



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0681.13—2014

无菌医疗器械包装试验方法 第 13 部分：软性屏障膜和复合膜 抗慢速戳穿性

Test methods for sterile medical device package—
Part 13: Slow rate penetration resistance of flexible barrier films and laminates

2014-06-17 发布

2015-07-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
无 菌 医 疗 器 械 包 装 试 验 方 法
第 13 部 分：软 性 屏 障 膜 和 复 合 膜
抗 慢 速 戳 穿 性

YY/T 0681.13—2014

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号(100029)
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号(100045)

网 址 www.spc.net.cn

总 编 室：(010)64275323 发 行 中 心：(010)51780235

读 者 服 务 部：(010)68523946

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 15 千 字
2014 年 11 月 第 一 版 2014 年 11 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·2-27632 定 价 18.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话：(010)68510107

前 言

YY/T 0681《无菌医疗器械包装试验方法》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：透气包装材料阻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 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分参考 ASTM F 1306—1990《软性屏障膜和复合膜抗慢速戳穿性》制定。

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：山东新华医疗器械股份有限公司。

本部分主要起草人：张静、董丹丹、陈方、于晓慧、王洪敏。

无菌医疗器械包装试验方法

第 13 部分:软性屏障膜和复合膜

抗慢速戳穿性

1 范围

YY/T 0681 的本部分适用于测定软性屏障膜和复合膜抗驱动测头的戳穿性。本试验在室温下以恒定的试验速率对材料施加双轴应力,直到戳穿发生,测定穿孔前的力、能量和伸长。

注:附录 A 给出了本部分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, idt ISO 291:1997)

3 术语

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

伸长 elongation

驱动测头戳穿软性膜材时的弹性/塑性形变。

3.2

抗戳穿性 penetration resistance

软性膜材承受驱动测头使其伸长和/或穿透的能力。

3.3

穿破 perforation

戳穿过程中越过屏障膜的可见裂纹的形成过程。

3.4

测头戳穿深度 probe penetration

在通用试验机记录仪上观察到的测头从与膜接触至负载呈瞬间下降时的移动距离。

3.5

穿透 puncture

软性膜被驱动测头戳穿后呈现出脆弹性破坏。

4 意义和应用

薄膜的抗戳穿性是其重要的最终使用性能,锐缘产品会破坏屏障包装的完整性。这会使气体、气味和有害污染物进出包装,从而导致产品受损以及货架寿命降低。材料的抗戳穿性受诸多因素的影响,如膜的厚度、弹性模量、戳穿速率、温度、测头的形状和类型等。因此,采用本方法可以观察到穿透对材料

伸展性的响应并被量化。尽管多个实验因素的组合可以被设计出来并用以模拟特定的最终应用,但本方法推荐的条件宜得到遵守,以使材料具有标准可比性。

5 仪器

5.1 通用试验机,有记录装置。

5.2 压力传感器。

5.3 戳穿试验测头,符合图 1。一般应用推荐直径为 3.2 mm 的半球测头(双轴应力),以使材料间和实验室间结果具有标准可比性。

5.4 试样夹具,符合图 2 或等效装置。为使实验室间结果具有可比性,要求样片的试验直径为 35 mm (如果使用其他测头,夹具直径与测头直径之比至少为 10 : 1)。

5.5 样品切制器。

单位为毫米

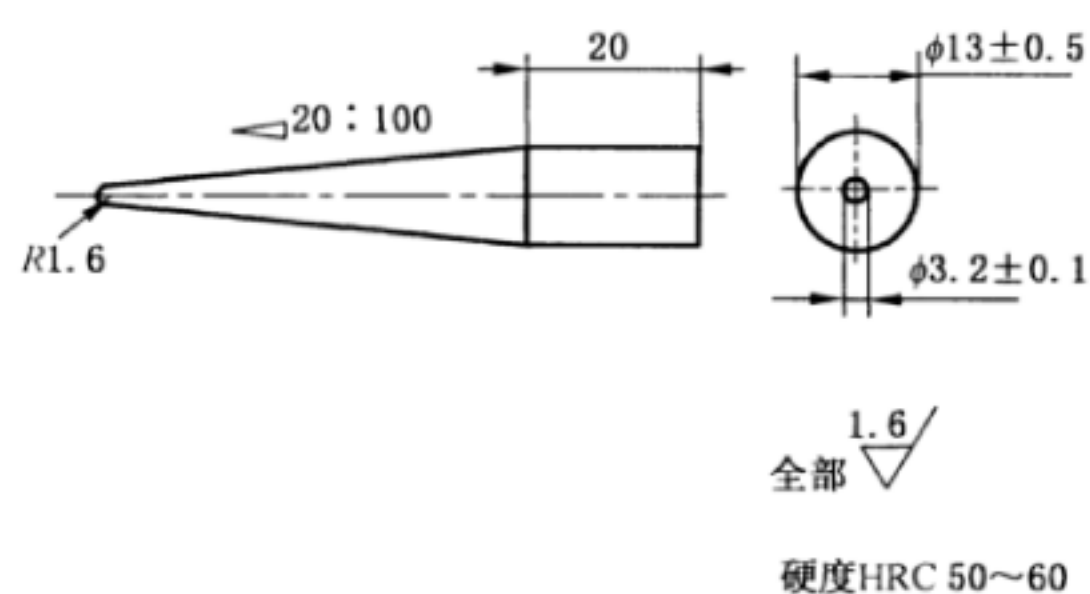
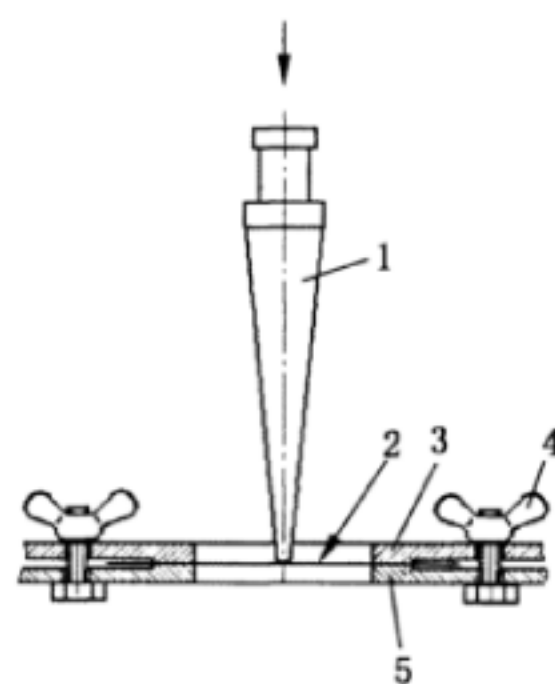


图 1 戳穿试验测头



说明:

- 1——戳穿试验测头(固定于试验机测力器上);
- 2——供试膜;
- 3——上夹具,内孔直径为 $\phi 35$ mm;
- 4——紧固装置;
- 5——下夹具,内孔直径为 $\phi 35$ mm(固定于试验机基台上)。

图 2 戳穿试验装置

6 试样

6.1 试样应厚度均匀(中央区域厚度偏差为 $\pm 2\%$ 或 $\pm 0.0025\text{ mm}$,取其较大者)。

6.2 试样尺寸应为 $76\text{ mm}\times 76\text{ mm}$ 。

7 仪器准备

7.1 按仪器操作手册设置和操作仪器。

7.2 安装测头。

7.3 使测头在夹具上方并对中。

8 试样数量

对每个样品至少试验 5 个试样。

9 状态调节

9.1 试验前按 GB/T 2918 规定,在温度为 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $(50\pm 5)\%$ 条件下对试样进行状态调节至少 40 h。

9.2 除非本试验方法中另有规定,试验在温度为 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度为 $(50\pm 5)\%$ 的标准实验室条件下进行。

10 程序

10.1 按仪器制造商的说明书对试验仪器进行校准。

10.2 选择发生穿透时测力器受力在其 $20\%\sim 80\%$ 量程范围内。

10.3 用样品切制器对每种样品至少切制 5 个 $76\text{ mm}\times 76\text{ mm}$ 的试样。

10.4 测量膜试样中央的厚度(3 个读数的均值)。

注 1: 厚度的测量方法可采用 ASTM D 374 或 GB/T 6672,推荐优先采用 ASTM D 374 中的方法 C 或方法 D。

注 2: 表 A.3 中厚度测量方法的精密度是基于 ASTM D 374 给出的。

10.5 将试验机的移动速度调为 25 mm/min 。

10.6 将膜试样夹于夹具中,将夹具置于测头下方,使测头对准膜试样的中央,并尽可能下移,但不与之相接触。

10.7 对试验机设置合适的停止和返回位,将数据采集装置清零,如适宜。

10.8 启动试验机。在膜被穿破的瞬间返回到起始位。(穿破是膜试样上肉眼可见的任一大小的孔,或负载瞬间降至零附近的点),见图 3。

注: 对于复合膜材,负载可能会观察到有多个降落点,这些表明分层受到破坏。这种情况下最后一次的瞬间下降被认为是破坏。

10.9 从机器试验软件输出中记录试样标识、穿透力(峰值)、穿透能量(功)和测头戳穿深度(开始破裂处)(见图 3)。

10.10 对剩余试样重复测试步骤(10.1~10.9)。

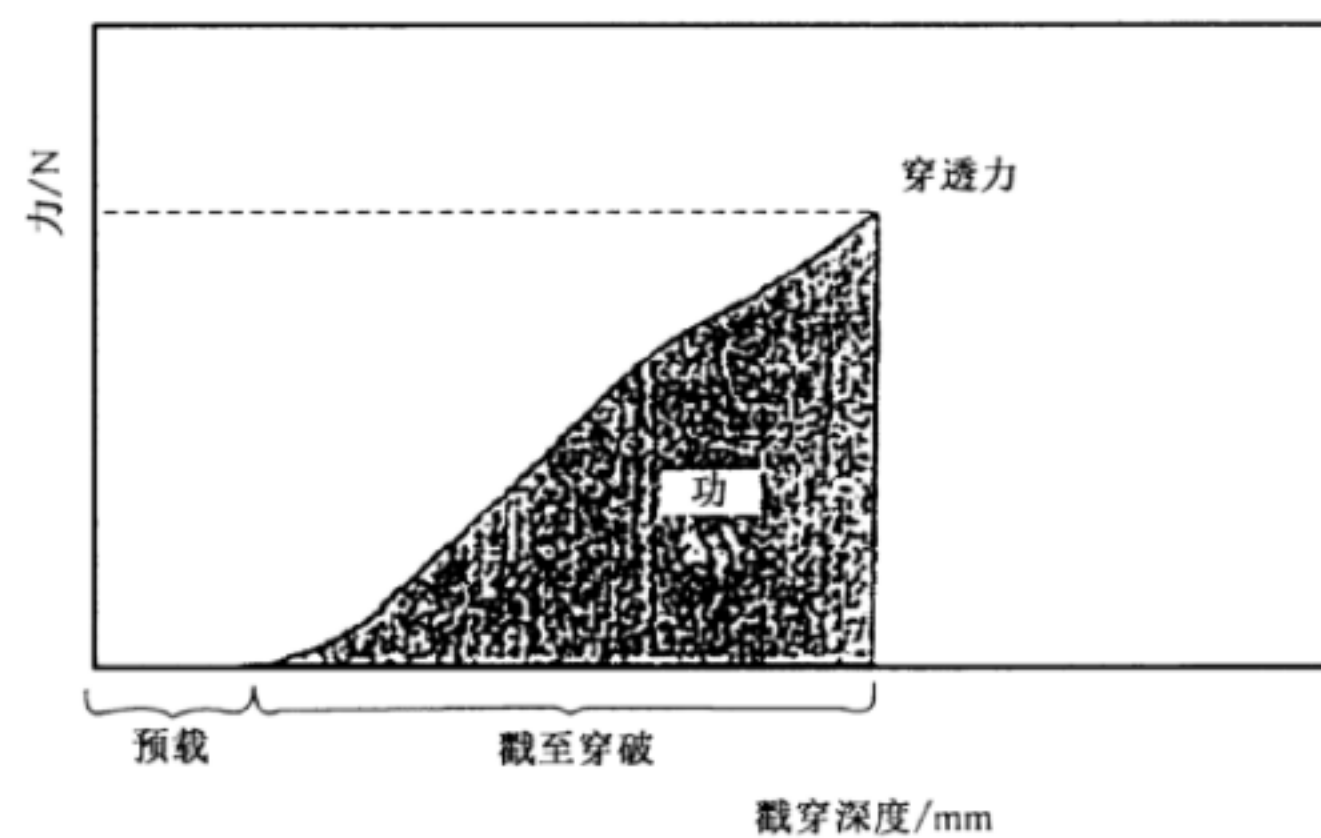


图 3 慢速戳穿试验图示输出

11 报告

试验报告应至少包括以下内容：

- a) 样品识别；
- b) 以下诸项 5 个值的均值和标准差：
 - 穿透力(N)；
 - 穿透能量(J)；
 - 测头戳穿深度(mm)；
 - 每个样品膜试样的厚度(3 个值)(mm)。

附 录 A

(资料性附录)

精密度和偏倚

A.1 精密度

A.1.1 精密度数据

表 A.1 和表 A.2 是在 1988 年~1989 年 ASTM 在 6 个实验室按 ASTM E 691 对 6 种材料进行的实验室协同试验的研究结果。每种材料的所有样品都来自同一出处,但试样都是在各参加试验的实验室中制备的。每个试验结果都是独立测量的试验值。每个实验室对每种材料都得到 5 个试验结果。各实验室对每种材料进行两个平行试验,分别按独立的材料对待。

表 A.3 和表 A.4 是基于以上实验室协同试验,但数据分别来自 3 个实验室和 4 个实验室。使用时宜注意其数据数量相对较少。

注:以下(A.1.2)对 r 和 R 的解释只是打算给出本试验方法的大约精密度的概念。表 A.1 和表 A.3 不宜严格用于材料的接受或拒绝,因为这些数据只是针对参与验证的材料,不代表其他的批、条件、材料或实验室。本试验方法的使用者宜针对具体的实验室和材料或在特定的实验室间来得到数据。对这些数据的解释见 A.1.2。

A.1.2 r 和 R 的概念

A.1.2.1 如果 S_r 是从足够多的数据得来的,同一材料由同一操作者、采用同一设备、在同一天得到的两个试验结果的差值超过了材料的重复性限(r),宜判定其两个试验结果不等同。

A.1.2.2 如果 S_R 是从足够多的数据得来的,同一材料由不同的操作者、采用不同的设备、在不同的实验室得到的两个试验结果超过了材料的再现性限(R),宜判定其两个试验结果不等同。

A.1.2.3 按 A.1.2.1 和 A.1.2.2 进行的判定,其正确概率约为 95%(0.95)。

A.2 偏倚

没有公认的标准用以估计本试验方法的偏倚。

表 A.1 穿透力(6 个实验室)

单位为牛顿

材料	材料方向	均值	S_r	S_R	r	R
BW 010	内侧	6.63	0.187	0.676	0.525	1.891
BW 010	外侧	6.72	0.360	0.903	1.015	2.528
BW 82	内侧	9.47	1.94	2.034	5.429	5.696
BW 82	外侧	9.08	2.23	2.416	6.226	6.773
BW 117	内侧	12.10	1.615	2.238	4.521	6.608
BW 117	外侧	12.37	1.798	2.852	5.029	7.983
BW 295	内侧	42.54	1.776	2.078	4.966	5.816
BW 295	外侧	36.49	0.983	3.066	2.756	8.580
BW 341	内侧	41.83	2.697	3.502	7.547	9.803

表 A.1 (续)

单位为牛顿

材料	材料方向	均值	S_r	S_R	r	R
BW 341	外侧	42.94	3.400	4.971	9.514	13.920
BW 234	内侧	72.31	11.080	14.285	31.061	39.961
BW 234	外侧	65.64	16.421	17.266	45.969	48.372

表 A.2 戳穿深度(6 个实验室)

单位为毫米

材料	材料方向	均值	S_r	S_R	r	R
BW 010	内侧	0.010 7	0.009 5	0.003 1	0.002 7	0.008 8
BW 010	外侧	0.011 1	0.000 6	0.003 1	0.001 7	0.008 6
BW 82	内侧	0.006 0	0.001 1	0.002 3	0.003 1	0.006 3
BW 82	外侧	0.005 8	0.001 8	0.002 4	0.005 0	0.006 8
BW 117	内侧	0.009 7	0.001 3	0.002 8	0.003 5	0.008 0
BW 117	外侧	0.001 0	0.001 2	0.002 9	0.003 2	0.008 1
BW 295	内侧	0.007 1	0.000 4	0.001 9	0.006 1	0.005 2
BW 295	外侧	0.007 1	0.000 2	0.001 0	0.000 7	0.002 8
BW 341	内侧	0.006 2	0.000 3	0.001 8	0.000 8	0.005 0
BW 341	外侧	0.006 5	0.004 2	0.001 9	0.001 2	0.005 2
BW 234	内侧	0.006 1	0.000 4	0.001 8	0.001 2	0.005 1
BW 234	外侧	0.005 8	0.001 2	0.001 8	0.003 3	0.005 0

表 A.3 材料厚度(3 个实验室)

单位为毫米

材料	材料方向	均值	S_r	S_R	r	R
BW 010	内侧	0.050	0.001 1	0.001 2	0.003 0	0.003 4
BW 010	外侧	0.049	0.001 9	0.002 6	0.005 2	0.007 4
BW 82	内侧	0.020	0.000 6	0.000 8	0.001 8	0.002 3
BW 82	外侧	0.020	0.000 9	0.001 5	0.002 5	0.004 3
BW 117	内侧	0.013	0.000 9	0.001 0	0.002 5	0.002 8
BW 117	外侧	0.012	0.001 2	0.001 2	0.003 2	0.003 4
BW 295	内侧	0.113	0.002 4	0.002 9	0.006 9	0.008 0
BW 295	外侧	0.113	0.001 8	0.002 4	0.005 0	0.003 4
BW 341	内侧	0.031	0.001 5	0.001 5	0.004 2	0.004 2
BW 341	外侧	0.031	0.001 9	0.002 4	0.005 3	0.006 8
BW 234	内侧	0.210	0.016 8	0.016 8	0.047 0	0.047 0
BW 234	外侧	0.211	0.016 0	0.020 7	0.004 7	0.057 9

表 A.4 穿透能量(4 个实验室)

单位为焦耳

材料	材料方向	均值	S_r	S_R	r	R
BW 010	内侧	0.049 0	0.004 2	0.010 1	0.011 8	0.029 2
BW 010	外侧	0.050 2	0.003 9	0.007 1	0.010 9	0.019 7
BW 82	内侧	0.027 0	0.010 4	0.011 5	0.029 0	0.032 3
BW 82	外侧	0.026 8	0.009 1	0.012 3	0.025 4	0.034 3
BW 117	内侧	0.059 9	0.014 3	0.016 6	0.037 9	0.046 4
BW 117	外侧	0.059 7	0.017 6	0.024 2	0.049 4	0.067 9
BW 295	内侧	0.137 4	0.011 1	0.011 1	0.031 1	0.031 1
BW 295	外侧	0.092 6	0.017 2	0.025 8	0.048 1	0.072 2
BW 341	内侧	0.107 7	0.011 3	0.017 8	0.031 7	0.050 0
BW 341	外侧	0.117 7	0.012 5	0.023 2	0.034 8	0.064 9
BW 234	内侧	0.183 9	0.038 4	0.050 3	0.107 4	0.115 8
BW 234	外侧	0.145 9	0.046 5	0.058 6	0.130 2	0.164 2

参 考 文 献

- [1] GB/T 6672 塑料薄膜和薄片厚度的测定 机械测量法
 - [2] ASTM D 374 Standard Test Methods for Thickness of Solid Electrical Insulation
 - [3] ASTM E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method
-



YY/T 0681.13-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 2-27632

定价: 18.00 元