

中国生物医学工程学会团体标准

T/CSBME xxx—2017

双腔支气管插管用 DEHCH 增塑聚氯乙烯(PVC)专用料

(征求意见稿)

xxxx-xx-xx 发布

xxxx-xx-xx 实施

中国生物医学工程学会 发

目 次

前言.....	I
引言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 材料.....	1
4 技术要求.....	2
5 试验方法.....	2
6 标志、包装、运输、贮存.....	5
附录 A（资料性附录） DEHCH 红外谱图.....	6
附录 B（资料性附录） 十八项邻苯二甲酸酯类物质.....	7
附录 C（规范性附录） 试样要求.....	8
参考文献.....	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则编写。

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。

本标准由中国生物医学工程学会提出。

本标准由中国生物医学工程学会医疗器械标准工作委员会归口。

本标准起草单位：河南驼人医疗器械集团有限公司、北京化工大学、天津医科大学、通标标准技术服务（上海）有限公司、河南庆安化工科技股份有限公司、河南亚都医疗器械有限公司。

本标准主要起草人：张春艳、李菲、赵竹、刘晓飞、赵玉平、丁雪佳、胡帼颖、杨潇军、姚宁、段书霞。

本标准首次发布 2017 年。

引 言

聚氯乙烯（PVC）是国内外用量最大的医疗器械原材料之一，传统使用的增塑剂为邻苯二甲酸二异辛酯（DEHP），当其增塑的PVC材料与麻醉药物等接触时，从PVC材料中迁移出来的DEHP对人体健康有较大影响，存在潜在安全性风险。继国家科技支撑计划项目《新增塑剂的生物医用材料》（2012BAI22B07）以来，环己烷 1,2-二羧酸二异辛酯（DEHCH）增塑剂的研究取得了显著成果。目前DEHCH可作为DEHP的替代品。相比DEHP具有更低的加工温度以及更低的毒性和迁移性。

本标准所涉及的以DEHCH增塑的医用双腔支气管插管PVC专用料的安全性是基于现有的认知和检验方法。由于DEHCH增塑PVC粒料的安全性与诸多因素相关，因此，对于安全性的研究还需要更长期的积累和深入，需予进一步关注和完善。

双腔支气管插管用 DEHCH 增塑聚氯乙烯(PVC)专用料

1 范围

本标准规定了医用双腔支气管插管用环己烷1,2-二羧酸二异辛酯(DEHCH)增塑聚氯乙烯(PVC)专用料的材料、技术要求、试验方法、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以PVC树脂为主体、DEHCH为增塑剂以及必要的助剂，经共混改性而制成的PVC粒料。该PVC粒料主要用于制备双腔支气管插管。

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，仅所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 31604.30-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯的测定和迁移量的测定

GB/T 1040.1-2006 塑料 拉伸性能的测定 第1部分：总则

GB/T 1040.3-2006 塑料 拉伸性能的测定 第3部分：薄膜和薄片的试验条件

GB/T 2411-2008 塑料和硬橡胶 使用硬度计测定压痕硬度（邵氏硬度）

GB/T 2917.1-2002 以氯乙烯均聚和共聚物为主的共混物及制品在高温时放出氯化氢和任何其他酸性产物的测定 刚果红法

GB/T 4615-2013 聚氯乙烯 残留氯乙烯单体的测定 气相色谱法

GB/T 6678 -2003 化工产品采样总则

GB/T 9345.5-2010 塑料 灰分的测定 第5部分：聚氯乙烯

GB/T 14233.1-2008 医用输液、输血、注射器具检验方法 第1部分：化学分析方法

GB/T 14233.2-2005 医用输液、输血、注射器具检验方法 第2部分：生物试验方法

GB/T 16886.1-2011 医疗器械生物学评价 第1部分：风险管理过程中的评价与试验

GB/T 16886.5-2003 医疗器械生物学评价 第5部分：体外细胞毒性试验

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

GB/T 16886.11-2011 医疗器械生物学评价 第11部分：全身毒性试验

GB/T 16886.12-2005 医疗器械生物学评价 第12部分：样品制备与参照样品种

3 材料

该PVC粒料主要由PVC树脂、DEHCH增塑剂、稳定剂组成。

DEHCH鉴别按中华人民共和国药典2015版四部0402 红外分光光度法进行测定，红外谱图参见附录A。

注：该PVC粒料不得人为添加已列入相关法规及指令禁止的或未经毒理学评估的物质。

4 技术要求

4.1 外观要求

PVC粒料为颗粒状。PVC粒料色泽均匀，透明度良好。应无黑点或外来杂质。

4.2 理化性能

4.2.1 物理性能应符合表 1 之规定。

表1 物理性能指标

项目	指标
硬度（邵氏 A/1）	>80
拉伸强度, MPa	≥13
断裂拉伸应变, %	≥250
180℃热稳定时间, min	≥40

4.2.4 化学性能应符合表 2 之规定。

表2 化学性能指标

项目	指 标	
粒料化学性能	灰分, mg/g	≤1
	氯乙烯单体, μg/g	≤1
	邻苯二甲酸酯含量 ^[1] , mg/kg	≤500
水溶出物化学性能	还原物质(0.02 mol/L KMnO ₄ 消耗量), mL/20mL	≤0.3
	酸碱度（与空白对照液 pH 值之差）	≤1.0
	蒸发残渣, mg/100mL	≤2.0
	色泽	澄明无色
	重金属总含量, μg/mL	≤0.3
	锌, μg/mL	≤0.4
	紫外吸光度（230~360nm）	≤0.3

[1]: 邻苯二甲酸酯类物质参见附录 B。

4.2.3 生物性能应符合表 3 之规定。应符合 GB/T 16886.1-2011 要求。

表3 生物性能指标

项目	指标
细胞毒性	细胞毒性反应应不大于 1 级
皮内反应	试验样品与溶剂对照平均计分之差应不大于 1.0
迟发型超敏反应	应无迟发型超敏反应
急性全身毒性	应无急性全身毒性反应
热原	应无热原反应

5 试验方法

5.1 外观

用正常或矫正视力目测观察。

5.2 物理性能

5.2.1 试样制备见附录 C

5.2.2 硬度

按GB/T 2411-2008规定进行。硬度计采用邵氏A，施加负荷 $1.00 \pm 0.01\text{kg}$ ，时间1s，试验点不得少于5个。

5.2.3 拉伸强度和断裂拉伸应变

按GB/T 1040.3-2006规定进行。试样取5型试样；厚度为 $\leq 1\text{mm}$ ，试验速度(空载)： $250 \pm 50\text{mm/min}$ 。

5.2.4 180°C热稳定时间

按GB/T 2917.1-2002中刚果红法规定进行。

5.3 化学性能

5.3.1 粒料化学性能

5.3.1.1 灰分

按GB/T 9345.5-2010中3.2方法B规定进行。

5.3.1.2 氯乙烯单体

按GB/T 4615-2013规定进行。

5.3.1.3 邻苯二甲酸酯含量

按GB 31604.30-2016规定进行。

5.3.2 水溶出物化学性能

5.3.2.1 检验液的制备

取面积为 300 cm^2 （二面相加总面积为 600 cm^2 ），厚度为 $0.45 \pm 0.05\text{mm}$ 的片状样品均匀部分，依次用自来水、蒸馏水洗净后，晾干，剪切成 1cm^2 的碎片，然后加入玻璃容器中，按样品总表面积（ cm^2 ）与水（ mL ）之比为2:1的比例加入pH值为5.5~6.5的蒸馏水300 mL，以适当的方法密封后，置于压力蒸汽灭菌器中，在 $121 \pm 1^\circ\text{C}$ 加热20min，加热结束后将样品与液体分离，冷却至室温作为检验液。以不加试片的同批蒸馏水，同法制备空白对照液。

5.3.2.2 还原物质

按GB/T 14233.1-2008中5.2.1规定进行。

5.3.2.3 酸碱度

按GB/T 14233.1-2008中5.4.1规定进行。

5.3.2.4 蒸发残渣

按照GB/T 14233.1-2008中5.5规定进行。

5.3.2.5 色泽

取检验液 50mL置于纳氏比色管中，以白色物作背景，在日光灯下，目视比较检查，不得比对照蒸馏水浑浊。应澄明、无色。

5.3.2.6 重金属总含量（以铅计）

按GB/T 14233.1-2008中5.6.1规定进行。

5.3.2.7 锌

按GB/T 14233.1-2008中5.9.2.1规定进行。

5.3.2.8 紫外吸光度

取检验液，必要时用0.45 μ m的微孔滤膜过滤，在5h内用1cm比色皿在230~360nm波长范围内测定其紫外吸光度。

5.4 生物性能

5.4.1 细胞毒性

5.4.1.1 供试液制备

按GB/T 16886.5-2003中4.2规定的浸提液试验方法进行。按4g样品加入20mL浸提介质（含血清MEM培养基）的比例，（37 \pm 1） $^{\circ}$ C、（24 \pm 2）h制备试验液。

5.4.1.2 试验

按GB/T 14233.2-2005中8.5.6规定的四唑盐（MTT）比色法进行。

5.4.2 皮内反应

5.4.2.1 供试液制备

按GB/T 16886.12-2005规定进行。按4g样品加20mL浸提介质（生理盐水、棉籽油两种浸提介质）的比例，（121 \pm 2） $^{\circ}$ C、（1 \pm 0.1）h制备试验液。同条件制备浸提介质对照液。

5.4.2.2 试验

按GB/T 16886.10-2005中规定的附录B.2“皮内反应试验”进行。

5.4.3 迟发型超敏反应

5.4.3.1 供试液制备

按GB/T 16886.12-2005规定进行。同5.4.2.1条。

5.4.3.2 试验

按GB/T 16886.10-2005中规定的7.4“迟发型超敏反应最大剂量试验”进行。

5.4.4 急性全身毒性

5.4.4.1 供试液制备

按GB/T 16886.12-2005规定进行。同5.4.2.1条。

5.4.4.2 试验

按GB/T 16886.11-2011中5.2规定试验方法进行。

5.4.5 热源

5.4.5.1 供试液制备

按GB/T 16886.12-2005规定进行。按4g样品20mL浸提介质（生理盐水）的比例， $(121 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、 $(1 \pm 0.1)\text{h}$ 制备试验液。

5.4.5.2 试验

按GB/T 14233.2-2005中5.5.2规定试验方法进行。

注：正式生产后，如配方、原料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时，应按GB/T 16886要求重新进行生物学评价。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

在每袋包装袋上应有清晰、牢固的标志。应标明：

- a. 产品名称；
- b. 规格型号；
- c. 产品技术要求；
- d. 批号或生产日期；
- e. 生产单位、地址；
- f. 净重；
- g. 产品合格标志。

6.2 包装

PVC粒料应密封于内包装袋内，应采用双层包装。外包装袋宜用牛皮纸、聚乙烯与聚丙烯塑料编织布复合塑料袋。按计量值装料，每袋净重25kg。也可以按供需双方协商的包装形式及计量包装。

6.3 运输

PVC粒料在运输时应注意干燥，保持清洁，避免日晒雨淋；搬运小心轻放，避免包装袋破裂、损伤。本产品为非危险产品。

6.4 贮存

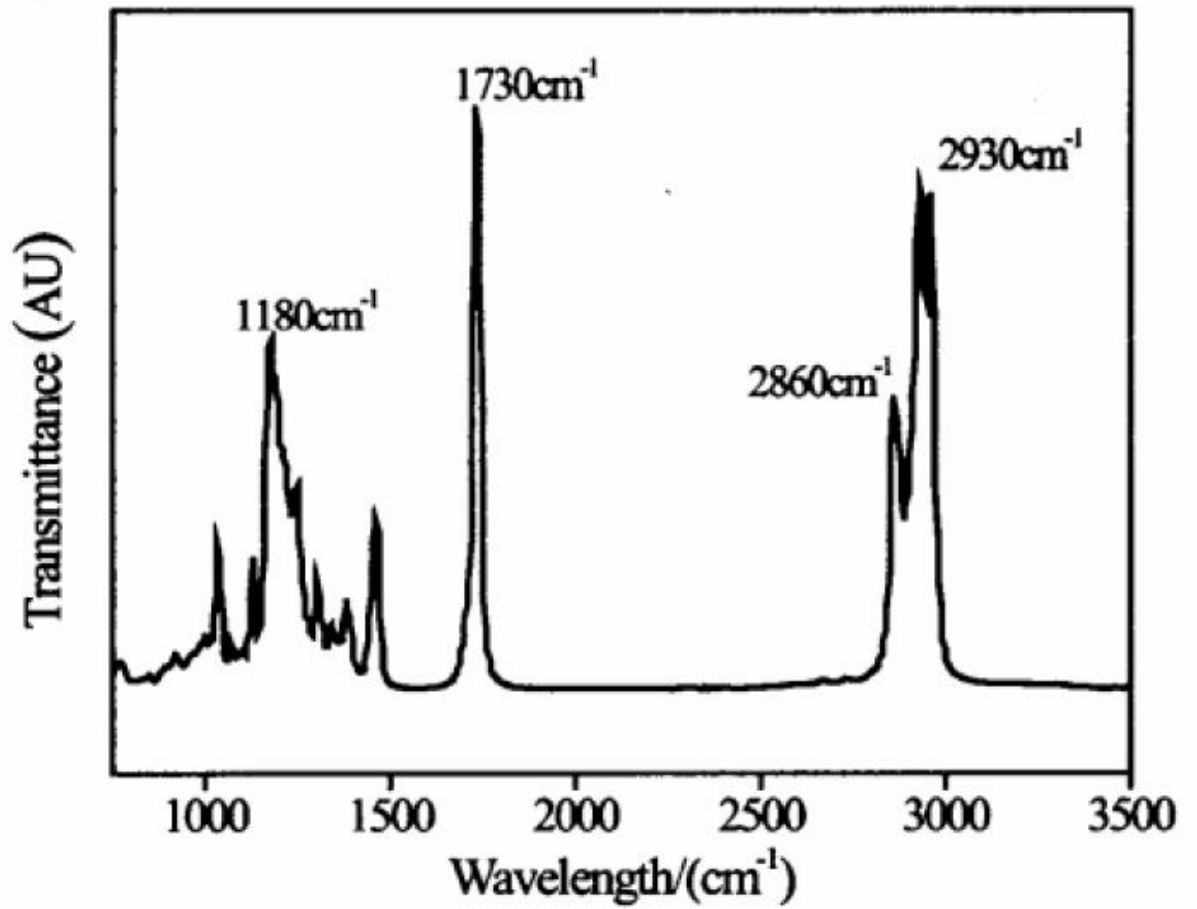
PVC粒料应贮存在清洁、干燥、通风的库房内，不得接触热源和有机溶剂，不应受到日光直射。

附录 A
(资料性附录)
DEHCH 红外谱图

A.1 DEHCH特征峰

DEHCH红外谱图的特征波数为 2930 cm^{-1} 、 1730 cm^{-1} 、 1180 cm^{-1} 、 1050 cm^{-1} 。

图A.1 DEHCH 红外谱图



附 录 B
(资料性附录)
十八项邻苯二甲酸酯类物质

B.1 十八项邻苯二甲酸酯类物质

依据GB 31604.30-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯的测定和迁移量的测定》，采用GC-MS进行分析，列入18项邻苯类物质：邻苯二甲酸二甲酯（DMP）、邻苯二甲酸二乙酯（DEP）、邻苯二甲酸二烯丙酯（DAP）、邻苯二甲酸二异丁酯（DIBP）、邻苯二甲酸二正丁酯（DBP）、邻苯二甲酸二（2-甲氧基乙基）酯（DMEP）、邻苯二甲酸二（4-甲基-2-戊基）酯（BMPP）、邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯（DEEP）、邻苯二甲酸二戊酯（DPP）、邻苯二甲酸二己酯（DHXP）、邻苯二甲酸丁基苄基酯（BBP）、邻苯二甲酸二（2-丁氧基）乙酯（DBEP）、邻苯二甲酸二环己酯（DCHP）、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）、邻苯二甲酸二苯酯（DPhP）、邻苯二甲酸二正辛酯（DNOP）、邻苯二甲酸二异壬酯（DINP）、邻苯二甲酸二壬酯（DNP）。

B.2 邻苯二甲酸酯类物质的检测方法

按照GB 31604.30-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯的测定和迁移量的测定》中描述的方法进行。

附 录 C
(规范性附录)
试样要求

C.1 取样

取样按GB/T 6678-2003规定,采样的单元数按GB/T 6678-2003中表2的规定,采样单元以包装袋计,允许在生产线或包装线上抽取均匀的、有代表性的样品。采样量至少3kg,将所取的样品混合均匀,在采样袋上注明生产厂名、产品名称、型号、批号及取样日期。

C.2 试样制备

按照A.1条取样的粒料经混和后,在温度为 $160\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的小型开炼机上炼塑5~8min,再在温度为 $160\sim 165^{\circ}\text{C}$ 的热板压机中压料,从预热升温、加压约10~15min,再在压力下通冷却水、出模。试样应透明,表面应平整、光洁。

C.3 试样厚度要求见表C.1

表C.1 项目和试样厚度

项目	试样厚度, mm
硬度	>5
拉伸强度与断裂拉伸应变	≤ 1
水溶出物化学性能	0.45 ± 0.05

参 考 文 献

- [1] GB 15593-1995: 《输血（液）器具用软聚氯乙烯塑料》
- [2] 欧盟《化学品的注册、评估、授权和限制》法规, Registration, Evaluation, Authorization and Restriction of Chemicals (REACH法规)
- [3] 欧洲电子电气设备中限制使用某些有害物质指令, The Restriction of the use of Certain Hazardous Substances in Electrical and Electronic Equipment (RoHS指令)
- [4] EN 14372:2004儿童使用和护理用品 - 餐具和喂养器具 - 安全要求及测试项目, Child use and care articles - Cutlery and feeding utensils -Safety requirements and tests
-