

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0681.12—2022

代替 YY/T 0681.12—2014

无菌医疗器械包装试验方法 第 12 部分：软性屏障材料抗揉搓性

Test methods for sterile medical device package—
Part 12: Flex durability of flexible barrier materials

2022-05-18 发布

2023-06-01 实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 YY/T 0681《无菌医疗器械包装试验方法》的第 12 部分。YY/T 0681 已经发布了以下部分：

- 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墨迹或涂层附着性；
- 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；
- 第 11 部分：目力检测医用包装密封完整性；
- 第 12 部分：软性屏障材料抗揉搓性；
- 第 13 部分：软性屏障膜和复合膜抗慢速戳穿性；
- 第 14 部分：透气包装材料湿性和干性微生物屏障试验；
- 第 15 部分：运输容器和系统的性能试验；
- 第 16 部分：包装系统气候应变能力试验；
- 第 17 部分：透气包装材料气溶胶过滤法微生物屏障试验；
- 第 18 部分：用真空衰减法无损检验包装泄漏。

本文件代替 YY/T 0681.12—2014《无菌医疗器械包装试验方法 第 12 部分：软性屏障膜抗揉搓性》，与 YY/T 0681.12—2014 相比，除结构调整和编辑性改动以外，主要技术变化如下：

- a) 更改了标准范围(见第 1 章,2014 年版的第 1 章)；
- b) 增加“术语和定义”(见第 3 章)；
- c) 增加了纸张、聚烯烃非织造布等透气材料相关评价方法的表述(见 4.2,2014 年版的 3.2)；
- d) 删除了“意义和应用”的 4.1 和 4.5(见 2014 年版的 4.1、4.5)；
- e) 增加了“揉搓试验仪”的尺寸精度(见 6.1,2014 年版的 5.1)；
- f) 增加了“揉搓试验结果确定”(见 9.3)；
- g) 删除了“针孔计数”(见 2014 年版的 8.3)；
- h) 更改了“报告”的内容(见第 10 章,2014 年版的第 9 章)；
- i) 删除了“附录 A 精密度和偏倚”(2014 年版的附录 A)；
- j) 增加了“针孔计数试验”(见附录 A)；
- k) 增加了“气体和/或水蒸气透过量试验”(见附录 B)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件由全国医用输液器具标准化技术委员会(SAC/TC 106)归口。

YY/T 0681.12—2022

本文件起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心、上海建中医疗器械包装股份有限公司、杜邦（中国）研发管理有限公司、河南亚都实业有限公司。

本文件主要起草人：张鹏、钱军、宋翌勤、高冉冉、段书霞、张磊、熊巍、邵国俊。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2014年首次发布为 YY/T 0681.12—2014；

——本次为第一次修订。

引 言

无菌医疗器械包装具有保护内装医疗器械产品的无菌屏障能力。医疗器械在运输、储存及使用过程中可能会受到揉搓、扭曲、弯曲等外力影响,无菌医疗器械包装可持续保持其无菌。本文件给出了无菌医疗器械包装抗揉搓性的试验条件和评价方法。YY/T 0681 暂由 18 个部分构成。

- 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:软包装材料上油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墨迹或涂层附着性;
- 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;
- 第 11 部分:目力检测医用包装密封完整性;
- 第 12 部分:软性屏障材料抗揉搓性;
- 第 13 部分:软性屏障膜和复合膜抗慢速戳穿性;
- 第 14 部分:透气包装材料湿性和干性微生物屏障试验;
- 第 15 部分:运输容器和系统的性能试验;
- 第 16 部分:包装系统气候应变能力试验;
- 第 17 部分:透气包装材料气溶胶过滤法微生物屏障试验;
- 第 18 部分:用真空衰减法无损检验包装泄漏。

无菌医疗器械包装试验方法

第 12 部分:软性屏障材料抗揉搓性

1 范围

本文件描述了软性屏障材料抗揉搓性的试验方法。

本文件适用于软性屏障材料抗揉搓性的测试。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 2918 塑料 试样状态调节和试验的标准环境

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

针孔 pinhole

非特定形状或尺寸的能完全穿过软性屏障材料所有层的小开口。

3.2

软性 flexible

容易用手折叠、弯折、扭曲的。

4 试验方法概述

4.1 除非另有规定,在标准大气条件下对软性屏障材料试样进行揉搓试验。揉搓条件、次数和揉搓程度的大小随试样结构类型的不同而不同。揉搓作用由一扭转运动和随后的水平运动(多数情况)组成。这样对试样重复进行扭转和压缩。频率为 45 次/min。

4.2 通过揉搓试验判断材料的结构性能和/或机械性能的受损程度。揉搓试验需要评价的性能决定了适当的试验条件水平。软性屏障膜类材料可采用针孔计数试验、气体和/或水蒸气透过量试验方法,见附录 A 和附录 B。纸张、聚烯烃非织造布等透气材料评价方法可参见 GB/T 19633.1 或 YY/T 0698 等标准¹⁾。

4.3 各种试验条件汇总如下:

- a) 条件 A:全揉搓 1 h(即 2 700 次循环);
- b) 条件 B:全揉搓 20 min(即 900 次循环);
- c) 条件 C:全揉搓 6 min(即 270 次循环);
- d) 条件 D:全揉搓 20 次循环;
- e) 条件 E:部分揉搓 20 次循环。

1) 如抗张强度和/或透气度的测试方法。

5 应用

5.1 本试验中所描述的多种条件,是为了防止对一个试样结构进行试验时,出现太多的针孔不便于计数且没有意义,出现的针孔太少也没有意义。一般每个试样上的针孔数宜在 5~50 个之间。材料结构、试验目的以及相关方之间的协议是选择试验条件水平时应考虑的重要因素。

5.2 本试验方法不测量与揉搓至破损有关的任何磨损部分。

5.3 复合层结构中一层或多层完整性的破损,除了需要检验完全穿过结构中的针孔外还需要其他不同的测试。气体穿透和/或水蒸气穿透试验可与揉搓试验结合起来测量层的完整性是否丧失。然而,在有针孔的情况下,任何需要压差的穿透试验不能测量出穿透系数。

6 试验仪器

6.1 揉搓试验仪,设计成能按第 9 章中所列的规范设置。该仪器应主要含有一个(90±1)mm 直径的固定轴和一个(90±1)mm 直径的移动轴,移动轴在行程的起始位时(即最大距离),两轴面对面相隔(180±2)mm。两轴应有通气口以防止样品受压力作用。两轴用于固定样品的凸肩宽度应是(13±1)mm。移动轴的运动受与之相连的槽轴的控制。对于满行程或最大行程,该槽在移动轴行程的前 90 mm 给出(440±4)°的旋转运动,然后是一个 65 mm 的水平直线运动。使两轴的最近相隔距离为(25±1)mm。机器的运动由进程和回程组成一个完整的循环。机器以 45 次/min 运行。

驱动轴给出所需的 440°的(37°螺旋角)旋转运动和直线水平运动的旋转螺旋槽平面展开图见图 1。

对于条件 E 所用的部分揉搓,移动轴只在相隔 180 mm 处向前移动 80 mm,因此只用到旋转行程的约 90%,给出 400°的旋转运动,不使用水平行程。

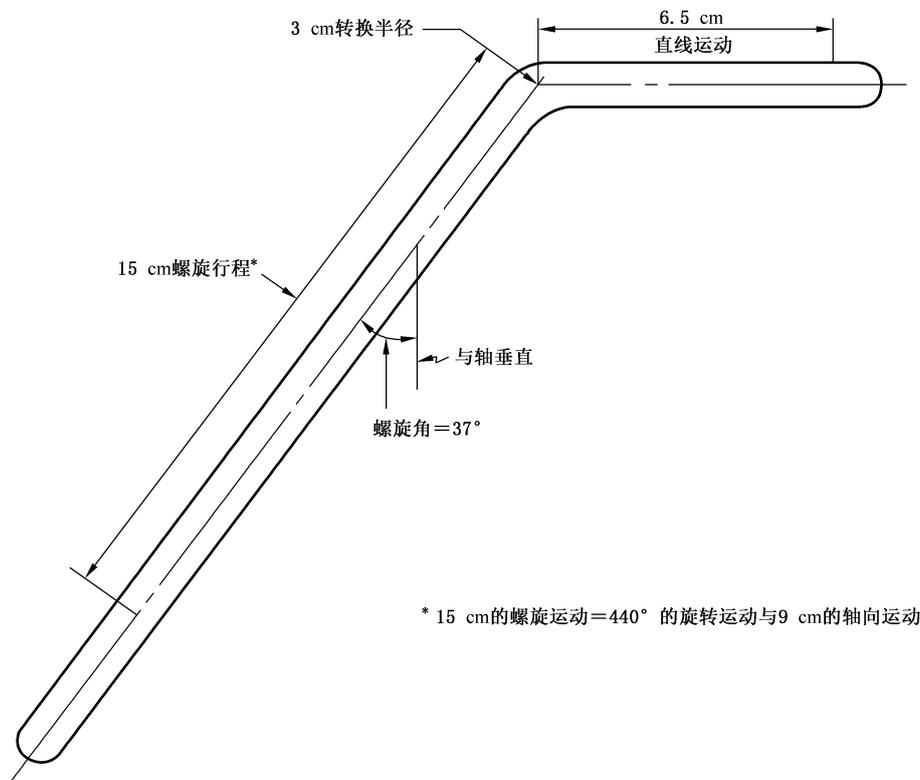


图 1 Gelbo 轴螺旋槽平面展开图(轴径为 31.8 mm)

- 6.2 软双面压敏胶带,宽度不超过 13 mm。
6.3 模板,用于切制 200 mm×280 mm 的样品。

7 试样制备

- 7.1 样品裁成 200 mm×280 mm 的片材。200 mm 尺寸为试验方向。这也是揉搓试验仪轴的方向。
7.2 在其机器方向和横向各对四个样片进行揉搓试验。另外在两个方向与样片相邻的位置各取四个未揉搓过的样片作为对照样品。
7.3 不密封或不用胶带纸粘贴样品的两面,让其保持开放,用宽度不超过 13 mm 的双面压敏胶带将未密封的试样粘接成适合于试验机轴的筒状。

8 状态调节

按 GB/T 2918 规定,在相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 、 $(23\pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下对样品进行状态调节至少 24 h(除非供需双方之间另有规定)。

9 程序

9.1 试验环境

除非另有规定,揉搓试验在第 8 章所述条件下进行。

9.2 揉搓条件

9.2.1 条件 A

9.2.1.1 揉搓试验仪设置

将揉搓试验仪设置到最大行程。这一设置使行程的前 90 mm 给出 440° 的旋转运动,然后是一个 65 mm 的水平直线运动,频率为 45 次循环/min。采用这一设置,当移动轴在起始位时,移动轴与固定轴的端面相距 180 mm,当移动轴移动到最近距离时,端面离固定轴相距 25 mm。

9.2.1.2 揉搓试验

将已用双面压敏胶带粘好的软屏障样品连接到揉搓试验仪的两个轴上,或直接将样品固定在试验机上。开启揉搓试验仪,让样品在 45 次循环/min 揉搓 1 h(即共 2 700 次循环)。

9.2.2 条件 B

试验条件同条件 A,样品在 45 次循环/min 揉搓 20 min。(即在全揉搓和旋转作用下共 900 次循环)。

9.2.3 条件 C

试验条件同条件 A,样品在 45 次循环/min 揉搓 6 min。(即在全揉搓和旋转作用下共 270 次循环)。

9.2.4 条件 D

试验条件同条件 A,样品在 45 次循环/min 揉搓 20 次。(即在全揉搓和旋转作用下循环 20 次)。

9.2.5 条件 E

揉搓试验仪设置到 6.1 描述的部分揉搓。这时,移动轴设置到移动轴只移动相隔 180 mm(两轴最大间距或起始位)中的 80 mm,因此只用到旋转行程约 90%,给出 400°的旋转运动,不使用水平行程。两轴的最近间距为 95 mm。在这一短行程下的部分揉搓期将在 45 次循环/min 揉搓 20 次循环。

9.3 揉搓试验结果确定

9.3.1 从揉搓试验仪上取下软性屏障材料样品。在中央标出 150 mm×200 mm 的区域,150 mm 是试验仪轴向的尺寸。对于抗揉搓试验后的样品,不论是针孔还是层完整性检验,都要在这个区域取样。

9.3.2 执行用于测量揉搓试验后样品性能的测试。按照相关试验方法继续测试样品。

10 报告

- 10.1 所用的样品状态调节和试验环境。
- 10.2 样品规格(厚度/克重),结构等(如适宜)。
- 10.3 揉搓试验条件。
- 10.4 抗揉搓性的评价方法。
- 10.5 试验结果。
- 10.6 任何异常的破损,如撕裂。

附 录 A
(资料性)
针孔计数试验

A.1 试验目的

通过对结构中形成的针孔进行测量来确定揉搓试验是否导致破损。使用染色松节油通过针孔对白色背景是否造成沾污来测定针孔。

本试验中,只有染色松节油透过物理结构的通孔,材料才被测定为破损。复合层结构中有一层保持完整将不能由染色松节油试验测定出破损。

A.2 仪器和试剂

大号油漆刷:宽度 50 mm~150 mm。

吸水纸:吸水性纸张。

白纸:无涂胶纸,至少与试样同样大小。

松节油(染色、无水):向 100 mL 松节油(化学纯,15 °C下比重为 0.860~0.875)加 5 g 无水氯化钙和 1.0 g 油中可溶的红染色液。塞住容器,摇匀,放置至少 10 h,期间不时摇动。用干滤纸过滤,并在气密瓶中贮存。

注:注意这些材料的使用需要相应的保护,以避免因皮肤接触、吸入和易燃而带来的危害。

A.3 试验步骤

A.3.1 从揉搓试验仪上取下软屏障样品。在白纸的中央标出 150 mm×200 mm 的区域,150 mm 尺寸是试验仪的轴向尺寸。

A.3.2 用胶带将样品粘到白纸上。

A.3.3 用刷子将染色的松节油溶液刷到样品上,可按需要重复操作。放置 1 min。

A.3.4 待 1 min 后,用吸水纸将染色松节油擦掉,擦拭时对着白色背景纸施加压力。

A.3.5 从纸上取下试样,对纸上的作为针孔的透过点进行计数。色图重叠,但能看到清晰的中心标记处,作为分开的针孔计数。计数所有的透过点,不考虑其大小,即使只有针尖大小,也视为是针孔,只对 150 mm×200 mm 的区域内的针孔计数。

A.4 记录结果

记录揉搓试验前后四个机器方向和四个横向测试样品中各试样每 300 cm² 的针孔数和平均值。

附 录 B

(资料性)

气体和/或水蒸气透过量试验

B.1 试验目的

通过样品气体和/或水蒸气的透过量的变化来确定揉搓试验是否导致破损。

气体透过量系指在恒定温度和单位压力下,在稳定透过时,单位时间内透过试样单位面积的气体的体积。以标准温度和压力下的体积值表示,单位为: $\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot 0.1 \text{ MPa})$ 。

水蒸气透过量系指在规定的温度、相对湿度,一定的水蒸气压差和一定厚度的条件下,1 m^2 的试样在 24 h 内透过水蒸气的量。单位为: $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ 。

B.2 仪器

水蒸气透过量测试仪、气体透过量测试仪。

B.3 试验方法

水蒸气透过量测试方法参见 GB/T 1037 和 GB/T 26253。

气体透过量测试方法参见 GB/T 1038、GB/T 19789 和 YY/T 1286.1 等。

B.4 试验步骤

B.4.1 裁取软性屏障材料中央 150 mm×200 mm 区域的试样。

B.4.2 按相关测试方法测量未揉搓样品的气体 and/或水蒸气透过量。

B.4.3 按相关测试方法测量揉搓试验后样品的气体 and/或水蒸气透过量。

B.5 记录结果

记录揉搓试验前后样品的气体 and/或水蒸气透过量。

参 考 文 献

- [1] GB/T 1037 塑料薄膜和片材透水蒸气性试验方法 杯式法
 - [2] GB/T 1038 塑料薄膜和薄片气体透过性试验方法 压差法
 - [3] GB/T 19633.1 最终灭菌医疗器械包装 第1部分:材料、无菌屏障系统和包装系统的要求
 - [4] GB/T 19789 包装材料 塑料薄膜和薄片氧气透过性试验 库仑计检测法
 - [5] GB/T 26253 塑料薄膜和薄片水蒸气透过率的测定 红外检测器法
 - [6] YY/T 0698(所有部分) 最终灭菌医疗器械包装材料
 - [7] YY/T 1286.1 血小板贮存袋性能 第1部分:膜材透气性能测定 压差法
-