

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0681.12—XXXX

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

Test methods for sterile medical device package—  
Part 12: Flex Durability of Flexible Barrier Films

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家食品药品监督管理局 发布



## 前 言

YY/T 0681《无菌医疗器械包装材料试验方法》分为以下几个部分：

- 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；
- 第10部分：透气包装材料阻微生物穿透等级试验；
- 第11部分：目力检测医用包装密封完整性；
- 第12部分：软性屏障膜抗揉搓性；
- 第13部分：软性屏障膜和复合膜抗慢速戳穿性。

本部分为YY/T 0681的第12部分。

本部分按照GB/T 1.1给出的规则起草。

本部分修改采用ASTM F 392-93《软性屏障材料抗揉搓性》。

本部分与ASTM F 392-93的技术性差异及其原因如下：

- 将“软性屏障材料”修改为“软性屏障膜”，以准确界定试验对象范围（见标准题目和第1章）；
- 修改了试验环境条件，允许一定范围内误差的存在，便于试验（见8.1）。

本部分由全国医用输液器具标准化技术委员会（SAC/TC 106）归口。

本部分主要起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心

本部分参加起草单位：

本部分主要起草人：。



# 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

### 1 范围

本试验方法包括了软性屏障膜抗揉搓性的测定。本试验方法以针孔形成作为测定破损与否的评判标准。

其它像气体透过率之类的试验也可用来代替针孔试验。

注：附录 A 给出了本标准规定的试验方法的精密度和偏倚。

### 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（GB/T 2918-1998，ISO 291：1997，IDT）

### 3 试验方法概述

3.1 除非另有规定，在标准大气条件下（23℃和 50%相对湿度）对软性膜试样进行揉搓试验。揉搓条件、次数和揉搓程度的大小随试验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。这样对膜试样重复进行扭转和压缩。频率为 45 次/min。

3.2 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。另外试验者也可用其他破损准则，如，气体穿透或水蒸汽穿透。

3.3 各种试验条件汇总如下：

- a) 条件 A：全揉搓 1h (即 2 700 次循环)
- b) 条件 B：全揉搓 20min (即 900 次循环)
- c) 条件 C：全揉搓 6min (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

### 4 意义和应用

4.1 本试验方法用于测定软包装膜材料的抗揉搓形成针孔的性能。

4.2 本试验方法不测量与揉搓至破损有关的任何磨损部分。

4.3 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。气体穿透和/或水蒸汽穿透试验可与揉搓试验结合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。

4.4 本程序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，要么出现太多的针孔不便于计数且没有意义，要么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 至 50 个之间。

4.5 对尼龙膜测量时，可能会因其亲水性而不具有理想的再现性（实验室间），尽管在一个实验室的重复性很好。

## 5 仪器和试剂

5.1 揉搓试验仪，设计成能按第 8 章中所列的规范设置。该仪器应主要含有一个 90mm 直径的固定轴和一个 90mm 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 180mm。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 13mm。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 90mm 给出 440° 的旋转运动，然后是一个 65mm 的水平直线运动。使两轴的最近相隔距离为 25mm。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。

5.1.1 图 1 示出了驱动轴给出所需的 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。

5.1.2 对于条件 E 所用的部分揉搓，移动轴只在相隔 180mm 处向前移动 80mm，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。

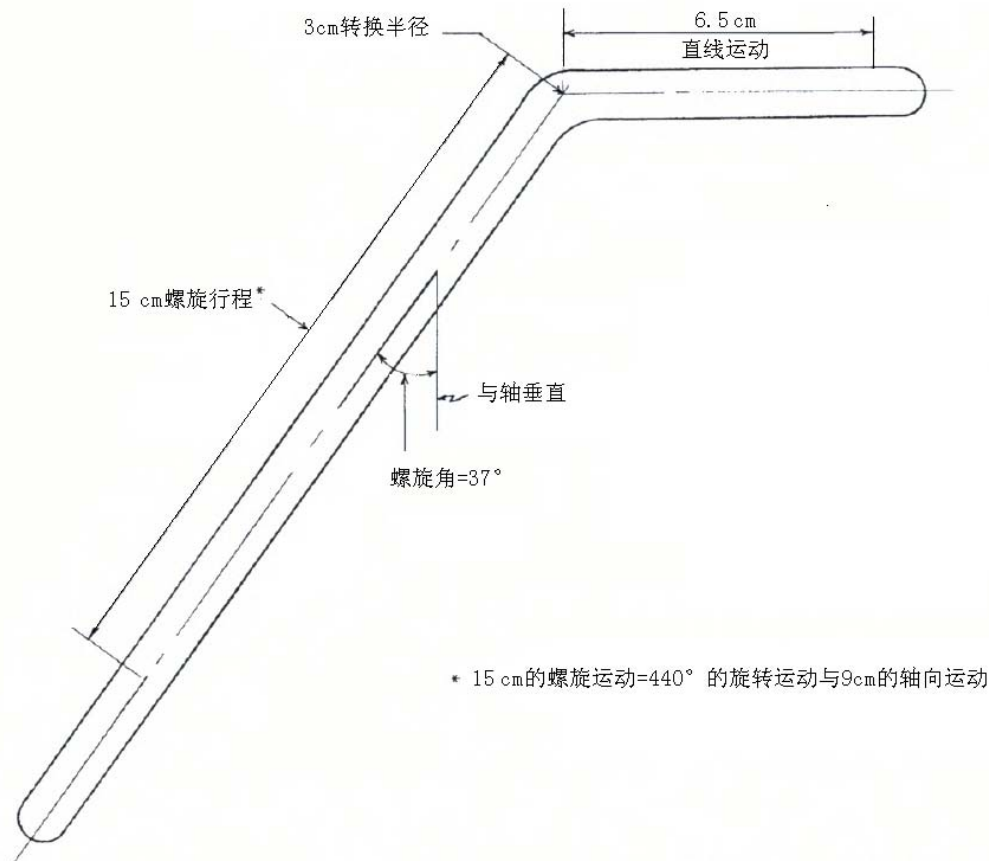


图 1 Gelbo 轴螺旋槽平面展开图 (轴径为 31.8mm)

5.2 软双面压敏胶带，宽度不超过 13mm。

5.3 模板，用于切制 200mm×280mm 的样品。

5.4 大号油漆刷，宽度 50mm~150mm。

5.5 卫生纸，吸水性的。

5.6 白纸，无涂胶纸至少与膜试样同样大小。

5.7 松节油 (染色、无水)，向 100mL 纯树胶精油 (化学纯，15℃下比重为 0.860~0.875) 加 5g 无水氯化钙和 1.0g 油中可溶的红染色液。塞住容器，摇匀，静置至少 10h，不时摇动。用干滤纸在温度约为

21℃的条件下过滤，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、吸入和易燃而带来危害的。

## 6 试样制备

6.1 样品裁成 200mm×280mm 的张材。200mm 尺寸为试验方向。这也是揉搓试验仪轴的方向。

6.2 在其机器方向和横向各对四个样片进行揉搓试验。另外对四个邻近的两个方向都未揉搓过的对照样品进行针孔试验。

6.3 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 13mm 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。

## 7 状态调节

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

## 8 程序

### 8.1 大气条件

除非另有规定，揉搓试验在第 7 章所述条件下进行。

### 8.2 揉搓条件

#### 8.2.1 条件 A

##### 8.2.2.1 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 90mm 给出 440° 的旋转运动，然后是一个 65mm 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 180mm，当移动轴移动到最近距离时，端面离固定轴相距 25mm。

##### 8.2.2.2 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。开启揉搓试验仪，让样品在 45 次循环/min 揉搓 1h(即共 2700 次循环)。

#### 8.2.3 条件 B

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

#### 8.2.4 条件 C

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

#### 8.2.5 条件 D

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

#### 8.2.6 条件 E

揉搓试验仪设置到 5.1.2 描述的部分揉搓。这时，移动轴设置到移动轴只移动相隔 180mm（两轴最大间距或起始位）中的 80mm，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 95mm。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。

## 8.3 针孔计数

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

8.3.2 用胶带将样品粘到白纸上。

8.3.3 用刷子将染色的松节油溶液刷到样品上，多刷几次。放置 1min。

8.3.4 1min 后，用吸水卫生纸将染色松节油擦掉，擦拭时对着白色背景纸施加压力。

8.3.5 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150mm×200mm的区域内的针孔计数。

## 9 报告

9.1 四个机器方向和四个横向测试样品中各试样每300cm<sup>2</sup>的针孔数和均数。

9.2 任何异常的破损，如撕裂。

9.3 四个未经第8章程序进行揉搓的对照试样的针孔数（这用于确定膜上是否已经有针孔存在而不是由揉搓试验所致）。用“未揉搓对照针孔”报告各数值和均值。

9.4 所用试验方法，包括循环次数，用全揉搓还是用部分揉搓。

9.5 所用的样品状态调节和试验条件。

9.6 样品厚度和结构，如适宜。



附 录 A  
(资料性附录)  
精密度和偏倚

### A.1 精密度

表 A.1 是 ASTM 1992 年进行实验室协同试验的数据，五个实验室参加试验，试验包括四种材料。对于每种材料，所有样品都由同一来源制备，但各试样是在提供试验结果的实验室制备。每个试验结果都是在材料的机器方向进行四次，对每种材料各试验室得到了两个平行试验数据。

表A.1 针孔数据（单位用针孔数/300cm<sup>2</sup>表示）

材料描述	试验条件	均数	S <sub>r</sub> <sup>a</sup>	S <sub>R</sub> <sup>b</sup>
0.8 Mil 聚偏二氯乙烯 ctd 玻璃纸	D	3.45	1.47	2.81
0.92 Mil 拉伸聚酯	C	3.18	0.87	1.49
0.48 Mil 拉伸聚酯	C	0.18	0.24	3.69
1.5 Mil 低密度聚乙烯	C	8.15	1.24	7.25
注：1Mil=0.0254mm				
<sup>a</sup> S <sub>r</sub> = 实验室内的标准差。				
<sup>b</sup> S <sub>R</sub> = 实验室间的标准差。				

### A.2 偏倚

没有公认的标准用以估计这些试验方法的偏倚。

参 考 文 献

[1] ASTM E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

---