



中华人民共和国国家标准

GB/T 36118—2018

气体除菌用聚四氟乙烯微滤膜 折叠式过滤芯

Filter elements of pleated polytetrafluoroethylene microfiltration membrane
for gas sterilizing

2018-03-15 发布

2018-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语、定义和缩略语	1
3.1 术语和定义	1
3.2 缩略语	2
4 分类	2
5 要求	3
5.1 外观	3
5.2 细菌截留能力	3
5.3 渗漏性	3
5.4 完整性	3
5.5 阻力	4
5.6 耐受蒸汽灭菌次数	4
5.7 热空气耐受性	4
5.8 氧化剂耐受性	4
6 试验方法	4
6.1 外观	4
6.2 细菌截留能力	4
6.3 渗漏性	5
6.4 完整性	6
6.5 阻力	8
6.6 耐受蒸汽灭菌次数	10
6.7 热空气耐受性	11
6.8 氧化剂耐受性	12
7 检验规则	12
7.1 组批规则	12
7.2 检验分类	12
7.3 出厂检验	12
7.4 型式检验	13
8 标识、包装、运输和储存	13
8.1 标识	13
8.2 包装	14
8.3 运输和储存	14
附录 A (资料性附录) 泡点压力与细菌挑战水平的关联	15
附录 B (资料性附录) 扩散流与细菌挑战水平的关联	17

附录 C (资料性附录) 水侵入与细菌挑战水平的关联	19
附录 D (资料性附录) 热空气耐受性测试示例	21
参考文献	22



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国分离膜标准化技术委员会(SAC/TC 382)提出并归口。

本标准起草单位:上海一鸣过滤技术有限公司、杭州安诺过滤器材有限公司、中国人民大学、中国人民解放军军事医学科学院卫生装备研究所、天津工业大学、杭州求是膜技术有限公司、天津膜天膜工程技术有限公司。

本标准主要起草人:吴昌飞、张俊伟、郑祥、刘红斌、王捷、张星星、张思汉、卢忠宝、范云双、杨依柠。

气体除菌用聚四氟乙烯微滤膜 折叠式过滤芯

1 范围

本标准规定了聚四氟乙烯微滤膜折叠式过滤芯(以下简称“滤芯”)的分类、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和储存。

本标准适用于气体除菌用折叠聚四氟乙烯微滤膜筒式过滤芯,也适用于气体除菌用折叠聚四氟乙烯微滤膜囊式过滤器。

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/T 191 包装储运图示标志

GB/T 6165—2008 高效空气过滤器性能试验方法 效率和阻力

GB/T 7141—2008 塑料热老化试验方法

YY/T 0918—2014 药液过滤膜、药液过滤器细菌截留试验方法

YY/T 1551.1—2017 输液、输血器具用空气过滤器 第1部分:气溶胶细菌截留试验方法

中华人民共和国药典(2015年版)

3 术语、定义和缩略语

3.1 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

折叠式过滤芯 **filter elements of pleated membrane**

平板式微滤膜以折叠形式构成的过滤元件。

3.1.2

筒式过滤芯 **cartridge filter**

由滤膜和其他结构材料组成的并通过接口与外壳配套使用的圆柱形过滤元件。

[GB/T 34244—2017,定义 3.1.2]

3.1.3

囊式过滤器 **capsule filter**

由滤膜和其他结构材料组成的且外部带有塑料壳体的胶囊状过滤元件。

[GB/T 34244—2017,定义 3.1.3]

3.1.4

对数下降值 **log reduction value**

在规定条件下,被过滤液体或气体过滤前的微生物数量与过滤后的微生物数量比的常用对数值。

[GB/T 34244—2017, 定义 3.1.5]

3.1.5

细菌挑战水平 bacterial challenge level

每平方厘米有效过滤面积的对数下降值。

[GB/T 34244—2017, 定义 3.1.6]

3.1.6

完整性检测 integrity test

用于确认滤芯能够满足特定除菌要求的非破坏性物理检测。

3.1.7

泡点压力 bubble point pressure

第一个气泡出现并引导连续出泡时的临界压力。

[GB/T 32361—2015, 定义 3.1]

3.1.8

扩散流 diffusion flow

由压力差引起的气体分子在液体介质中迁移形成的气体流。

注：扩散流单位为毫升每分(mL/min)。

3.1.9

水侵入 water intrusion

在一定压差下,单位时间水分子通过疏水性滤膜向下游渗透量。

注：水侵入单位为毫升每分(mL/min)。

3.1.10

水突破压力 water breakthrough pressure

水透过疏水性滤膜时的临界压力差。

3.1.11

空气通量 air flux

单位时间单位膜面积透过滤芯的标准状况空气体积。

3.1.12

滤芯阻力 filter element resistance

在额定空气通量和指定压力下,过滤芯前后的压差。



3.2 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

BCL:细菌挑战水平(bacterial challenge level)

BP:泡点压力(bubble point pressure)

DF:扩散流(diffusion flow)

LRV:对数下降值(log reduction value)

WI:水侵入(water intrusion)

4 分类

滤芯按适用气体相对湿度分为 A 类和 B 类两种,见表 1。

表 1 滤芯按适用气体相对湿度分类

类别	适用气体相对湿度 %
A	≥ 75
B	< 75

5 要求

5.1 外观

滤芯内外表面应无黑点、污渍,无脱落粉末,各硬件结构应无机械性损伤,焊接面应无脱开现象。

5.2 细菌截留能力

5.2.1 液体细菌截留能力

A类滤芯的细菌截留能力用细菌挑战水平(BCL)表示,用缺陷假单胞菌(*Brevundimonas diminuta*, ATCC 19146)对滤芯进行液体细菌挑战,细菌挑战水平(BCL)应不小于7,且透过滤芯液体应保持无菌。

5.2.2 气溶胶细菌截留能力

B类滤芯的细菌截留能力用细菌挑战水平(BCL)表示,用缺陷假单胞菌(*Brevundimonas diminuta*, ATCC 19146)对滤芯进行气溶胶细菌挑战,细菌挑战水平(BCL)应不小于4,且透过滤芯气体应保持无菌。

5.3 渗漏性

将滤芯浸没在 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 工业级乙醇溶液中,从滤芯内侧通压缩空气,目视观察滤芯外表面冒泡情况,A类滤芯在 80 kPa(表压)下应无连续冒泡,B类滤芯在 50 kPa(表压)下应无连续冒泡。

5.4 完整性

5.4.1 完整性检测方法的选择

滤芯完整性检测方法有泡点压力法、扩散流法、水侵入法三种,宜根据不同的有效过滤面积选择相应的方法进行完整性检测,结果应符合与细菌挑战水平关联的检测指标。

5.4.2 泡点压力法

泡点压力法适合有效过滤面积不大于 700 cm^2 的滤芯完整性检测,泡点压力检测结果应不小于与细菌挑战水平关联的泡点压力检测指标,泡点压力与细菌挑战水平的关联方法参见附录 A。

5.4.3 扩散流法

扩散流法适合有效过滤面积大于 700 cm^2 的滤芯完整性检测,扩散流检测结果应不大于与细菌挑战水平关联的扩散流检测指标,扩散流与细菌挑战水平的关联方法参见附录 B。

5.4.4 水侵入法

水侵入法适合有效过滤面积为 $1 \times 10^3\text{ cm}^2 \sim 3 \times 10^4\text{ cm}^2$ 的滤芯完整性检测,水侵入检测结果应不大于与细菌挑战水平关联的水侵入检测指标,水侵入与细菌挑战水平的关联方法参见附录 C。

5.5 阻力

滤芯在额定空气通量 $200 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 下的阻力应符合表 2 要求。

表 2 滤芯阻力

滤芯进口压力 kPa	滤芯出口压力 kPa	阻力 kPa
—	大气压	<20
100	—	<15
200	—	<10
注：“—”表示不作规定。		

5.6 耐受蒸汽灭菌次数

滤芯在经过不小于表 3 规定的蒸汽灭菌次数后,应通过完整性检测。

表 3 滤芯耐受蒸汽灭菌次数

灭菌方式	耐受蒸汽灭菌次数
$121 \text{ }^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min}$, 在线	60
$121 \text{ }^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min}$, 高压锅	80

5.7 热空气耐受性

滤芯经 $121 \text{ }^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min}$ 高压锅蒸汽灭菌后,与 $120 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 热空气接触 $24 \text{ h} \pm 1 \text{ h}$, 反复 10 次后,滤芯应通过完整性检测。

5.8 氧化剂耐受性

滤芯与含过氧化氢蒸汽的空气、水蒸气的混合气体接触,每千克混合气体中过氧化氢蒸汽含量应不小于 $1\,000 \text{ mg}$, 接触温度为 $50 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 总计接触时间应不小于 24 h , 接触结束后,滤芯应通过完整性检测。

6 试验方法

6.1 外观

在自然光或照度不低于 400 lx 的日光灯下目视检查,结果应符合 5.1 的规定。

6.2 细菌截留能力

6.2.1 液体细菌截留能力

A 类滤芯液体细菌截留能力测试按 YY/T 0918—2014 的规定执行,结果应符合 5.2.1 的规定。

6.2.2 气溶胶细菌截留能力

B 类滤芯用缺陷假单胞菌(*Brevundimonas diminuta*, ATCC 19146) 进行挑战,细菌挑战原液的制备按照 YY/T 0918—2014 中第 9 章的规定执行,试验系统、系统确认、挑战试验分别按照 YY/T 1551.1—2017

中第 2 章、第 5 章和第 6 章的规定执行,结果应符合 5.2.2 的规定。

6.2.3 数据处理

当透过流体有菌时,根据式(1)计算 LRV,根据式(2)计算 BCL;当透过流体无菌时,LRV 用式(3)表示,BCL 用式(4)表示:

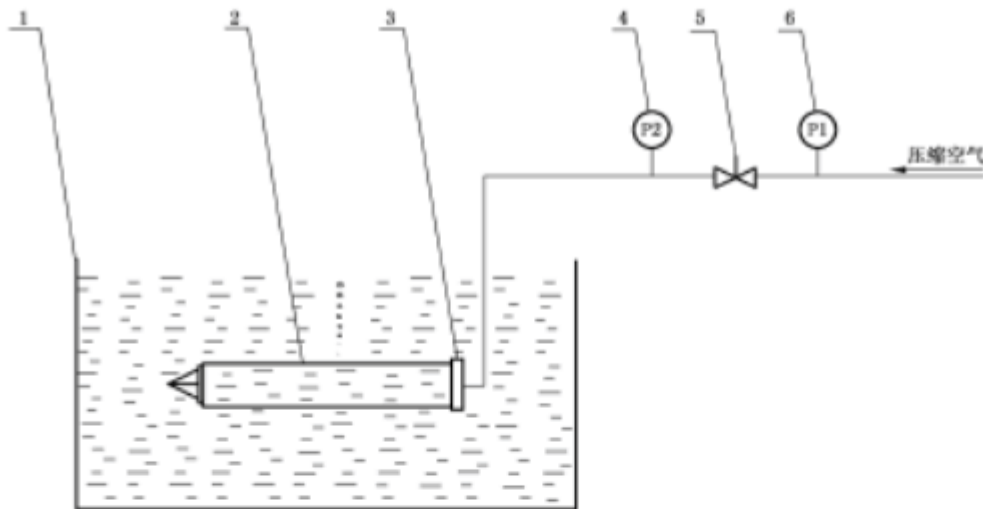
$$\begin{aligned} \text{LRV} &= \lg N_0 - \lg N && \cdots \cdots \cdots (1) \\ \text{BCL} &= \text{LRV} - \lg A && \cdots \cdots \cdots (2) \\ \text{LRV} &> \lg N_0 && \cdots \cdots \cdots (3) \\ \text{BCL} &> \lg N_0 - \lg A && \cdots \cdots \cdots (4) \end{aligned}$$

式中:
LRV —— 对数下降值;
BCL —— 细菌挑战水平;
 N_0 —— 测试流体过滤前的细菌数量,单位为菌落形成单位(CFU);
 N —— 测试流体过滤后的细菌数量,单位为菌落形成单位(CFU);
 A —— 有效过滤面积值,单位为平方厘米(cm^2)。

6.3 渗漏性

6.3.1 检测装置

渗漏性检测装置示意图见图 1,其中精密压力表或压力传感器(4)的测量准确度为 $\pm 1 \text{ kPa}$ 。



说明:
1——乙醇容器;
2——待测滤芯样品;
3——滤芯接口;
4——精密压力表或压力传感器;
5——节流阀;
6——压力表。

图 1 滤芯渗漏性检测装置示意图

6.3.2 检测步骤

滤芯渗漏性检测操作步骤如下:

- a) 将待测筒式滤芯样品(2)完全浸没在 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 工业级乙醇中不小于 10 min, 取出后立即接上滤芯接口(3), 并再次浸没在乙醇容器(1)中;
- b) 调节节流阀(5)从滤芯接口(3)处由内向外进气, 使精密压力表或压力传感器(4)显示为 5.3 规定的测试压力;
- c) 转动滤芯并进行观察, 其结果应符合 5.3 的规定。

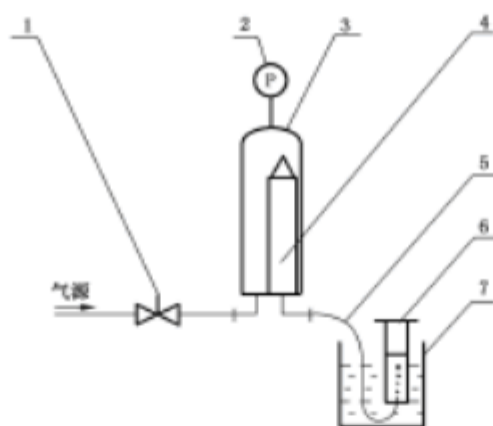
6.4 完整性

6.4.1 泡点压力和扩散流

6.4.1.1 仪器和试剂

所用仪器和试剂如下:

- 泡点压力和扩散流检测装置; 如图 2 所示, 装置中使用测量准确度为 $\pm 0.1\text{ kPa}$ 压力传感器或精度不小于 0.4 级压力表; 气体软管内径 6.4 mm, 长度 $800\text{ mm} \pm 10\text{ mm}$; 量筒测量准确度为 $\pm 1\text{ mL}$;
- 计时器; 测量准确度为 $\pm 0.1\text{ s}$;
- 润湿液, 推荐采用工业级乙醇、体积分数为 60 % 或 70 % 的异丙醇水溶液中的任意一种;
- 无油压缩空气或纯度大于 99.5 % 的氮气。



说明:

- 1——节流阀;
- 2——压力传感器或压力表;
- 3——过滤器外壳;
- 4——待测滤芯样品;
- 5——气体软管;
- 6——量筒;
- 7——容器。

图 2 泡点压力和扩散流检测装置示意图

6.4.1.2 检测方法

泡点压力和扩散流检测分别按照以下方法进行:

- a) 将待测滤芯样品(4)用润湿液完全润湿, 排出残余液体, 按图 2 所示连接测试装置。控制节流阀(1), 使压力传感器或压力表(2)按照 $2\text{ kPa/s} \sim 4\text{ kPa/s}$ 的速度缓慢升压, 当气体软管(5)出口处气泡出现突然大量增加时停止加压, 压力传感器或压力表(2)显示的压力即为泡点压力。

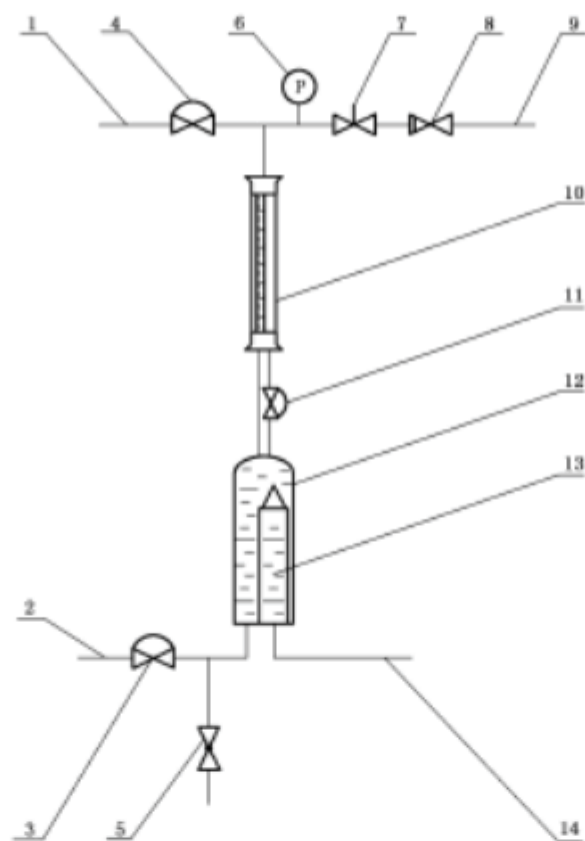
- b) 将待测滤芯样品(4)用润湿液完全润湿,排出残余液体,按图2所示连接测试装置。控制节流阀(1),使压力传感器或压力表(2)显示的压力按照 $2\text{ kPa/s} \sim 4\text{ kPa/s}$ 缓慢升高至扩散流检测压力(推荐为泡点压力的 $80\% \sim 90\%$),将量筒(6)灌满水倒置,待冒泡均匀后,将气体软管(5)完全伸入量筒口收集气体,扩散流值为单位时间内收集到的气体体积。

6.4.2 水侵入

6.4.2.1 仪器和试剂

所用仪器和试剂如下:

- 水侵入检测装置:如图3所示,装置中应使用测量准确度为 $\pm 0.1\text{ kPa}$ 压力传感器或精度不小于 0.4 级压力表;测量管中的移液管测量准确度为 $\pm 0.1\text{ mL}$;
- 计时器:测量准确度为 $\pm 0.1\text{ s}$;
- 无油压缩空气或纯度大于 99.5% 的氮气;
- 纯化水:应符合《中华人民共和国药典》(2015 年版)的规定。



说明:

- | | |
|-----------------|----------------|
| 1 ——通风/溢流口; | 8 ——止回阀; |
| 2 ——纯化水入口; | 9 ——压缩空气或氮气入口; |
| 3, 4, 11 ——隔膜阀; | 10 ——测量管; |
| 5 ——球阀; | 12 ——过滤器外壳; |
| 6 ——压力传感器或压力表; | 13 ——待测滤芯样品; |
| 7 ——节流阀; | 14 ——排空口。 |

图3 水侵入检测装置示意图

6.4.2.2 检测步骤

水侵入检测操作步骤如下:

- 按图 3 所示连接检测装置,将干燥的待测滤芯样品(13)装入过滤器外壳(12)中,所有阀门均关闭;
- 打开隔膜阀(3,4,11),从纯化水入口(2)向过滤器外壳(12)和测量管(10)灌水,直至有水从溢流口(1)流出,关闭隔膜阀(3,4,11);
- 打开节流阀(7),使压力传感器或压力表(6)按照 2 kPa/s~4 kPa/s 速度缓慢升高至水侵入测试压力(推荐为水突破压力的 80%),并保持压力稳定;
- 当测量管(10)中的移液管内液位稳定下降时,记录移液管的初始液位,并开始计时;
- 到达水侵入检测时间 Δt (推荐不小于 6 min)后,记录测量管(10)内移液管的结束液位;
- 测试结束后,打开隔膜阀(11)、球阀(5)排放掉所有测试用水。

6.4.2.3 结果计算

由移液管内水的体积变化 ΔV 和水侵入检测时间 Δt ,按式(5)计算水侵入:

$$WI = \frac{\Delta V}{\Delta t} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

WI —— 水侵入,单位为毫升每分(mL/min);

ΔV —— 移液管内水的体积变化,单位为毫升(mL);

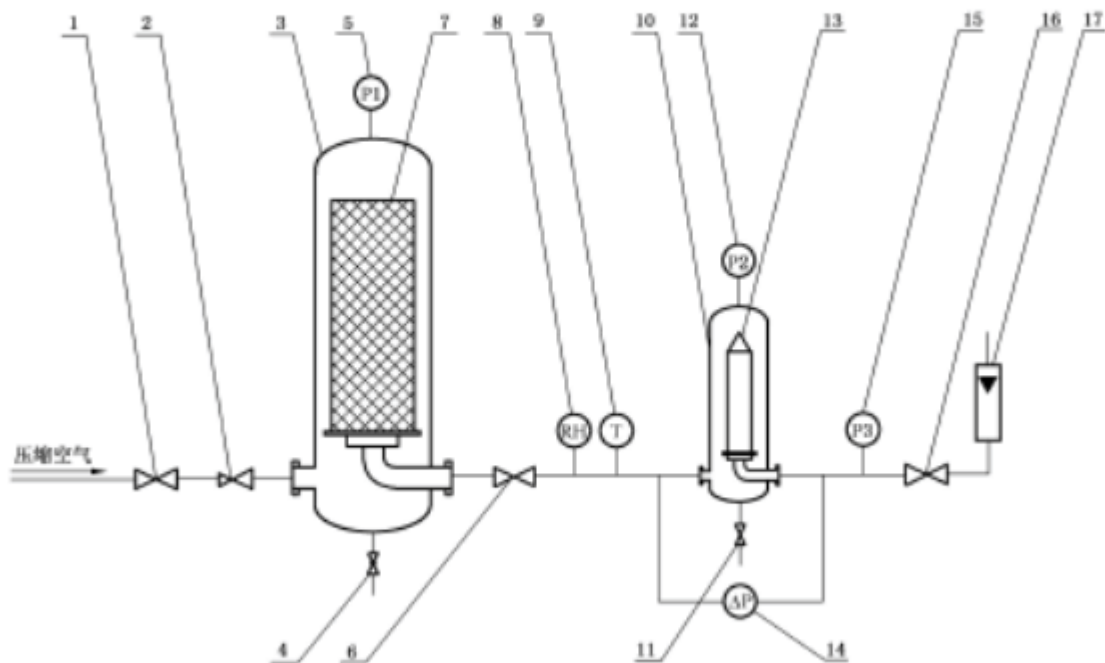
Δt —— 水侵入检测时间,单位为分(min)。

6.5 阻力

6.5.1 测试装置

滤芯阻力测试装置示意图见图 4,该装置主要包括:

- 压缩空气:压力应不小于 0.35 MPa,流量应不小于 300 m³/h,每标准状况立方米空气含油量应不大于 0.01 mg,温度为 23 ℃±5 ℃,相对湿度应不大于 75%;
- 截止阀;
- 减压阀;
- 保护过滤器外壳;
- 排污球阀;
- 压力表:量程为 0.6 MPa;
- 保护过滤器滤芯:滤材为超细玻璃纤维或聚四氟乙烯滤膜,按 GB/T 6165—2008 中 5.3 规定的计数法过滤效率应不小于 99.9 %;
- 湿度计;
- 温度计:测量准确度为±1 ℃;
- 待测过滤器外壳:用于安装待测滤芯样品;
- 压差计:测量准确度为±0.1 kPa;
- 空气流量计:量程应不小于测试空气流量的 1.2 倍,测量准确度为±5 m³/h。



- 说明：
- | | |
|-------------------|----------------|
| 1, 6, 16 —— 截止阀； | 8 —— 湿度计； |
| 2 —— 减压阀； | 9 —— 温度计； |
| 3 —— 保护过滤器外壳； | 10 —— 待测过滤器外壳； |
| 4, 11 —— 排污球阀； | 13 —— 待测滤芯样品； |
| 5, 12, 15 —— 压力表； | 14 —— 压差计； |
| 7 —— 保护过滤器滤芯； | 17 —— 空气流量计。 |

图 4 阻力测试装置示意图

6.5.2 测试方法

测试空气流量 F 按式(6)计算。测试时，先不在待测过滤器外壳(10)中安装滤芯样品，压差计(14)显示的读数即为 Δp_0 ，然后在待测过滤器外壳(10)中安装待测滤芯样品(13)，压差计(14)显示的读数即为 Δp_1 。不同进气状态的阻力测试操作方法如下：

- a) 测试出口压力为大气压的滤芯阻力时，全开截止阀(16)，调节截止阀(6)，使空气流量计(17)显示读数为测试空气流量 F ，读取压差计(14)的读数，记录 Δp_0 和 Δp_1 ；
- b) 测试进口压力为 100 kPa 的滤芯阻力时，调节截止阀(6)和(16)，使压力表(12)显示读数为 100 kPa，使空气流量计(17)显示读数为测试空气流量 F ，读取压差计(14)的读数，记录 Δp_0 和 Δp_1 ；
- c) 测试进口压力为 200 kPa 的滤芯阻力时，调节截止阀(6)和(16)，使压力表(12)显示读数为 200 kPa，使空气流量计(17)显示读数为测试空气流量 F ，读取压差计(14)的读数，记录 Δp_0 和 Δp_1 。

$$F = 200A \dots\dots\dots (6)$$

式中：

F —— 测试空气流量，单位为立方米每小时(m^3/h)；

200 —— 额定空气通量，单位为立方米每平方米小时[$\text{m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$]；

A —— 有效过滤面积，单位为平方米(m^2)。

6.5.3 结果计算

滤芯在额定空气流量 $200\text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 下的阻力,按式(7)计算,结果应符合 5.5 的规定。

$$\Delta p = \Delta p_1 - \Delta p_0 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- Δp ——待测滤芯样品在测试空气流量下的阻力,单位为千帕(kPa);
- Δp_1 ——待测过滤器外壳和待测滤芯样品在测试空气流量下的总阻力,单位为千帕(kPa);
- Δp_0 ——待测过滤器外壳在测试空气流量下的阻力,单位为千帕(kPa)。

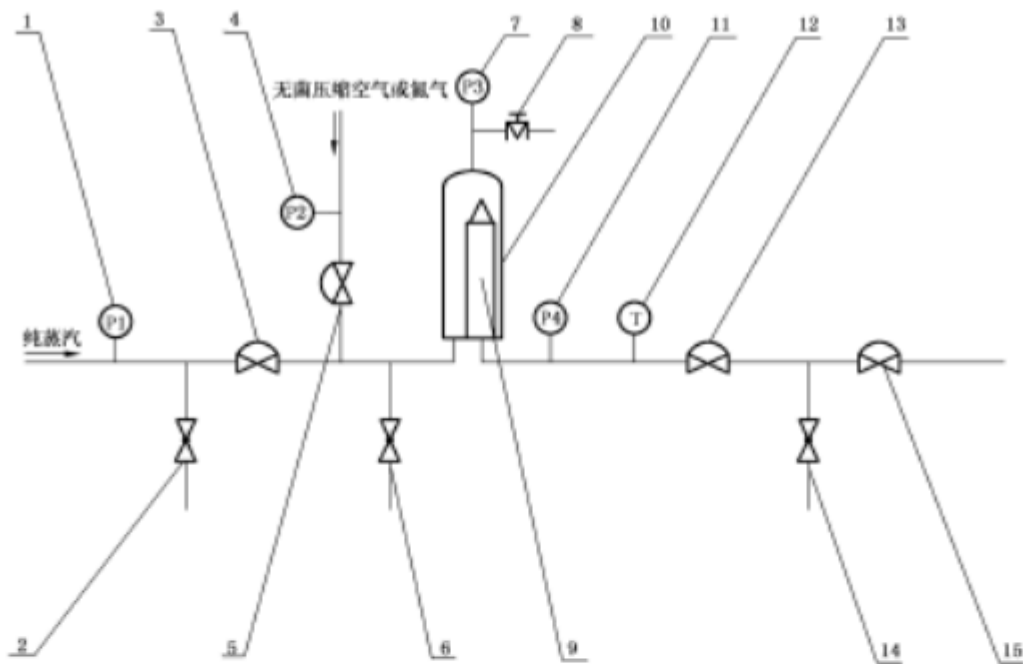
6.6 耐受蒸汽灭菌次数

6.6.1 在线蒸汽灭菌次数

6.6.1.1 仪器和试剂

所用仪器和试剂如下:

- 在线蒸汽灭菌装置;示意图见图 5,压力表量程为 0.6 MPa;温度计准确度为 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$;所有管路和外壳均需配置保温装置;
- 饱和纯蒸汽;压力为 0.3 MPa~0.5 MPa;
- 无菌无油压缩空气或纯度大于 99.5 %氮气;压力为 0.2 MPa~0.3 MPa。



- 说明:
- 1,4,7,11 ——压力表;
 - 2,6,14 ——排污阀;
 - 3,5,13,15 ——隔膜阀;
 - 8 ——排气阀;
 - 9 ——待测滤芯样品;
 - 10 ——过滤器外壳;
 - 12 ——温度计。

图 5 在线蒸汽灭菌装置示意图

6.6.1.2 检测步骤

滤芯在线蒸汽灭菌测试操作步骤如下：

- a) 检测滤芯样品的完整性,结果应符合 5.4 的规定；
- b) 将滤芯样品装入过滤器外壳(10)中,关闭所有阀门；
- c) 打开蒸汽排污阀(2),排放掉所有冷凝水,直至看到白色的蒸汽冒出,关闭排污阀(2)；
- d) 打开过滤器外壳(10)上游的排污阀(6)和排气阀(8),微开下游蒸汽出口隔膜阀(13)和排污阀(14),缓慢打开蒸汽进口隔膜阀(3),将蒸汽导入过滤器外壳(10),排尽外壳中的空气直至看到排气阀(8)出口有白色蒸汽冒出,排污阀(6)出口应有冷凝水析出；
- e) 调节蒸汽进口隔膜阀(3)、排气阀(8)、蒸汽出口隔膜阀(13)、排污阀(14),使压力表(7)显示为 70 kPa~80 kPa,直至滤芯下游排污阀(14)出现连续冒出的白色蒸汽；
- f) 开大蒸汽进口隔膜阀(3),使温度计(12)显示 $123\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,压力表(7)读数和压力表(11)的读数差应小于滤芯样品能耐受的最大在线蒸汽灭菌压差,开始计时；
- g) 维持温度 $123\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,30 min 后,缓慢关闭蒸汽进口隔膜阀(3),逐渐打开无菌压缩空气或氮气隔膜阀(5),维持过滤器外壳(10)内部压力为正压；
- h) 待滤芯样品冷却至室温后,放置 1 h；
- i) 重复执行步骤 b)~h) 操作,直至完成规定的蒸汽灭菌次数,再次检测滤芯样品的完整性,结果应符合 5.6 的规定。

6.6.2 高压锅蒸汽灭菌次数

6.6.2.1 仪器

高压灭菌锅:灭菌程序应经过验证,灭菌过程中应进行适当的抽真空。

6.6.2.2 检测步骤

对滤芯进行高压锅蒸汽灭菌测试时,滤芯应接口朝下竖直放置,操作步骤如下：

- a) 检测滤芯样品的完整性,结果应符合 5.4 的规定；
- b) 灭菌条件采用 $121\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ 的程序；
- c) 灭菌完毕,待滤芯样品冷却至室温后,放置 1 h；
- d) 重复执行步骤 b)~c) 操作,直至完成规定的蒸汽灭菌次数,再次检测滤芯样品的完整性,结果应符合 5.6 的规定。

6.7 热空气耐受性

6.7.1 仪器

热老化箱:应符合 GB/T 7141—2008 中 5.2.2 的规定。

6.7.2 测试步骤

测试操作步骤如下：

- a) 对滤芯样品按 $121\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ 在线蒸汽灭菌,待滤芯冷却至室温后,静置 1 h；
- b) 检测滤芯样品的完整性,结果应符合 5.4 的规定；
- c) 将滤芯样品放入热老化箱中,设置老化温度为 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,测试时间为 $24\text{ h}\pm 1\text{ h}$ ；
- d) 取出滤芯样品,再次检测滤芯样品的完整性；
- e) 重复步骤 a)~d) 共 10 次,结果应符合 5.7 的规定。测试示例参见附录 D。

6.8 氧化剂耐受性

6.8.1 仪器

过氧化氢灭菌器。

6.8.2 测试步骤

测试操作步骤如下：

- 检测滤芯样品的完整性,结果应符合 5.4 的规定；
- 将滤芯样品放入过氧化氢灭菌器中,开启过氧化氢蒸汽发生器,每千克过氧化氢蒸汽、空气、水蒸气的混合气体中过氧化氢蒸汽含量应不小于 1 000 mg,接触温度为 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,总计接触时间应不小于 24 h；
- 滤芯样品与过氧化氢蒸汽接触完成后,再次检测滤芯样品的完整性,结果应符合 5.8 的规定。

7 检验规则

7.1 组批规则

由相同材料、工艺、设备在一定生产周期内连续生产的一组滤芯为一批,最长生产周期不应超过 10 d。

7.2 检验分类

滤芯的检验分为出厂检验和型式检验。

7.3 出厂检验

7.3.1 检验项目和抽样方案

滤芯的出厂检验项目和抽样方案按照表 4 的规定执行。

表 4 滤芯的出厂检验项目和抽样方案

序号	检验项目	检验要求条款号	检验方法条款号	抽样方案
1	外观	5.1	6.1	每支检验
2	渗漏性	5.3	6.3	每支检验
3	完整性	5.4	6.4	每支检验
4	阻力	5.5	6.5	每批抽检 3 支

7.3.2 判定规则

滤芯的外观、渗漏性、完整性项目中有一项不合格,即判定该支滤芯为不合格品。滤芯的外观、渗漏性、完整性项目均合格,阻力不合格时,则应在原批中重新加 1 倍取样进行复检。复检合格时,判定该批滤芯为合格产品;复检仍不合格时,则应对每支滤芯进行阻力测试,测试合格的,判定该支滤芯为合格品。

7.4 型式检验

7.4.1 检验条件

有下列情形之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品投产或老产品转厂生产时;
- b) 正式投产后,滤芯结构、材料、工艺有较大改变可能影响产品性能时;
- c) 正常生产时,连续生产三年或停产一年以上,恢复生产时;
- d) 产品发生严重质量事故时;
- e) 国家质量监督机构提出型式检验时。

7.4.2 检验项目和抽样方案

滤芯的型式检验项目和抽样方案按照表 5 的规定执行。

表 5 滤芯的型式检验项目和抽样方案

序号	检验项目	检验要求章条号	检验方法章条号	抽样方案
1	外观	5.1	6.1	连续 3 批,每批全检
2	细菌截留能力	5.2	6.2	连续 3 批,每批 1 支
3	渗漏性	5.3	6.3	连续 3 批,每批全检
4	完整性	5.4	6.4	连续 3 批,每批全检
5	阻力	5.5	6.5	连续 3 批,每批 3 支
6	耐受蒸汽灭菌次数	5.6	6.6	连续 3 批,每批 1 支
7	热空气耐受性	5.7	6.7	连续 3 批,每批 1 支
8	氧化剂耐受性	5.8	6.8	连续 3 批,每批 1 支

7.4.3 判定规则

外观、渗漏性、完整性不合格的,此滤芯判定为不合格。其他检验项目在外观、渗漏性、完整性合格的滤芯中抽检,其他检验项目中任意一个样品有一项不合格,此型式检验不合格。

8 标识、包装、运输和储存

8.1 标识

8.1.1 标识要求

标识应符合以下要求:

- a) 标识应包括滤芯标识、外包装标识和质量保证书;
- b) 滤芯标识应打印在滤芯的外表面,标识打印时不应影响滤芯质量;
- c) 外包装标识应张贴在外包装的醒目位置;
- d) 质量保证书应与滤芯共同包装。

8.1.2 滤芯标识内容

滤芯标识宜包含以下内容:

- a) 货号;
- b) 批号;
- c) 追溯号。

8.1.3 滤芯外包装标识内容

滤芯外包装标识宜包含以下内容:

- a) 货号;
- b) 批号;
- c) 滤芯外包装显著位置应有怕湿、怕热、小心轻放等标志,并符合 GB/T 191 的规定。

8.1.4 质量保证书内容

滤芯质量保证书宜包含以下内容:

- a) 货号;
- b) 批号;
- c) 执行标准、检测项目和检测结果;
- d) 产地和出厂日期;
- e) 制造商认为需要声明的其他信息。

8.2 包装

8.2.1 滤芯内包装应采用塑料包装袋,包装材料应洁净卫生,无污染。

8.2.2 滤芯外包装应采用瓦楞纸盒包装,包装应能够固定滤芯,两端应有缓冲物。

8.3 运输和储存

8.3.1 运输过程应注意防雨、防晒、防冻、防重压,装卸时防止跌落、抛掷和剧烈碰撞。

8.3.2 滤芯应避免雨淋和阳光直射,避免与任何化学试剂接触。



附录 A (资料性附录)

泡点压力与细菌挑战水平的关联

A.1 采用有效过滤面积不大于 700 cm² 的滤芯,选取从高到低不同泡点压力值的滤芯至少 20 支。

A.2 进行细菌截留能力测试,直至出现截留测试失败的滤芯。经统计分析,得到细菌截留测试合格的临界泡点压力 BP₀。

A.3 为保证细菌截留的可靠性,滤芯的泡点压力检测指标 BP_{min} 应大于 BP₀,且取一定的安全系数。

示例 1:

选取 20 支不同泡点压力值的 A 类滤芯,有效过滤面积为 500 cm²,泡点压力与液体细菌截留能力测试结果参见表 A.1,泡点压力与液体细菌挑战水平的关联参见图 A.1。泡点压力为 91 kPa 时,细菌挑战水平(BCL)小于 7,且透过液体有菌。液体细菌截留测试合格的临界泡点压力 BP₀ 为 98 kPa,为保证过滤除菌的可靠性,安全系数取 1.1 倍,A 类滤芯的泡点压力检测指标 BP_{min} 为 108 kPa,即:BP_{min} = 98 kPa × 1.1 = 108 kPa。

表 A.1 泡点压力与液体细菌截留能力测试结果

序号	BP ^a kPa	N ₀ 10 ⁹	N	LRV	lgA	BCL
1	193	8.76	0	>9.94	2.70	>7.24
2	185	9.20	0	>9.96	2.70	>7.26
3	174	8.65	0	>9.93	2.70	>7.23
4	162	8.27	0	>9.91	2.70	>7.21
5	158	8.80	0	>9.94	2.70	>7.24
6	142	8.97	0	>9.95	2.70	>7.25
7	136	8.43	0	>9.92	2.70	>7.22
8	130	6.56	0	>9.81	2.70	>7.11
9	124	8.85	0	>9.94	2.70	>7.24
10	115	8.77	0	>9.94	2.70	>7.24
11	113	9.20	0	>9.96	2.70	>7.26
12	109	6.90	0	>9.83	2.70	>7.13
13	106	7.82	0	>9.89	2.70	>7.19
14	103	8.86	0	>9.94	2.70	>7.24
15	98	7.90	0	>9.89	2.70	>7.19
16	91	7.67	56	8.13	2.70	5.43
17	85	7.80	87	7.95	2.70	5.25
18	78	6.56	48	8.13	2.70	5.43
19	72	7.15	159	7.65	2.70	4.95
20	66	6.55	213	7.48	2.70	4.78

^a 测试润湿液为 23℃±2℃工业级乙醇。

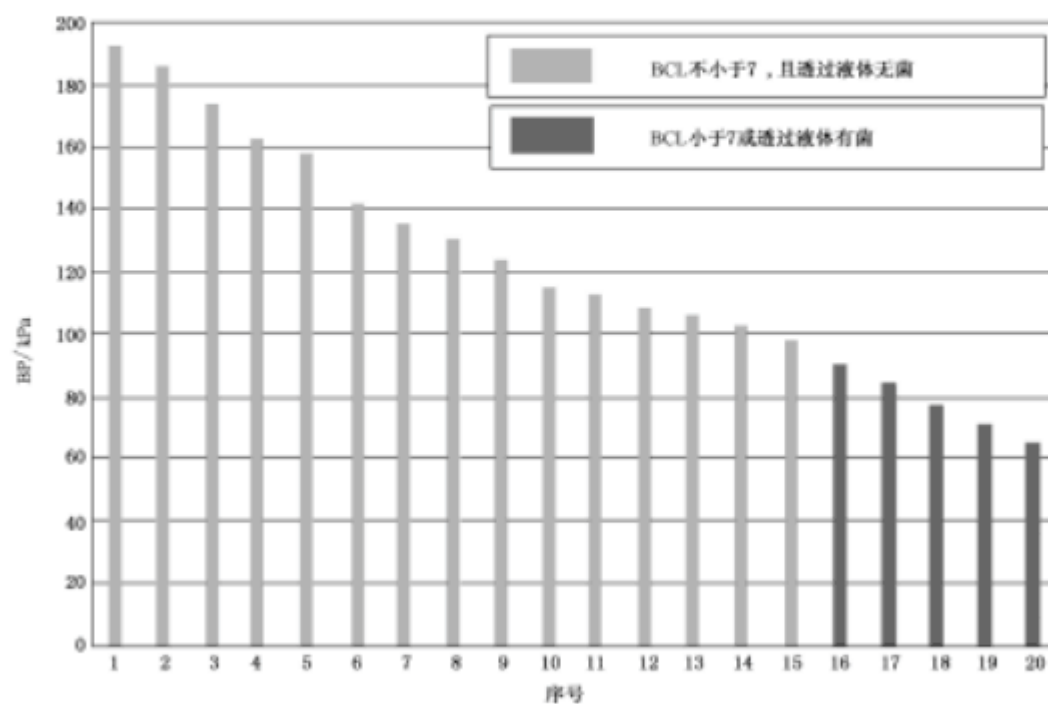


图 A.1 泡点压力与液体细菌挑战水平关联图

附录 B
(资料性附录)

扩散流与细菌挑战水平的关联

- B.1 采用有效过滤面积大于 700 cm² 的滤芯,选取从低到高不同扩散流的滤芯至少 20 支。
- B.2 进行细菌截留能力测试,直至出现细菌截留测试失败的滤芯,经统计分析,得到细菌截留测试合格的临界扩散流 DF₀。
- B.3 为保证细菌截留的可靠性,滤芯的扩散流检测指标 DF_{max}应小于 DF₀,且取一定的安全系数。

示例:

选取 20 支不同扩散流值的 A 类滤芯,有效过滤面积为 6 500 cm²,扩散流与液体细菌截留能力测试结果参见表 B.1,扩散流与液体细菌挑战水平的关联参见图 B.1。扩散流为 7.5 mL/min 时,细菌挑战水平(BCL)小于 7,且透过液体有菌。液体细菌截留测试合格的临界扩散流 DF₀为 7.3 mL/min,为保证细菌截留的可靠性,安全系数取 0.8,A 类滤芯的扩散流检测指标 DF_{max}为 5.8 mL/min,即:DF_{max}=7.3 mL/min×0.8=5.8 mL/min。

表 B.1 扩散流与液体细菌截留能力测试结果

序号	DF ^a mL/min	N ₀ 10 ¹¹	N	LRV	lgA	BCL
1	3.1	1.25	0	>11.09	3.81	>7.28
2	3.2	1.34	0	>11.12	3.81	>7.31
3	4.4	1.11	0	>11.04	3.81	>7.23
4	4.6	1.36	0	>11.13	3.81	>7.32
5	4.9	1.17	0	>11.06	3.81	>7.25
6	5.1	1.54	0	>11.18	3.81	>7.37
7	5.4	2.13	0	>11.32	3.81	>7.51
8	5.5	1.65	0	>11.21	3.81	>7.40
9	5.7	1.33	0	>11.12	3.81	>7.31
10	5.9	2.15	0	>11.33	3.81	>7.52
11	6.1	1.30	0	>11.11	3.81	>7.30
12	6.3	1.21	0	>11.08	3.81	>7.27
13	6.5	1.19	0	>11.07	3.81	>7.26
14	6.8	1.65	0	>11.21	3.81	>7.40
15	7.1	1.78	0	>11.25	3.81	>7.44
16	7.3	1.88	0	>11.27	3.81	>7.46
17	7.5	0.97	65	9.17	3.81	5.36
18	8.7	1.31	48	9.43	3.81	5.62
19	9.6	1.16	230	8.61	3.81	4.80
20	10.7	0.87	157	8.74	3.81	4.93

^a 测试气体为压缩空气,润湿液为体积分数为 25%叔丁醇水溶液,测试温度为 23℃±2℃,测试压力为 100 kPa。

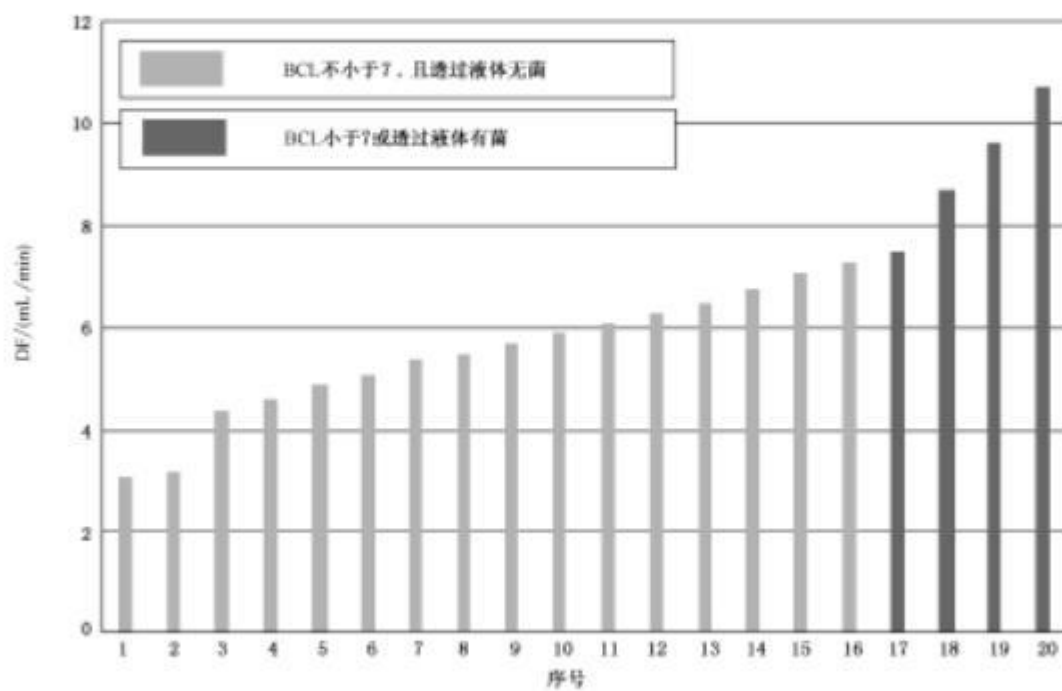


图 B.1 扩散流与液体细菌挑战水平关联图

附录 C

(资料性附录)

水侵入与细菌挑战水平的关联

C.1 采用有效过滤面积为 $1 \times 10^3 \text{ cm}^2 \sim 3 \times 10^4 \text{ cm}^2$ 的滤芯,选取从低到高不同水侵入的滤芯至少 20 支。

C.2 进行细菌截留能力测试,直至出现细菌截留测试失败的滤芯,经统计分析,得到细菌截留测试合格的临界水侵入 WI_0 。

C.3 为保证细菌截留的可靠性,滤芯水侵入检测指标 $WI_{\max}$ 应小于 WI_0 ,且取一定的安全系数。

示例:

选取 20 支不同水侵入的 A 类滤芯,有效过滤面积为 $7.5 \times 10^3 \text{ cm}^2$,水侵入与细菌截留能力测试结果参见表 C.1,水侵入与细菌挑战水平的关联参见图 C.1。水侵入为 1.12 mL/min 时,细菌挑战水平(BCL)小于 7,且透过液体有菌。液体细菌截留测试合格的临界水侵入 WI_0 为 0.94 mL/min,为保证细菌截留的可靠性,安全系数取 0.8, A 类滤芯的水侵入检测指标 $WI_{\max}$ 为 0.76 mL/min,即: $WI_{\max} = 0.94 \text{ mL/min} \times 0.8 = 0.76 \text{ mL/min}$ 。

表 C.1 水侵入与液体细菌截留能力测试结果

序号	WI^a mL/min	N_0 10^{11}	N	LRV	lgA	BCL
1	0.25	1.93	0	>11.28	3.88	>7.40
2	0.27	1.56	0	>11.19	3.88	>7.31
3	0.27	1.75	0	>11.24	3.88	>7.36
4	0.29	2.43	0	>11.38	3.88	>7.50
5	0.29	2.15	0	>11.33	3.88	>7.45
6	0.31	1.48	0	>11.17	3.88	>7.29
7	0.33	2.39	0	>11.37	3.88	>7.49
8	0.35	1.24	0	>11.09	3.88	>7.21
9	0.39	1.63	0	>11.21	3.88	>7.33
10	0.48	1.87	0	>11.27	3.88	>7.39
11	0.56	1.57	0	>11.19	3.88	>7.31
12	0.63	1.86	0	>11.26	3.88	>7.38
13	0.72	1.10	0	>11.04	3.88	>7.16
14	0.84	1.33	0	>11.12	3.88	>7.24
15	0.91	1.45	0	>11.16	3.88	>7.28
16	0.94	0.98	0	>10.99	3.88	>7.11
17	1.12	1.39	38	9.56	3.88	5.68
18	1.26	1.20	74	9.20	3.88	5.32
19	1.37	1.25	210	8.77	3.88	4.89
20	1.52	0.97	380	8.40	3.88	4.52

^a 测试温度为 $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$,测试压力为 260 kPa。

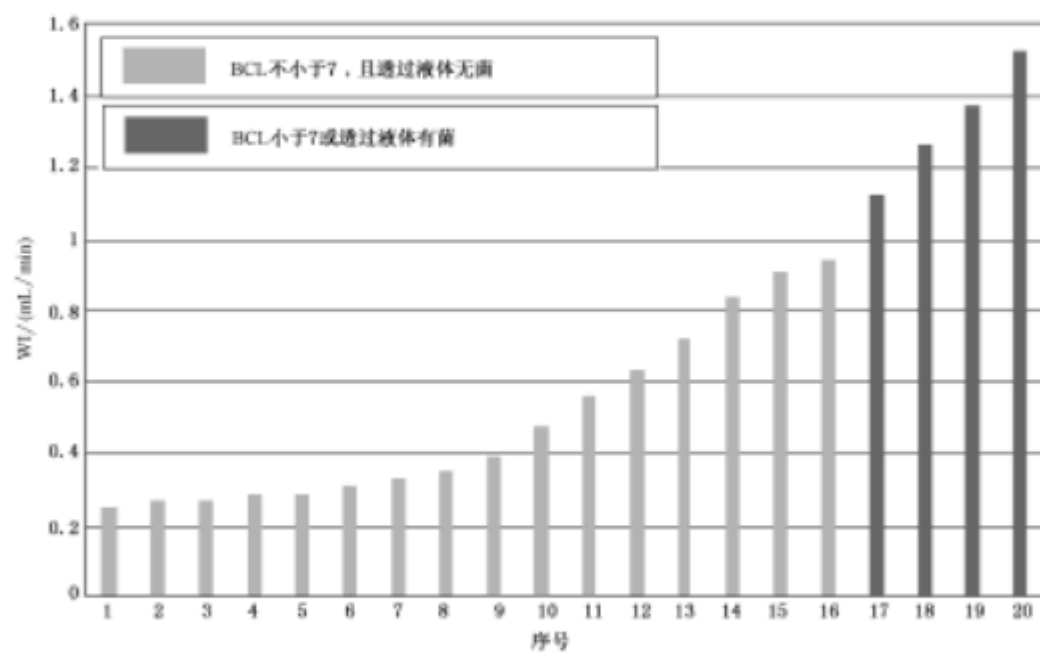


图 C.1 水侵入与液体细菌挑战水平关联图

附 录 D
(资料性附录)
热空气耐受性测试示例

D.1 对滤芯进行热空气耐受性测试,测试结果见表 D.1。
D.2 测试结果表明滤芯经 10 次在线蒸汽灭菌,10 次 120 ℃±2 ℃热空气老化测试后,水侵入检测合格。

表 D.1 滤芯热空气耐受性测试结果

灭菌次数 ^a	灭菌后水侵入 ^b mL/min	热空气接触时间 h	接触后水侵入 ^c mL/min
1	0.42	25	0.41
2	0.42	24	0.43
3	0.44	24	0.43
4	0.43	23	0.43
5	0.45	24	0.42
6	0.47	25	0.44
7	0.46	24	0.45
8	0.51	24	0.50
9	0.55	24	0.53
10	0.54	24	0.52
^a 灭菌方式为 121 ℃×30 min 在线蒸汽灭菌。 ^b 在进行水侵入检测前先将滤芯在不高于 60 ℃温度下干燥至恒重,以消除水侵入检测误差。 ^c 水侵入检测指标为:在检测压力为 260 kPa 时,水侵入应不大于 0.75 mL/min。			



参 考 文 献

- [1] GB/T 4774—2013 过滤与分离 名词术语
 - [2] GB/T 20103—2006 膜分离技术 术语
 - [3] GB/T 20502—2006 膜组件及装置型号命名
 - [4] GB/T 30176—2013 液体过滤用过滤器 性能测试方法
 - [5] GB/T 32361—2015 分离膜孔径测试方法 泡点和平均流量法
 - [6] Supplement to the PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology Vol 62, No. S-5 2008, Technical Report No.26 Revised 2008 Sterilizing Filtration of Liquids.
 - [7] Supplement to the PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology Vol 58, No. S-1 2005, Technical Report No.40 Sterilizing Filtration of Gases.
-