



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1432—2016

通过测量热封试样的密封强度确定 医疗器械软性包装材料热封参数的 试验方法

Test method for determination of heatsealability of flexible webs of medical
devices as measured by seal strength

2016-01-26 发布

2017-01-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由全国医用输液器具标准化技术委员会(SAC/TC 106)归口。

本标准主要起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心。

本标准参加起草单位：济南兰光机电技术有限公司、山东恒信检测技术开发中心。

本标准主要起草人：董丹丹、钱承玉、张静。

通过测量热封试样的密封强度确定 医疗器械软性包装材料热封参数的 试验方法

1 范围

本标准包含实验室内对软性屏障材料进行热封以及为确定材料热封性而对热密封强度数据进行的处理和评价。本标准不包括对材料和生产设备的验证过程。

测试形成热封后的强度或其他性能的方法不包括在本标准范围内。

本标准适用于采用热杆封刀式热封机的热封。

本标准主要适用于预期在带往复式热封刀的市售机器上进行热封的包装材料,这类机器如成形-充填-密封(FFS)包装机、平板热封机等。这类机器的持续时间和热封压力条件不同于滚动式热封机。

本标准规定的与热封条件选择相关的程序适用于冷态密封强度(ultimate seal)或热态密封强度(hot tack)的测定。

本标准规定的方法适用于相同或不同包装材料间热封参数的确定。

注:单一包装材料结构可以是同质的也可以是多层的(共挤、有涂层的、复合等)。

本标准不包括通过判断密封连续性(漏气、染色液穿透、目测、微生物穿透等方法)来确定热封性。

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 2918 塑料试样状态调节和试验的标准环境

YY/T 0681.2 无菌医疗器械包装试验方法 第2部分:软性屏障材料的密封强度

3 术语

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

持续时间 dwell time

热封刀闭合,持续对被热封材料施加压力的时间段。

3.2

热封曲线 heatseal curve

持续时间和压力不变时,测得的密封强度对应于热封温度的曲线图。

注:这是比较材料密封性能的基本曲线。它描绘了持续时间不变时,剥开热封后试条至破坏所需的力,该力值为温度的函数。在曲线的较高热封温度部分受基材破坏的影响不可能准确表示密封强度。

3.3

热密封强度 heatseal strength

为剥开单位密封宽度的密封区域所需的力。

注:在很多密封强度的试验中,破坏不是发生在密封处,而是发生在基材或复合层处。在这些试验中,实际的热密封强度可能高于试样破坏时测得的力。有些材料预期设计成在复合层上发生破坏而不在热封界面处破坏,这

是为了获得诸如转移现象(transfer appearance)的其他特性。这种情况下,这种破坏是希望的结果,例如,熔合密封同质材料通常沿临近密封的一条线断开,而密封处则保持完整。

3.4

热封性 heatsealability

热塑性聚合物和混合物的性能。用以比较软包装材料表面在压力、温度和持续时间的应用条件下热封时,是否易于与同质或不同材料之间相结合。

注:材料的结合程度以密封强度(热封温度、时间和压力的函数)定量表示。由于热密封强度可在密封还处于热态时(热粘强度)或冷却并平衡后(冷态强度)测得,因此一个材料的热封性的完整评价可以包括这两项试验。

3.5

热粘强度 hot tack

在规定的热封循环完成后但密封处温度尚未降到环境温度的时间段测得的热态密封的强度。

注:热粘强度的试验方法见 YY/T 1433。

3.6

起封温度 seal initiation temperature

形成有效强度的热密封的热封温度。

3.7

热封界面 sealing interface

两个包装材料表面被热封的界面。

3.8

热封压力 sealing pressure

热封过程中热封刀作用于单位面积密封材料上的力。

注1:在持续时间内,热封压力通常从零升至稳态,然后再降至零。在初始阶段经常会有一个冲击峰值。很短的持续时间可能不会有稳态。有两个参数可用来表征压力变化。一个是计算得到的平均压力(不包括初期压力上升和末期的压力下降);另一个是最大压力值,该值不是出现在初始阶段,就是出现在后期。

注2:经常会把施加作用力的管道空气压力误认为热封压力。

3.9

热封温度 sealing temperature

控制热封刀的温度设定值,通常设定温度在数字上会高于材料表面温度。热封刀的实际表面温度是与材料接触的温度,该温度由能够产生所需表面温度的控制器设定。

3.10

冷态密封强度 ultimate seal strength

热密封处已冷却到环境温度且密封强度达到稳定后最终的密封强度值。

注:有些材料从熔化状态冷却直到降到环境温度以后的一个时间段内,其密封强度一直在发生变化。

4 意义和应用

可用本标准测定软包装材料表面或密封剂涂层的热封性。在应用中,材料不仅要有足够的密封强度的热密封表层,还要满足热封性以外的其他材料特性的要求(如选择特定结构和总厚度),这些特性将影响材料的热封性能。本标准可用来测量改变材料特性时对热封性的影响。

5 仪器(实验室热封仪)

5.1 热封刀

5.1.1 概述

热封刀应能形成平整的密封或具有相应的热封表面。如果只使用一个加热封刀,那么另一非加热

封刀宜覆盖一层垫料(如已知硬度的硅橡胶)。

5.1.2 封刀温度控制

每个封刀宜有独立的温度控制,控制单元的精密度宜已知且已校准。宜使用有足够范围的经校准的温度计对温度进行周期性验证。

5.1.3 加热封刀的覆盖层

抗粘连或可压缩的封刀涂层或覆盖层,如四氟乙烯(TFE)碳氟化合物、TFE 碳氟化合物/玻璃纤维布或拉伸聚酯(PET)膜,通常用于防止试样粘到热封刀上。厚的或热流阻材料会影响封刀至热封表面的热传导速度。为防止性能损失导致热封过程中不必要的温度波动,有必要周期性检查这些材料的质量。

可用已知硬度的硅橡胶或其他热阻橡胶作为非加热封刀的涂层或覆盖层。橡胶可由 TFE 碳氟化合物、TFE 碳氟化合物/玻璃纤维布或拉伸 PET 膜覆盖。为防止性能损失导致热封过程中不必要的温度波动,有必要周期性检查这些材料的质量。

5.1.4 封刀热封面

5.1.4.1 封刀热封面应对齐且平行。

5.1.4.2 密封刀上压力的均匀性可在环境温度下,通过驱动热封刀,用压力指示材料或仪器进行检查。

5.1.4.3 受温度作用的热封刀可能会因热膨胀而影响封刀热封表面的对齐和平行性。

5.2 持续时间

5.2.1 持续时间为变量控制,其读数的最小范围为 100 ms~10 000 ms。

5.2.2 封刀闭合时间宜直接测量(通过力传感器输出、微动开关、光学系统等)。

5.2.3 持续时间控制的精密度宜在±10 ms 以内。

5.3 热封压力

5.3.1 压力为变量控制,且有热封压力数据读出。

5.3.2 管道截面积已知时,气源管道上只有一个气压表的机器的热封压力可用式(1)计算:

$$p_{\text{seal}} = \left(\frac{A_{\text{line}}}{A_{\text{jaw}}} \right) p_{\text{line}} - p_{\text{w}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

p_{seal} ——热封刀的压力;

A_{line} ——进气管道横截面积;

A_{jaw} ——热封刀的面积;

p_{line} ——进气管道的压力;

p_{w} ——机械做功而造成的压力损失,通常难以精确计算。

5.3.3 当在压力下对材料进行热封时,非加热封刀上的硅橡胶会受到压缩。当对薄的且比封刀的长度短的材料进行热封时,压缩力足以使得封刀的整个面积保持接触。其结果是使压力分布于整个封刀表面,宜用该受压面积计算压力。当对厚的材料进行热封时,由于接触只发生在较厚材料的表面,宜只用密封区域的面积计算热封压力。

5.3.4 仅由一个气压表指示气源压力的机器,宜有一个热封压力和气源压力的对应表。

6 试样

6.1 试样数量应基于统计原理进行选择,以使其有适宜的代表性。当热密封强度在一系列热封温度下进行测量时,应有适宜的或商定的重复次数来确定每种材料在每一温度下的均值。当测量不是期望在系列温度下识别密封强度趋势的一部分时,重复测量的次数宜单独确定。

6.2 标记每个试片的横向和热封面。将需要热封的两片材料叠放,使两者的传输方向平行且热封面相对。使封刀在平行于机器方向或横向上热封各试样,记录样品方向。该热封过程宜在热封刀的同样位置上进行。随即垂直切下供进行密封强度试验的试条,使密封处于试条的中央,以便通过拉伸试条将密封剥开。

注:试样上的密封必须使密封处两端的长条足够长以跨过试验机夹具之间的距离。

6.3 也可在不同宽度的试片上进行热封,然后裁切一个试条进行强度试验。该宽度的强度试验的试条可以在机器方向裁切并热封,可以是相同材料的试条,也可以是不同材料的试条。热封后的试条无需再进行其他准备便可进行密封强度的测试。对比性测试宜只对以同样程序热封的试样进行。

6.4 一般试条宽度为 15 mm 或 25 mm。

注:优先采用 15 mm 试样宽度。若需要和国外方法和数据做对照,也可采用 25 mm(1 in)的试样宽度。

7 程序

7.1 校准和对齐

开始试验前,确保热封仪已校准,且封刀已平行对齐。

7.2 热封条件

7.2.1 概述

对于热封性试验(无论是冷态密封强度还是热粘强度),热封条件应在各类热封仪所规定的范围之内。

7.2.2 持续时间

持续时间对于热封界面必须足够长以达到封刀的设定温度。这取决于包装材料的厚度和封刀的结构等因素。典型的最小持续时间(不带防粘封刀覆盖物):

——材料厚度在 25 μm 以下:持续时间 500 ms(0.5 s);

——材料厚度在 25 μm ~64 μm :持续时间 1 000 ms(1 s)。

注:所需的最小持续时间可通过进行几次热封试验得到,见附录 A 的 A.2.1。A.2.2 给出的持续时间的确定通常适用于较厚的膜/纸或膜/箔结构,或应用防粘封刀覆盖物时。

7.2.3 热封压力

在 138 kPa~413 kPa(20 psi~60 psi)范围内设定压力。

注:压力对热密封强度影响的讨论参见附录 B。

7.2.4 包装材料的热封性

7.2.4.1 温度

每个封刀(包括非热封刀)温度设定的选择取决于数据的应用。在无异议的情况下,推荐将两个封

刀设定成相同的温度。

7.2.4.2 持续时间

将持续时间设定为所需的时间段。

如果持续时间设定得足够长以至于穿过包装材料的热流达到稳定,那么只要持续的时间长于该平衡持续时间,该材料的密封强度就与持续时间无关。

7.2.4.3 热封压力

压力设定在 138 kPa~413 kPa(20 psi~60 psi)范围内,或其他取决于特定应用的水平上。

注:压力对热密封强度影响的讨论参见附录 B。

7.2.4.4 封刀结构

用于覆盖热封刀的涂层或覆盖层宜是模拟商业应用中的最具可操作性的方式。当缺乏这方面的特定信息时,推荐使用覆盖有 TFE 碳氟化合物/玻璃纤维布的平的钢制封刀。

7.2.5 试样向封刀上粘连

有热封表面(熔化区明显低于其反面)的试样在大多数所要求的热封温度范围内通常能够用裸金属封刀进行直接热封。例如,对聚酯(PET)/低密度聚乙烯(LDPE)与尼龙/低密度聚乙烯(LDPE)热封。

如果试样整体都是同质材料,或外层结构相同的多层材料,则热封周期内将其夹在折叠的 10 μm ~15 μm 聚酯膜内以防止其粘在封刀上。或者,在封刀上覆盖 75 μm TFE 碳氟化合物/玻璃纤维布或带。覆盖层宜根据 7.2.4.4 选择。

7.3 热封曲线

7.3.1 为了建立曲线,温度通常以 5 $^{\circ}\text{C}$ ~10 $^{\circ}\text{C}$ 的间隔递增,但在确定极点或其他特征时,需要较小的间隔。第一个温度点通常在起封温度附近。试验通常使温度由低到高持续进行,直到包装材料产生严重的拉伸、变形、收缩或烫破。

注:附录 C 给出了两种材料热封曲线的实例。

7.3.2 基于统计原理确定试样的数量,并使其具有适当的代表性。

7.3.3 试验可使温度和热封压力保持不变,用持续时间作为自变量。

7.4 状态调节

如果试验前的状态调节合适、正常且可行,那么将试样在(23 $\pm$ 2) $^{\circ}\text{C}$,相对湿度(50 $\pm$ 5)%条件下至少调节 24 h。状态调节参见 GB/T 2918。

7.5 强度试验

密封强度试验应在其强度不再随时间变化时进行。见 YY/T 0681.2 试验方法。

7.6 单点测试(质量控制检验)

温度选择指南见附录 A 的 A.1。

8 报告

报告应有包括试样在内的以下信息:

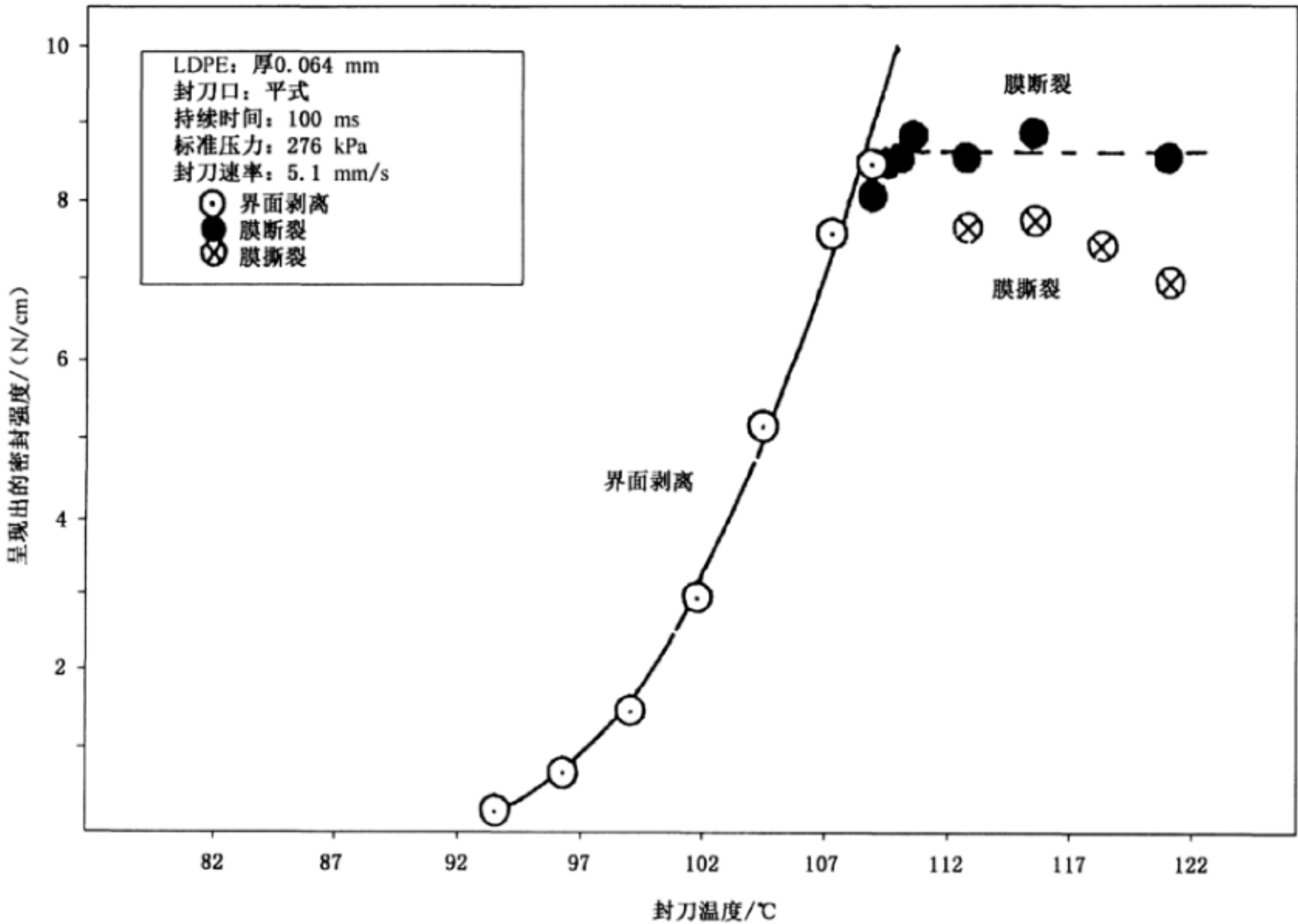
- a) 一般信息
- 热封日期；
 - 操作者；
 - 热封仪,种类和型号；
 - 热封刀数量以及各封刀涂层或覆盖层类型；
 - 环境温度和湿度,若适用。
- b) 被热封材料的完整识别,若适用。
- c) 试样的厚度和宽度和包装材料结构,若适用。
- d) 相对于机器方向的密封方向。

e) 数据表

用 YY/T 0681.2 试验方法对热封后试样的强度进行测试后,制作一个数据表,其内容包括热封条件、每次试验的破坏力和破坏模式。还要给出各试验的算术平均值和标准差。

f) 热封曲线

绘制每种材料的热封曲线。如适宜,可在图上标出单破坏模式或破坏模式的变化(图 1)。可以在同一图中示出不同材料的几条曲线,以便于进行比较。



注：图 1 是低密度聚乙烯的热封曲线。该图表明,在开始形成密封后的初期,密封初始期过后密封强度一般随温度升高而增加,呈现出一种剥离破坏的模式。随着热封温度增至聚合物的熔化区,密封不能再被剥开,反而因受拉伸的破坏力而使包装材料受到破坏。曲线不再上升,此处的破坏力相对于密封破坏段有较低的重复性。在曲线的这段区域内,密封强度可能大于观察到的强度值。

图 1 LDPE 膜密封的破坏模式

附录 A (规范性附录)

关键热封温度和持续时间的识别

A.1 单点测试

为了进行质量控制试验,宜从热封曲线上识别出一个关键热封温度,在该温度下该材料的所有试验都要做。该试验点宜基于材料应用要求来选取。

A.2 持续时间

A.2.1 概述

在选定了封刀温度后,持续时间增加时,热密封强度从零升至某一个值(该材料和该温度所确定),随后保持稳定(图 A.1)。强度/温度曲线上的稳定区的任何持续时间宜是可采用的,这是因为在该范围内界面处的温度达到了封刀温度。应避免采用过长的持续时间。

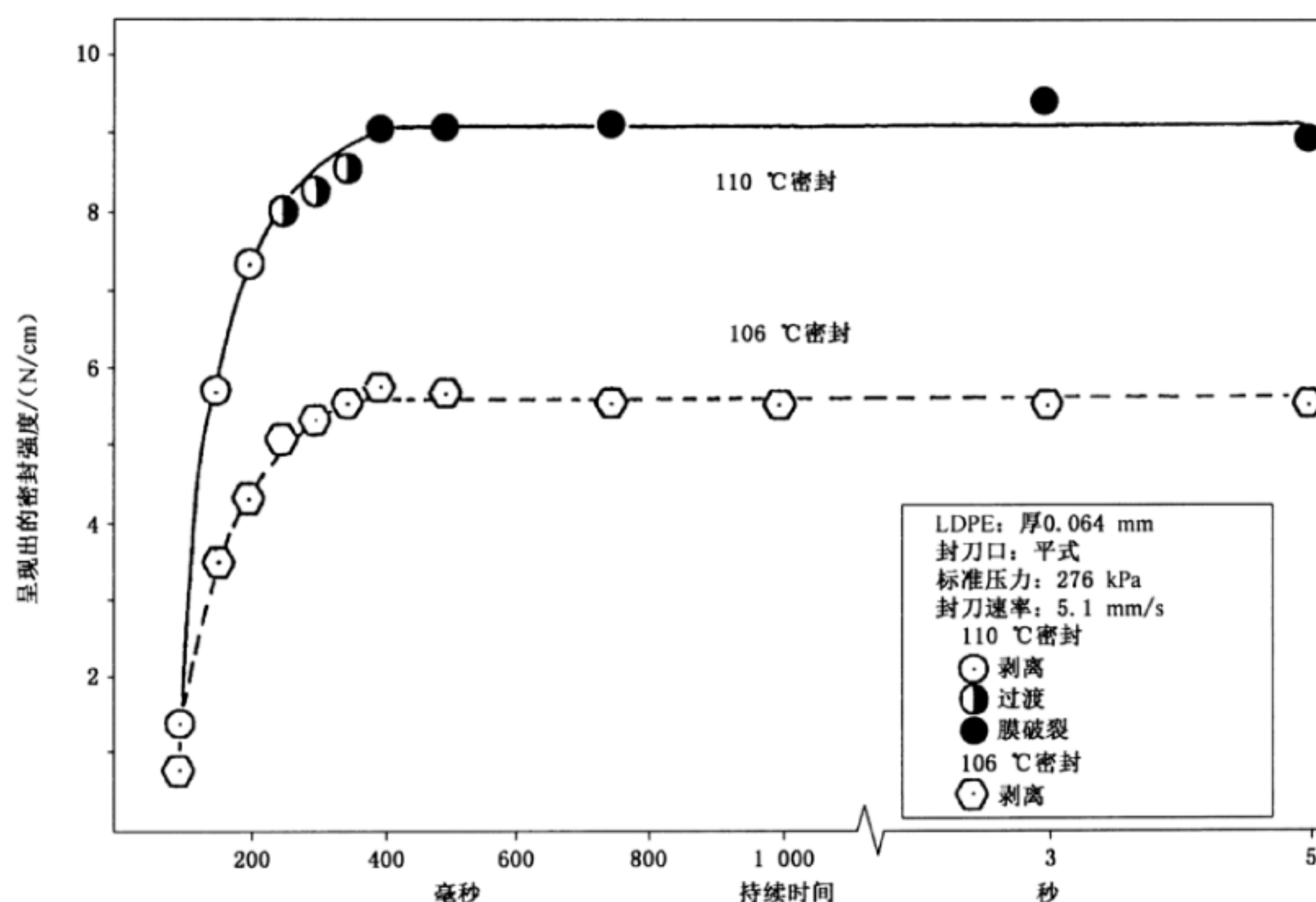


图 A.1 持续时间对 LDPE 膜密封强度的影响

A.2.2 持续时间的确定

对厚材料和带纸或箔的结构,将封刀温度设定至一能形成剥离密封的水平。在不断增加的持续时间内进行密封,例如,1 s,2 s,4 s,6 s,并且测量其密封强度直至连续测试达到基本相等。密封强度不再增加的最短持续时间为平衡时间。

附 录 B
(资料性附录)
热封压力的影响

B.1 无论试验结果的文献报道还是理论依据都表明,在某些条件下热封压力对热密封强度几乎无影响。首先,足够的压力须作用于包装材料上使其尽量平整,且使整个密封区域密切接触。其次,在密封的聚合物表面熔点之上,压力会使材料向外流动,导致密封边缘产生不期望的厚度增加。第三,对于遇热收缩的材料,热封压力对密封强度会有显著影响,这可能与持续时间内保持两表面静态接触相关。

B.2 用平板金属封刀进行密封时,封刀热封表面平行度的微小偏离会使得某些区域压力偏低,使这些区域表面接触不充分而不能实现密封。这能够通过用 5.1.1 中提到的橡胶覆盖封刀表面来得到解决,但仍要保持其表面的温度控制。

附录 C
(资料性附录)
热封性实例

图 C.1 和图 C.2 给出了两种复合材料热封曲线的示例。

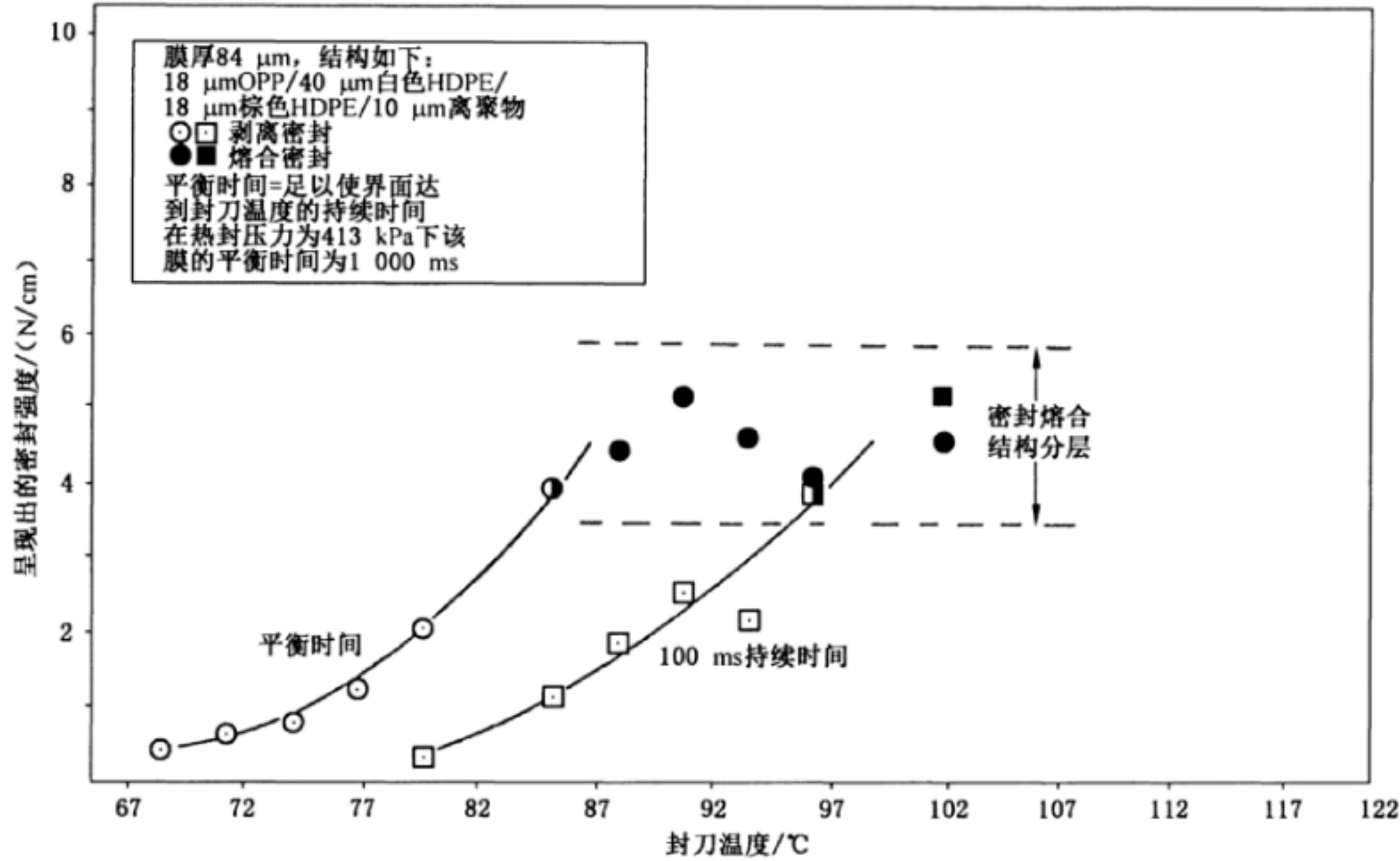


图 C.1 热封性实例 1

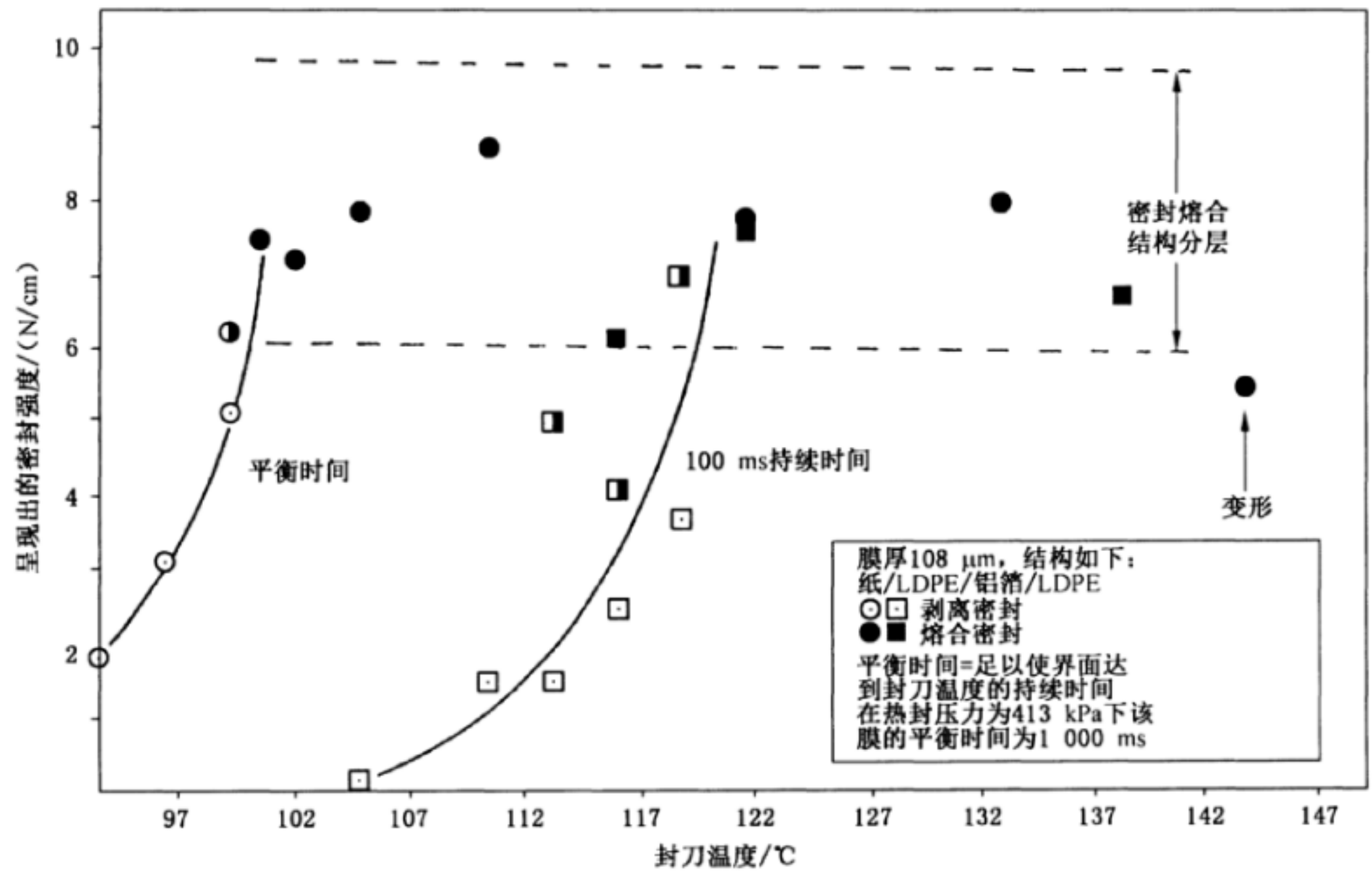


图 C.2 热封性实例 2

参 考 文 献

- [1] YY/T 1433 医疗器械软性包装材料热态密封强度(热粘强度)试验方法
-