

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

团 体 标 准

T/CSBME XXXX—XXXX

可吸收缝合线用聚对二氧环己酮（PPDO）

Poly (p-dioxanone) for absorbable suture (PPDO)

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国生物医学工程学会 发布

目 次

1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 要求.....	1
5 试验方法.....	4
6 标志、包装、运输和贮存.....	5
附录 A（资料性） 单体残留测定方法.....	7
附录 B（资料性） 溶剂残留测定方法.....	8
附录 C（资料性） 分子量分布测试方法.....	9
参考文献.....	10

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意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。

本文件由中国生物医学工程学会提出。

本文件由中国生物医学工程学会知识产权与标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

CSBME

可吸收缝合线用聚对二氧环己酮（PPDO）

1 范围

本文件规定了可吸收缝合线用聚对二氧环己酮的技术要求、试验方法、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于以对二氧环己酮为原料开环聚合而成的聚对二氧环己酮。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 3682.1-2018 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率（MFR）和熔体体积流动速率（MVR）的测定 第1部分：标准方法

GB/T 16886.1 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 16886.13 医疗器械生物学评价 第13部分：聚合物医疗器械降解产物的定性与定量

GB/T 19466.2 塑料差示扫描量热法（DSC） 第2部分：玻璃化转变温度的测定

GB/T 19466.3 塑料差示扫描量热法（DSC） 第3部分：熔融和结晶温度及热焓的测定

中华人民共和国药典（2020年版，四部）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 鉴别

4.1.1 红外光谱鉴定

通过与对应的红外参考图谱中特定波长位置出现的主要吸收带对照，可对可吸收缝合线用聚对二氧环己酮聚合物进行定性分析。按照《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0402红外分光光度法进行测定。典型的聚对二氧环己酮红外参考光谱图如图1所示。

通过与对应的碳核磁参考图谱中特定波长位置出现的主要吸收带对照,可对可吸收缝合线用聚对二氧环己酮聚合物进行定性分析。按照《中华人民共和国药典》(2020年版,第四部)0441核磁共振波谱法进行测定。典型的聚对二氧环己酮碳核磁共振参考光谱图如图3所示。

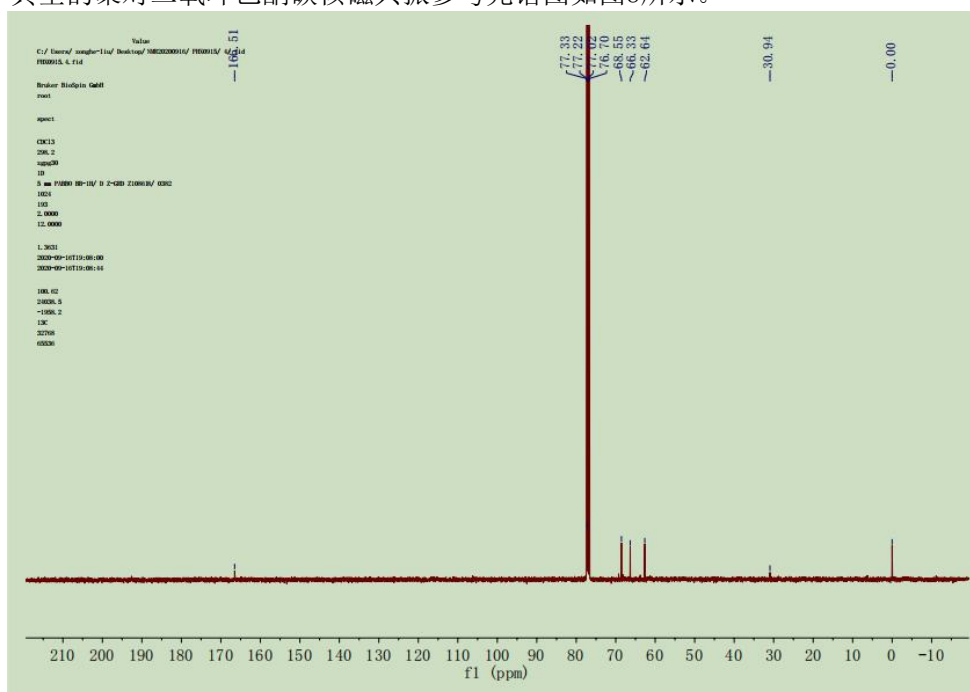


图3 聚对二氧环己酮碳核磁共振参考光谱

4.2 外观

按5.1进行试验,产品为白色或淡黄色颗粒或粉末,无杂质,粒子大小均匀。

4.3 物理性能

可吸收缝合线用聚对二氧环己酮(PPDO)物理性能应符合表1的规定。

表1 物理性能

项目	单位	要求	试验方法
特性黏度	dL/g	1.0-2.5	5.2
水分	%	≤0.30	5.3
熔体质量流动速率	g/10min	0.8-25	5.4
玻璃化温度	°C	-10±3	5.5
熔点	°C	110±10	5.6

4.4 化学性能

可吸收缝合线用聚对二氧环己酮(PPDO)化学性能应符合表2的规定。

表2 化学性能

项目	单位	要求	试验方法
灼烧残渣	%	≤0.2	5.7

重金属总含量（以铅计）	ppm	≤10	5.8
锡残留	ppm	≤150	5.9
单体残留	wt%	≤2	5.10
溶剂残留	甲苯	%	≤0.089
	丙酮	%	≤0.5
	二氯甲烷	%	≤0.06
分子量分布	/	≤2.0	5.12

4.5 降解性

按GB/T 16886.13进行降解性能评价。

4.6 生物学评价

按GB/T 16886.1对可吸收缝合线用聚对二氧环己酮（PPDO）进行生物学评价时，评价结果应表明无不可接受的生物学危害。

注：GB/T 14233.2规定的生物学试验方法应认为是GB/T 16886中规定的方法的补充。生物学评价宜基于材料预期制造器械的具体情况和所经受的灭菌过程。

5 试验方法

5.1 外观

用正常或矫正视力观察，结果应符合4.2的规定。

5.2 特性黏度

精密称量样品0.1g溶于80mL四氯乙烷溶液中，完全溶解后用四氯乙烷溶液定容至100mL。25℃条件下按《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0633黏度测定法中的乌氏毛细管粘度计法测定，结果应符合4.3表1的规定。

5.3 水分

精密称取供试品适量（含水量约为0.5mg-5mg或仪器建议的使用量），以（苯酚：四氯乙烷=2:3）溶液作溶剂，按《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0832水分测定法中的库仑滴定法测定，结果应符合4.3表1的规定。

5.4 熔体质量流动速率

按GB/T 3682.1-2018中规定的A法进行，温度150℃，负荷2.16kg，试样为含水率符合要求的颗粒。结果应符合4.3表1的规定。

5.5 玻璃化转变温度

按GB/T 19466.2规定的方法进行试验，升温速率10℃/min，结果应符合4.3表1的规定。

5.6 熔点

按GB/T 19466.3规定的方法进行试验，升温速率10℃/min，结果应符合4.3表1的规定。

5.7 灼烧残渣

按《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0841炽灼残渣测定法测定，结果应符合4.4表2中的规定。

5.8 重金属总含量（以铅计）

按《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0821重金属检查法测定，结果应符合4.4表2中的规定。

5.9 锡残留

5.9.1 方法一：原子吸收法（为仲裁方法）

取样品0.25g，置消解罐中，加浓硝酸6.0mL和过氧化氢2.0mL，盖上内盖，旋紧外套，置微波消解仪中消解。消解完全后取消解内罐置电热板上缓缓加热至红棕色气体挥尽，用超纯水将罐内消解溶液小心转移至100mL容量瓶并稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，同法制备试剂空白溶液，参照原子吸收分光光度（AAS）法测定，含锡量不超过150ppm。

5.9.2 方法二：比色法

5.9.2.1 供试品溶液：取本品0.667g，精密称定于瓷坩埚中，先小火在可调式电炉上炭化至无烟，移入马弗炉中500℃灰化4h，冷却。取出加入2mL盐酸，在可调电炉上小火加热至干，冷却后，加5mL水溶解，转移至250mL量瓶中，备用。

5.9.2.2 对照品溶液：精密量取1.5mL的锡标准溶液(100 μ g/mL)于250mL容量瓶中，备用精密量取1.0mL的锡标准溶液(10 μ g/mL)于25mL容量瓶中，备用。

5.9.2.3 向对照品溶液中依次加入1.0mL 5mol/L的盐酸溶液，3.0mL 50g/L的OP乳化剂溶液，再加入5.0mL 0.1g/L的苯芴酮溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，以相应试剂空白为参比，用1cm比色皿在513nm处测量吸光度；另向供试品溶液中加入1.0mL 5mol/L的盐酸溶液、3.0mL 50g/L的OP乳化剂溶液，再加入5mL 0.1g/L的苯芴酮溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，测定吸光度。

5.9.2.4 供试品溶液吸光度值不得大于对照品溶液吸光度值。即含锡不超过150ppm。

5.10 单体残留

按《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0521气相色谱法、0512高效液相色谱法或者供方和买方都认可的其他适当灵敏度的分析方法测定单体残留的质量分数。试验方法可参考附录A，结果应符合4.4表2中的规定。

5.11 溶剂残留

按《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0861残留溶剂或者供方和买方都认可的其他适当灵敏度的分析方法测试。试验方法可参考附录B，结果应符合4.4表2中的规定。

5.12 分子量分布

按《中华人民共和国药典》（2020年版，第四部）0514分子排阻色谱法测试。试验方法可参考附录C，结果应符合4.4表2中的规定。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

产品的外包装上应有明显的标志。标志内容应包括：商标、制造商和厂址、产品名称、牌号、生产日期、批号和净含量等。

6.2 包装

可用内包装铝塑复合或其他密封防潮包装形式包装，宜充氮保护，包装材料保证在运输、贮存时不污染和泄露。

6.3 运输

可吸收缝合线用聚对二氧环己酮（PPDO）为非危险产品，在装卸过程中严禁使用铁钩等锐利工具，切记抛掷以免损坏包装袋，运输时，不得阳光下暴晒或雨淋，不可与有毒物品、腐蚀性物品以及易燃物混装。

6.4 贮存

可吸收缝合线用聚对二氧环己酮（PPDO）应贮存在清洁处，远离热源，防止阳光直接照射。具体贮存条件由商家提供。

CSBME

附 录 A
(资料性)
单体残留测定方法

A.1 方法 1

A.1.1 溶液配制

A.1.1.1 PPDO 储备液 (1 mg/mL)：精密称取 10mg PPDO，置已加入少量三氯甲烷的 10mL 容量瓶中，振荡，加三氯甲烷至刻度，作为对照品储备液。

A.1.1.2 PPDO 对照品溶液：精密移取 5mL 己内酯储备溶液，置于 10mL 容量瓶中，精密加入三氯甲烷溶剂稀释至标线，精密量取 1 μ L，直接进样。

A.1.2 样品处理

精确称量 100mg 检测样品置于 10 mL 容量瓶中，加入搅拌棒并加入三氯甲烷至容量瓶容积的 80%，充分搅拌使样品完全溶解。然后加入 200 μ L 储备溶液至同一容量瓶，加三氯甲烷定容至标线，精密量取 1 μ L，进样。

A.1.3 色谱条件

以三氯甲烷为溶剂，在磁力搅拌下充分溶解样品，采用 HP-5 毛细管柱 (30m \times 0.32mm, 0.25 μ m) 为分离柱，检测器为 FID。进样口温度为 180 $^{\circ}$ C，检测器温度为 300 $^{\circ}$ C；采用程序升温，起始温度为 80 $^{\circ}$ C，以 10 $^{\circ}$ C/min 升至 170 $^{\circ}$ C，保持 2min。

A.2 方法 2

A.2.1 溶液制备

A.2.1.1 对照品贮备液制备：精密称取 PPDO 约 10 mg，置 100 mL 容量瓶中，用 N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 溶解并定容，作为对照品贮备液。

A.2.1.2 对照品溶液制备：取贮备液 1 mL，置 10 mL 容量瓶中，用 DMF 稀释并定容，作为对照品溶液。

A.2.1.3 线性溶液：分别取对照品贮备液 0.2 mL、0.5 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL、1.5 mL，置 10 mL 容量瓶中，用 N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 稀释并定容，作为线性溶液。

A.2.1.4 供试品溶液：精密称取供试品 PPDO 约 0.1 g，定置 10 mL 容量瓶中，加 N,N-二甲基甲酰胺 (DMF) 适量使之溶解后，缓慢滴加甲醇，振荡，定容；取适量于离心管中，3 000 rpm 离心 30 min，取上清液作为供试品溶液。

A.2.2 色谱条件

采用 DB-624 毛细管色谱柱 (30.0 m \times 535 μ m \times 3.00 μ m)，程序升温 (146 $^{\circ}$ C 保持 5 min, 30 $^{\circ}$ C/min 升温至 200 $^{\circ}$ C, 保持 2min)，进样口温度 240 $^{\circ}$ C，检测器温度 250 $^{\circ}$ C，分流比 5 : 1，流速 3.0 mL/min，进样量 2 μ L。

附录 B
(资料性)
溶剂残留测定方法

取本品约0.1g,精密称定,置10mL容量瓶中,加二甲基甲酰胺溶解,并稀释至刻度,作为供试品溶液。另取甲苯、丙酮和二氯甲烷适量,精密称定,用二甲基甲酰胺溶解并定量稀释制成每1mL中含丙酮50 μg、二氯甲烷6 μg、甲苯8.9 μg的混合溶液,作为对照溶液。按照残留溶剂测定法(通则0861第三法)测定。以6%氰丙基苯-94%甲基聚硅氧(或极性相近)为固定液;起始温度为40℃,维持8min,以10℃/min的速率升温至200℃;进样口温度为180℃;检测器温度为250℃。取供试品溶液和对照溶液各3 μL,注入气相色谱仪。按外标法以峰面积计算,结果应符合表2中的规定。

附录 C
(资料性)
分子量分布测试方法

将样品溶于（苯酚：四氯乙烷=2:3）溶液中，振摇使溶解，配制成3mg/ml的溶液。室温放置溶解完全，并用孔径0.45 μm 的有机相滤膜将聚合物溶液进行过滤，作为供试品。作为洗脱剂的（氯仿）溶液经减压除气后，以1.0mL/min的流速流过两个5 μL 的凝胶色谱柱，柱温保持在30 $^{\circ}\text{C}$ ，检测器用示差检测器。以不同平均相对分子质量的单分散的聚苯乙烯的分布曲线作为普适校正参量，记录色谱图，利用GPC软件计算聚合物的重均分子量（ M_w ），分子量分布（ M_w/M_n ）结果应符合表2中的规定。

参 考 文 献

- [1] YY 1116-2020 可吸收性外科缝线
 - [2] YY/T 0661-2017 外科植入物 半结晶型聚丙交酯聚合物和共聚物树脂
-

CSBME