



中华人民共和国国家标准

GB 7544—2009/ISO 4074:2002
代替 GB 7544 · 2004

天然胶乳橡胶避孕套 技术要求与试验方法

Natural latex rubber condoms—Requirements and test methods

(ISO 4074:2002, IDT)

2009-12-15 发布

2010-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 I

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 质量验证 2

5 设计 3

6 爆破体积和压力 3

7 稳定性和储存期试验 4

8 针孔 5

9 可见缺陷 5

10 包装完整性..... 5

11 包装和标志..... 5

12 检验报告..... 6

附录 A（规范性附录） 适用于数量足够及转移规则连续生产批的合格判定抽样方案 7

附录 B（资料性附录） 适用于孤立生产批合格判定抽样方案 8

附录 C（规范性附录） 单个包装避孕套润滑剂总量的测定 9

附录 D（规范性附录） 长度的测定 10

附录 E（规范性附录） 宽度的测定 11

附录 F（规范性附录） 厚度的测定 12

附录 G（规范性附录） 爆破体积和压力的测定 14

附录 H（规范性附录） 避孕套的热空气老化..... 16

附录 I（规范性附录） 避孕套试片扯断力和拉断伸长率的测定 17

附录 J（规范性附录） 储存期的测定— 实际时间稳定性研究 19

附录 K（资料性附录） 加速老化研究分析和应用指南 21

附录 L（规范性附录） 针孔试验 24

附录 M（规范性附录） 包装完整性试验..... 28

附录 N（规范性附录） 试验报告 29

附录 O（资料性附录） 爆破体积和压力充气装置的校验 30

附录 P（资料性附录） 说明 33

参考文献 36

前 言

本标准的第6章、第8章、第9章、第10章与5.3、7.2、11.1、11.2为强制性的,其余为推荐性的。

本标准等同采用ISO 4074:2002《天然胶乳橡胶避孕套 技术要求和试验方法》(英文版)和《天然胶乳橡胶避孕套要求和试验方法 技术勘误1》(ISO 4074 Technical Corrigendum1-2003.11.1)与《天然胶乳橡胶避孕套要求和试验方法 技术勘误2》(ISO 4074 Technical Corrigendum2-2008.4.15)。

本标准代替GB 7544—2004《天然胶乳橡胶避孕套技术要求和试验方法》。

本标准采用翻译法。

本标准与GB 7544—2004相比主要变化如下:

- 将“合格质量水平 AQL(acceptable quality limit)在抽样检查中,认为可以接受的连续提交检查批的过程平均上限值。”修改为“接收质量限 AQL(acceptable quality limit)当一个连续系列批过程被提交验收抽样时,可允许的最差过程平均质量水平。”(见3.1);
- 在3.2后增加了“注:如果消费者根据形状、包装等将某些器械看作避孕套的话,则应符合本标准的要求。”(见3.2);
- 将失效日期的定义“超过该日期避孕套将不能使用”修改为“标识超过该日期避孕套将不能使用的日期。”(见3.4);
- 将识别码的定义“制造商在消费包装上使用的数字或由数字、符号或字母的组合,以能唯一识别单个避孕套包装上的批号,也可用于从包装和分发的整个阶段来追溯这些避孕套的批次。”修改为“制造商在消费包装材料上识别包装中有不同批号单个避孕套的数字、符号、字母或组合,从编码中可以追溯产品由包装到分发整个过程。”(见3.5);
- 将单个包装的定义“仅包含一只避孕套的包装”修改为“单个避孕套的直接包装”(见3.6);
- 将检查水平的定义“批大小与样本大小间的关系。”修改为“批量与样本量之间的关系。”(见3.7);
- 将3.10中注“批检验可限于那些批与批之间有变化的参数。”修改为“批检验仅限于批与批之间某些参数发生变化。”(见3.10);
- 将抽样方案的定义“规定的方案表明了……的标准(可接收的和拒收的数量)。”修改为“所使用的样本量和有关批接收准则的组合。”(见3.12);
- 将“为了从GB/T 2828.1……和使用质量控制的一部分。”修改为“应给定产品批量才可能从GB/T 2828.1查找到用于检验的样品数。不同的生产商其规定的批量不会相同。生产商将批量作为过程和质量控制的参数之一。”(见第4章);
- 将“如果对厚度有规定,应按附录F中的方法进行测量。”修改为“如果规定厚度,应按附录F中给出的方法进行仲裁。”(见5.3.3);
- 将“按附录G进行试验时,爆破压力不小于1.0 kPa,爆破体积(化整为0.5 dm³)不小于:”修改为“按附录G进行试验时,爆破压力应不小于1.0 kPa(超强避孕套为2.0 kPa,见6.2.2),爆破体积应不小于:”(见6.1);
- 删除国家标准GB 7544—2004中6.2“经过老化的避孕套的批检验”(前版6.2)的全部内容;
- 将“按附录G进行试验时,其爆破压力的最小值不低于2.0 kPa,爆破体积应符合6.1要求。”修改为“按附录G进行试验,爆破压力应由6.1规定的压力增加至2.0 kPa。”(见6.2.2);
- 将“临床数据应证实,超强避孕套与由同一制造商正常生产销售的避孕套在随机的、双倍试用相比较,其破损率大大地减少。作为参照的避孕套应满足本标准的要求且中部单层厚度大于

- 0.060 mm。”修改为“当进行同一制造商生产的超强避孕套与进入市场正常避孕套的比对试验时,临床数据应由统计学证实,超强避孕套的破损率显著地降低。该参照避孕套应符合本标准(GB 7544)的要求且中部单层厚度应大于 0.060 mm。”(见 6.2.3);
- 删除 6.2.3 中“(备用)”字样(见 6.2.3);
 - 将“用以支持由制造商声明的储存期的数据,对有关的权威机构和直接消费者应是可利用的。”修改为“制造商应按照权威机构和直接销售商要求,提供支持其声称储存期的数据。”(见 7.1);
 - 将“对于市场上现有的避孕套,在本标准出版时,产品被销售之前,符合附录 J 的要求,且符合当地规定要求的温度的实际时间数据是可接受的,以证实储存期声明。”修改为“对于本标准出版时还在市场上流通的避孕套,其实际时间储存期要符合附录 J 的要求,应在产品销售地区的环境温度下,按接收水平对其声称的储存期进行验证。”(见 7.1);
 - 将“只有满足本标准,除 11.2 和 11.3 外要求的所有批,才可用于本试验。”修改为“只有满足本标准第 5 章,6.1,6.2.2 与第 8、9、10 章要求的批才适用于本试验。”将“……试验条件为 $(168 \pm 5)\text{h}$ ……”修改为“……试验条件为 $(168 \pm 2)\text{h}$ ……”(见 7.2);
 - 将“在标准出版时……或被制造商的管理机构加以规定。”修改为“在本标准实施时,还没有一个非常有效或应用广泛的分析方法被用作标准方法来证明加速老化稳定性研究的设计是可行的。但已有几个相近的加速老化数据的分析方法。因制造商和管理机构积累了实际时间数据,可以预料本标准的下一修订版将会提出普遍一致的方法。届时,可以用多种方法分析加速老化的数据结果或由制造商的管理机构作出规定。”(见 7.4);
 - 删除表 A.1、表 B.1 中的“老化后”(见表 A.1、表 B.1);
 - 在 F.3.8 注最后增加“但仲裁时,该方法不适用。”(见 F.3.8);
 - 将图 G.1 中的“R5”修改为“R0.5”(见图 G.1);
 - 将“热空气老化是用于调节避孕套来进行批试验和测定储存期,本附录说明了热空气老化的方法。”修改为“用热空气老化调节受检批避孕套以测定其储存期,本附录规定了热空气老化方法。”(见 H.1);
 - 将“热老化箱,ISO 188 中规定的两种之中的任一种,除 ISO 188 中要求的空气循环和可悬挂单个包装外,没有其他要求。”修改为“热老化箱,ISO 188 中规定的任一种类型,除对 ISO 188 中规定的空气循环和单个包装的悬挂不作要求。”(见 H.2);
 - 将拉伸强度公式修改为:“拉伸强度 $= \rho \cdot F_b \cdot W/m$ 式中 ρ 为乳胶橡胶密度。”(见 I.5.2);
 - 将“当确定避孕套符合本标准中第 5 章,6.1,6.2,第 8 章,第 9 章的要求后,应将足够的避孕套放置于受控的环境条件下调节,以便:”修改为“当确定避孕套符合本标准第 5 章,6.1,6.2.2,第 8、9、10 章要求后,应将足够数量的避孕套放置于受控的环境条件下调节,以便:”(见 J.2.1);
 - 将“根据附录 H 在 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的受控环境下进行调节。”修改为“按附录 H 的条件或在 $(30 \pm \frac{1}{2})^\circ\text{C}$ 的受控环境下调节样品。”[见 J.2.2 b)];
 - 将“试验报告包括以附录 N 规定的内容且符合附录 F 的指标要求”修改为“除满足附录 N 规定和附录 G 的相应要求外,试验报告还应包括:”(见 J.4);
 - 删除“和分布曲线”[见前版 J.4 b)];
 - 将“加速老化研究……对预言储存期的研究的分析准则。”修改为“可用加速老化研究估测预定储存期。本附录为通用草案,除同时进行实际时间研究外,可用于指导加速老化研究、估测投放市场产品的储存期,也可作为分析预定储存期研究的指南。”(见 K.1);
 - 在“K.2 指导加速老化研究的步骤”中第一段前增加“只有满足本标准第 5 章,6.1,6.2.2,第 8、9、10 章要求的批才适用于本试验。”(见 K.2);
 - 删除“另一种方法已出版作为 P&K 方法。”(见 K.3);

——将“避孕套的储存期一经评估,则必须证实从三批中选取的避孕套在完成相当于 30℃下储存期热老化试验后能够符合 6.1 的要求。为方便起见,老化温度可选择 70℃和 50℃,如果在这两个温度下的老化时间等于或超过 70℃下的 7 d 和 50℃下的 90 d,则这一试验也可用来验证 7.1 的要求。”修改为“一旦估测避孕套储存期,则必须证实从三批中抽取的避孕套在完成相当于设定 30℃下储存期热老化试验后还能符合 6.1 的要求。为方便起见,可选择 70℃和 50℃老化温度,如果在这两个温度下的老化时间为:70℃时等于或超过 7 d,50℃时达到 90 d,则也可用该试验验证 7.1 的要求。”(见中 K.4);

· 将“ R ——气态常数(8.314 32 J/K)”修改为“ R ——气态常数[8.314 J/(mol·K)]”(见 K.5.1);

——在 L.2.2.4 句末增加“例如弹簧纸夹。”(见 L.2.2.4);

——删除“(参见附录 P)”(见 M.2.1);

——将公式“ $Q=q \cdot \sqrt{\frac{P_0 \cdot T_m}{P_m \cdot T_0}}$ ”修改为“ $Q=q \sqrt{\frac{P_0 T_m}{P_m T_0}}$ ”(见 O.11);

——将“用拉力机测量的扯断力,应大于 100 N,……”修改为“使用拉力机测试的平均扯断力应大于 100 N,……”(见 P.3);

· 在 P.10 中删除 a) 条内容,重新排列(见 P.10);

· 将参考文献中引用资料按国家标准、行业标准、国际标准、国外先进标准的顺序排列。

本标准的附录 A、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H、附录 I、附录 J、附录 L、附录 M 和附录 N 为规范性附录,附录 B、附录 K、附录 O 和附录 P 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会胶乳制品分技术委员会(SAC/TC 35/SC 4)归口。

本标准起草单位:江阴嘉乐威胶乳制品有限公司、中橡集团株洲橡胶塑料工业研究设计院、江阴出入境检验检疫局、桂林乳胶厂、广州广橡企业集团有限公司双一乳胶厂、武汉杰士邦卫生用品有限公司。

本标准主要起草人:徐永平、郭平、毛界红、刘斌、谢志水、顾冬梅、邓一志。

本标准历次版本发布情况为:

——GB 7544 1987、GB 7544 1992、GB 14830 1993、GB 7544.1 1999;

——GB/T 6762.1 1986,GB/T 6762.1—1992,GB/T 7544.2 1999;

GB/T 6762.2—1986,GB/T 6762.2 1992,GB/T 7544.3 1999;

——GB 6762.3 1986,GB/T 6762.3—1992,GB/T 7544.5 1999;

GB 6762.4—1986,GB/T 6762.4 1992,GB/T 7544.6—1999;

——GB 7545—1987,GB/T 7545—1992,GB/T 7544.7 1999;

——GB 7546—1987,GB/T 7546—1992,GB/T 7544.9—1999;

——GB 6762.5—1986,GB/T 6762.5—1992,GB/T 7544.10—1999;

GB 7544—2004 代替 GB 7544.1—1999、GB 7544.2—1999、GB 7544.3—1999、GB 7544.5—1999、GB 7544.6—1999、GB 7544.7—1999、GB 7544.9—1999、GB 7544.10—1999。

引 言

已经证实,完好无缺的胶乳膜会起到隔离人体免疫缺陷病毒(HIV)、性传播疾病(STIs)的传染介质和精子的作用。为确保避孕套有效避孕,防止 STIs 的传播,最基本的要求在于避孕套要具有适宜的阴茎尺寸、无针孔,具有使用中不产生破裂足够的物理强度,使用适宜的包装保护储存期内的产品,采用恰当的标识方便消费者使用。所有这些问题在本标准中都予以涉及。

产品在正常储存或使用过程中,避孕套和生产中所使用的任何润滑剂、添加剂、敷料、单个包装材料或粉末物应既不含有也不释放足以产生毒性、过敏、局部刺激或其他危害。应参照 GB/T 16886/ISO 10993 中规定的试验方法对避孕套的安全性、尤其是局部刺激和致敏的风险进行评估。

避孕套为医疗器械。因此,应在良好的质量管理体系运行下进行生产。应参照 GB/T 19000/ISO 9000 族和 YY/T 0316 /ISO 14971 以及相关标准:YY/T 0287 /ISO 13485 或 ISO 13488 其中的某一标准,建立适合于自身发展的质量管理体系。

避孕套是非无菌医疗器械,制造商应采取相应的措施,将生产和包装过程中产品的微生物污染降至最小。

GB 7544—1987 第一版要求制造商对新型或改进的避孕套在产品投放市场前进行稳定性试验,以确定储存寿命,并开始要求进行实际时间稳定性试验研究。第 7 章中规定了这方面的要求。可以将实际时间稳定性试验作为制造商对其上市产品进行监管要求的部分内容。利用这些要求来保证制造商在产品投放市场之前具有足够的数据支持其声称储存寿命,管理方、第三方实验室和购买方可获得这些数据进行评审。也可作为约束第三方进行长期稳定性研究的要求。

SAC/TC 35/SC 4 已申报本标准应用指南国家标准项目(等同采用 ISO 16038:2005)。

本标准对制造商声称“超强”产品的拉伸性能也作出要求(扯断力)。附录 I 为测定扯断力和拉断伸长率的试验方法。可用于制造商质量体系 and 购买方合同十分特别的场合。

附录 P 为本标准章节技术说明的背景材料。附录 P 中章节与正文中的一一对应。

天然胶乳橡胶避孕套 技术要求与试验方法

1 范围

本标准规定了由天然胶乳制造、提供消费者用于避孕和有助于防止性传播疾病的避孕套的最低技术要求和试验方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限（AQL）检索逐批检验抽样计划（GB/T 2828.1—2003, ISO 2859-1:1999, IDT）

YY 0466 医疗器械 用于医疗器械标签、标记和提供信息的符号（YY 0466—2003, ISO 15223:2000, IDT）

ISO 188 硫化橡胶或热塑性橡胶热空气加速老化和耐热试验

EN 980 用于医疗器械标签的图解符号

3 术语和定义

GB/T 2828.1 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

接收质量限 AQL acceptable quality limit

当一个连续系列批过程被提交验收抽样时，可允许的最差过程平均质量水平。

注：过程平均描述见 GB/T 2828.1。

3.2

避孕套 condom

消费者在性交时戴在阴茎上用于避孕和防止性传播疾病的医疗器械。

注：如果消费者根据形状、包装等将某些器械看作避孕套的话，则应符合本标准的要求。

3.3

消费包装 consumer package

分发（销）到消费者的单个或多个单个包装构成的包装。

3.4

失效日期 expiry date

标识超过该日期避孕套将不能使用的日期。

3.5

识别码 identification number

制造商在消费包装材料上识别包装中有不同批号单个避孕套的数字、符号、字母或组合，从编码中可以追溯产品由包装到分发整个过程。

注：当消费包装中仅为一种类型的避孕套时，识别码和批号可以一致，如果消费包装中包装的是不同类型的避孕套，例如不同形状或颜色的避孕套，则识别码将不同于批号。

3.6

单个包装 individual container

单个避孕套的直接包装。

3.7

检查水平 inspection level

批量与样本量之间的关系。

注：详细描述见 GB/T 2828.1。

3.8

批 lot

在相同要素下生产的避孕套的集合。其要素是指：避孕套的设计、颜色、形状、规格、胶乳配方相同，同一规定的原材料，在基本相同的时间内采用相同工艺和通用设备进行生产的产品，使用的润滑剂和任何其他添加剂相同，单个包装类型相同。

注：本标准不规定批量，但采购商在采购合同中可以给定批量。注意的是批量太大将会增加产品在分发和控制中的难度，建议单一生产批量最多为 500 000。

3.9

批号 lot number

制造商用作识别某一批单个包装产品批次的编码，由数字或数字串、符号或字母的组合构成，从编码中可以追溯产品从制造到包装整个过程的批次。

注：进行检验时，应按批号抽样，而不是按识别码。见第 4 章要求。

3.10

批检验 lot test

对一批产品进行合格评定的检验。

注：批检验仅限于批与批之间某些参数发生变化。

3.11

不可见针孔 non-visible hole

经正常或矫正视力目视，避孕套上存在不可见的小孔。但用水充入避孕套并在吸水纸上滚动，可观测到。

3.12

抽样方案 sampling plan

所使用的样本量和有关批接收准则的组合。

3.13

储存期 shelf life

从制造之日到失效日期之间的时间。

3.14

可见针孔 visible hole

经正常或矫正视力目视，避孕套上存在明显可见的小孔或撕裂。

4 质量验证

避孕套为大批量生产的产品，单个产品间不可避免会存在差异，每一生产过程中都可能有少数避孕套不能满足本标准的要求。另外，本标准中的主要试验方法为破坏性试验。因此，使用本标准从一批或连续批中抽取具有代表性的样品进行产品一致性检验是唯一可行的办法。GB/T 2828.1 给出了基本抽样方案，应参照 ISO/TR 8550，选择相应的抽样体系、抽样表或抽样方案对不连续批产品进行检验。

如果需要对避孕套质量进行验证，建议相关部门不应只注重成品的评审，还应重视生产商的质量体

系。应重视 GB/T 19000 族(参见参考文献)覆盖其整个质量体系的条款。

应选择倾向于保护消费者的可接收水平抽样方案,附录 A 和附录 B 为适宜的抽样方案。

- a) 附录 A 中基于 GB/T 2828.1 的抽样方案,最适用于生产或采购商进行连续批产品的一致性检验。当避孕套质量出现下降时,要将所有的消费者保护水平转移到加严检查水平。对于起初检验的两批产品,采用加严转移规则不可能保证全部都安全,但随着连续批数量的增加,检验质量则会逐渐变得更为有效。当检验的批数为 5 个及以上时,建议采用附录 A 中的抽样方案。
- b) 附录 B 中基于 GB/T 2828.1 的抽样方案,建议用于孤立批产品的检验,附录 B 中抽样方案提供的消费者保护水平与附录 A 及其转移规则连同并用时的水平大体相同。当检验批数少于 5 批时,建议使用该抽样方案进行产品检验,例如存在争议、用于比对、型式检验、质量鉴定或生产时间短的连续批。
- c) 抽样前应以文件形式制定处理和储存条件。

应给定产品批量才可能从 GB/T 2828.1 查找到用于检验的样品数。不同的生产商其规定的批量不会相同。生产商将批量作为过程和质量控制的参数之一。

5 设计

5.1 卷边

避孕套的开口端为卷边,且应符合第 9 章的规定。

5.2 润滑剂

如果包装袋中润滑剂的存有量有规定,则应按附录 C 中的方法测定。

附录 C 同样适用于有粉避孕套(基本原理参见附录 P 中 P.7)。制造商或采购商也可以使用该方法来规定润滑剂用量水平。

5.3 尺寸

5.3.1 长度

从每批中抽取 13 只避孕套,每只长度应不小于 160 mm,按附录 D 进行试验。

5.3.2 宽度

从每批中取 13 只避孕套,每只宽度应在制造商标称值 ± 2 mm 范围内,按附录 E 进行试验。

应在距开口端 35 mm 内的最窄处测定宽度,或在相同范围内按制造商规定的部位进行。

注:可以同时进行 6.1 中用于爆破体积所需的宽度测量。

5.3.3 厚度

如果规定厚度,应按附录 F 中给出的方法进行仲裁。

6 爆破体积和压力

6.1 未处理的避孕套

按附录 G 进行试验,爆破压力应不小于 1.0 kPa(超强避孕套为 2.0 kPa,见 6.2.2),爆破体积应不小于:

——16.0 dm³,避孕套宽度小于 50.0 mm;或者

18.0 dm³,避孕套宽度大于或等于 50.0 mm 且小于 56.0 mm;或者

——22.0 dm³,避孕套宽度大于或等于 56.0 mm。

避孕套宽度是指按附录 E 在距其闭口端(75 $\pm$ 5)mm 处所测量 13 只避孕套的平均宽度(参见附录 P)。

每批不合格避孕套的接收质量限 AQL 为 1.5。

不合格避孕套是指体积、压力或两者都不符合要求或者存在任何泄漏的避孕套。

6.2 超强

6.2.1 概述

如果制造商声称某一特殊品牌的避孕套具有足够的强度或暗指某一特殊品牌的避孕套其强度比普通类型的高,使用中起到超强保护或安全,则应使用本条针对超强避孕套而规定的附加要求(参见附录 P)。

6.2.2 机械性能要求

按附录 G 进行试验,爆破压力应由 6.1 规定的压力增加至 2.0 kPa。

按附录 I 进行试验,从每批中随机选取的 13 只避孕套扯断力的最小平均值应达到 100 N。

6.2.3 临床数据的要求

制造商应以临床数据证实超强,或者按 11.2.3.2 在避孕套包装上加以明显标识。

当进行同一制造商生产的超强避孕套与进入市场正常避孕套的比对试验时,临床数据应由统计学证实,超强避孕套的破损率显著地降低。参照避孕套应符合本标准(GB 7544)的要求且中部单层厚度应大于 0.060 mm。

可用的参考资料是 ISO 14155 或 EN 540 和 ISO 16037。

7 稳定性和储存期试验

7.1 总则

制造商应在标明储存期之前,按本标准 6.1 的要求对避孕套储存期进行验证。储存期不应超过 5 年(参见附录 P)。

制造商应按照权威机构和直接销售商要求,提供支持其声称储存期的数据。

在一种新型或改型的避孕套投放市场之前,其产品应满足以下要求:

——按 7.2 要求对避孕套的最低稳定性进行试验。

按 7.3 的实际时间研究方法确定将要实行的储存期。

——在没有完成实际时间研究之前,应按 7.4 估测储存期。

注 1: 改型避孕套的设计是指在配方、加工过程或单个密封包装方面之一产生了显著变化。

注 2: 按 7.1 要求,并不是指产品的储存期已得到确定。

应在平均动态温度 30 °C 的气候条件下估测储存期(7.4),用于估测储存期的避孕套可以是用于确定实际时间储存期(7.3)同一生产批的产品。

对于本标准出版时还在市场上流通的避孕套,其实际时间储存期要符合附录 J 的要求,应在产品销售地区的环境温度下,按接收水平对其声称的储存期进行验证。

7.2 最低稳定性要求

除 11.2 和 11.3 外,按本标准附录 B 的抽样方案检验三批避孕套。

只有满足本标准第 5 章,6.1,6.2.2 与第 8、9、10 章要求的批才适用于本试验。

按附录 H 对单个独立密封包装的样品进行老化试验,一组试验条件为(168±2)h(1 周)、温度(70±2)°C,而另一组试验条件为(90±1)d、温度(50±2)°C。在老化期结束时,取出避孕套,按附录 G 和 6.1 要求进行爆破性能试验。

试验报告的内容应包括附录 G 和附录 N 的要求。

注: 可以从估测储存期(7.4)的研究中得到 7.2 要求的一致性检验数据。

7.3 按实际时间稳定性研究测定储存期的步骤

按附录 J 检测的避孕套应符合 6.1 的要求。

如果实际时间数据比按(7.4)加速老化试验得到的声称储存期短,制造商应通报有关管理机构和直销商。制造商应按实际时间研究更改产品的声称储存期。在任何情况下,储存期不应超过 5 年。因为投放市场的避孕套,其实际时间稳定性研究将在整个储存期内才能完成。

7.4 按加速老化稳定性研究估测储存期

在没有完成实际时间研究之前,应进行加速老化稳定性研究估算储存期。

在本标准实施时,还没有一个非常有效或应用广泛的分析方法被用作标准方法来证明加速老化稳定性研究的设计是可行的。但已有几个相近的加速老化数据的分析方法。因制造商和管理机构积累了实际时间数据,可以预料本标准的下一修订版将会提出普遍一致的方法。届时,可以用多种方法分析加速老化的数据结果或由制造商的管理机构作出规定。

在附录 K 中,列出了加速老化研究的方法和数据分析,从研究中得出的数据将说明避孕套在 30 °C 下标明的储存期满足 6.1 中的要求。

8 针孔

按附录 L 的任一方法试验,每批可见和不可见针孔以及撕裂的避孕套总和的接收质量限 AQL 为 0.25。

9 可见缺陷

按附录 L(L.2.3.3,L.3.3.4),每批可见缺陷的接收质量限 AQL 为 0.4。

10 包装完整性

当消费者或管理机构提出要求时,制造商或供应商应根据附录 M 的试验方法提供包装完整性资料。每批接收质量限 AQL 为 2.5。

11 包装和标志

11.1 包装

每个避孕套应单个包装。可将一个或多个单个包装在另一包装材料中作为消费包装。单个包装或消费包装或两者应不透光,但已经包装或正在包装即使是提供给消费者的单个包装的避孕套,其包装应防止避孕套受到光照。

如果在避孕套上或与避孕套直接接触的包装上的任何部分使用了作标记用材料(如油墨),其材料不应应对避孕套有任何损害作用或有害于使用者。

单个包装和其他任何包装应防止避孕套在运输和储存期间受到损害。

单个包装和其他任何形式的包装都应设计成打开包装时不破坏避孕套。单个包装的设计应容易撕开(原理参见附录 P)。

11.2 标志

11.2.1 符号

如果包装、某些信息和促销材料用到了符号,其符号应满足 YY 0466 或 EN 980 的要求。

11.2.2 单个包装

每一单个包装应至少包含以下内容:

- a) 制造商或分销商的识别标识(参见附录 P);
- b) 制造商的可追溯的标识(例如批号);
- c) 失效日期(年,月),年份应为四位数字,月份应以两位数字或以字母表示(参见附录 P)。

11.2.3 消费包装

11.2.3.1 总则

消费包装外部应至少使用产品销往国家的至少一种官方语言或按销往国家的规定标明下列内容:

- a) 避孕套描述,包括是否有储精囊,如果避孕套为彩色或有花纹的也应说明。
- b) 避孕套数量。

- c) 避孕套标称宽度。
- d) 制造商或分销商名称、商标和地址,由不同国家和地区的要求而定(参见附录 P)。
- e) 失效日期(年,月),年份以四位数字表示,月份以字母或两位数字表示。如果某一消费包装中包含有不同批次的避孕套,应标明最早的失效日期。
- f) 标明避孕套应储存在凉爽干燥、不受阳光直射的地方。
- g) 如果单个包装是透明的,应储存在不透明的消费包装内。
- h) 不论避孕套是加了润滑剂还是干状,当加入药物成分时,应标明其成分和用途(如杀精子剂)。如果避孕套或润滑剂是香型的,也应说明。
- i) 制造商用于可追溯的标记(例如识别码/批号)。如果不同类型的避孕套(如不同颜色)都包装在相同的消费包装内,消费包装上的识别码应能使制造商辨认出包装中单个避孕套的批号,以便能够追溯这些批从生产到包装的整个过程。
- j) 标明避孕套由天然胶乳制造。

11.2.3.2 超强避孕套的标志

“超强”避孕套是指比“常规”避孕套具有较低破损水平的避孕套,这种称谓应有临床研究加以支持(见 6.2.3)。

如制造商希望在完成临床研究之前使用“超强”一词,其标签应说明:“这种超强避孕套在使用中并非表明比常规避孕套安全。”

11.2.4 消费包装的附加说明

应在消费包装外部或里边,或消费包装中的说明书中以简单的术语和销往国家的至少一种官方语言标识以下内容。如果可能的话,使用图形补充表述包含其中的主要步骤或按销往国家规定标识。

- a) 避孕套的使用说明书,应包括以下内容:
 - 1) 避孕套应小心处理,包括从包装中取出时以免避孕套被指甲、珠宝饰物等损坏。
 - 2) 如何、何时戴上避孕套。应说明:应在勃起的阴茎与对方身体有任何接触之前戴上避孕套,以防止性传播疾病和受孕。
 - 3) 射精后,应稳妥地从阴茎根部按住避孕套,并尽快撤出阴茎。
 - 4) 如果希望用另外的润滑剂,则应使用经推荐、与避孕套一同并用、类型恰当的润滑剂;应避免使用石油基的润滑剂,比如凡士林、婴儿油、浴液、按摩油、黄油、人造黄油等,原因是这些物质会破坏避孕套的完整性。
 - 5) 应咨询医生或者药剂师有关与避孕套接触的可适用的药物。
- b) 应说明如何处理已使用过的避孕套。
- c) 说明避孕套为一次性使用。
- d) 本标准号,如 GB 7544(参见附录 P)。

11.3 检查

每批中检查 13 个消费包装和 13 个单个包装,并符合要求。

在某些条件下,可允许制造商或分销商更正与包装和标志要求有关的错误,并重新提交进行进一步检验。例如补充遗漏的说明书或投放市场前将单个包装重新包装成完整的消费包装。

如果同一批次的避孕套已包装成了不同的消费包装,则应至少检查每种不同包装中的一个消费包装。如果这种不同包装的数量没有超过 13 种,则受检包装数量应不超过 13 个。

12 检验报告

检验报告应至少包含附录 N 中的内容。

附录 A
(规范性附录)

适用于数量足够及转移规则连续生产批的合格判定抽样方案

A.1 质量验证

如果需要对避孕套质量进行验证,建议相关部门不应只注重成品的评审,还应重视生产商的质量体系。应重视 GB/T 19000 族(参见参考文献)覆盖其整个质量体系措施的情况。

A.2 抽样

如果某一部门希望检查和试验最终产品样品,评审一连续生产批产品的一致性是否符合本标准要求,抽样方案和可接收质量限见表 A.1。

制造商可使用表 A.1 中的方案,或可设计和完善另外有效的质量控制方法。设计方法中涉及的消费者保护水平至少等效于给定方案。

当避孕套检验批数少于 5 批时,GB/T 2828.1 中转移规则的附加保护措施不再有效,建议使用附录 B 中给出的抽样方案维持消费者保护水平。

表 A.1 连续生产批的抽样方案和接收质量限

特 性	检查水平	接收质量限
尺寸	13 只避孕套	所有样品需满足长度 ≥ 160 mm, 宽度为标称宽度 ± 2 mm
爆破体积和压力 (老化前)	一般检查水平 I	AQL1.5
包装完整性	特殊检查水平 S-3	AQL2.5
针孔	一般检查水平 I,但至少按字码 M	AQL0.25
可见缺陷	一般检查水平 I,但至少按字码 M	AQL0.4
包装与标志	13 个消费包装和 13 个单个包装	均须符合

连续批抽样方案可应用于以下方面:

- a) 制造商生产线上的检验和质量控制;
- b) 采购方用于合同目的的检验;
- c) 国家权威机构的检查。

附录 B
(资料性附录)

适用于孤立生产批合格判定抽样方案

当附录 A 中的抽样方案用于较少批(如少于 5 批)时,将会进一步增大消费者风险水平,因转移规则不再适用,为此,建议使用较大的样本量以便保持一定的消费者保护可接收水平。检验成本决定抽样方案的选择,样本量大判别力强,但成本增加。譬如,采购商可以根据其特殊供应商的经验针对较少批量确定样本量。

按表 B.1 中的抽样方案进行孤立批抽样时,其安全水平与使用附录 A 及其转移规则连同并用时基本相同,应注意的是:当质量显著优于给定 AQL 值时,用两次或多次抽样方案,有可能会减少合格判定检验用避孕套的总数。

注:样本量和批量间不存在简单的数学关系,要获得批质量更为可靠的评价,样本量会增大而与批量无关。

表 B.1 孤立生产批的抽样方案和接收质量限

特 性	检查水平	接收质量限
尺寸	13 只避孕套	所有样品需满足长度 ≥ 160 mm, 宽度为标称宽度 ± 2 mm
爆破体积和压力 (老化前)	一般检查水平 I,但至少按字码 M	AQL 1.5
包装完整性	特殊检查水平 S-3,但至少按字码 H	AQL 2.5
针孔	一般检查水平 I,但至少按字码 N	AQL 0.25
可见缺陷	一般检查水平 I,但至少按字码 N	AQL 0.4
包装与标志	13 个消费包装和 13 个单个包装	均须符合

孤立批的抽样方案可应用于以下方面:

- a) 作为验证程序中的部分型式检验;
- b) 待检批量总数少、不适用于转移规则有效的情况;
- c) 涉及孤立批的争议,如仲裁试验。

附 录 C
(规范性附录)

单个包装避孕套润滑剂总量的测定

C.1 原理

使用溶剂洗涤避孕套和包装袋上的润滑剂从而测定其质量减量。洗涤在超声波水浴中或人工搅拌进行。建议避孕套样品最少为 13 只。

C.2 仪器

C.2.1 超声波清洗水浴或合适容器,如烧杯和搅拌器。

C.2.2 精度为 1 mg 的天平。

C.2.3 异丙醇,化学纯。

C.3 步骤

C.3.1 称取每一个包装避孕套的质量,精确到 1 mg,并记录结果。

C.3.2 沿单个包装的三边小心撕开,取出无损伤的避孕套。

C.3.3 展开避孕套之前用剪刀剪开一边,然后打开避孕套,并尽量擦干避孕套和包装上的润滑剂。

C.3.4 用超声波清洗时,在水浴中用异丙醇浸泡和洗涤避孕套和单个包装 2 min~10 min,再用干净的异丙醇重复洗涤多次,经过两次连续清洗和按 C.3.6 和 C.3.7 干燥后获取恒定的质量(10 mg 以内)。

C.3.5 用人工清洗时,以异丙醇浸泡避孕套和单个包装并加以手动搅拌,再用干净的异丙醇重复洗涤多次,经过两次连续清洗和按 C.3.6 和 C.3.7 干燥后以获取恒定的质量(10 mg 以内)。

C.3.6 从异丙醇中取出避孕套和单个包装,并擦干、去掉多余的异丙醇。

C.3.7 在温度不超过 55 ℃ 条件下,干燥避孕套和单个包装至恒定的质量(10 mg 以内)。

C.3.8 称量每个干燥过的避孕套和单个包装精确到 1 mg,再用 C.3.1 的结果减去这一质量即得到全部润滑剂的质量。

C.4 润滑剂回收率

实验室间比对试验表明,该方法回收的润滑剂比样品在制造时加入量多出了大约 85 mg,而这多出的润滑剂中含有用该方法除掉的附着粉末(见附录 P)。

C.5 结果表示

回收润滑剂的量化整为 50 mg。

附录 D
(规范性附录)
长度的测定

D.1 原理

将展开的避孕套自由悬挂于带刻度的圆棒上,观察并记录除精囊以外的长度。

D.2 仪器

带有毫米刻度的圆棒,尺寸如图 D.1,圆头顶端为零刻度。

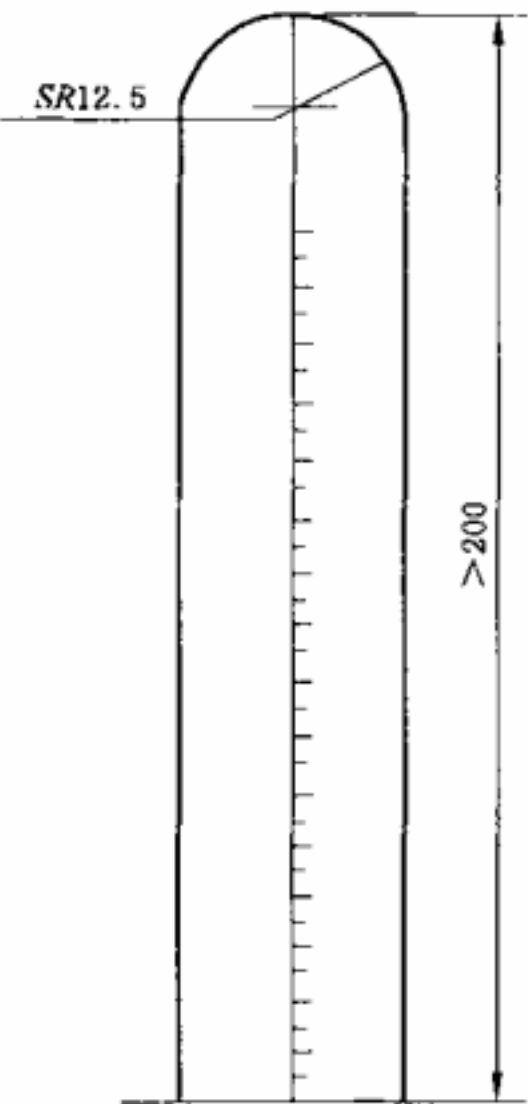
D.3 步骤

- D.3.1 将包装内的避孕套挤离撕口处,撕开包装袋并取出避孕套。在任何情况下,都不允许使用剪刀或其他锋利的器具打开包装袋。
- D.3.2 展开避孕套,为拉开因卷曲而引起的皱折,轻缓拉伸两次,但拉伸长度不超过 20 mm。可去除润滑剂并加适当的粉以避免粘连(参见附录 P)。
- D.3.3 把避孕套套在圆棒上(D.2),让其靠自身的重量自由下垂。
- D.3.4 记录避孕套开口端在刻度尺上的最小长度,精确至毫米。
- D.3.5 进行该试验的避孕套也可用于宽度的测定。

D.4 结果表示

试验报告应包括附录 N 的内容和每个避孕套的长度。

单位为毫米



SR——球面半径。

图 D.1 避孕套长度测量尺

附 录 E
(规范性附录)
宽度的测定

E.1 原理

将展开的避孕套自由下垂跨在尺的边缘上,观察其宽度并记录。

E.2 仪器

分度值为毫米的直尺。

E.3 步骤

E.3.1 将包装内的避孕套挤离撕口处,撕开包装袋并取出避孕套。在任何情况下,都不允许使用剪刀或其他锋利的器具打开包装袋。

E.3.2 展开避孕套,将其平跨在尺(E.2)的边缘上,且避孕套的轴线与尺相垂直,使避孕套自由下垂。如果具有润滑剂的避孕套不能自由下垂,则可去除润滑剂并加适当的粉以免粘连(见附录 P)。

E.3.3 按照本标准相关章节规定的点测量避孕套的宽度,精确至 0.5 mm。

E.3.4 做过该试验的避孕套也可用于长度的测定。

E.4 结果表示

试验报告应包括附录 N 的内容和每个受检避孕套的宽度,还包括避孕套上被测量点的位置。

附录 F
(规范性附录)
厚度的测定

F.1 原理

本附录规定了测量胶乳橡胶避孕套厚度的试验方法。

将避孕套平整放置,从中裁取试片并称量。使用裁取试片的质量和表面积,以密度为 0.933 g/cm³ 计算厚度。

应谨慎使用由该方法获得的带纹理避孕套的厚度,因为测定结果为纹理部分和光面部分的平均值。

F.2 仪器

- F.2.1 实验室用天平,精度 0.1 mg。
- F.2.2 符合 I.2.1 的裁刀。
- F.2.3 适合裁取试片的液压、风动或机械式冲片机。
- F.2.4 分度为 0.5 mm 的直尺。

F.3 步骤

- F.3.1 将包装袋内的避孕套挤离撕口处,撕开包装袋并取出避孕套。在任何情况下,都不允许使用剪刀或其他锋利的器具打开包装袋。
- F.3.2 展开避孕套,确保在任何方向都不受到过度的伸张,给避孕套涂上粉。
- F.3.3 将避孕套平放且其长度方向与裁刀的边垂直,裁刀放置在距避孕套开口端(30±5)mm 的中心位置,一次冲击从避孕套上裁下试片。
- F.3.4 裁取环形试片,打开并用直尺测量一个边的长度,精确到 0.5 mm。如果避孕套的两个边不平行,则测量两边的长度并计算其平均值,以求得的长度(单位为 mm)乘以 20 计算出试片的面积。
- F.3.5 在距闭口端(30±5)mm 处及避孕套开口端与闭口端的中点,重复步骤 F.3.3 和 F.3.4。
- F.3.6 以异丙醇洗涤试样,并干燥到恒量,误差±10 mg。
- F.3.7 分别称取 3 个试样的质量,精确到 0.1 mg,并记录单个的值。
- F.3.8 按式(F.1)计算每一试样的厚度:

$$t = \frac{1}{\rho} \cdot \frac{1}{A} \cdot m \quad \dots\dots\dots (F.1)$$

式中:

- t——试样的厚度,单位为毫米(mm);
- ρ——胶乳橡胶的密度,0.933 g/cm³;
- A——试样的表面积,单位为平方毫米(mm²);
- m——试样的质量,单位为毫克(mg)。

注:可以用千分表测量避孕套厚度,但是已经证实使用该方法其结果一直偏低。如果使用千分表,则使用带刻度盘的或数字式、精度为 0.001 mm、压足直径为(5±2)mm、测足压力为(22±4)kPa 的千分表较为合适,并且千分表应与测试平台平行。但仲裁时,该方法不适用。

F.4 结果表示

试验报告包括附录 N 的内容和以下内容：

- a) 计算出的每一裁取试样的厚度；
- b) 计算出的每一受检避孕套的平均厚度值。

附 录 G
(规范性附录)
爆破体积和压力的测定

G.1 原理

用规定长度的避孕套进行充气,记录避孕套充气至破裂时所需的体积和压力。

附录 O 已给出了系统校正的建议。

G.2 仪器

G.2.1 充气装置,如图 G.1,使用适宜于避孕套的洁净、无油、去湿的空气,以规定速率对避孕套进行充气,除装备有测量体积和压力的装置外,还应具有下列特征:

- a) 压力传感器,在避孕套和传感器之间没有压力差。
- b) 具有记录充入空气体积的装置,测量仪器和避孕套之间没有任何压差,从而保证测试时充入避孕套所计量的空气体积,或者以相当于避孕套内的压力,而不以可能偏高的在线压力来计算的空气体积。
- c) 一根合适长度的杆,顶端有直径为 25 mm 的光滑球体或半球体。该杆作为将展开的避孕套固定到充气装置上时支撑避孕套之用,保证从夹持点位置的避孕套除精囊以外的充气长度为 (150 ± 3) mm。
- d) 压力和体积测量装置具有:
 - 1) 无论用何种方式测量,体积大于 10 dm^3 的最大允许误差为 $\pm 3\%$;
 - 2) 避孕套爆破时压力测试的最大允许误差为 $\pm 0.05 \text{ kPa}$ 。

G.2.2 夹紧装置,例如夹紧环,没有锋利的边缘和突出物。

建议材料使用透明塑料。夹紧环放入固定装置上时不应使避孕套伸张。

如果使用带有胀气套的固定装置,夹紧环的内径应为 $(36 \sim 40)$ mm,建议其高度为 50 mm,但高出胀气套的长度不超过 3 mm。胀气套在不胀气时的大小应能使避孕套在其上自由展开。

G.2.3 充气试验箱,具有在充气时能够观察避孕套的设施,且其大小足够使避孕套自由膨胀而不接触箱体的任何部分。

G.3 步骤

G.3.1 试验在温度 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下进行。

G.3.2 将包装内的避孕套挤离撕口处,撕开包装并取出避孕套。在任何情况下,都不能使用剪刀或锋利的器具打开包装。

G.3.3 建议在处理避孕套时戴上合适的手套或指套。发生争议时,应穿戴上手套。

G.3.4 展开避孕套时应确保其在任何方向上不受过度伸张。

注:避孕套也可以直接在试验仪器的圆杆上展开。

G.3.5 悬挂避孕套于圆杆上,并固定在固定装置上。小心放置夹紧环到固定装置上,以避免损伤或伸张避孕套。以 $(0.4 \sim 0.5) \text{ dm}^3/\text{s}$ [$(24 \sim 30) \text{ dm}^3/\text{min}$] 的充气速率进行充气。检查并确保避孕套在胀大且不存在任何明显的渗漏。

如果避孕套存在任何明显的渗漏,或在充气过程中出现漏气即终止试验,则认为该避孕套不合格,其爆破体积和压力都记为零。

G.3.6 如果避孕套不漏气,测量并记录爆破体积和压力。爆破体积以立方分米表示,化整到 0.5 dm^3 ;

爆破压力以千帕表示,化整到 0.05 kPa。

G.4 结果表示

试验报告应包括附录 N 的内容以及测试的爆破体积和压力。

单位为毫米

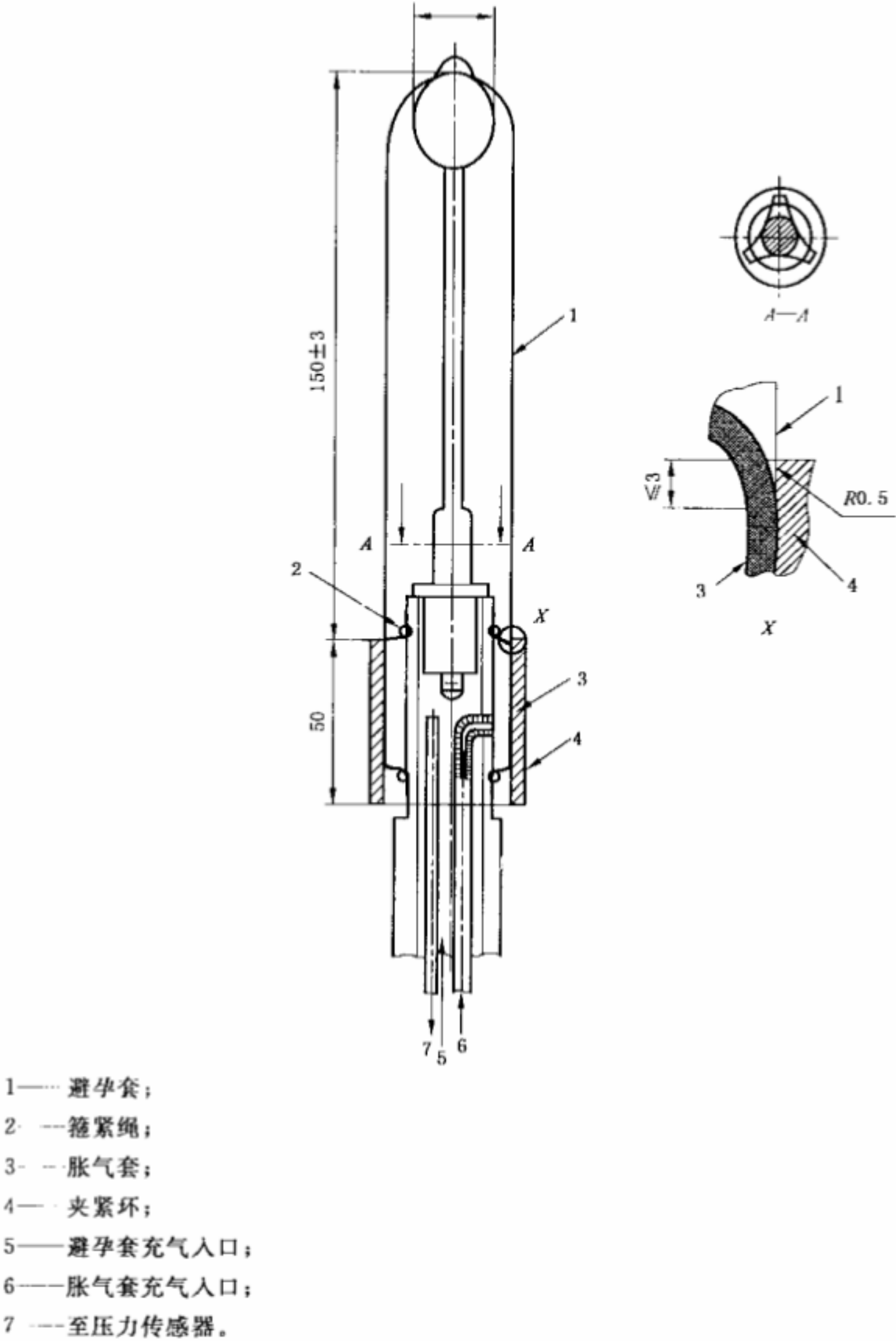


图 G.1 爆破性能测试的合适装置示例图

附 录 H
(规范性附录)
避孕套的热空气老化

H.1 原理

用热空气老化调节受检批避孕套以测定其储存期,本附录规定了热空气老化方法。

H.2 仪器

热老化箱,ISO 188 中规定的任一种类型,除对 ISO 188 中规定的空气循环和单个包装的悬挂不作要求。

H.3 试样准备

试验前,避孕套应在单个包装中进行调节(如:调节前从消费包装中和/或外包装中取出单个包装)。

H.4 步骤

H.4.1 将避孕套放置于老化箱中,按本标准附录中的有关章条或附录规定的温度进行调节。应固定避孕套,避免试样与加热箱体表面直接接触,特别是避免试样与老化箱底板接触,以保证避孕套在老化期间均匀受热。

H.4.2 达到本标准附录有关章条规定的时间后,取出避孕套,试验前将单个包装避孕套保持在 $(25\pm5)^{\circ}\text{C}$ 下。

H.4.3 从老化箱中取出后在 96 h 内但不少于 12 h,按附录 G 测定爆破体积和压力。

附 录 I (规范性附录)

避孕套试片扯断力和拉断伸长率的测定

I.1 原理

从避孕套上裁取试片并拉伸至断裂,测定拉断时的应力和伸长率。本标准仅在 6.2 中有扯断力的要求(参见附录 P)。

I.2 仪器

I.2.1 裁刀

具有两个平行刀片,两刀片在合适的垫板上的压痕宽度为 (20 ± 0.1) mm,每一刀片的长度不小于 70 mm。

I.2.2 拉力试验机

能以一个基本恒定的速率运行并符合下列要求:

- a) 两辊能在试样中均衡拉伸,两辊的滚动频率约为 7 r/min。或用不影响胶膜性能的润滑材料润滑两辊的圆柱表面。合适的润滑剂是具有 $2 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ (200 cst) 黏度的硅油。
- b) 能测量(0~200) N 范围的扯断力。最大允许值:精度 $\pm 1\%$,重现性 1%,可逆性 1.5%,机器的分辨率 0.5%,零位 ± 1 。
- c) 两辊的分离速度 (8.5 ± 0.8) mm/s [(500 ± 50) mm/min]。
- d) 具有在试验过程中可手动或完全自动的记录两辊间的移动距离和力的装置。

I.3 试样的准备

I.3.1 将包装内的避孕套挤离撕口处,撕开包装取出避孕套。在任何情况下,都不允许使用剪刀或锋利器具打开包装。

I.3.2 展开避孕套,保证在任何方向不过度拉伸避孕套。

I.3.3 将避孕套平放,裁刀(I.2.1)的刀口与样品垂直。在距开口端 80 mm 处,两边平行的、没有花纹的地方,应一次冲击裁切试片。如果距开口端 80 mm 内具有花纹或非平等边,应从两边平行的、没有花纹的邻近的地方裁取试片。如果没有两边平行且无花纹的地方,则从距开口端 80 mm 的地方裁取试片。

I.3.4 将试片摆平,用直尺放在上面并测量两折叠边的距离,精确到 0.5 mm。应去除润滑剂并施加合适的粉剂以免粘连。裁取样品时应特别注意,在试验前应检查每一样品,以确保试片边缘没有任何缺口或其他缺陷而引起不良的试验结果(参见附录 P)。

I.4 步骤

I.4.1 在 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的温度和 $(55 \pm 15)\%$ 的相对湿度下进行试验。

I.4.2 将试片置于拉力机的辊筒上进行拉伸直至断裂。

I.4.3 断裂时,记录力(精确到 0.5 N)和两辊轮中心间距(精确到毫米)。

I.5 结果计算

I.5.1 以牛顿为单位记录断裂时的力(F_b)。

I.5.2 有要求时,用式(I.1)计算每一试片在扯断时的伸长率(E):

$$E = \frac{l_1 + 2d - l_2}{l_2} \times 100 \dots\dots\dots (I. 1)$$

式中：

- l_1 试片与两辊接触部分的长度(直径 15 mm 的辊筒为 47 mm),单位为毫米(mm)；
- d ——两辊的最终的中心间距,单位为毫米(mm)；
- l_2 ——试片的初始长度(按附录 I. 3. 4 测得的两倍距离),单位为毫米(mm)。

试验结果化整为 10%。

注：拉伸强度单位为 MPa,可用下式计算：

$$\text{拉伸强度} = \rho \cdot F_b \cdot W / m$$

式中：

- ρ ——胶乳橡胶密度(0.933 g/cm³)；
- F_b 扯断力,单位为牛(N)；
- W ——平均宽度,单位为毫米(mm)；
- m 试片的质量,单位为毫克(mg)。

结果化整到 0.1 MPa。

附录 J

(规范性附录)

储存期的测定——实际时间稳定性研究

J.1 原理

在 30℃ 下,将带包装的避孕套调节到预定的储存期,按 6.1 测试爆破体积和压力。定期取出小样本量进行充气试验,监控避孕套在老化期内质量的变化。

本标准选择适应世界范围内的储存气候老化条件 30℃。

J.2 步骤

J.2.1 总则

当确定避孕套符合本标准第 5 章,6.1,6.2.2,第 8、9、10 章要求后,应将足够数量的避孕套放置于受控的环境条件下调节,以便:

- 评价 1 年或不到 1 年中每个时间间隔的爆破数值的平均值和标准偏差(每一间隔的避孕套为 32 只);
- 当样品调节时间达到预定储存期时,按附录 B 抽样,按 6.1 进行试验,或在上述要求得到保证时可提前进行试验。

如果避孕套的储存时间达到了预定的储存期,并满足 6.1 的要求,则可确认其储存期。

J.2.2 检验

- 按附录 B 的抽样方案,按第 5 章、6.1、第 8 章、第 9 章测试 3 批避孕套的单个包装产品。
- 按附录 H 的条件或在 $(30 \pm \frac{5}{2})^\circ\text{C}$ 的受控环境下调节样品。
- 每批避孕套的调节样数量要足够:
 - 以 1 年或小于 1 年时间间隔为预定储存期,在每一时间间隔中至少应测试 32 只避孕套(建议最少 200 只避孕套)。
 - 当调节样品达到了预定储存期时,按附录 B 的抽样方案抽取数量足够的避孕套,进行 6.1 中的爆破体积和压力检验。

值得特别注意的是:要备足调节样品,以便重新检验或要求对其他时间段进行检验时用。

- 以 1 年或少于 1 年的各个时间间隔,抽取受控条件下调节的避孕套样(每批至少 32 只)。
- 按附录 G 测试爆破体积和压力。
- 绘制每批避孕套的爆破压力和体积对时间的平均值和标准偏差的曲线。
- 当达到预定的储存期时,或者如果由 f) 得到的爆破性能平均值和标准偏差降低到某点,此时爆破性能可能接近了 6.1 要求的下限值。按附录 B 从每批产品中抽取数量足够的样品,按附录 G 测试避孕套的爆破体积和压力。按 6.1 中的爆破性能要求判定。

注:当平均值和 6.1 的下限小于 2~3 个标准偏差时,应考虑到避孕套存在接近爆破性能下限的风险。

- 按 6.1 进行合格判定。

J.3 声称储存期的确认

声称储存期应达到按 J.2 完成试验且满足 6.1 要求所验证的实际时间,但不超过 5 年。

如果标识(声称)的储存期大于已验证的储存期,则应调整声称储存期并通报管理机构和直接购买方。

J.4 检验报告

除满足附录 N 规定和附录 G 的相应要求外,试验报告还应包括:

- a) 按 J.2.2f)测得的结果,绘制出的爆破压力和体积对时间的曲线;
- b) 按 J.2.2h)测定的不合格品数量;
- c) 经验证后的声称储存期。

按要求,应临时向相关管理机构提供试验报告,证明已经开始了实际时间的研究。

附录 K

(资料性附录)

加速老化研究分析和应用指南

K.1 原理

可用加速老化研究估测预定储存期。本附录为通用草案,除同时进行实际时间研究外,可用于指导加速老化研究、估测投放市场产品的储存期,也可作为分析预定储存期研究的指南。

K.2 加速老化研究的步骤

只有满足本标准第5章,6.1,6.2.2,第8、9、10章要求的批才适用于本试验。

按附录H选定调节温度,从三批产品中抽取避孕套样品并放置于老化箱中。以适当时间间隔,从老化箱中取出避孕套,按附录G测定其爆破性能。建议使用4个较高温度中最小的1个,不采用超过80℃的温度。建议每一温度至少采用5个时间点,研究应在至少连续120 d,最好180 d中进行。建议每一时间/温度点上至少测试32只避孕套。

如果测试结果和避孕套实际时间稳定性结果相对一致,则应采用同一时间、相同数量的避孕套进行调节。

如果加速老化研究结果满足最低稳定性要求(7.1),则可选的温度应包括50℃和70℃。

K.3 分析加速老化数据、估测预定储存期

在本标准实施时,尚不存在唯一、十分有效或广泛应用的分析方法被作为标准方法来验证其设计是可行的。已经探索了几种近似于非线性的阿列纽斯型的绘图分析方法,期望制造商和管理机构积累实际时间数据。在本标准下一版本中将开发出普遍能接受的试验方法。

可同时用多种方法或由制造商的管理机构规定方法分析加速老化数据结果。K.5中详细说明了其中的一种。该方法用来比较配方相似、通过实际时间研究已经确定了储存期的避孕套的爆破性能变化率。制造商不应局限于现有规定的方法,鼓励研究现有方法而开发其他方法。

K.4 估测储存期试验

一旦估测避孕套储存期,则应证实从三批中抽取的避孕套在完成相当于设定30℃下储存期热老化试验后还能符合6.1的要求。为方便起见,可选择70℃和50℃老化温度,如果在这两个温度下的老化时间为:70℃时等于或超过7 d,50℃时达到90 d,则也可用该试验验证7.1的要求。

- a) 选取一组与估测储存期时的气候温度相当的条件进行加速老化试验。其目的是为了再现避孕套在30℃下进行稳定性研究时所预示的失效方式。
- b) 从三批产品的单个包装中取出避孕套样品,加速老化研究也同样使用这三批产品。在选定的老化温度和时间下按附录H调节样品,按6.1要求进行爆破试验。

K.5 阿列纽斯方程在分析加速老化研究中的应用指南

K.5.1 应用时间-温度叠置法的背景

对于多数产品,可通过加速老化研究、按阿列纽斯方程推算估测储存期。详细内容见ISO 11346。

由于避孕套性能变化率不一致且较小,使用阿列纽斯方程尤为困难,特别在较低的温度下获得的结果曲线为特殊的非线性曲线。

一种可选的阿列纽斯曲线方法是按贝克(参见参考文献[22]、[23])以时间为轴对应时间位移性能

绘制而成的一条主曲线。在该方法中,每一温度对应的时间是用阿列纽斯变换因子 a_T 乘以通常温度对应的时间而转换成的相当时间。变换因子由阿列纽斯方程计算:

$$a_T = \exp\{E_a[1/T_{(ref)} - 1/T_{(age)}]/R\} \dots\dots\dots(K.1)$$

式中:

E_a ——活化能;
 R ——气态常数[8.314 J/(mol·K)];

$T_{(ref)}$ 和 $T_{(age)}$ ——参照温度和老化温度,单位为开尔文(K)。

使用普通图纸,以各个老化温度下得到的物理性能和与其对应的各个经转换的时间描点作图。如果用活化能表示按阿列纽斯方程和修正值转换的老化性能,则可得到一条唯一的主要曲线。可以从绘制曲线上读取避孕套在参照温度下经任一时间老化后的性能。

通过对干胶制备的天然硫化橡胶的研究(参见参考文献[22]、[23]、[24]、[25]),确定了天然橡胶氧化的活化能在(84~117)kJ/mol 内。用来计算不同地区气候平均动态温度的活化能为 83 kJ/mol,因此,建议使用 83 kJ/mol 的活化能,该值比已公开发表的橡胶氧化活化能范围低端值小,在推算高温老化后的估测储存期时尤为便利并将会得以保留。为方便起见,表 K.1 为基于活化能 83 kJ/mol 与 30℃ 参照温度的阿列纽斯变换因子。

表 K.1 阿列纽斯变换因子

老化温度/℃	a_T $E_a = 83 \text{ kJ/mol}, T_{(ref)} = 30 \text{ }^\circ\text{C}$
80	1
40	2.865 1
50	7.690 8
60	19.456
70	46.628
80	106.34

可以单独用时间-温度表示爆破压力和体积。但是仅以压力和体积数据去求得唯一的推算曲线几乎是不可能的。经验证实,用时间-温度表示避孕套爆破体积×爆破压力的推算曲线,所得结果的准确率较高。因此建议采用爆破压力、爆破体积即压力和体积的乘积($p \cdot V$)绘制推算曲线图。

K.5.2 绘制时间-温度推算曲线的步骤

使用表 K.1 的变换因子,或从式(K.1)以 30℃ 为参照温度和 83 kJ/mol 的活化能计算每一老化温度的变换因子。

- a) 对于每一组老化数据,如时间和温度的组合,其时间为换算时间,由变换因子 a_T 乘以对应老化温度下的时间转化而成。
- b) 用平均爆破性能(压力,体积和 $p \cdot V$)对应经换算后的时间描点绘图。应单独在一张图上绘制每一性能的曲线。
- c) 为便于随后识读曲线图,可在图中标注标准偏差。也可在重叠曲线上标注每一时间点所显示的不合格避孕套的数量。
- d) 由曲线图和已知样品方差或标准偏差估算储存期。此时的储存期是指避孕套在要求的 30℃ 下储存到期后、爆破压力和爆破体积降至极限、但爆破性能仍然满足 6.1 要求的时间。可能出现下列结果:
 - 1) 得到了唯一的主要曲线(很可能是 $p \cdot V$),从设定储存期的曲线图上,可以方便识读到与爆破性能相关的数据。

- 2) 没能获得主要曲线(每一温度的单独曲线不重叠)。即便如此,仍然可以通过研究曲线的趋势,预测产品在设定储存期到期后的爆破性能。例如,以每一单独老化温度对应设定储存期下的温度描点绘图,可以估算出产品在测设定储存期到期后的爆破性能。如果绘制曲线趋势一致,则可通过推算、估测出在设定气候温度下的爆破性能。值得一提的是,要求使用类似预测方法充分支持证实已经得出的结论。

K.5.3 按阿列纽斯变换因子估测储存期的试验

- a) 选取一组与估测储存期 30 °C 下相当的加速老化条件。以活化能 83 kJ/mol 为基准变换因子,用阿列纽斯变换因子来计算设定温度下的老化时间并非困难,选择加速老化条件而进行试验的目的是为了再现避孕套在 30 °C 下进行稳定性研究时所预示的失效方式。
- b) 按附录 B 从三批产品中抽取避孕套,根据附录 H 在选定的老化温度和时间下调节样品,测试样品是否满足 6.1 爆破要求。

声称储存期应达到估测的储存期限,但不超过 5 年。在这一期间储存的避孕套应符合 6.1 要求。

附录 L
(规范性附录)
针孔试验

L.1 总则

本附录规定了测试天然胶乳橡胶避孕套针孔试验的两种等效方法：漏水试验和电检试验。

L.2 漏水试验

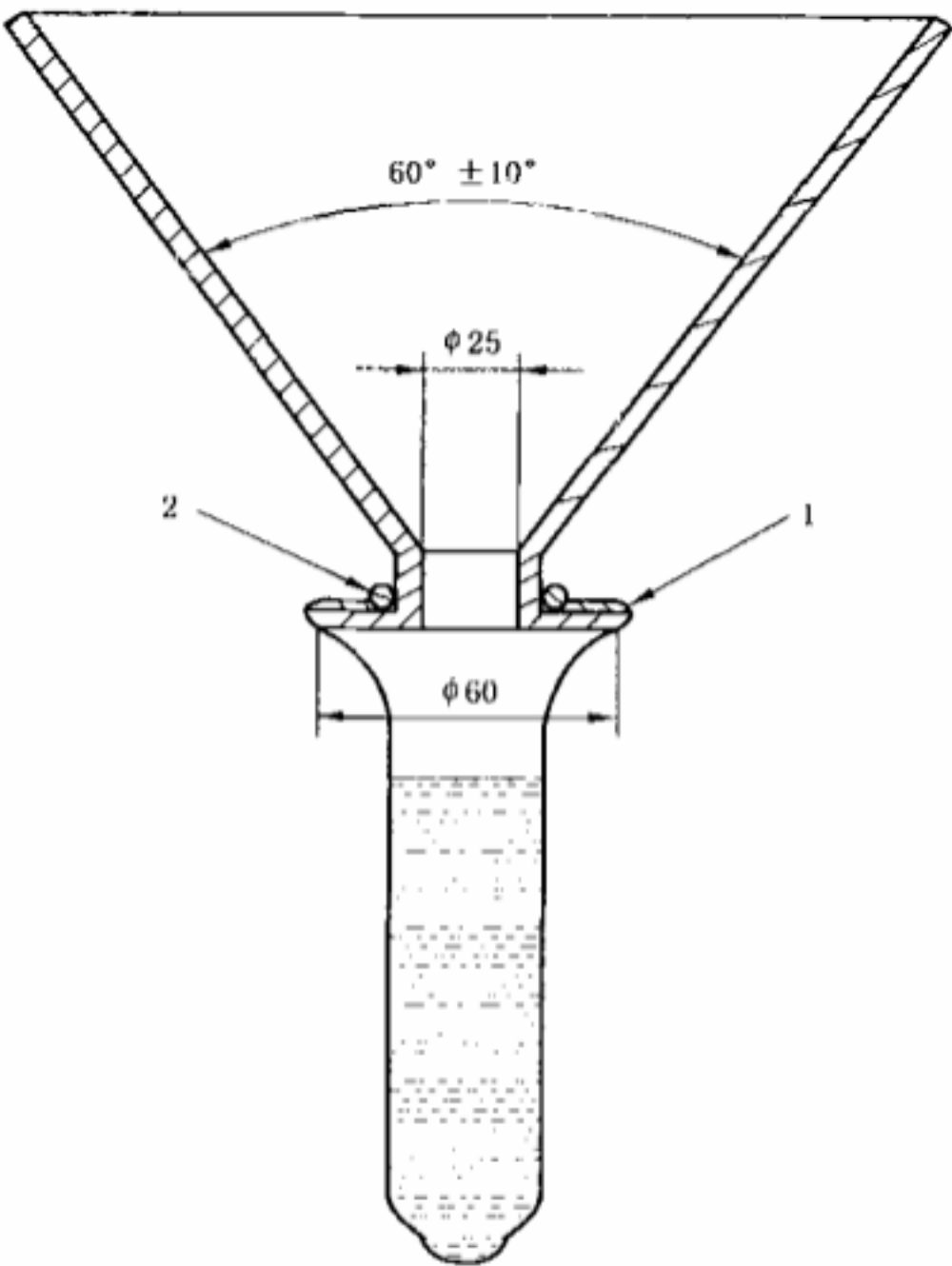
L.2.1 原理

用规定体积的水充入避孕套，目视检查悬挂的避孕套外表面漏水情况。在确认没有任何渗漏时，将避孕套在有色吸水纸上滚动，检查避孕套的渗漏迹象。

L.2.2 仪器

L.2.2.1 固定装置。适于在开口端固定避孕套，使其能自由地悬挂。在悬挂状态下对避孕套充水。图 L.1 为一种合适的固定装置。

单位为毫米



- 1——完整圆滑的边缘；
- 2——橡胶圈。

图 L.1 固定装置

L.2.2.2 有色吸水纸。

L.2.2.3 滚动装置(可选)，由平滑的透明板组合而成。它能够平行放置在吸水纸上方(30±5)mm 处，且可在水平方向上来回滚动避孕套。如果使用板滚动时，应使避孕套至少转动完整的一周。

L.2.2.4 夹紧装置(可选)，合适的能保持避孕套的开口端封闭，并防止渗漏，对吸水纸上滚动的部分

不产生损害。例如弹簧纸夹。

L. 2.3 试验步骤

L. 2.3.1 将包装内的避孕套挤离撕口处,撕开包装取出避孕套。在任何情况下,都不要使用剪刀或其他锋利的器具打开包装。应穿戴合适的手套或指套处理避孕套。

L. 2.3.2 展开避孕套,使其在任何方向不受到过度伸张。如果发现任何小孔或撕裂,则认为该避孕套为不合格的,并停止试验(见附录 P)。

L. 2.3.3 记录避孕套的可见缺陷:破损、缺少或严重变形的卷边和胶膜严重黏结。

L. 2.3.4 将避孕套的开口端固定到固定装置上,避孕套开口端朝上悬挂。

L. 2.3.5 加入 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水 $(300\pm 10)\text{ cm}^3$,确保不是实验室的空气湿度的原因而导致避孕套外侧有水凝结,检查避孕套上可见的渗漏现象。距开口端 25 mm (测量精确到 1 mm)以外部位的任何可见渗漏现象都认为不合格并终止试验,应标记距开口端较近的针孔。将避孕套内的水倒空后,测量针孔的位置,确认其是否距开口端 25 mm 以外的部位。

如果因避孕套没有胀大而不能装下 300 mL 水,允许水保留在充水系统中以产生一定的压力。

L. 2.3.6 悬挂之后整个避孕套没有发现可见渗漏,从闭口端握住避孕套,如有必要,轻轻拉伸避孕套从开口端将水导入。从避孕套距开口端小于 25 mm 处扭转一圈半左右以封闭避孕套。从固定装置上取下避孕套,用一只手或合适的夹具(L. 2.2.4)抓住避孕套的开口端。

L. 2.3.7 将避孕套移到一张干燥的吸水纸上,滚动闭口端至少一周。用手在纸上方 $(25\sim 35)\text{ mm}$ 处对避孕套施加压力并加以滚动。然后将避孕套平放在吸水纸上,且因此形成的圆柱体的轴线与纸平行。

L. 2.3.8 在充满水的状态下,来回滚动避孕套至少一周,可使用下列两种方法之一:

a) 人工滚动

滚动期间,将手指伸开,尽可能对避孕套施加相同的力。将手保持在吸水纸上方 $(25\sim 35)\text{ mm}$ 处。移动手掌以便整个避孕套受压并与吸水纸接触。

b) 机械助动

将避孕套放在吸水纸上,使用 L. 2.2.3 的滚动装置,滚动避孕套至少完全一周。避孕套可以转动超过一周以确定是否存在渗漏。转动的圈数要少,每张吸水纸上不要超过 10 转。

注: L. 2.3.7 和 L. 2.3.8 两步的顺序不分先后。对含有润滑剂的避孕套的滚动可分别在两张独立的吸水纸上进行,以分清是润滑剂的痕迹还是水的痕迹。

L. 2.3.9 检查避孕套在吸水纸上任何漏水的痕迹,忽略润滑剂。应标记靠近开口端的针孔,倒空水后测量针孔位置,确认其是否距开口端 25 mm 以外的部位。距开口端 25 mm 以外部位有针孔的避孕套为不合格品。

L. 3 电检试验

L. 3.1 原理

最初,避孕套是用电子屏蔽的方法来检查针孔的。没有针孔的避孕套就像绝缘体,电流不会形成回路而流过避孕套,具有针孔的避孕套电流将会通过避孕套。

没有通过电检的避孕套,使其在有色吸水纸上滚动以确认是否存在针孔。

L. 3.2 仪器

L. 3.2.1 电检试验设备。如图 L. 2 和图 L. 3 所示。

参数如下:

电压 $(10\pm 0.1)\text{ V}$; 电阻 $(10\pm 0.5)\text{ k}\Omega$;

电压表的精度为 $\pm 3\text{ mV}$ 。

L. 3.2.2 电解液,建议采用含有氯化钠的水溶液[在 $(25\pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时 $\rho_{(\text{NaCl})} = 10\text{ g/L}$],但也可使用其他导电率相当的电解液[如 $\rho_{(\text{Na}_2\text{SO}_4)} = (15.4\pm 1.0)\text{ g/L}$]。

L. 3. 3 步骤

L. 3. 3. 1 将包装内的避孕套挤离撕口处,撕开包装取出避孕套。在任何情况下不能使用剪刀或其他锋利的器具打开包装。处理避孕套时应戴好合适的手套或指套。

L. 3. 3. 2 展开避孕套保证其在任何方向上不过度拉伸。

L. 3. 3. 3 在正常或矫正视力下检查避孕套,任何存在可见针孔或撕裂的避孕套为不合格品,停止试验。

L. 3. 3. 4 记录避孕套的可见缺陷:破损、缺少或严重变形的卷边和胶膜严重黏结。

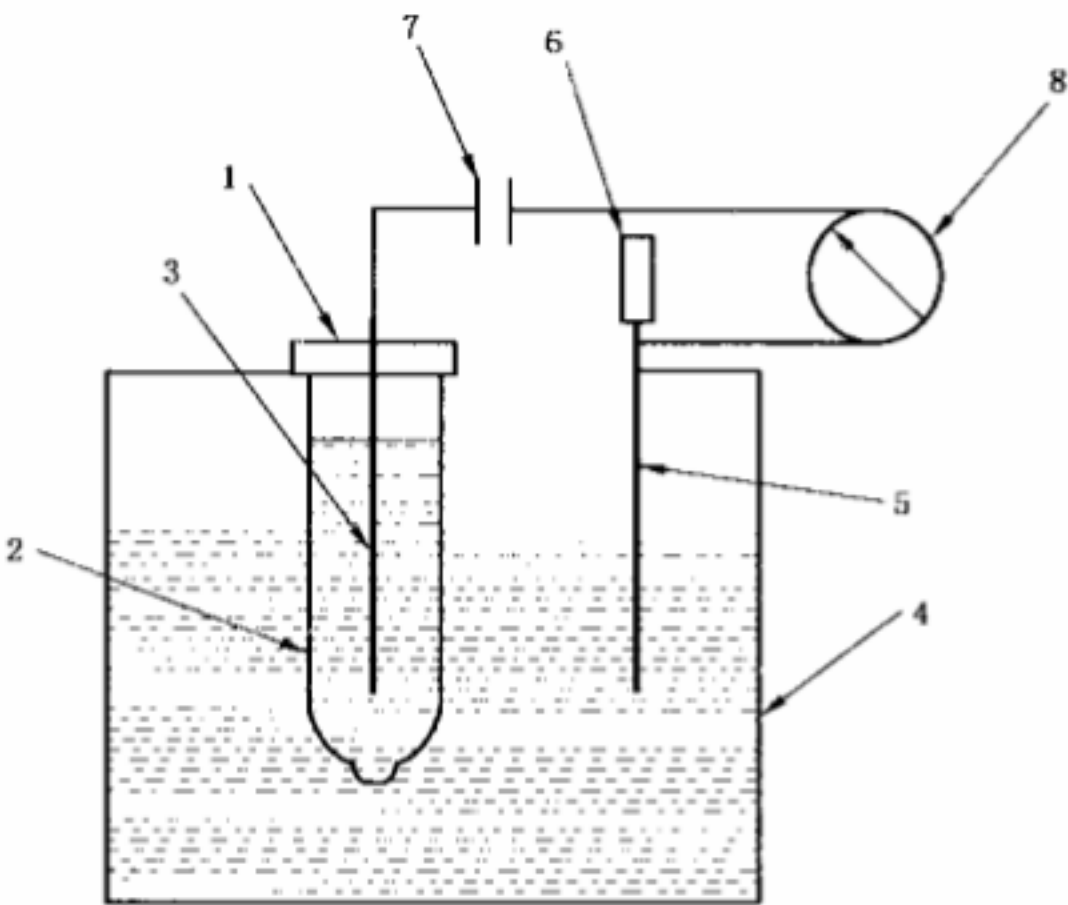
L. 3. 3. 5 将避孕套开口端固定在固定架上(L. 3. 2. 1)使避孕套开口端向上悬挂。

L. 3. 3. 6 在避孕套内加入 (200 ± 10) mL 电解液(L. 3. 2. 2),检查是否渗漏。如果渗漏的话,该避孕套不合格。将不渗漏的避孕套浸入电解液槽中,但开口端与液面距离为至少 25 mm。在避孕套与电解液槽中的电极之间串接一个 $10\text{ k}\Omega$ 的精密电阻,释放 10 V 连续稳定电压。

(10 ± 2) s 后测量电阻两端电压,记录其结果。

如果电压大于或等于 50 mV,排空避孕套进行 L. 2. 3. 4~L. 2. 3. 9 充水试验,或按 L. 3. 3. 7 测试。

L. 3. 3. 7 往避孕套中注入 (300 ± 10) mL 电解液或水,将避孕套拧转大约一周半封闭其开口端,然后从固定架上取下避孕套,用软布或让避孕套在吸水纸上轻轻滚动擦去避孕套上的电解液,最后进行 L. 2. 3. 7~L. 2. 3. 9 的漏水试验。



- 1 支撑(见图 L. 3);
- 2——固定在支撑上的充满电解液的避孕套;
- 3——固定在支撑上的电极;
- 4——电解液槽;
- 5——电极;
- 6—— $10\text{ k}\Omega$ 电阻;
- 7——10 V 稳压电源;
- 8——电压表。

图 L. 2 电检仪器示意图

单位为毫米

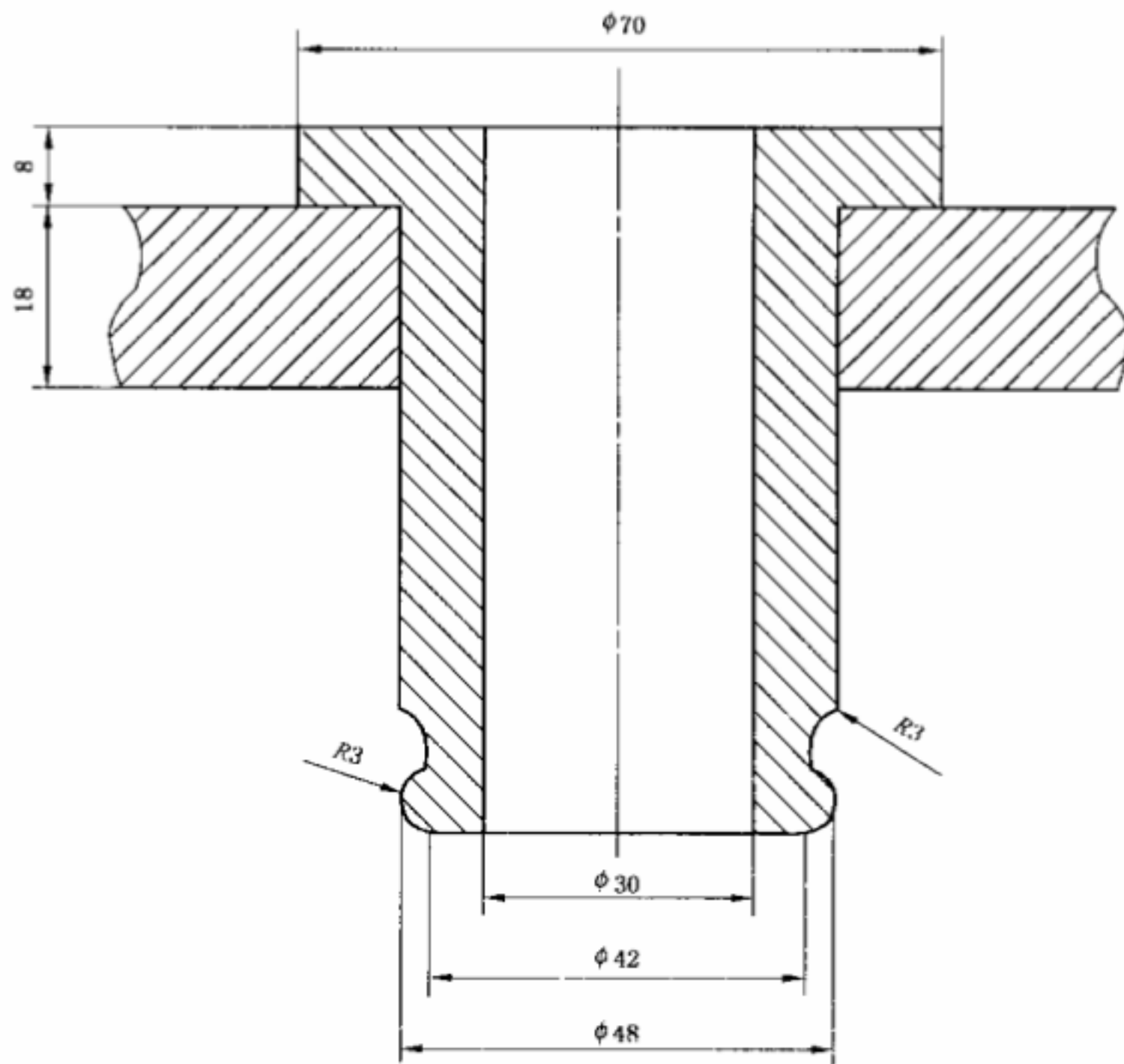


图 L.3 避孕套固定方式的例图

L.4 结果表示

试验报告应包括附录 N 的内容和以下特别的内容：

- 在固定到仪器上之前存在针孔或撕裂的避孕套数量，大于或等于 50 mV 的避孕套数量（电检）；
- 在仪器上观察到的渗漏避孕套数量，以及渗漏点距开口端大于 25 mm 的避孕套数量（目检）；
- 在滚动时出现渗漏的避孕套数量，以及渗漏点距开口端大于 25 mm 的避孕套数量；
- 除针孔和撕裂外可见缺陷的避孕套数量以及缺陷特征。

附 录 M
(规范性附录)
包装完整性试验

M.1 概述

包装完整性是指密封好的单个避孕套包装存在缺口而导致润滑剂渗漏的可能性,产生渗漏的缺口还会使氧气透过包装。但本附录的规定方法是不能检验出因单个包装材料具有微孔或透气性而产生的渗漏。因此,本试验只适用于检验足够大的且能使润滑剂渗漏出来的缺陷。

几种试验方法正在研究中。在证实新的试验方法具备更好的灵敏度或连贯性的结论之前,应在绝对压力为 (20 ± 5) kPa 的真空度下按下列方法进行包装完整性检验。

用本方法可能检验不出某些渗漏,经过抽取真空后,避孕套包装中的正压力会迫使润滑剂(如果存在)产生较小的渗漏。能被检验出的渗漏量的多少取决于润滑剂种类和包装材料的特性。

M.2 检验方法

M.2.1 仪器

真空箱。能够承受大约一个大气压差,与真空泵和真空表固定在一起,试验中能够观察到箱内。

M.2.2 试剂

浸没液体(水),用湿润剂(如洗洁精溶液)处理。

M.2.3 抽样

使用特殊检查水平 S-3。

M.2.4 试样

单个包装的避孕套。

M.2.5 调节

试样和试液在室温下进行调节。

M.2.6 试验步骤

将单个包装的避孕套浸入被放置在真空箱内且装有水的容器中,包装表面最突出部分应距水面至少 25 mm。如果向水中加入染料,则渗入包装袋内的水更容易被观察到。

可同时试验两个或更多的避孕套,只要按上述操作,每个包装上任何部位的渗漏都能够被观察到。将试验箱抽真空至绝对压力 (20 ± 5) kPa,随真空度的增加,可观察到避孕套包装产生连续气泡的现象,不要将单独出现的气泡认为是渗漏。对于顶部空间小或没有的弹性包装,不能使用本方法进行可靠的评价。

保持真空 1 min,然后释放,揭开容器盖,检查避孕套包装渗水情况。

M.2.7 结果判定

随真空度的增加,或在规定真空度下放置时,如果有气泡产生,表明避孕套包装存在渗漏,则试样为不合格。

如果包装内出现可见试验液体,则为不合格。

如果没有出现表明渗漏的气泡、包装内没有可见试验液体,则认为该只包装为合格。

M.2.8 试验报告

试验报告应包括附录 N 的内容和下列特别内容:

- a) 通过观察气泡后监测到渗漏的包装数量;
- b) 包装内有试液渗入的数量。

附录 N
(规范性附录)
试验报告

试验报告应至少包含下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 委托方名称和地址；
- c) 试验报告的识别；
- d) 样品的识别；
- e) 样品产地，样品到达实验室的日期和抽样者的身份；
- f) 引用的标准号和附录；
- g) 描述与本标准的所有偏差；
- h) 根据相关附录的试验结果；
- i) 测量误差，如果可能；
- j) 试验报告的日期，试验报告责任人员资格和签名。

一般情形下，建议完成试验后销毁试验过的避孕套。有时，为说明某些特殊问题需要保留。因此，标识样品或避免无目的用途而储存试验过的样品至关重要。

附录 O

(资料性附录)

爆破体积和压力充气装置的校验

O.1 系统检查规则

不同的实验室所使用的仪器不同,规定所有仪器的校验和检验程序是不切实际的。

本附录规定了从 O.2~O.10 和图 O.1 中步骤,适用于多种系统的校验。如果按顺序进行,则是用于校验、检查和校验系统的实例。针对个别仪器结构,按需要可以修订规定规则。为方便系统检查,可在某些系统上安装附加装置,如三通管、隔离阀或手动控制阀。

应定期进行内部校验,或对仪器的读数存有疑义时进行校验。

O.2 夹具滑动力检查

该试验是保证避孕套长度不会因充气而产生太大的变化,尽可能在靠近夹具环顶端的避孕套上作标记。当充气至避孕套接近爆破时,用针刺破靠近储精囊表面,观察所作的标记是否移动。

O.3 充气长度检查

该方法既可在测试头上进行,也可用在长度测量棒测量,确认避孕套充气后的长度为 150 mm,也就是放置长度限制尺的长度;确认不是夹具的原因而使避孕套伸张,确认夹具夹紧避孕套前的位置不会被吹离。

O.4 胀气套泄漏检查

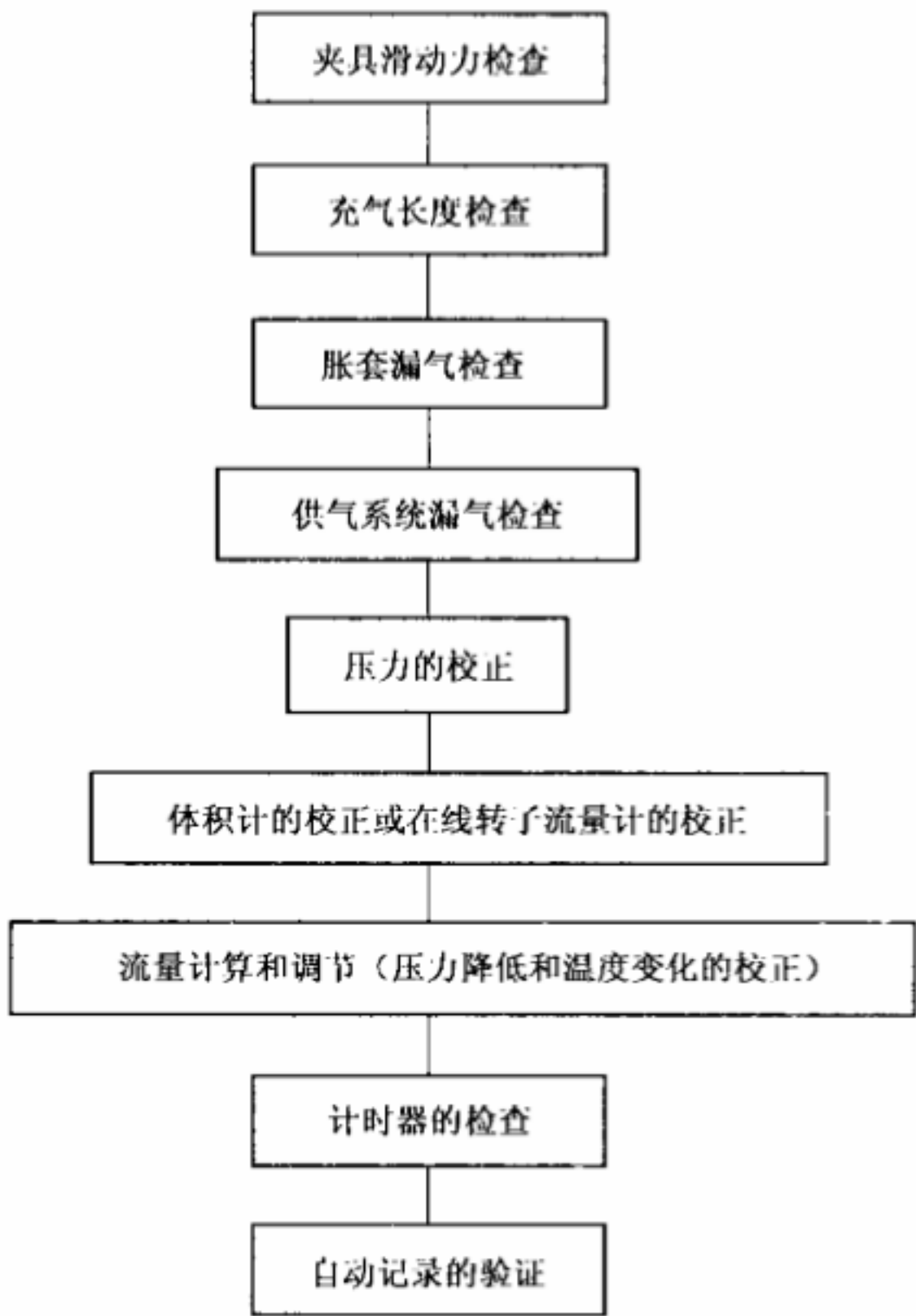
该检查是检查胀气套是否漏气,特别是不要漏入正在充气的避孕套内。如果胀气套和避孕套是分别充气的,则用充气来检查胀气套是可行的。在切断胀气套充气(如 5 min)后观察胀气套是否仍然处于充气状态。

O.5 供气泄漏检查

这一步骤是检查供气系统或压力传感器系统是否存在泄漏,这些系统的泄漏将会导致测量体积的误差。

O.6 压力表的校验

可用参照表并联受检仪器定期检查压力测量表或传感器。用水柱压力计作参照表既方便又精确。应在测试头上方放置可变压缩物或按规定步骤进行避孕套充气试验(或两个,其中一个放在另一个上面),检查碰到压力的所有部位。



注：某些项目，如消除漏气，是检查其他项目的先决条件。如体积和压力读数的校验。但是另外一些项目，如计时器检查、充气长度检查和自动记录的确认，不会受其他检查项目的制约，可以单独进行。

图 O.1 定期检查表

O.7 空气流量的调节和校验

如果系统为计时、流量原理设计，则需要精确测量空气流量。相反，如果系统为测量体积的累加原理设计，则只要求空气流量在规定范围内。建议在允许流量范围的中心值附近设置空气流量，以适应因周围环境而引起的波动。

使用一台适宜于可变区域的流量计(转子流量计)来校验受检仪器的流量不妨为简便的方法。转子流量计结构简单，运动部件较少，内部许多重要的部件对于使用者而言便是一目了然。也可以使用体积表。

应直接将校验流量表夹至避孕套测试头上，即通常固定避孕套的部位，使用合适的试验台和连接软管(能产生较小的压力降)。如果没有装备固定的在线流量计，则校验流量计连接部位的流量平稳度，尤为重要。

环境条件的变化可能对流量和爆破计时系统的影响较小。无论气候是否变化，每天应检查和计算流量两次。

O.8 在线体积计或流量计的校验

对于装备有在线体积表(例如,孔板流量计或涡轮流量计)的系统,应对照上述转子流量计(或其他参照流量计)给定程序检查流量计的精度。测量出的体积即是充入避孕套中的空气体积,既可以从测试头上测量的,也可以是(按理想气态方程)计算体积表和测试头间工作时的任一参数(压力或体积)而得出的修正值,应按体积表上显示的压力确定体积表和测试头间的压力降。

按给定的转子流量计同样的程序校验在线转子流量计,必须校验在用转子流量计以及在线计量表和测试头间工作时的温度和压力。

O.9 计时器检查

应使用标准的计时工具(电话时钟或广播报时)校验所用秒表或电子计时器。

O.10 自动记录的合格检定

对于由计算机或其他仪器自动记录结果(压力、体积或时间)的系统,必须检查所记录的数据就是爆破时的真实数据。应检查系统中的每个测试头。应在每个测试头观察 5 个避孕套的爆破体积(或时间)和爆破压力,将观测结果与自动记录值进行比较。

O.11 重要公式

如果气体在流动时产生了压力降,气体就会膨胀,流量和压力关系符合气态方程:

$$p_1 q_1 = p_2 q_2 \dots\dots\dots (O.1)$$

式中:

p_1 和 q_1 ——系统中第一点的压力和流量;

p_2 和 q_2 ——系统中第二点的压力和流量。

转子流量计上的读数取决于流过转子流量计气体的压力和温度。如果转子流量计是在压力 P_0 和温度 T_0 下校正的,但测量时的实际条件为压力 P_m 和温度 T_m ,则与指示流量 q 相关的实际流量 Q 由式(O.2)求得:

$$Q = q \sqrt{\frac{P_0 T_m}{P_m T_0}} \dots\dots\dots (O.2)$$

注:上式中的所有压力均为绝对压力。

附 录 P
(资料性附录)
说 明

P.1 总则

除第7章中的稳定性和储存期试验外,本标准并未要求制造商执行其中的其他试验方法。但是,质量体系必须保证由第三方按本标准中的方法检验产品,产品要满足本标准的规定要求。实际上,在进行成品检验时,制造商大都使用本标准中的方法或其他有效的方法保证产品符合规定要求。制造商也可用这些试验方法建立质量管理体系。

本标准包括第三方用于孤立批质量验证的试验方法。

针对制造商如何评估任何新型或改进产品的储存期、如何进行产品投放市场前实际时间的老化研究,本标准为此作出了要求。通过加速稳定性研究,不妨为制造商及时推出新型产品的一种举措,但必须保证进行之中的实际时间稳定性研究将证实其声称的储存期。稳定性和储存期技术要求详情见第7章。

本标准中的某些内容(前言和第11章)只简要说明了技术要求,而没有特别规定测试参数、界限值或检验方法。制造商的质量体系应涉及具体的要求。

P.2 5.3.2 和 6.1

在避孕套不同的两点测量其宽度。而5.3.2中测量的宽度是指避孕套的大小。宽度对于消费者安全至关重要,避免避孕套在使用过程中从阴茎上滑落。因此,应在距开口35 mm内的位置测量宽度。在6.1中,以避孕套中部测量宽度作为确定爆破体积的最小值。测量中部宽度的目的在于保证所选择爆破体积最为适当。如果避孕套两边平行,按5.3.2测量的宽度可用于6.1。

按6.1,可以将避孕套置于长度仪上,距闭口端75 mm处标出标记。

P.3 6.2 具有“超强”的产品要求

在许多国家,将某些类型的避孕套冠名为“超强”、“特别强度”、“超级安全”等等,有时,建议将“超强”避孕套用于肛交。为避免这些冠名用于普通类型避孕套,在本标准中增加了对“超强”型避孕套的其他要求。

使用拉力机测试的平均扯断力应大于100 N,而普通类型避孕套则为70 N。100 N为经验值,是从市场上获得大量的所谓超强避孕套样品经试验而得出的。同样,选择了2.0 kPa进行相关拉伸试验,以区别于普通类型的避孕套。

本标准着重强调“超强”在于避孕套的厚度要厚。由于缺乏足够的临床比对试验,难于确定较厚避孕套在使用过程中是否破裂减少或者不会减少。也许是超强避孕套的敏感度差,一些消费者难以接受。尽管如此,另一些消费者却热衷于这类产品。因此,针对这类产品增加其他一些要求,包括临床使用评估要求或附加标识。

P.4 第7章

在本标准中,增加了储存期和稳定性试验另外的要求。不应将该类试验与欧洲地区用于正常的市场准入程序和由第三方进行的型式检验相混淆。应将第7章中的试验作为制造商新产品市场准入体系的部分内容。实际时间研究目的在于证实加速老化研究获得的任一结果。第7章中的要求其目的是帮

助制造商避免进行不必要的试验从而制定产品适宜于所有市场需要的一整套文件。

应在 30℃ 下进行稳定性研究和储存期的估测。研究表明,30℃ 为热带气候运动温度的平均值,适于避孕套分销到世界的任何地方。ISO/TC 157(医疗器械标准化技术委员会)认为:既然制造商不能控制其销售产品到达的最终目的地,所以应在更为严厉的条件下(如热带气候)进行试验。

P.5 第 11 章

a) 11.1

制造商应根据其实际经验和消费者意见就有关油墨、用于保护避孕套在运输过程中不受损害的内外包装、储存和包装打开方式的要求进行评审并作为制造商和/或分销商质量体系中的部分内容。除了第 10 章的包装完整性外。没有规定适用于包装的试验方法,对于新的包装设计,制造商应按要求向管理机构提供“包装经过正常处理、运输和储存后足以对避孕套起到保护作用且满足本标准要求”的评审材料。若存在打开包装过程中对避孕套产生损坏的风险,要按正常试验对打开包装方式进行评审,试验结果将会反映出风险的程度。如果避孕套是直接以单个包装提供给消费者,则单个包装应认为是消费包装,且应满足所有的标志要求。

b) 11.2.2a)、11.2.3d)

根据避孕套销往国的管理规定,分销商要在标志(商标名称)、包装或标识上反映其具有生产商授权的资格。

c) 11.2.2 c)

使用月/年或年/月表示失效日期,至于具体采用哪种格式关系不大,只要满足本条要求就行。但值得注意的是避免因失效日期标识的改动而引起其他方面的疑惑。

d) 11.2.3.1 d)

见 11.2.2。

e) 11.2.4 d)

本标准的出版年号并非重要,如果包装材料版面有限,可不标识。原因是包装上标识了标准号,就向消费者表明能在自由市场上流通的避孕套已经满足了安全性极高的要求。

P.6 C.4 精密度和偏差

表 P.1 为国际实验室间进行的避孕套润滑剂回收精度比对试验得出的结果。润滑剂为硅油和聚乙二醇(PEG/N9)。九个实验室参加了试验。

注:若按 ASTM E 691,材料数目不能满足测定精度的最低要求。

将 400 mg 上述两种润滑剂分别滴加在数只避孕套上,测试分析润滑剂滴加与回收前后的质量(重量)减量。该试验的结果不适用于其他润滑剂。

表 P.1 润滑剂的回收

润滑剂类型	平均减量/mg (滴加-回收)	标准偏差		重复性 <i>r</i>	再现性 <i>R</i>
		<i>S_r</i>	<i>S_R</i>		
标准硅油	85	23	40	64	113
聚乙二醇	83	20	37	55	104

由表中“平均减量”栏可以看出滴加与回收前后润滑剂的平均减量,所得出的数据 83 mg、85 mg 是由上述方法测定的,比制造商实际用量多。

S_r——实验室内回收的润滑剂的平均值的标准偏差;

S_R——实验室间回收的润滑剂的平均值的标准偏差;

r ——实验室内重复性极限 $=2.8S_r$;

R ——实验室间再现性极限 $=2.8S_R$ 。

由于得到了单次试验的结果, R 则反映出了经随机抽取相同材料单次数量试样在不同实验室间测定值的差别。

希望两个单次试验结果之间的绝对差异 R 的概率低于 95%。

P.7 D.3.2 润滑剂的去除

去除润滑剂的程序实例如下:

- a) 用适当的溶剂如异丙醇洗涤避孕套,去除润滑剂或粉末。用适当的溶剂混合液(50 g/L),例如异丙醇和滑石粉(精细级)漂清洗避孕套。悬挂试样于通风处干燥至少 15 min;
- b) 去除避孕套闭口端,以适当开口促使空气能自由流过避孕套内面从而使其干燥;
- c) 擦拭去除多余的滑石粉;
- d) 在 $(23\pm 2)^\circ\text{C}$,相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 条件下干燥避孕套至少 16 h。

P.8 E.3.2

见 P.7 去除润滑剂的方法。

P.9 附录 I

a) I.1

本标准附录 I 部分被用于验证超强避孕套。将伸长率的试验方法作为资料性附录纳入本标准,原因是除本标准的技术要求外,必须用一个标准方法用于“超强”伸长率测定。

b) I.3.4

见 D.3.2 去除润滑剂的程序。

P.10 附录 L

a) L.2.3.2

靠近开口端的可见孔或撕裂将可能引起避孕套滑落或破损,在避孕套开口端至 25 mm 整个长度内(包括 25 mm 处)判定可见孔或撕裂。

b) L.2.3.5

由于室温和充入避孕套中的水温度不同,可能在避孕套的外表面有水凝结,凝结程度取决于空气的相对湿度。

参 考 文 献

- [1] GB/T 16886.1—2001 医疗器械生物学评价 第1部分:评价与试验(ISO 10993-1:1997, IDT)
- [2] GB/T 16886.10—2005 医疗器械生物学评价 第10部分:刺激与迟发型超敏反应试验(ISO 10993-10:2002, IDT)
- [3] GB/T 19001—2008 质量管理体系 要求(ISO 9001:2008, IDT)
- [4] GB/T 19000.1—1994 质量管理和质量保证标准 第1部分:选择和使用指南(idt ISO 9000-1:1994)
- [5] GB/T 19004—2000 质量管理体系 业绩改进指南(idt ISO 9004:2000)
- [6] YY/T 0287—2003 医疗器械 质量管理体系 用于法规的体系要求(ISO 13485:2003, IDT)
- [7] YY/T 0288—1996 质量体系 医疗器械 GB/T 19002-ISO 9002 应用的专用要求(ISO/FDIS 13488:1996)
- [8] YY/T 0297—1997 医疗器械临床调查(ISO 14155:1996, IDT)
- [9] YY/T 0316—2003 医疗器械 风险管理对医疗器械的应用(ISO 14971:2000, IDT)
- [10] ISO/IEC 导则 7 关于制定用于合格评定标准的指南
- [11] ISO 2230:2002 橡胶产品 贮存导则
- [12] ISO/TR 8550:1994 适合不连续批检查的可接受的抽样体系、计划或方案的选择指南
- [13] ISO 11346:2004 硫化或热塑性橡胶使用寿命和最高温度的评估
- [14] ISO 16037:2002 用于临床试验的避孕套 物理性能的测定
- [15] ISO 16038:2006 橡胶避孕套 关于天然橡胶胶乳避孕套质量管理的 ISO 4074 使用指南
- [16] EN 10002-2 金属材料 拉伸试验 第2部分:拉力试验机测力系统的验证
- [17] ASTM D3078-94 通过排气测定软包装漏气的标准试验方法,美国试验和材料协会
- [18] 在次优条件下包装、润滑和配方抗老化的重要性,避孕套 53,1996:221-229
- [19] 欧洲、日本和美国用于稳定性试验储存条件. 药品开发和工业制药,1993,19(20):2795-2830
- [20] 药品开发和工业制药,1998,24(4):313-325
- [21] Extrapolating accelerated thermal aging results; a critical look at the Arrhenius method. Washington DC: American Chemical Society. Polymer Preprints, 1993, 34(2):185
- [22] BARKER, L. R. J. Nat. Rubb. Res. ,1987,2(4):210-213
- [23] BARKER, L. R. J. Nat. Rubb. Res. ,1990,5(4):266-274
- [24] Mandel, J. ,et al. j. Res. Nat. Bur. Stand. ,63 C, No. 2, 1959
- [25] Grimm, W. ,Drug Dev. ind. Pharm. ,1993,19(20):2 795-2 830
- [26] Pannikottu, A. and Karmarkar, U. Elastomer Service Life Prediction Symposium, 99, E. J. Thomas Hall University of Akron, OH, USA