



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0729.2—2009

组织粘合剂粘接性能试验方法 第2部分:T-剥离拉伸承载强度

Test methods for bonding properties of tissue adhesives—
Part 2: Strength in T-peel by tension loading

2009-06-16 发布

2010-12-01 实施

国家食品药品监督管理局 发布

前 言

YY/T 0729《组织粘合剂粘接性能试验方法》，包括以下部分：

- 第 1 部分：搭接-剪切拉伸承载强度；
- 第 2 部分：T-剥离拉伸承载强度；
- 第 3 部分：拉伸强度；
- 第 4 部分：伤口闭合强度。

本部分为 YY/T 0729 的第 2 部分。

本部分修改采用 ASTM F 2256-05《组织粘合剂 T-剥离拉伸承载强度标准试验方法》，与 ASTM F 2256-05 无技术性差异。

本部分附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本部分由国家食品药品监督管理局济南医疗器械质量监督检验中心提出并归口。

本部分起草单位：山东省医疗器械产品质量检验中心。

本部分主要起草人：宋金子、姚秀军、王金红。

组织粘合剂粘接性能试验方法

第 2 部分：T-剥离拉伸承载强度

1 范围

YY/T 0729 的本部分规定的试验方法预期为用于组织粘合的组织粘合剂或密封剂在软组织上的粘合强度提供可比手段。方法中选择适用的基材,本部分可用于组织粘合剂的制造中的质量控制。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 YY/T 0729 本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 16825.1 静力单轴试验机的检验 第 1 部分:拉力和(或)压力试验机测力系统的检验与校准(GB/T 16825.1—2008,ISO 7500-1:1999,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 YY/T 0729 的本部分。

3.1

柔韧性的 flexible

本部分方法中用这一术语表明被粘接物应有这样的尺寸和物理特性,其粘接以 90° 以内的任一角度张开时无断裂或破裂。

3.2

组织粘合剂 tissue adhesive

本部分中的组织粘合剂是指预期用于闭合创面(手术的或外伤的)或封堵体液泄漏的化合物或系统。

3.3

组织密封剂 tissue sealant

为防止体液泄漏具有适宜粘合强度的表面涂剂。

3.4

T-剥离强度 T-peel strength

在本部分所规定的条件下,逐渐分离两个柔韧性的被粘合的试样时每单位宽度所需的平均载荷。

4 仪器

4.1 试验机

4.1.1 固定机构,带有一个夹头的固定的或静止的机构。

4.1.2 移动机构,带有另一个夹头的可移动机构。

4.1.3 夹头,用以将试样夹持于试验机的固定机构和移动机构之间,可以是固定式的,也可是自调式的。

4.1.3.1 固定式夹头:刚性连接于试验机的固定机构和移动机构,使用这种类型的夹头时,宜特别注意确保试样被插入,并在夹紧时确保试样的长轴与通过夹头组件中心线的拉伸方向一致。

4.1.3.2 自动对中心夹头:以这样一种方式连接于试验机的固定机构和移动机构上,即一旦施加载荷,两者就会自由对中,使试样的长轴与通过夹头组件中心线的拉伸方向一致。试样可在其拉伸方向实现对中

而无旋转运动,因此不会产生滑动或损伤夹头中的样品,自调式夹具可以对小量的“未对中”进行调节。

4.1.4 驱动机构,可按 8.3 规定以受控的速度匀速地驱动移动机构。

4.1.5 载荷指示器,当试样夹持在夹头内时,一个载荷指示机构能显示试样所受的总的拉伸载荷。该机构在规定的试验速度下基本无惯性滞后,载荷指示精度应不低于示值的 $\pm 1\%$,该试验机的精度应按 GB/T 16825.1 检验和校准。

4.2 温度控制设备

4.2.1 环境温度控制设备,能保持试验温度至规定温度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。如果使用环境试验条件,需具有相同的控制精度。

4.2.2 试样状态调节设备,能使组织基材或试样保持在特定温度、湿度(见 8.1)条件下的水浴或环境箱。

5 试验基材

5.1 新鲜或冷冻猪皮移植片

5.1.1 冷冻厚猪皮移植片是无菌加工的市售商品,由于便于使用并具有恒定的特性,因此优先使用。使用前按制造商说明书对其进行解冻,解冻后可在 $2^\circ\text{C}\sim 8^\circ\text{C}$ 下保存不超过两周。

5.1.2 如果选择新鲜猪皮,宜按附录 B 方法制备。

5.2 具体试验应用

注:由于受 T-剥离试样的尺寸的限制,很多组织不适用于这一试验。

5.2.1 粘合剂的强度主要取决于试验基材,即被粘物。对于一个具体的应用,首选的基材应是新鲜屠宰的家畜动物靶器官组织。牛、猪或绵羊为最好的来源,因其容易得到,且从一个供体上可得到相对较多的组织。组织宜在获取后 24 h 内使用较为理想。获取后若不能立刻使用,试验前宜在 $5^\circ\text{C}\sim 10^\circ\text{C}$ 下保存。在涂粘合剂前,宜使基材达到试验温度或其他规定的温度(如体温)。

5.2.2 不宜使用固定的组织作为试验基材,因为已经证实固定剂会引起组织的机械性能有较大的改变,可能会对粘接强度带来影响。

5.2.3 如果靶器官的大小和形状不能制作图 1 所示和第 6 章规定的试样,就要使用较大一些的类型来源的组织。例如,如果预期粘接小血管,宜使用较大的血管(见 5.2 注)。

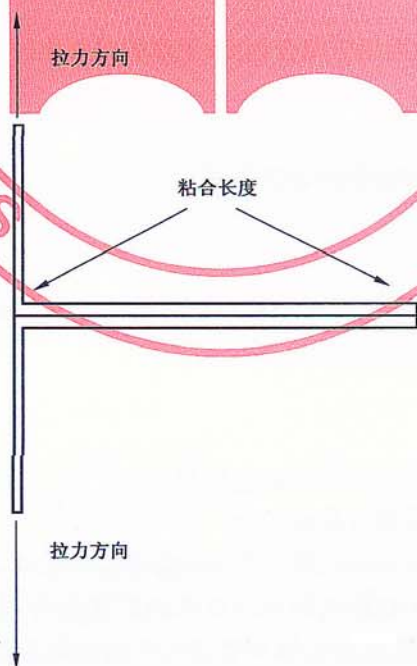


图 1 T-剥离样品结构(侧视图)

5.2.4 试验基材的厚度宜尽量小,不宜超过 5 mm,基材较厚会导致变形和复合承载(剪切和拉伸)。厚度尽可能均匀也很重要。

5.3 基材的质控试验

5.3.1 在制造组织粘合器械的质量控制过程中进行试验时,要使用新获取的组织极为不便,并可能会使试验结果出现不可接受的变异性。尤其是搞不清破坏是否是因被粘物的特性所致(基材破坏)。由于质控试验的目的是要证实器械中的一致性,最好是使用模型基材作为替代品,前提是要证实粘合剂能粘接被粘物。由于 T-剥离试验的性质,被粘物应是柔韧的,并宜有足够的强度,使试验期间基材的损坏为最小。

5.3.2 对于需要与组织接触至治愈的器械,异种皮移植物(Madiskin® XenoGraft)宜被用于质量控制试验,即对比试验。

6 试样

6.1 T-剥离试验的样品应符合图 1 所示型式。每个试验需要两个被粘物样品作为样片。

6.1.1 宜使用正确尺寸的模板。切制材料宜使用锋利的解剖刀。

6.1.2 样片宽度宜是 $2.5\text{ cm} \pm 0.1\text{ cm}$ 。

6.1.3 样片长度宜是 $15\text{ cm} \pm 0.2\text{ cm}$ (2.5 cm 不粘合, 12.5 cm 粘合)。

6.2 试样数量 每种类型至少 10 个试样。组织基材有较高的变异性,如要获得平均强度的合理估计,可能需要更多一些样品数。

7 样品制备

7.1 组织制备

7.1.1 组织基材宜用磷酸盐缓冲液(phosphate buffered saline, PBS, pH7.3)始终保持湿态。

7.1.2 基材应用模板和新手术刀或可切成所需尺寸的切割器切成第 6 章给出的尺寸。

7.1.3 用浸有磷酸盐缓冲液的纱布包裹组织,将它们放入一个塑料袋里,置于 $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴或环境箱内。

7.2 粘合试样制备

7.2.1 按制造商的说明书或其他规定的程序准备试验粘合剂。

7.2.2 从塑料袋中取出组织样片,并用新纱布蘸干样片表面。

7.2.3 将足够的粘合剂均匀地涂到粘接区,粘合剂不宜过多,多余的粘合剂会流到基材边上,会使试验值人为偏高。所需量应经过实验来确定。用喷射器喷涂的粘合剂,材料的施量和分布较难控制,可能需要使用一个模板来防止过喷。也可先将凡士林(或硅脂)涂到样片粘接区以外的地方,以防止非粘接区发生粘接。

7.2.4 将另外一个未涂胶的样片放在涂胶样片的上面。

7.2.5 在粘合区施加约 $5\text{ N} \sim 10\text{ N}$ 的力,直到粘合剂固化。对于慢固化的粘合剂,可能需要使用一个夹具平夹住试样后,装入塑料袋内,再放回到环境箱或水浴内。

7.3 试样测量

测量并记录粘合剂粘合的宽度和长度,精确到 0.05 cm 。

7.4 试样处置

用浸有磷酸盐缓冲液的纱布盖上组织,然后将试样装入塑料袋内并返回恒温环境。

8 试验程序

8.1 如需要,在规定的受控条件下对试样进行状态调节至一规定的时间。为使试验具有可比性,状态调节的时间宜是 $1\text{ h} \pm 15\text{ min}$ 。对体内应用的组织粘合剂,推荐的状态调节的条件是在 $37\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的磷

酸盐缓冲液中。对于体外局部应用的粘合剂,推荐的状态调节的条件是 $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $50\%\pm 5\%$ 的相对湿度。对于质控试验,推荐的状态调节条件是 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $50\%\pm 5\%$ 的相对湿度。

8.2 状态调节后,如果试验温度不同于状态调节温度,建议试验前将所有试样在试验温度下稳定 15 min。在整个过程中试样必须保持湿态,防止因干燥而发生收缩。为使试验具有可比性,试验条件宜是 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $50\%\pm 5\%$ 的相对湿度(见附录 A)。

8.3 将试样未涂胶端按图 1 所示夹于试验机的夹具内。使十字头以 250 mm/min 的速度对试样加载。

8.4 记录载荷与位移量的关系和破坏类型(根据对粘接区的观察,分为内聚破坏、界面破坏或基材破坏各自的百分数)。

9 计算

9.1 对于粘合长度为 12.5 cm ,试验夹头的位移约为 25 cm 。开始 2.5 cm 位移的载荷数据不计。计算位移从 $2.5\text{ cm}\sim 22.5\text{ cm}$ 之间的平均载荷。

注: T 剥离试验中,最大位移等于粘合长度的两倍。

9.2 用平均载荷(以牛顿表示)除以试样的宽度(以厘米表示)计算平均 T-剥离强度。

9.3 计算各组样品的均值和标准偏差。

10 报告

试验报告应包括以下信息:

- a) 供试粘合剂的完整识别,包括类型、来源、生产日期、制造商代号和批号;
- b) 所用基材的完整识别、厚度、和粘接前所有表面清洗和制备的方法;
- c) 估计的粘接剂施加量;
- d) 粘合剂应用的方法;
- e) 粘接时的环境条件(温度、湿度和其他);
- f) 样品的平均宽度;
- g) 试验前样品的状态调节;
- h) 各组样品的剥离强度的最大值、最小值、平均值和标准偏差;
- i) 试样数;
- j) 破坏类型,包括粘合剂中内聚破坏(破坏发生在粘合剂内部)的百分数、界面破坏(破坏发生在粘接剂和被粘物的界面上)的百分数和基材破坏的百分数;
- k) 所用试验温度。

附 录 A
(规范性附录)

使试验有可比性采用试验温度的说明

所有的机械试验都有一个共同的特点,即温度可能对其结果有较大的影响。所有试验最好是在预期使用的温度条件(体内应用为 37 ℃)下进行。然而,目前实验室无法满足设备在所要求的较高温度下进行试验。从状态调节水浴中取出试样立即进行试验,又会导致在破坏时刻样品温度间有不可接受的差异,因而规定试验前将样品放置 15 min~20 min,冷却至室温,以消除造成差异的来源。

附录 B

(资料性附录)

新鲜猪皮移植片制备程序

注：按本方法制备的猪皮还没有通过与市售冷冻猪皮进行比对试验对其进行一致性评价。制备中的不一致性会明显增加试验结果的变异性，因此，需要较大的样品数来得到统计意义上的有效结果。

B.1 材料

- B.1.1 从猪的腹部两侧切取的新鲜猪皮。
- B.1.2 异丙醇(70%)。
- B.1.3 20#解剖刀,带手柄。
- B.1.4 刮皮刀。
- B.1.5 切片刀。
- B.1.6 非无菌纱布块,10 cm×10 cm。
- B.1.7 4块非无菌巾。
- B.1.8 加热到 37℃的无菌生理盐水。将用于组织培养的抗菌、抗真菌制剂以 10 倍于推荐浓度加入到该盐水中。
- B.1.9 两只培养皿。
- B.1.10 两块切板。
- B.1.11 持针钳。
- B.1.12 喷雾瓶。
- B.1.13 刮皮刀切板。
- B.1.14 两个按钉。
- B.1.15 矿物油。
- B.1.16 镊子。
- B.1.17 20 μL 微量吸液管。

B.2 制备方法

- B.2.1 从一只猪的腹部两侧切取新鲜除毛后的猪皮,每块猪皮约 152 mm(6 in)宽、467 mm(18 in)长。用冰冷却后送至实验室。
- B.2.2 从冷藏箱中将皮取出,用异丙醇和纱布清洗皮的表面,然后将皮表面向上放于切板上。
- B.2.3 用 20#解剖刀将猪皮切成四块 38 mm(1.5 in)宽,467 mm(18 in)长的条,用浸有盐水的湿巾盖上以防组织干燥。
- B.2.4 将非无菌手术巾放于实验室工作台上,再在手术巾上放上几块纱布块,用喷雾瓶向纱布块上喷洒生理盐水。
- B.2.5 将一个猪皮条以表皮面向下放在另一张切板上,用夹于持针器上的切片刀切去皮下脂肪层,留出真皮。立即使皮的外表面向下,放在浸有生理盐水的纱布块上,真皮面上盖上浸有生理盐水的纱布块,再用非无菌手术巾盖上纱布块。用喷雾瓶向手术巾上喷洒生理盐水。取下切片刀弃去,装上一只新的刀片,对其他 3 块猪皮进行这一过程。
- B.2.6 每一猪皮条去除脂肪层后,立即用中柔性肥皂清洗切板并使之干燥。
- B.2.7 将一条猪皮的真皮面向下放在专门设计的刮皮刀切板上,在皮肤各端用按钉固定。
- B.2.8 用带有能切除 0.13 mm 厚的切刀的刮皮器刮下猪皮的表皮层,刮皮过程中用镊子提取表皮层。

表皮切除后立即拔下两端按钉,将皮放回到浸有生理盐水的纱布块上,新获取的真皮外面向下,再盖上浸有生理盐水的纱布块,最后盖上用生理盐水浸湿的手术巾。对其他3块猪皮重复此过程。

B.2.9 取下盖在皮条上的非无菌手术巾和纱布块,用一块干的纱布块擦拭露出的真皮层。

B.2.10 将制备后的猪皮切成试验所需的相应尺寸。

中华人民共和国医药
行业标准
组织粘合剂粘接性能试验方法
第2部分:T-剥离拉伸承载强度
YY/T 0729.2—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

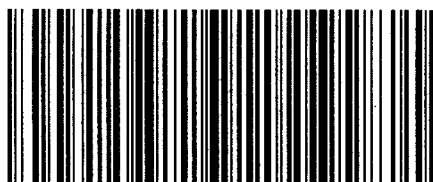
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

*

书号:155066·2-20067 定价 16.00 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)68533533



YY/T 0729.2—2009