



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0729.1—2009

组织粘合剂粘接性能试验方法 第 1 部分：搭接-剪切拉伸承载强度

Test methods for boning properties of tissue adhesives—
Part 1: Strength in lap-shear 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 1 部分。

本部分修改采用 ASTM F 2255-05《组织粘合剂搭接-剪切拉伸承载强度标准试验方法》，与 ASTM F 2255-05 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、王金红、姚秀军。

引 言

外科手术中用于粘合活体组织的材料和器械日益增加,在各种手术中用于对缝线和钉起辅助作用,或是用来取代这些器械。由于患者的具体情况的不同,受力的性质和大小也有很大不同。所有的应用都不同程度地涉及材料对所施加的机械力的承受能力。因此,材料的机械性能及其特有粘合性能是评价组织适用性的重要参数。另外,给定粘合剂的机械性能可在质量控制中用于评价产品是否具有 consistency,也可用来评价粘合剂在使用前受各种表面处理的影响。

组织粘合器械的应用种类繁杂。即便是在一个指定应用(手术过程)中,如果不加分析,对粘合剂的性能不了解,单靠一项搭接剪切试验的结果就不适宜于用来确定允许的设计应力。

本部分给出的试验方法可用于比较粘合剂或粘合过程对疲劳或环境的改变的敏感性,但对这种比较须持谨慎态度,因为不同的粘合剂可能对不同的条件呈现不同的响应。

组织粘合剂粘接性能试验方法

第1部分：搭接-剪切拉伸承载强度

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 7500-1:2004,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

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。

3.2

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。

3.3

搭接-剪切拉伸承载强度 strength in lap-shear by tension loading

在本部分所规定的条件下,测定出的逐渐分离两个粘合后的被粘物时每单位粘接面积所需的平均载荷,以兆帕为单位。

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 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。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 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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

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 $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 所示的试样,就要使用较大一些类似来源的组织。例如,如果预期粘接小血管,宜使用较大的血管。

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。

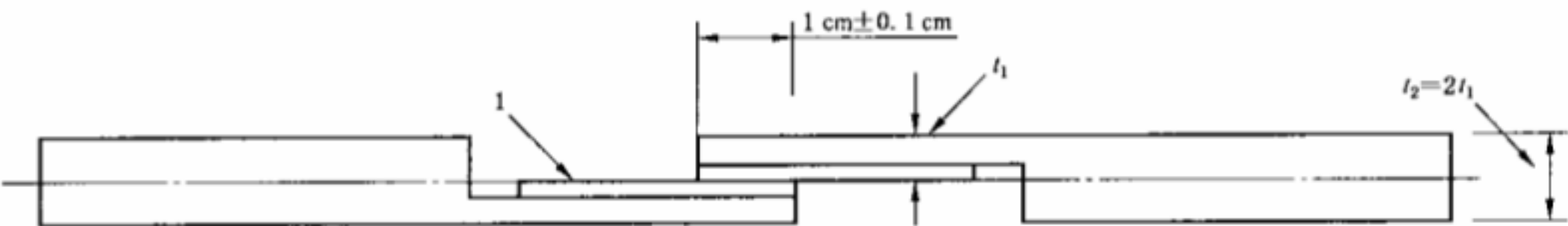
5.3 基材的质控试验

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。

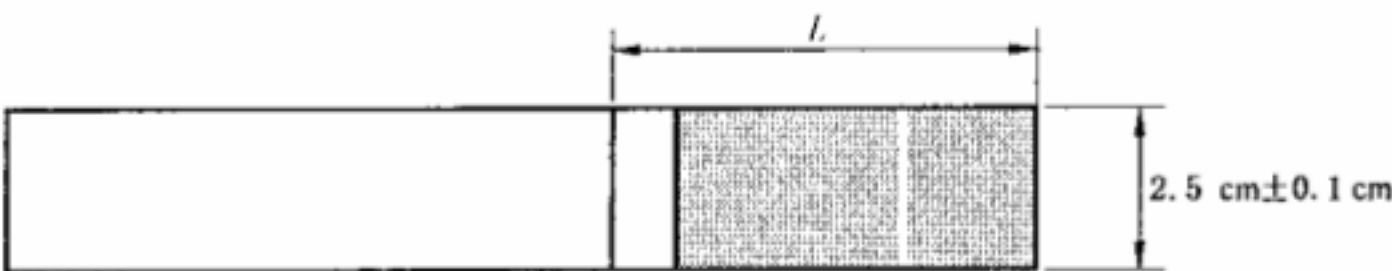
5.3.2 对于需要与组织接触至治愈的器械,异种皮移植物(Madiskin[®] XenoGraft)宜被用于质量控制试验,即比对试验。

6 试样

6.1 带有软组织基材的试样应符合图 1 所示型式。组织基材连于持样器的长度(L)至少为搭接区长度的 1.5 倍,以确保破坏是发生在搭接处而不是将组织基材从持样器内拉出。对于非常强的粘合剂, L 可能需要是搭接区长度的 2~3 倍。组织基材可用任何适宜的粘合剂粘于持样器中。已经发现,使用凝胶类的氰基丙烯酸酯粘合剂较为理想,因为这种粘合剂能与湿的组织粘合并快速固化。



完整试样的侧视图



未画出右侧试样的俯视图

1——组织基材。

图 1 带有软组织基材的固定物

6.2 用于聚合物或金属基材的样品应符合图 2 所示的形状和尺寸。

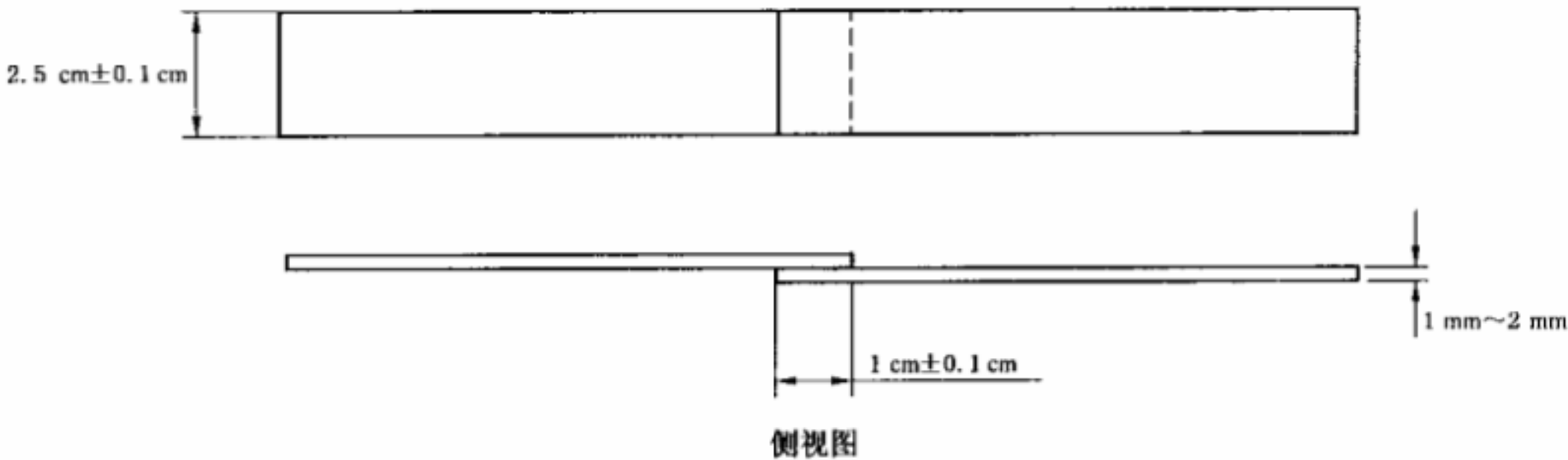


图 2 金属/聚合物基材试样

6.3 试样数量 每种类型至少 10 个试样。如果试验固定物和基材之间出现破坏,则这些样品试验结果无效,需增加试样以获得 10 个有效试验。组织基材有较高的变异性,如要获得平均强度的合理估计,可能需要更多一些的样品数。

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,pH7.4)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图 1 所示尺寸。也可以将稍大出一点的组织片先胶合到试验固定物上,用固定物作为模板来修剪其大小。

7.1.3 用适宜的粘合剂将试样的背面(靠表皮的一面)胶合到试验固定物上。已发现,使用凝胶类的氰基丙烯酸酯粘合剂较为理想,因为这种粘合剂能与湿的组织粘合。必须注意确保基材与试验固定物的边对齐,不超出固定物的端部。

7.1.4 粘合剂固化后(氰基丙烯酸酯粘合剂约为 10 min),用浸有磷酸盐缓冲液的纱布包裹组织固定

物,并将其放入一个塑料袋里,置于 37 °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 从塑料袋中取出固定物,并用新纱布蘸干组织表面。

7.2.3 将足够的粘合剂均匀地涂到搭接区,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)涂到组织搭接区以外的地方,以防止非粘接区发生粘接。

7.2.4 将一对试验固定物的两个组织面粘合到一起并成为一直线,使搭接符合要求。

7.2.5 在粘合区施加约 1 N~2 N 的力,直至粘合剂固化。对于慢固化的粘合剂,可能需要使用一个夹具平夹住两个固定物后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,然后将试样放回到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,状态调节的时间间隔宜是 1 h±15 min。对体内应用的组织粘合剂,推荐的条件是在 37 °C±1 °C 的磷酸盐缓冲液中。对于体外局部应用的粘合剂,推荐的条件是 30 °C±1 °C 和 50%±5% 的相对湿度。对于质控试验,推荐的条件是 23 °C±2 °C 和 50%±5% 的相对湿度。

8.2 状态调节后,建议试验前将所有试样在试验温度下稳定 15 min。如果试验温度不同于状态调节温度,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 °C±2 °C 和 50%±5% 的相对湿度(见附录 A)。

8.3 将试样置于试验机的夹具内,使受力方向为试样的长轴方向。使十字头以 5 mm/min 的速度对试样加载至破坏。

8.4 记录破坏时的载荷和破坏类型(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 计算粘合面积,精确到 0.05 cm²。用最大载荷除以粘合面积来计算界面剪切强度,以兆帕(MPa)表示。

9.2 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、和粘接前任何表面清洗和制备的方法。还要报告将基材粘到持样器上的方法;
- c) 估计的粘合剂施加量;
- 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) 搭接长度和宽度;

- g) 试验前样品的状态调节；
- h) 测得的界面剪切强度的最大值、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(破坏发生在粘合剂和被粘物的界面上)的百分数和被粘物(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 °C)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。
