

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0681.9—2011

无菌医疗器械包装试验方法 第 9 部分：约束板内部气压法软包装密封胀破试验

Test methods for sterile medical device package—
Part 9: Burst testing of flexible package seals using internal air pressurization weight
restraining plates

2011-12-31 发布

2013-06-01 实施

国家食品药品监督管理局 发布

前 言

YY/T 0681本部分修改采用ASTM F 2054-00《约束板内部气压法软包装密封胀破试验方法》。

YY/T 0681的总标题为“无菌医疗器械包装材料试验方法”，由以下部分组成：

- 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试验。
- 第10部分：透气包装材料阻微生物分等试验。

本部分由国家食品药品监督管理局提出。

本部分由全国医用输液器具标准技术化委员会（SAC/TC106）归口。

本部分起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心、山东新华股份有限公司。

本部分起草人：钱承玉、张静、于晓慧、钟文泉。

引 言

YY/T 0681 本部分所描述的试验方法，除使用约束板外，其他与 YY/T 0681.3 规定的试验方法的作用是相同的。YY/T 0681.3 描述的无约束胀破试验，适合确定包装抗内压增高的一般能力。YY/T 0681.3 规定的试验方法没有将压力均匀分布于包装的所有密封区域。在无约束条件试验下，组合袋的中央（包装膨胀至最大直径处）承受的应力最大。因此，用 YY/T 0681.3 规定的试验方法可能不能可靠检测出密封的最薄弱区。

本部分规定的胀破试验是使包装内部逐渐加压直到包装周边的一个密封区域因压力增加而“胀”开。加压过程中将包装置于约束板内，以维持包装空间不变，这样可以使所施加的压力更均匀的沿包装的周边分布（通常在周边处密封）。从而可使试验更可能发现密封的最薄弱区域，并测量出包装“胀”开所需的压力。

无菌医疗器械包装试验方法

第 9 部分：约束板内部气压法软包装密封胀破试验

1 范围

YY/T 0681 本部分所规定的试验方法，规定了软包装被置于约束板内进行内部加压来检验其周边密封处最小胀破强度的方法。

本试验仅适用于周边密封的软包装（通常指组合袋）。尤其适用于其密封具有可剥离特征（由最终使用者剥开后取出内装物）的包装。

建议本方法的使用者特别注意，可能需要设计并制作约束板夹具。关于压力因素和结构设计考虑详见资料性附录 C。

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。

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

YY/T 0681.3 无菌医疗器械包装试验方法 第 3 部分：无约束包装抗内压破坏

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

软包装或组合袋 flexible package

包装上至少一种密封材料是软性结构的包装（如，纸、聚乙烯等）

3.2

约束板 restraining plates

制做成当给包装加压时，接触并限制包装表面膨胀的刚性板。

4 试验方法概述

4.1 在一台仪器上对供试包装内部充入气压，直到包装破裂。多数情况破裂发生在密封区域的一处或几处。充气和加压设备要求能在密封被破坏之前保持内部压力增加。在增压过程中，包装应置于两个刚性平行板（约束板）之间，以限制包装的膨胀和变形，但让密封周边区域不受约束。插入包装内部的一个传感器检测包装破裂时的内部压力。根据应用情况，本试验方法需要使用两种配置的约束板，描述如下：

4.1.1 开口包装配置：用于三个周边密封，第四个边开口的包装。该配置常用于预成形包装的生产。配置使用说明见图 1。

4.1.2 封口包装配置：用于四个边密封的包装。该配置常用于对已完成的处于完全密封状态包装的密封进行试验。配置使用说明见图 2。

5 意义和应用

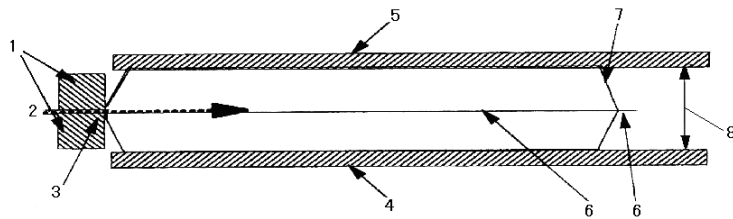
5.1 本试验为评价包装受到压差作用时的密封破坏的趋势提供了快捷的评价方法。压差可能产生于灭菌过程中和运输过程中。本试验方法用以测量包装密封区域的胀破强度（即胀破常发生在密封的一个或几个区域的胀破）。密封区的最小胀破强度值可能对包装制造商和最终用户确保适宜的包装完整性非常重

要。本试验方法不能对包装密封的均匀性提供测量。本试验方法不能用于对整个包装完整性进行评价，即不能评价包装与约束板接触部位的胀破强度。如果有必要，本试验方法宜与其他整个包装完整性、包装密封的均匀性或打开性能的评价方法结合起来使用。

5.2 在制造过程中和在包装寿命周期的各个阶段，本试验经常用于对包装的密封强度进行快速评价。

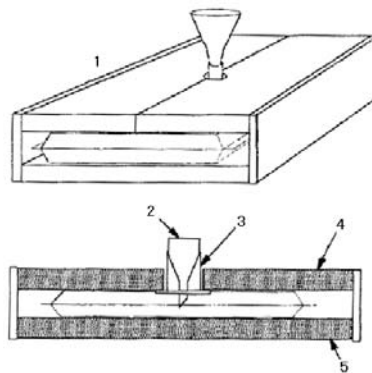
5.3 若要建立试验设备组件之间的相关性，使试验方法的所有参数严格保持一致是非常重要的。典型的参数有，但不限于：包装的大小、材料、密封的型式和结构、气流进入包装的速度、压力检测传感装置及灵敏度（对压降的机械响应）和试验品的位置，约束板的刚性，以及约束板间距。

5.4 本试验与使用 YY/T 0681.3、YY/T 0681.2 所述的测量包装密封强度试验方法不一定具有相关性（或等同性）。



- 1- 密封包装开口端的夹具；
- 2- 气流；
- 3- 通过密封夹具插入到包装开口端内的加压和传感器管口；
- 4- 下约束板；
- 5- 上约束板；
- 6- 密封区周边；
- 7- 软包装；
- 8- 约束板间距。

图 1 约束板，开口包装试验装置



- 1- 分离板约束夹具；
- 2- 充气测头；
- 3- 入口；
- 4- 下约束板；
- 5- 上约束板。

图 2 约束板，封口包装试验装置

6 仪器

6.1 包装试验类型

6.1.1 开口包装试验仪

使用开口包装试验装置对一端开口（未封口）的软包装进行试验。用一个充气管口和压力传感装置插入包装的开口端对包装加压，然后用一个夹紧机构在试验期间将开口端密封（见图1）。

6.1.2 封口后包装试验仪

使用封口后包装试验装置对四个边密封的包装进行试验。用一个充气管口和压力传感装置与包装上的打孔连接，对包装内部进行气体加压（见图2）。

6.2 开口包装和封口后包装的试验仪组成

6.2.1 供气 and 压力调节装置，可产生充足的气流，对包装进行加压直至包装破坏（胀破）。

6.2.2 检测包装内压力急速降低装置（包装区域被破坏（胀破）以急速降压为信号）。

6.2.3 测量急速发生压降时压力点的装置，该压力点是由包装的密封破坏或其他形式的破坏引起。

6.2.4 两个约束板¹，结构如图1或图2所示，刚性好，试验时与包装的膨胀表面接触；

6.2.5 根据试验类型对夹具的要求

6.2.5.1 开口包装的试验装置应有一个加压管口和传感器（插入包装的开口）、和一个夹紧装置（用于将密封包装开口和加压管口及传感器周围进行密封）；

6.2.5.2 封口后包装试验装置应有加压管口和传感器（通过包装上的打孔插入封品后的包装），并能保持插入处的气密性。

7 抽样

选择适当样品的数量，以便能使测定具有代表性。

8 状态调节

8.1 标准试验条件:在温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 相对湿度为 $(50 \pm 5)\%$ 标准实验室大气条件下对供试包装进行状态调节和试验。试验前至少调节 72h。

8.2 其他标准环境条件是否会影响本试验方法的结果尚没有得到确认，可能还取决于所用的包装材料。当可能要求试验结果具有可比性和相关性时，在非标准试验条件下进行试验时，记录状态调节参数和试验时的温度和相对湿度。

9 程序

9.1 包装准备

如果包装能放入约束板内，可在包装内有产品或无产品情况下进行试验，记录包装准备过程。

9.2 开口包装试验

9.2.1 将包装置于约束板内，以试验时包装无约束面积最小的方式放置。为了确保所有试验包装的放置具有一致性，建议采用标记或其他方法定位。确保约束板间距大小设置到相应的值。约束板间距的设置见附录 A。

9.2.2 将加压管口和传感器插入或放入包装的开口端。

9.2.3 关闭夹紧装置，使包括加压管口和传感器的包装开口端处具有气密性。

9.3 封口后包装试验

9.3.1 将包装插入约束板内，关闭约束板（如适用），将约束板调至所需间距。约束板间距的设置见附录 A。

9.3.2 将加压管口和传感器仔细插入包装内，粘贴开口，使包装保持气密性。宜将包装的中心点作为压力输入点，这样可将加压管口固定在约束板上。（见图2）

9.4 如果仪器的试验参数可供使用者选定，设置加压速率和传感器的灵敏度。如果传感器读出的胀破压

¹ 市售的试验仪器一般配有符合本试验要求的约束板。约束板的设计参见 ASTM F 2054 中 X3。

的单位可选定，设置到期望的测量单位，通常设定为帕（Pa）、千帕（kPa）。

9.5 开始充气试验，持续加压直至发生破坏。此处的破坏就是包装的某个区域因加压而胀破。传感装置检测到包装内的压力急速降低即表明发生胀破，压力读出装置报告压力下降前该点的压力。

9.6 目力检测供试包装并注明破坏的位置和类型，以及产生破坏的压力。如果破坏发生在非密封区域，可根据研究的目的剔除该试验数据。

10 报告

10.1 报告宜包括或对以下内容具有可追溯性。

10.1.1 对（开口或封口后包装）进行试验所用仪器，（如果使用者调整）试验设备设置的选择（加压速度和压降检测传感器的灵敏度），约束板的间距。

10.1.2 包装材料的类型以及供试包装的其他特征，即包装内有无内装物，密封类型及构造等，包装批号和来源。

10.2 包括日期、时间、地点和试验者的识别。供试包装的数量，各实验值，设定的传感装置报告反映值的测量单位。文件还可包括破坏模式，包装密封破坏的区域，非正常的试验条件和结果。

10.3 试验时的状态调节参数和环境条件。

10.4 总体结论，包括意见或结论，还宜报告样品均值和标准差。

附录 A
(规范性附录)
确定约束板间距的推荐方法

A.1 根据 A.3 描述的原理,表 A.1 列出了推荐的对于不同包装尺寸最大的约束板间距。根据其用途的应用和适用性原理也可采用其他间距。间距的选择取决于供试材料或结合机理(或两者都有),以及密封的几何构造。组合袋的开发试验可采用两、三种间距,这样可结合密封强度试验(见试验方法 YY/T 0681.2)来确定组合袋密封周长范围内的最薄弱的区域,指导试验者选择间距,提供一致的密封最薄弱的区域指示。下面描述的原理和推荐方法可用来作为选择约束板间距的指南。

表 A.1 推荐的约束板间距尺寸

X 包装密封间的尺寸(最小宽或长)	D 约束板最大间距	Z 充起后包装与约束板最小接触面积百分数
$\geq 100\text{mm}$	25.5mm	$\geq 60.73\%$
$\geq 50\text{mm} \sim < 100\text{mm}$	12.7mm	$\geq 60.73\%$
$\geq 25.4\text{mm} \sim < 50\text{mm}$	6.5mm	$\geq 60.73\%$

A.2 作为安全提示,宜注意对于任何给定的包装大小和设计,减小约束板间距将导致作用与约束板的压力增大。任何约束板的结构设计宜考虑该因素。更多关于结构设计和应力因素计算的信息参考附录 C。

A.3 表 A.1 给出了推荐的约束板间距,其基本原则是确保最小 60% 的膨胀包装表面与约束板表面完全接触。这样可以确保包装完全膨胀时维持在受约束状态。从理论上讲,对于给定范围的包装规格,一个非常小的间距被认为是理想的。现有数据表明宜将约束板间距尽可能减至最小。最理想的,包装宜有 90% 或更多的膨胀表面与约束板接触以增加密封最薄弱区域产生胀破的可能性;然而这必须要均衡考虑,因为较小的约束板间距可能全部或部分制约密封区域以一种自然方式剥离。根据包装的规定和密封设计,会导致试验结果被错误分类。

A.4 对大多数的应用,表 A.1 推荐的约束板间距尺寸被认为是确定最大约束板间距设置的起点。为确定合适的最大约束板间距,首先测量供试包装的长(L)和宽(W),应从内部密封之间进行测量,如图 A.1。用 W 或 L 的最小值在 X 列中确定对应的行,然后选择相应的间距(D)。例如,如果 $W=63.5\text{mm}$, $L=127\text{mm}$,X 选 63.5 和 127 中的较小值,则 $X=63.5\text{mm}$ 。如果 $X=63.5\text{mm}$,那么 X 在 $\geq 50\text{mm} \sim < 100\text{mm}$ 范围内,则相应的间距尺寸(D)为 12.7mm。

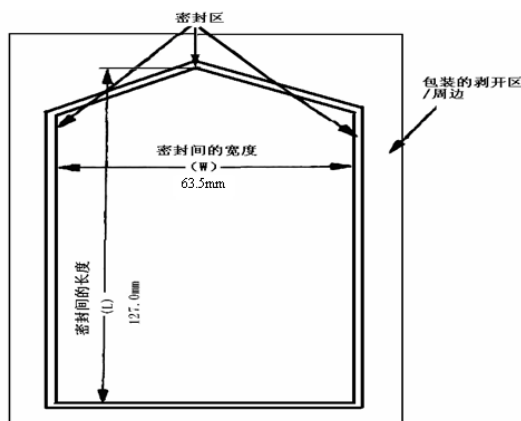


图 A.1 举例确定 W 和 L 尺寸

A.5 表 A1 给出充起后包装与约束板最小接触面积百分数可用下式近似计算：

$$z = \left(\frac{\left(x - \left(\pi \times \frac{D}{2} \right) \right)}{x} \right) \times 100$$

式中：

W ——包装宽度（内部密封间的尺寸）

L ——包装长度（内部密封间的尺寸）

D ——所选约束板间距

x —— W 或 L 的较小值，和

$\pi = 3.141593$

例：用表 A.1 所列尺寸，约束板间距为 12.7mm。

$W=63.5\text{mm}$

$L=127\text{mm}$

$D=12.7\text{mm}$

$X=63.5$

$$z = \left(\frac{\left(63.5 - \left(3.141593 \times \frac{12.7}{2} \right) \right)}{63.5} \right) \times 100 = 68.58\%$$

附录 B
(资料性附录)
影响实验室间试验结果的因素

B.1 使用本程序可能包括不同实验室间试验结果的比对。在此所列出的方法适用于较广的产品范围。为了获得实验室间一致的结果，实验者宜知晓影响试验结果的因素。以下给出了有助于了解影响试验结果差异性的指南。

B.2 对实验室间的试验结果进行比对时，宜严格控制约束板间距。当间距减小时组合袋或包装袋内部体积也减小，从而引起组合袋胀破点观测压力的增加。可采用不同间距的实验来确定一个适合任何给定类型组合袋的适当间距。通常，设置间距时，宜使与约束板接触的软性膜表面积为最大，充起时膜的变形最小。

B.3 对实验室间的试验结果进行比对时，宜严格控制加压速度。应特别注意，可能使用了不同的压力试验仪器，而各仪器制造商可能使用不同的设计方法来控制流速，（即，可能一种设计将流速设定为一给定常数，而另一种设计流速可能逐渐增加）。

B.4 组合袋或纸袋的大小、或材料组合的不同，其试验结果都不具可比性。组合袋的表面积增加，压力负载被一个较大的表面积分散，结果导致发生胀破点压力降低。结构设计所用的材料以及密封结合处所用的粘合剂也可能影响密封剥离动力学，从而影响胀破时的观测压力。

附录 C
(资料性附录)
本试验方法的精密度和偏倚

C.1 精密度

C.1.1 一项研究报告描述了 1999 年按 ASTM E691 进行的实验室协同试验。在该协同试验中, 10 个实验室对 4 组包装(每组包括 2 种类型的材料)进行了试验。试验材料见表 C1, 统计结果见表 C2、表 C3。所有的样品都是由一个来源制备, 然后分发至各参加实验室。每个实验室对每种包装进行 10 次重复试验。所有的试验均使用间距为 25.4mm 的约束板。协同试验只采用开口包装试验装置(见图 1 和图 2), 假设开口包装试验装置和封口包装试验装置的精密度相近。

表 C1 实验室协同试验中供试包装的描述

包装	包装尺寸和材料构成 ^A	每个实验室供试样品数量	实验室数量
A	158.8mm×295.3mm Spunbonded Olefin: PET/PE	10	10
B	139.7mm×231.8mm Spunbonded Olefin: PET/PE	10	10
C	183.9mm×276.2mm Spunbonded Olefin: PET/PE	10	10
D	133.4mm×224.8mm Spunbonded Olefin: PET/PE	10	10
E	171.5mm×301.6mm 纸: PET/PE	10	10
F	171.5mm×301.6mm 纸: PET/PE	10	10
G	114.3mm×222.3mm 纸: PET/PE	10	10
H	235.0mm×350.9mm 纸: PET/PE	10	10

^A所提供的尺寸为公称尺寸, 宽mm×长mm, 为供试包装密封之间的内部尺寸。所有的供试包装为 15 度人字型密封结构的可剥离密封组合袋。所列材料: Spunbonded Olefin (1073BTyvek) 或医用包装纸与PET/PE或PET/PP复合膜的组合。Tyvek是杜邦公司医用包装材料的注册商标。

表 C2 实验室包装试验结果汇总

包装	平均值 kPa	实验室间标准 偏差平均值, kPa	CV, %	实验室内重复性 标准差, kPa	CV, %	实验室间再现性 标准差, kPa	CV, %
A	14.78	0.7221	4.89	1.3931	9.43	1.5060	10.19
B	18.58	1.5550	8.37	1.8825	10.13	2.3660	12.73
C	17.73	1.1346	6.40	1.5945	8.99	1.8910	10.66
D	15.73	0.8591	5.46	2.7499	17.48	2.7499	17.48
E	10.54	0.6198	5.88	0.8477	8.04	1.0153	9.63
F	9.06	0.8294	9.16	0.5974	6.60	1.0045	11.09
G	12.17	1.2560	10.32	1.5828	13.01	1.9576	16.09
H	8.84	0.4847	5.48	0.4197	4.75	0.6273	7.10

表 C3 试验室间试验结果汇总, 所有材料的平均变异系数

变异系数	平均值, %
实验室间的平均值	6.99
实验室内的重复性	9.80
实验室间的再现性	11.87

C.1.2 局限性和考虑

本部分所描述的试验方法是破坏性试验方法，对任何供试样品都不能重复试验。因此。按重复性和再现性的定义，由于供试材料间有独立的变异性，所以不能评定试验方法的重复性和再现性。所有重复性或再现性方面的分析方法精密度的估计，一定程度上归因于所用材料的变异性。另外，对任何给定的包装配置（包装的大小，所用材料，连接剂，密封区域构造，周边区等），试验参数的选择（流速、约束板间距、压降传感器的灵敏度等），都会对观测结果带来影响。对不同材料或试验参数的试验结果进行比对时，宜持谨慎态度。

C.1.3 表 2 中的重复性和再现性统计包括对变异（标准差）和变异系数（CV）的估计。表 C3 对所有包装组的 CV 均值进行了汇总，测量单位为 kPa。从给定的包装组的结果可以看出，变异性（标准差）一般与均值成正比关系。这种关系不一定适用于其他材料，或不一定适用于本研究以外的试验参数。表中还包括实验室间均值标准差的估计。使用者也可用它来估计实验室间试验方法的再现性。

C.2 偏倚

无公认的用来估计该试验方法偏倚的标准。

参考文献

- [1] ASTM F 2054 约束板内部气压法软包装密封胀破试验方法
 - [2] ASTM E 691 确定试验方法的精密度的实验室间研究规范
-