

无菌医疗器械包装试验方法
第 XX 部分：染色液穿透法测定非透气包装
和软性屏障材料的泄漏

Test methods for sterile medical device package—Part XX: Detecting Leaks in
Nonporous Packaging and Flexible Barrier Materials by Dye Penetration

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

草案版次选择

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

20XX - XX - XX 发布

20XX - XX - XX 实施

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 仪器	1
5 试验样品	1
6 样品数量	2
7 状态调节	2
8 试验步骤	2
8.1 方法 A 密封处通道或泄漏测试	2
8.2 方法 B 平整表面开孔或泄漏测试	2
9 报告	2
附 录 A （资料性） 试验方法的精密度和偏倚	4
A.1 方法 A	4
A.2 方法 B	4
A.3 偏倚	4

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。

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

- 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：软性屏障膜抗揉搓性；
- 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；
- 第XX部分：染色液穿透法测定非透气包装或软性屏障材料的泄漏。

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。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件由医疗器械包装标准化技术归口单位（SMD/TU 011）归口。

本文件起草单位：山东省医疗器械和药品包装检验研究院

本文件主要起草人：

无菌医疗器械包装试验方法

第 XX 部分：染色液穿透法测定非透气包装和软性屏障材料的泄漏

1 范围

本文件规定了通过染色液穿透法测定非透气包装和软性屏障材料泄漏的试验方法。

本文件适用于透明或不透明的非透气包装材料。本文件的方法A适用于测定非透气包装密封处大于或等于50 μm的通道，方法B适用于测定非透气平面片材大于或等于10 μm直径的通道。

本文件不适用于染色液与试验材料/吸水纸表面之间反差不大的情况。

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 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划

YY/T 0681.4 无菌医疗器械包装试验方法 第4部分：染色液穿透法测定透气包装的密封泄漏

3 术语和定义

YY/T 0681.4界定的术语和定义适用于本文件。

4 仪器

4.1 破坏包装材料的工具，例如小刀。

4.2 染色液分配器，例如吸管或能用于注入染色液的注射器，或对于方法B来说，是将染色液置于片材试样表面的工具。

4.3 显微镜或能放大5~20倍的光学放大镜（可选）。

4.4 吸水纸，如白色滤纸，或白色纸巾。方法B优先选用白色复印纸。

注：吸水纸表面的凹凸不平和不均匀会阻碍样品底部表面与吸水纸表面之间的接触，不利于泄漏的检出。

4.5 滚筒或其他能够确保样品底面与吸水纸密切接触的工具（仅限方法B）。

4.6 吸水海绵，浸透染色液后用于擦拭材料表面，也可用于吸干材料表面多余的染色液（仅限方法B）。

4.7 染色液，按质量分数，其组成见表1：

表面活性剂	Triton X-100 ^a	1%~3%
指示剂	甲苯胺蓝 ^b	0.05%
载体	水	96.95%~98.95%

^a Triton X-100 的化学名称是辛基苯基聚氧乙烯醚。
^b 甲苯胺蓝的化学名称是3-氨基-7-(二甲基氨基)-2-甲基吩噻嗪-5-翁氯化物。

其中表面活性剂也可以使用其他具有如下化学性能的试剂：表面张力在30 mN/m~33 mN/m之间，亲水-亲油平衡值(HLB)大于10，临界胶束浓度(cmc)小于2000 ppm。

注1：如果使用了甲苯胺蓝和/或本条款规定的表面活性剂的替代物，其精密度和偏倚必须通过实验来确定。

注2：由于表面活性剂具有粘性，染色液的制备最好是先称量内装约所需量10%的水溶液的容器，将相应量的表面活性剂加入水中，搅动或振动使之混合。表面活性剂散开后加入其余的水，最后加入甲苯胺蓝。

5 试验样品

试验样品可以是包含产品的包装（如果能够证明不影响测试结果，也可使用瑕疵品、不合格品或仿真产品的包装，但需要予以记录），也可以是空包装或片材。

6 样品数量

测试样品数量宜满足试验要求。取样规则可参考GB/T 2828.1

7 状态调节

试验前应在温度（ 23 ± 2 ）℃、相对湿度（ 50 ± 5 ）% 的环境下状态调节至少24 h，并在此条件下进行测试。

8 试验步骤

8.1 方法 A 密封处通道或泄漏测试

8.1.1 将染色液注入包装，确保沿密封边缘每 25 mm 密封长度至少 0.25 mL 染色液。

注：刺穿包装袋注入染色液时，需注意不能刺穿或者损伤到包装的其他表面。

8.1.2 使染色液与密封边保持接触约 5 s。

8.1.3 如果包装有透明面，可通过此面目视检查密封。可用 5 倍~20 倍的光学放大镜进行细致地检查。如果包装不透明或需要进一步验证，所测密封边外侧宜放置于吸水纸上约 5 s。小心提起包装，检查吸水纸的接触面。出现污点表明存在通道或泄漏。

注：如果所测包装在密封外边缘与包装外边缘之间有未密封的部分（即“裙边”），那么将密封边放置于吸水纸上时应折叠裙边。

8.1.4 旋转包装，使各边接触染色液，重复 10.1.2 和 10.1.3 中的检查。如需要，补充染色液，以确保完整覆盖包装边缘。

8.2 方法 B 平整表面开口或泄漏测试

8.2.1 测试包装时，小心切下要检验的表面，保证包装材料平整。

8.2.2 将待检查的试样、片材或切好的包装置于吸水纸上，确保其表面无褶皱。可以使用胶带或其他重物将片材试样固定在吸水纸上。

8.2.3 用染色液浸透的吸水海绵在试样表面擦拭，或用滴管或移液管将染色液作用于试样表面。染色液宜接触所有可能存在表面异物的区域，注意不要使染色液溢出样品边缘。如有必要，用滚筒或其他工具向样品施加压力，以确保吸水纸表面和试样底面充分接触。用干净的吸水海绵吸干样品上多余的染色液，小心提起样品。

8.2.4 检查吸水纸的接触表面，圈出任何污点。污点的出现指示存在漏孔。

9 报告

报告应包含如下信息：

- a) 样品信息：试验材料信息，包括但不限于材料的批号、来源、测试的日期、时间、地点和操作人员；
- b) 状态调节信息；
- c) 测试的方法：方法 A、方法 B 或二者均有；
- d) 检查结果的方法：裸眼观察或通过设备观察；
- e) 结果：
 - 染色液通过确定的通道穿透到密封区域的另一侧的迹象，应作为泄漏点存在的判定依据，
 - 染色液穿透至吸水纸表面的迹象，应作为泄漏点存在的判定依据，
 - 泄漏点的定性描述或图示，
 - 其他偏离标准的信息。

真 家 信 同

附录 A
(资料性)
试验方法的精密度和偏倚

A.1 方法 A

本试验方法的精密度是基于2012年的实验室间的研究。十家实验室参与了该项研究。通道缺陷的样品由50 μm (0.002 in.) 直径的钨丝置于9.5 mm (0.375 in.) 宽的密封中制得。试验样品无裙边。每50个样品为一组，其中包含随机分布的20~30个缺陷样品，与无缺陷样品保持等同。每个参与的实验室分析200个随机编号的样品（4组，每组50个）。每个分析者报告的结果都要指示通道是否出现。结果汇总见表A.1。

试验材料为：

- a) 透明材料：PET/LDPE 复合膜和 OPP/密封胶；
- b) 非透明材料：PET/AL/LDPE 复合膜和 PA/AL/EAA。

表 A.1 结果汇总

测试总样品数	假阳性	假阴性	出错率 (%)
2000	2	4	0.3

A.2 方法 B

本试验方法的精密度是基于2013/2014年的实验室间研究。八家实验室参与了该项研究。针孔缺陷的样品通过用激光在平整片材上打孔制得。每组18个样品中包含了3个对照样品（没有针孔），以及10 μm、20 μm、30 μm、40 μm和50 μm随机分布的各3个样品。测试四套样品，首批四个实验室测试完成后将样品送回研究牵头单位。在送到第二批四个实验室前，这些样品的孔径经过了验证。每个分析者报告的结果都要指示针孔是否出现。结果汇总见表A.2。

用于实验室间研究的材料为PET/AL/PE。

表 A.2 结果汇总

孔径, μm	样品量 ^a	正确结果	不正确结果	正确率
0	25	24	1	0.960
10	26	20	6	0.769
20	23	21	2	0.913
30	23	22	1	0.957
40	24	24	0	1.000
50	23	23	0	1.000

^a 样品量不同是因为某些样品在孔径验证步骤中孔径被堵塞或严重变小，因此重新进行归类。

A.3 偏倚

通过/未通过试验方法不存在偏倚。