

# 一次性使用静脉输液针成品检验规范

## 1. 范围

本规程规定了本公司一次性使用静脉输液针的检验方法。

本规程适用于本公司生产的一次性使用静脉输液针成品检验，供质管部在成品检验时参照执行。

## 2. 引用标准

GB18671—2002 一次性使用静脉输液针

GB1962.1-2001 注射器、注射针和其他医疗器械 6%（鲁尔）圆锥接头

第 1 部分：通用要求

GB1962.2-2001 注射器、注射针和其他医疗器械 6%（鲁尔）圆锥接头

第 2 部分：锁定要求

GB2828—2003 逐批检查计数抽样程序及抽样表（适用于连续批的检查）

GB2829—2003 周期检查计数抽样程序及抽样表（适用于生产过程稳定性的检查）

GB/T14233.1—1998 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/T14233.2—1993 医用输液、输血、注射器具检验方法

第 2 部分：生物试验方法

GB18457—2001 制造医疗器械用不锈钢针管

GB6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

YY/T0296—1997 一次性使用注射针 识别色标

YY/T0242—1996 医用输液、输血、注射器用聚丙烯专用料

### 3. 抽样及抽样量

3.1 抽样方法：在请验批产品中作随机抽样。

3.2 抽样量：出厂检验按 GB2828—87 规定样本量进行取样检验；

### 3.3 抽样方案

#### 3.3.1 周期检查（型式检验）

型式检验为全性能检验。按 GB18671—2002 中第 6 章、第 9.1 条和第 10 章规定的各项要求各随机抽检 5 套。

#### 3.3.2 逐批检查（物理要求出厂检查）

条 号	检验项目	IL	AQL
6.2	微粒污染	— —	— —
6.3	连接强度	S—3	2.5
6.4	密封性	S—2	1.5
6.5	流 量	S—2	1.5
6.6.2	针管长度	S—3	1.5
6.7	针 尖	S—3	1.5
6.8	润滑剂	S—3	2.5
6.9	针 座	S—1	1.5
条 号	检验项目	IL	AQL
6.10	针 柄	S—3	2.5
6.11	软 管	S—3	6.5
6.12	保护套	S—3	6.5

### 4. 检验项目及方法

## 4.1 色标

输液针应以针柄和的颜色作为针管的公称外径的色标。其颜色应符合 YY/T0296 的要求。

规格	0.45	0.5	0.55	0.6	0.7	0.8	0.9	1.2
颜色	褐	橙	中紫	深蓝	黑	深绿	黄	粉红

## 4.2 微粒污染

按以下方法测定，200mL 洗脱液中，15~25um 的微粒数不得超过 1 个/mL；大于 25um 的微粒数不得超过 0.5 个/mL。

使用仪器：微粒计数器

过滤装置通过瓶塞穿刺器与装有氯化钠注射液的输液瓶连接，过滤装置下端接三通转换开关，下接软管至微粒计数器取样杯。

用 100mL 冲洗液冲洗过滤器、三通转换开关和软管。

在约 1m 静压头下，使冲洗液通过软管 200ml，流出液流入计数器的取样杯中即得本底液，测定 100ml 本底液中的微粒数。重复上述步骤，以两次计数的平均值为 100ml 本底液的微粒含量。

取 5 支输液针制备洗脱液。对于针管外径小于或等于 0.8mm 的输液针，将输液针头从软管上拔下，在约 1m 静压下，使冲洗液分别流过 5 支输液针软管各 40ml，收集其洗脱液于计数器的取样杯中 200ml。测定 100ml 洗脱液中的微粒数。

结果：洗脱液与本底液微粒读数之差除以 100 为洗脱液中的微粒含量（个/mL）。

## 4.3 连接牢固度

4.3.1 输液针针柄与针管连接处施加 20N 的轴向静拉力持续 10s，应不断开

或松动。

4.3.2 输液针软管与针柄及软管与针座之间施加静态轴向拉力 15N，持续 10s，各连接处不得松动或分离。

用一个固定装置将输液针一端固定，另一端施加静拉力，符合规定要求。

#### 4.4 密封性

输液针的内腔应有良好的密封性。按下述方法试验时不应有泄漏。

使用仪器：气压表

将输液针的针管封闭，浸入 20~30℃ 的水中，从针座锥孔通入高于大气压强 20kpa 的气压 10s，检查输液针漏气的迹象。

#### 4.5 流量

测量输液针在 20kpa 的压力下水的输出流量，应不低于下表规定。mL/min。

规格	0.4	0.45	0.5	0.55	0.6	0.7	0.8	0.9	1.1	1.2
流量	2.5	2.8	3.2	3.8	5.0	11.0	21.0	36.0	—	—

#### 6.6 针管

##### 6.6.1 总则

针管应用符合 GB18457 要求的不锈钢针管制造。

##### 6.6.2 针管长度

针管长度标称值小于或等于 15mm，长度应为标称值的 ±1.0mm；标称值大于 15mm 时，长度应为标称值的 +1.5mm、-2.0mm。用专用量具测量。

#### 6.7 针尖

在放大 2.5 倍条件下检查，针尖应锋利，无毛边、毛刺和弯钩等缺陷。  
用 2.5 倍的放大镜目测。

针尖应具有良好的穿刺性能。

将橡胶医用手套膜片蒙于一直径约 100mm 的杯子的杯口上，适当绷紧并用橡皮筋固定，持输液针垂直对膜片进行穿刺。穿刺过程中膜片下凹小、手感轻柔、声响小者表明针尖锋利。反之，则表明针尖不锋利。

### **6.8 润滑剂**

针管涂有的润滑剂，用正常或矫正视力观察，针管的外表面不应有可见的润滑剂积聚。

### **6.9 针座**

输液针针座的内圆锥接头应符合 GB/T1962.1 的规定。用专用量具测量。

如果针座为锁定接头，应符合 GB/T1962.2 的规定。用专用量具测量。

### **6.10 针柄**

针柄应完整，标志清晰，针柄应与针尖斜面在同一方向，其倾斜应不大于  $25^{\circ}$ 。

### **6.11 软管**

输液针的软管应柔软、透明、光洁，并无明显机械杂质、异物、扭结，其透明度应保证能观察气泡和回血。用目力观察。

### **6.12 保护套**

输液针针管应有保护套，保护套不应自然脱落并易于拆除。

## **5. 化学性能**

## 5.1 供试液的制备

取 25 支输液针，去除保护套并将软管部分切成 1cm 长的小段，连针管部分一同放入玻璃容器中，加 250ml 水并在  $37 \pm 1^\circ\text{C}$  下恒温 2 小时，收集所有液体冷至室温作为检验液。

取同体积水置于玻璃烧瓶中，不装样品同法制备空白对照液。

## 5.2 还原物质（易氧化物）

按下述方法试验时，检验液和空白液消耗 0.002mol/L 的高锰酸钾溶液的体积之差应不超过 2.0mL。

### 5.2.1 试剂配制：

- a. 稀硫酸（20%）：取  $\text{H}_2\text{SO}_4$  128ml，缓缓注入 500mL，冷却后稀释至 1000mL。
- b. 淀粉指示剂：取可溶性淀粉 0.5g，溶于 100ml 水中，加热煮沸后放冷却备用（应临用时新制）
- c. 高锰酸钾溶液：取 3.3g $\text{KMnO}_4$  加水 1050ml，煮沸 15min，加水至 1000ml，密封后静置两天以上，用微孔玻璃漏斗过滤，摇匀，标定其浓度。

标定：取  $105^\circ\text{C}$  下干燥至恒重的基准草酸钠 0.2g，精确称重，加入 100ml 硫酸溶液（8+92）搅拌使之溶解。自滴定管中迅速将 25ml 待标定的  $\text{KMnO}_4$  标准溶液加入到本液中，待褪色后，加热到  $65^\circ\text{C}$ ，继续滴定至溶液呈液红色并保持 30s 不褪。当滴定终点时，溶液温度应不低于  $55^\circ\text{C}$ ，同时做空白试验。每 6.7mg 草酸钠相当于 0.02mol/L $\text{KMnO}_4$  标准溶液 1ml，根据本液的消耗量与草酸钠的取用量算出本液的实际浓度，即得。

d.  $c(\text{KMnO}_4) = 0.002 \text{ mol/L}$ : 临用前取  $0.02 \text{ mol/L KMnO}_4$  加水稀释 10 倍

e. 硫代硫酸钠 ( $0.1 \text{ mol/L}$ ): 称取  $26\text{gNa}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  或  $16\text{g}$  无水  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , 溶于  $1000\text{ml}$

水中, 缓缓煮沸  $10\text{min}$ , 冷却, 加水至  $1000\text{ml}$ . 置两周后过滤, 标定其浓度。

标定: 称取  $0.15\text{g}$  于  $120^\circ\text{C}$  烘干至恒重的基准重铬酸钾。精确称量。置于碘量瓶中, 溶于  $25\text{ml}$  水, 加  $2\text{g}$  碘化钾及  $20\text{ml}$  稀硫酸 ( $20\%$ ), 摇匀, 于暗处放置  $10\text{min}$ , 加水  $150\text{ml}$ , 用配制好的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定, 近终点时加  $3\text{ml}$  淀粉指示液 ( $5\text{g/L}$ ) 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色, 同时作空白试验。每  $1\text{ml}$  的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ( $0.1 \text{ mol/L}$ ) 相当于  $4.903\text{mg}$  的重铬酸钾, 根据本液的消耗量与重铬酸钾的取用量算出本液的浓度即得。

f.  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ : 备用前取  $0.1 \text{ mol/L Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  用新煮沸并冷却的水稀 10 倍。

### 5.2.2 试验:

**5.2** 取供试液  $20\text{ml}$ , 置碘量瓶中, 加稀  $\text{H}_2\text{SO}_4$   $2\text{ml}$  和  $0.002\text{mol/L}$  的  $\text{KMnO}_4$  溶液  $20\text{ml}$ , 加热至沸  $3\text{min}$ , 迅速冷却, 再加碘化钾晶体  $1\text{g}$ , 密塞, 摇匀。立即用相同浓度的  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液滴定至淡黄色, 再加淀粉指示剂  $0.25\text{ml}$ , 继续用  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液滴定至无色, 即为终点, 同时作空白试验, 二者之差应不得超过  $2.0\text{ml}$ 。

## 金属离子

输液针浸取液与同批空白对照液对照, 钡、铬、铜、铅和镉的总含量应  $\leq 1\mu\text{g/ml}$ ,

镉的含量应  $\leq 0.1\mu\text{g/ml}$ 。

### 5.2.1 试剂的配制:

- a. 乙酸盐缓冲液 (PH3.5): 取乙酸铵 25g, 加水 25ml 溶解后, 加盐酸液 (7mol/L) 38ml, 用盐酸液 (2mol/L) 或氨溶液 (5 mol/L) 准确调节 PH 值 3.5 (电位法), 用水稀释到 100ml。
- b. 硫代乙酸酰胺试液: 取硫代乙酰胺 4g, 加水使溶解成 100ml, 置冰箱中保存。临用前取混合液[由氢氧化钠 (1mol/L) 15ml, 水 5.0ml 及甘油 20ml 组成]5.0ml, 加上述硫代乙酰胺溶液 1.0ml, 置水浴上加热 20s, 冷却, 立即使用。
- C. 铅标准贮备液: 称取 110<sup>0</sup>C 干燥恒重的硝酸铅 0.1598g 置 1000ml 容量瓶中加硝酸

5ml 与水 50ml, 溶解后用水稀释至刻度, 摇匀作为贮备液。(铅浓度为 100 $\mu$  g/ml)。

铅标准溶液: 临用前精密量取贮备液稀释至所需浓度

5.2.2 试验: 取检验液 50ml 于 50ml 纳氏比色管中, 另取 50ml 纳氏比色管, 加入铅标液 1ml, 加水稀释至 50ml, 于上述两比色管中加入乙酸盐缓冲液 (PH3.5) 各 2ml, 再分别加入硫代乙酰胺试液各 2ml 摇匀, 放置 2min, 置白色背景下从上方观察, 比较颜色深浅。

### 5.3 酸碱度 :

按下列方法试验时, 检验液与空白液的 PH 值之差应不超过 1.5。

#### 5.3.1 缓冲液的配制:

- c. 混合磷酸盐 (6.86):
- d. 邻苯二甲酸氢钾 (4.00):
- e. 四硼酸钠 (9.18):



剪开现成购买的一包粉末，倒入 250ml 容量瓶中，以少量无 CO<sub>2</sub> 蒸馏水冲洗塑料袋内壁，并稀释至刻度，摇匀备用

5.3.2 按照酸度计的操作规程测定出检验液和空白液的 PH 值，两者之差应不得超过 1.5

#### 5.4 蒸发残渣

按下列方法试验时，蒸发残渣的总量应不超过 2mg。

将蒸发皿在 105℃ 恒温箱内烘 2 小时，再放在干燥器中冷却至恒重，精确称重。取 50ml 水浸液于蒸发皿中，在水浴上蒸干并在 105℃ 恒温箱中烘干至恒重，置于干燥器中冷却至恒重，精确称重，计算出不挥发物含量。

$$\text{蒸发残渣重 } W = (W_{12} - W_{11}) - (W_{02} - W_{01})$$

$W_{12}$ : 加入检验液的蒸发皿重量 g;

$W_{11}$ : 未加入检验液的蒸发皿重量 g;

$W_{02}$ : 加入空白液的蒸发皿重量 g;

$W_{01}$ : 未加入空白液的蒸发皿重量 g;

#### 5.5 紫外吸光度

按下列方法试验时，检验液的吸光度应不大于 0.1。

使用仪器：分光光度计

将已制备好的检验液用 0.45um 的微孔滤膜过滤，在 5h 内用 1cm 检验池以空白对照液为参比在 250nm—320nm 的波长范围内测定吸光度。

#### 5.5 环氧乙烷残留量

按下列方法试验时，每支输液针环氧乙烷残留量应不大于 0.1mg。

仪器：分光光度计

### 5.5.1 溶液配制

0.1mol/L 盐酸：取 9ml 盐酸稀释至 1000ml。

0.5%高碘酸溶液：称取高碘酸 0.5g，稀释至 100ml。

硫代硫酸钠溶液：称取硫代硫酸钠 1g，稀释至 100ml。

10%亚硫酸钠溶液：称取 10.0 g 无水亚硫酸钠，溶解后稀释至 100ml。

品红—亚硫酸试液：称取 0.1g 碱性品红，加入 120ml 热水溶解。冷却后加入 10%亚硫酸钠溶液 20ml，盐酸 2ml 置于暗处。试液应无色，若发现有微红色，应重新配制。

乙二醇标准贮备液：取一外部干燥、清洁的 50ml 容量瓶，加水约 30ml，精确称重，移取 0.5ml 乙二醇，迅速加入瓶中，摇匀，称重，两次称重之差即为溶液中所含的重量，加水至刻度，混匀，按下式计算其浓度：

$$C=W/50 \times 1000$$

C：乙二醇标准贮备液浓度 g/l；

W：溶液中乙二醇重量 g.

乙二醇标准溶液：精确移取标准贮备液 1.0ml，用水稀释至 1000ml。

5.5.2 检验液的制备：取样后立即进行，将输液器截成 5mm 碎块，称取 2.0g 置于容器中加入 0.1mol/L 盐酸 10ml，室温放置 1 小时。

### 5.5.3 操作步骤

- a. 取五支钠氏比色管，分别精确加入 0.1mol/L 盐酸 2ml，再精确加入 0.5ml、1.0ml、1.5ml、2.0ml、2.5ml 乙二醇标准溶液。另取一支钠氏比色管，精确加入 0.1mol/L 盐酸 2ml 作为空白对照。
- b. 于上述各这中分别加入 0.5%高碘酸溶液 0.4ml，放置 1 小时，然后

分 滴加硫代硫酸钠溶液出现的黄色恰好消失，再分别加入品红—亚硫酸试液 0.2ml，用蒸馏水稀释至 10ml，摇匀，室温放置 1 小时，于 560nm 波长处以空白液作参比，测定吸光度，绘制吸光度—浓度曲线。

- c. 精确移取检验液 2.0ml 于钠氏比色管中，按上述步骤操作，以测得的吸光度从标准曲线上查得试液相应的体积。

#### 5.5.4 结果表示

按下式计算输液器中的环氧乙烷含量：

$$W_{EO} = 1.775V_1C_1G$$

式中： $W_{EO}$ ：单位产品中环氧乙烷含量 mg；

$V_1$ ：标准曲线上找出的试液相应的体积 ml；

$C_1$ ：乙二醇标准溶液的浓度 g/l；

$G$ ：每付输液器重量 g。

按仪器操作规程，参照 GB/T14233.1—1998 中环氧乙烷残留量分析方法进行测试应符合规定要求。

## 6. 生物性能

### 6.1 无菌试验

输液针应无菌。

#### 6.1.1 供试液的制备：

取至少 3 支输液针样品，在无菌室内输液针按管内表面积每  $10\text{cm}^2$  流过管内腔 1ml 浸提介质，流量为 10ml/min。按下列要求试验应符合规定。

6.1.2 与供试液接触的所有器具应灭菌。置压力蒸汽灭菌器内 121<sup>0</sup>C30min 或电热干燥箱内 180<sup>0</sup>C2h 灭菌。

6.1.3 在使用前，细菌培养基经 30~35<sup>0</sup>C 培养 48h，霉菌培养基经 20~25<sup>0</sup>C 培养 72h。证明无菌后方可使用。（管内大厌气区小于液面高度的三分之一不得使用）

6.1.4 无菌室环境应符合要求（平均菌落不得超过 3 个，单只增皿菌落不得超过 4 个）

6.1.5 对照菌液：取金黄色葡萄球菌的琼脂斜面新鲜培养物，接种一白金耳至需（厌）气菌培养基内，在 30~35<sup>0</sup>C 培养 24h 后,用无菌的 0.9%NaCl 稀释成 1：10 即得。

#### 6.1.6 无菌检查

每批供试液分别接种于需气菌，厌气菌培养基 5 管，其中一管接种金葡菌 1ml 作为阳性对照，另接种于霉菌培养基 2 管。分装量按下表：

供试量	每管接种量	培养基分装量
≤2ml	0.5	15
>2~20ml	1.0	15
>20ml	5.0	40

种后，霉菌培养基在 20~25<sup>0</sup>C 培养 7 天。需(厌)气菌培养基在 30~35<sup>0</sup>C 培养 5 天。

#### 6.1.7 结果判定

6.1.7.1 阳性对照管在 24h 内无菌时，根据观察判定结果。

生长，判供试液为合格。

6.1.7.2 如需（厌）气菌及霉菌培养管均为澄清或虽混浊但经证明并非有菌

6.1.7.3 如需（厌）气菌及霉菌管中任何一管显混浊并确证为有菌生长时，应重新取

样依法复试两次，不得有菌生长，否则判供试品为不合格。

6.1.7.4 如在加入供试液后培养基出现混浊或沉淀，经培养不能从外观上判断时，可

转种另一支相同的培养基中或斜面培养基上，培养 48~72h 后观察有无菌生长。

## 6.2 热原（细菌内毒素检查法）

输液针应无致热原。

### 6.2.1 供试液的制备

取至少 3 支输液针，在无菌条件下，每支输液针内腔注满水，反复荡洗 5 次后，置  $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$  恒温箱中，保持 2h，取出后将输液针内的试液汇聚在无热原的玻璃器皿中，供试液贮存不得超过 2h，按下列要求进行试验应符合规定。

6.2.2 与供试液接触的所有器具应除热原。

6.2.3 试验步骤：

将鲎试剂（0.25EU/ml）和细菌内毒素工作标准品分别按标示量加入无热原水溶解，细菌内毒素工作标准品逐次稀释至 0.5EU/ml，供作阳性对照。

取 6 支无热原空安瓿瓶，其中 2 支各加入 0.1ml 供试液，2 支阴性管加入 0.1ml 无热原水，2 支阳性管加入 0.1ml 内毒素工作标准品稀释液，再逐一加入 0.1ml 鲎试剂溶解液，轻轻混匀试管内容物，封闭管口，垂直放入  $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$  水浴中保温  $60 \pm 2\text{min}$ ，轻轻取出，观察结果。

## 6.2.4 结果判定

6.2.4.1 将试管缓缓倒转  $180^{\circ}$ ，管内容物量呈坚实凝胶者为阳性（+），

不呈凝胶状或虽呈凝胶状但不能保持完整者为阴性（-）。

6.2.4.2 当阳性管均为（+），阴性管应为（-）时，观察结果。

6.2.4.3 供试品 2 管均为（-）时，判定产品符合规定。

6.2.4.4 供试品 2 管均为（+）时或有 1 管为（+）时，用无热原水将供试

液 1~2 等比稀释，再按上述重试 4 管，如 4 管均为（-）时，判定产品符合规定。

6.2.4.5 重试供试品 4 管中有 1 管中有 1 管为（+）时，应用家兔法做热原试验。

## 6.3 溶血

输液针应无溶血反应(溶血率 $\leq 5\%$ )。委托检验。

## 6.4 急性全身毒性

输液针应无急性全身毒性。委托检验。

编制/日期:

审核/日期:

批准/日期: