱落的信息直接采用相应的试验方法[见 9 h)]。

7 化学要求

7.1 溶出物

按附录 B 制备的检验液应符合 GB 8368 的要求(环氧乙烷残留量除外)。

7.2 荧光物

过滤材料置于 365nm 紫外灯下检验时,应无强蓝色荧光。

8 生物学要求

8.1 总则

药液过滤材料在新产品投产前、原材料发生改变时、设计或工艺有重大改变时,应按 GB/T 16886.1 的规定对细胞毒性、皮内刺激反应、致敏、急性全身毒性和血液相容性进行生物学评价。

8.2 热原

按附录 C 规定方法试验时,应无热原。

注:GB/T 14233.2 规定了热原试验和细菌内毒素试验。

9 标志

包装上和/或随附文件上应有下列信息:

- a) 产品标记;
- b) 制造商名称和/或商标;
- c) 制造商地址;
- d) 装量;
- e) 批号;
- f) 单位面积 10min 流量;
- g) 推荐的贮运条件;
- h) 材料周边是否发生明显脱落微粒的说明;
- i) 有效期^①。

10 包装

过滤材料应至少采用双层密封包装。

^① 有效期包括材料用于生产器械前的期限和器械最终安全的期限。

附 录 A
(规范性附录)
物理性能试验方法

A. 1 预处理

A. 1.1 将试验样裁切成试验所需形状。

A. 1.2 将试样浸泡于质量浓度为 9g/L 的氯化钠注射液中，置 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 温度下 2h。

注：当用户有耐酸或耐碱特殊要求时，可将试样浸泡于指定酸碱度的盐酸溶液或氢氧化钠溶液中。

A. 2 过滤性能

A. 2.1 滤除率(适用于标称孔径大于等于 $2\mu\text{m}$ 的过滤材料)

取经 A. 1 预处理过的试样，装于试验用过滤器中，按 GB 8368 或按 YY0286. 1 的规定进行试验。

A. 2.2 泡点压力(适用于标称孔径小于 $2\mu\text{m}$ 的过滤材料)

A. 2.2.1 试验仪器及条件

仪器：泡点压力测试仪(如图 A. 1)。

试剂：纯化水

环境、试剂温度： $(20\sim 25)^{\circ}\text{C}$ 。

A. 2.2.2 步骤

将经 A. 1 预处理过的试样置于测试池底座上，试样有效测试直径应不小于 35 mm，旋紧测试池上盖，在测试池上盖中加入试验用试剂，用氮气升压测试，至测试池中出现第一个气泡并连续出泡时立即停止升压，读取此时的压力值，即为泡点压力。

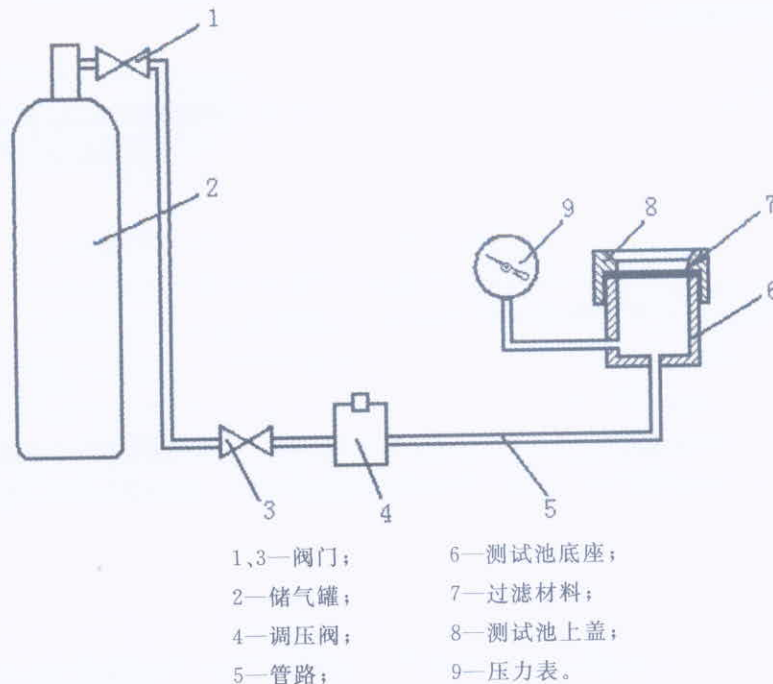


图 A. 1 泡点压力测试仪示意图

A.2.3 单位面积 10min 流量

A.2.3.1 试验仪器及环境、试剂温度

仪器：流通速率装置(如图 A.2)。

试剂：质量浓度为 9g/L 的氯化钠注射液

试剂温度：(20~25)℃。

A.2.3.2 步骤

取经 A.1 预处理过的试样，与配合使用的过滤器壳体组装，按图 A.2 进行试验。用计时器记录 10min 流过试验液的体积。

A.2.3.3 结果计算

按下式计算：

$$\text{单位面积 10min 流量} = V/S \dots\dots\dots (A2)$$

式中：V——10min 内流过液的体积，毫升；

S——过滤器的有效过滤面积，平方厘米。

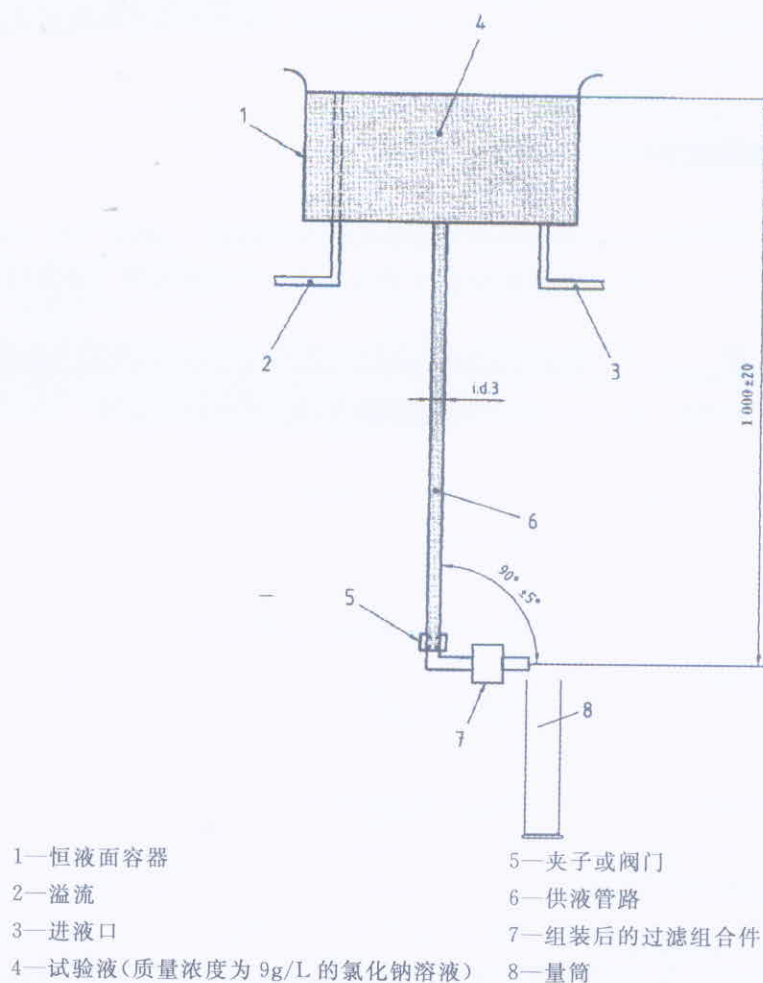


图 A.2 液体流通速率试验图示

A.3 微粒脱落(基本试验)

A.3.1 试验仪器

A.3.1.1 微粒检测仪，一次取样量不小于 1mL；

A.3.1.2 振荡器

A.3.1.3 层流条件,如符合 ISO 14644-1:1999 中的 N5 级^①的净化工作台。

A.3.1.4 烧杯

A.3.1.5 能切出直径为 $\Phi 36\text{mm}$ 试样的不锈钢模板及手术刀(7号刀柄,15号刀片)或冲头,保持清洁无油污;

A.3.1.6 镊子。

A.3.2 试验用水

纯化水,用孔径 $0.2\mu\text{m}$ 的微孔过滤材料过滤。

注:采用电阻式微粒检测仪时,则采用质量浓度为 9g/L 的氯化钠注射液作为试验用水。

A.3.3 样品制备

A.3.3.1 片材

在层流条件下,按制造商提供的方法打开包装,用镊子夹取总表面积约为 20cm^2 的过滤材料作为试验样品。如果片材的表面积大于 20cm^2 ,则按 A.3.4.2 的比例制备供试液。

A.3.3.2 卷材

在层流条件下,打开包装,将未展开的卷材放于层流条件的试验台上,用手术刀和模板或冲头直接在卷材的中部切出适宜深度、用镊子弃去上面的两层,取第三层作为试验样品。

注1:卷材上展开过的部分不宜再用于样品制备,如果卷材上的一部分已经展开,应切除已展开的部分。

注2:应适时更换刀片使刀口保持锋利。沿模板切割时,不能重复切割。如果切割失败,应取新的部位重新切制样品。

A.3.4 步骤

A.3.4.1 取 200mL 试验用水置洁净烧杯中,将烧杯中适量的水倒入计数器的取样杯中作为本底液。

将适量的本底液倒入计数器的取样杯中,用微粒检测仪测量取样杯中的微粒数。总取样量不少于 15mL ,计算出每毫升本底液中的微粒数。

A.3.4.2 烧杯中留出 100mL 或适量的水[其体积按试样表面积(cm^2)与试验用水(mL)的比例为 $1:5$ 换算],加入按 A.3.3 制备的试验样品,使过滤材料完全浸润,加盖,置 $(37\pm 2)^\circ\text{C}$ 温度下 2h 。振荡器上轻轻振摇 5min , (使水的幅度不溢出为宜),得洗脱液。

洗脱液制备后,立即将适量洗脱液倒入计数器的取样杯中,用微粒检测仪测量取样杯中的微粒数。总取样量不少于 15mL ,计算出每毫升洗脱液中的微粒数。

A.3.5 结果计算

以每毫升洗脱液中的微粒数减去每毫升本底液中的微粒数做为试验结果。

试验报告应报告所采用的试验方法。

A.4 微粒脱落(补充试验)

注:本方法的设计考虑了排除试验样品切边处微粒脱落对试验结果的影响。

A.4.1 试验仪器

A.4.1.1 微粒检测仪,一次取样量不小于 1mL 。

A.4.1.2 层流条件,如符合 ISO 14644-1:1999 中的 N5 级的净化工作台。

A.4.1.3 试验杯(如图 A.3 所示),由不脱落微粒的材料制造,每次使用前用试验用水(见 A.4.2)充分冲洗。

^① 这是基于米制的净化级别单位,即每立方米的空气中大于 $0.1\mu\text{m}$ 的微粒数不超过 $100\,000$ 个(取常用对数为 5)。该级别对应的大于 $0.5\mu\text{m}$ 的微粒数为英制的 100 级净化[即每立方英尺(28.3L)空气中大于 $0.5\mu\text{m}$ 的微粒数不超过 100 个]。

A.4.1.4 能切出直径为 $\Phi 56\text{mm}$ 的试样、不锈钢模板或冲头及手术刀,保持清洁无油污;

A.4.1.5 平头镊子。

A.4.2 试验用水

纯化水,用孔径 $0.2\mu\text{m}$ 的微孔过滤材料过滤。

注:采用电阻式微粒检测仪时,则采用质量浓度为 9g/L 的氯化钠注射液作为试验用水。

A.4.3 样品制备

在层流条件(A.4.1.2)下,打开样品包装,将未展开的卷材放于层流条件的试验台上,用冲头或模板和手术刀(A.4.1.4)直接在卷材的中部切出适宜深度的试样,用镊子(A.4.1.5)弃去上面的两层,取第三层作为试验样品。

注:为使样品能够代表片材的质量状况,可在裁片生产环境中使用与生产过程相同或相近的裁切方式裁切出符合本试验要求的试验样品,并采用与产品相同的包装,移送到试验室。

A.4.4 步骤

A.4.4.1 在层流条件(A.4.1.2)下,用镊子将制备后的试验样品装入试验杯(A.4.1.3)中。加入 100mL ① 试验用水(A.4.2)。常温下浸泡 2h 后,轻轻振摇 5min(使水的幅度不溢出为宜),得洗脱液。

注:可根据用户要求,采用 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的浸泡温度和更长的浸泡时间(如 24h)。

A.4.4.2 用一只洁净试验杯,不加供试滤膜,按 A.4.4.1 同法制备空白液。

A.4.4.4 洗脱液制备后,立即将适量洗脱液倒入微粒检测仪的取样杯中(上下杯液体各倒出约一半),用微粒检测仪测量取样杯中的微粒数。总取样量不少于 15mL ,计算出每毫升洗脱液中的微粒数。

A.4.4.5 将适量空白液倒入微粒检测仪的取样杯中,用微粒检测仪测量取样杯中的微粒数。总取样量不少于 15mL ,计算出每毫升空白液中的微粒数。

注:空白液中的微粒计数宜比本标准规定的技术指标至少低一个数量级,否则,试验无效。宜查找原因,采取纠正措施后重新进行试验。

A.4.5 结果表示

以每毫升洗脱液中的微粒数减去每毫升本底液中的微粒数做为试验结果。

试验报告应报告所采用的试验方法。

单位:毫米

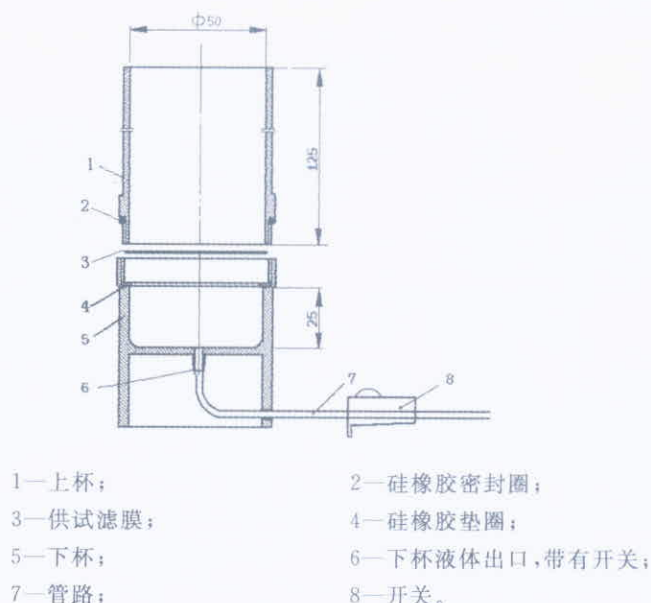


图 A.3 微粒脱落补充试验用试验杯

① 试验样品的过滤面积(cm^2)与水的体积(mL)之比约为 1:5。

附 录 B
(规范性附录)
化学性能检验液制备

B.1 浸提液

在同批过滤材料中随机抽取若干面积的样品,按过滤材料总表面积(正反面积之和)(cm^2)与符合 GB/T 6682 的一级水或二级水(mL)为 2:1 的比例加入试验用水于烧杯中,使过滤材料完全浸润,加盖置于 $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下浸泡 2h。

B.2 空白液

加入与浸提液相同的符合 GB/T 6682 的一级水或二级水于烧杯中,加盖置于 $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下 2h。

附 录 C
(规范性附录)
生物学性能试验

C.1 浸提液制备

按过滤材料总表面积(正反面积之和)(cm^2)与浸提介质(mL)为 6 : 1 的比例加入 GB/T 14233.2—2005 规定的浸提介质于容器中,使过滤材料完全浸润,加盖置于 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下浸提 24h,移出浸提液置于压力灭菌器内 $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ 下灭菌 30min。同条件制备对照液。

C.2 生物性能试验

取按 C.1 制备的浸提液按 GB/T 14233.2—2005 中规定试验方法试验。
