

团 体 标 准

T/CCASC XXXX-2022

医用级聚氯乙烯专用树脂

Medical grade of polyvinyl chloride special resin

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国氯碱工业协会 发布

目 次

前 言	2
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	2
5 试验方法	3
6 检验规则	4
7 标志、包装、运输和贮存	6
附 录 A （规范性） 1，2-二氯乙烷的测定	7
附 录 B （规范性） 重金属(Pb、Zn、Cu、Cr)的测定	9

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。

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专利的责任。

本文件由中国氯碱工业协会归口。

本文件主要起草单位：上海氯碱化工股份有限公司、青岛海湾化学股份有限公司、苏州华苏塑料有限公司、万华化学集团股份有限公司、台塑工业(宁波)有限公司。

本文件主要起草人：

本文件是首次发布。

医用级聚氯乙烯专用树脂

1 范围

本文件规定了医用级聚氯乙烯专用树脂的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、储存。

本文件适用于悬浮法生产的平均聚合度1000的聚氯乙烯树脂。

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 2913 塑料白度试验方法

GB/T 2914 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 挥发物(包括水)的测定

GB/T 3400 塑料 通用型氯乙烯均聚和共聚树脂 室温下增塑剂吸收量的测定

GB/T 3401 用毛细管黏度计测定聚氯乙烯树脂稀溶液的黏度

GB/T 4611 通用型聚氯乙烯树脂“鱼眼”的测定方法

GB/T 5761 悬浮法通用型聚氯乙烯树脂

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9348 塑料 聚氯乙烯树脂 杂质与外来粒子数的测定

GB/T 14233.1-2008 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/T 15595 聚氯乙烯树脂 热稳定性试验方法 白度法

GB/T 20022 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂表观密度的测定

GB/T 21843 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 用机械筛测定粒径

GB/T 29874 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 气相色谱法对干粉中残留氯乙烯单体的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 医用级聚氯乙烯专用树脂 Medical grade of polyvinyl chloride special resin

医用级聚氯乙烯专用树脂是指按照下游医用制品具体准入要求，在生产原材料中不添加相关法规及指令禁止的物质，可以在输液袋、输血袋、医用导管等医疗领域使用的聚氯乙烯树脂。

3.2 平均聚合度 1000 Average degree of polymerization 1000

在本文件中，平均聚合度 1000 是指按照 GB/T 5761 附录 A 方法测试，平均聚合度在 981~1135 范围内的聚氯乙烯树脂，等同于按 GB/T 3401 方法测试聚氯乙烯树脂粘数为 107~118mL/g 或 K 值为 66~68。

4 技术要求

4.1 外观

白色粉末。

4.2 原材料要求

生产平均聚合度 1000 医用级聚氯乙烯专用树脂的原材料应符合下游医用制品具体准入要求，不得添加相关法规及指令禁止的物质。

4.3 物化性能

平均聚合度 1000 医用级聚氯乙烯专用树脂性能应符合表 1 的规定。

表 1 平均聚合度 1000 医用级聚氯乙烯专用树脂性能

项目		指标	
		优等品	一等品
平均聚合度 或粘数/(mL/g) 或 K 值		981~1135 107~118 66~68	
表观密度(g/mL)		0.47-0.57	0.47-0.57
挥发物/%		≤0.30	≤0.30
筛余物/%	0.25mm 筛孔	≤1.0	≤1.0
	0.063mm 筛孔	≥97	≥97
“鱼眼”数/(个/400cm ²)		≤6	≤12
杂质粒子数/个		≤10	≤10
残留氯乙烯/(μg/g)		≤0.5	≤1.0
100g 树脂增塑剂吸收量/g		≥25	≥21
白度(160℃,10min)/%		≥80	≥80
1, 2-二氯乙烷/(μg/g)		≤1.0	≤1.0
水溶出物	还原物质(0.002mol/L KMnO ₄ 消耗量)/mL	≤1.3	
	紫 外 吸 光 度 (在 230nm~360nm 波 长 范围内全部测定)	≤0.2	
	重 金 属 总 量 (以 Pb 计)/(mg/L)	≤1.0	
	锌/(μg/mL)	血袋类≤1.0, 非血袋类≤0.4	

	酸碱度(与空白对照液 pH 之差)	≤1.0
	蒸发残渣/mg	≤2.0

5 试验方法

5.1 外观

自然光下目视观察或依据供需双方协议按GB/T 2913规定进行。

5.2 平均聚合度、粘数和 K 值的测定

5.2.1 测定方法说明

平均聚合度、粘数和K值的测定可任选其一。其中，GB/T 3401为仲裁法。

5.2.2 平均聚合度的测定

平均聚合度测定按GB/T 5761附录A规定进行。

5.2.3 粘数的测定

按GB/T 3401规定进行。

5.2.4 K 值的测定

按GB/T 3401规定进行。

5.3 表观密度的测定

按GB/T 20022规定进行。

5.4 挥发物的测定

按GB/T 2914规定进行。

5.5 筛余物的测定

按GB/T 21843规定进行。

5.6 “鱼眼”数的测定

按GB/T 4611规定进行。

5.7 杂质粒子数的测定

按GB/T 9348规定进行。

5.8 残留氯乙烯的测定

按GB/T 29874规定进行。

5.9 100g 树脂的增塑剂吸收量的测定

按GB/T 3400规定进行。

5.10 白度(160℃, 10min)的测定

按GB/T 15595规定进行。其中, 样品的受热温度为(160±1)℃, 时间为10min。

5.11 1, 2-二氯乙烷的测定

按附录A规定进行。

5.12 水溶出物化学性能的测定

5.12.1 检验液的制备方法

取样品, 按0.1g样品加1mL的比例加水, 在70℃±1℃条件下浸提24h, 将样品与液体分离, 冷至室温, 作为检验液。取同体积水置于玻璃容器中, 同法制备空白对照液。

5.12.2 还原物质(0.002mol/L KMnO₄消耗量)的测定

按GB/T 14233.1-2008中5.2.2规定进行。

5.12.3 紫外吸光度的测定

按GB/T 14233.1-2008中5.7规定进行。

5.12.4 重金属总量(以Pb计)的测定

按GB/T 14233.1-2008中5.6的规定进行或按附录B规定进行。

5.12.5 锌的测定

按GB/T 14233.1-2008中5.9.2.1的规定进行或按附录B规定进行。

5.12.6 酸碱度(与空白对照液pH之差)的测定

按GB/T 14233.1-2008中5.4.1的规定进行。

5.12.7 蒸发残渣的测定

按GB/T 14233.1-2008中5.5的规定进行, 检验液与空白对照液残渣质量之差, 以毫克表示。

6 检验规则

6.1 组批

平均聚合度1000医用级聚氯乙烯专用树脂检验以批为单位, 以单釜所得产品或同聚合条件的数釜产品经混合均匀后为一批, 建议每批数量不超过100t, 或最大300t。

6.2 采样

从批量总袋数中按下述规定的采样单元进行随机采样: 当总袋数≤500时, 按表2确定; 当总袋数>500时, 以公式 $n = 3 \times \sqrt[3]{N}$ (N为总袋数) 确定, 如遇小数, 进为整数。

表2 选取采样袋数的规定

总袋数	采样袋数	总袋数	采样袋数
1-10	全部	182-216	18
11-49	11	217-254	19

50-64	12	255-296	20
65-81	13	297-343	21
82-101	14	344-394	22
102-123	15	395-450	23
124-151	16	451-512	24
152-181	17	-	-

采样时，在包装线按采样单元数确定的间隔人工或使用连续自动采样器采取均匀样品。

采样量不少于2kg，混合均匀后装于洁净干燥的容器中封严，并标明产品型号、产品批号和采样日期。

6.3 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验两类。

6.3.1 出厂检验

出厂检验按下列项目进行逐批检验。

外观、平均聚合度(或粘数、K值)、表观密度、挥发物、筛余物、“鱼眼”数、杂质粒子数、残留氯乙烯、100g树脂的增塑剂吸收量、白度、1, 2-二氯乙烷等十一项。

6.3.2 型式检验

型式检验为技术要求中规定的全部项目。正常生产情况下，每个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- 正常生产时，如配方、原料、工艺改变，可能影响产品性能时；
- 产品长期停产后，恢复生产时；
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

当型式检验不达标时应每批都进行检验，直至连续5批检验结果都符合标准规定后，方可正常型式检验。

6.4 判定与复验规则

6.4.1 判定规则

产品质量指标按GB/T 8170中规定的“修约值比较法”进行判定。

产品应由生产企业的质量检验部门按本标准规定进行检验，依据检验结果与标准要求对产品质量判定，并提供质量证明。

6.4.2 复验规则

若检验结果有任何一项不符合本标准要求时，应自同批产品中以双倍采样单元数对该不合格项目进行复验，若复验结果符合本标准要求时，则判该批产品为合格，反之，则判该批产品不合格。

6.5 仲裁检验

当供需双方对产品质量发生异议时，由供需双方协商解决或由供需双方商定的第三方有资质的质量检验机构进行仲裁检验。

因贮运管理不当影响产品质量，则应由贮运单位负责。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装袋上应标明商标、产品名称、产品标准号、净含量和生产厂名称及地址，并标识产品型号。

7.2 包装

- a) 本产品用牛皮纸与聚丙烯编织物复合袋或FFS膜包装，每袋净含量 (25 ± 0.2) kg。应保证产品在正常贮运中包装不破损，产品不被污染，不泄露。
- b) 本产品用聚丙烯编织袋包装，每袋净含量 (500.0 ± 2) kg或 (1000 ± 2) kg。应保证产品在正常贮运中包装不破损，产品不被污染，不泄露。
- c) 可根据供需双方协商确定包装形式及净含量。应保证产品在正常贮运中包装不破损，产品不被污染，不泄露。

7.3 运输

运输时应用洁净的运输工具，并防止雨淋。

本产品为非危险品，可按一般货物运输。

7.4 贮存

产品应存放在干燥通风的仓库内，以批为单位分开存放，避光通风，防止日晒受潮。

附 录 A
(规范性)
1, 2-二氯乙烷的测定

A.1 原理

本法以气固平衡为基础,在密封容器内,在一定的温度下,试样残留的1,2-二氯乙烷迅速向空间扩散达到平衡后,定量抽取顶空气注入色谱仪分析,以保留时间定性,峰面积定量。

A.2 试剂

A.2.1 1,2-二氯乙烷,色谱纯。

A.3 仪器

A.3.1 带氢火焰离子检测器的气相色谱仪。

A.3.2 恒温干燥箱或其他恒温箱: $120^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.3 气密注射器: 1mL, 2mL, 5mL, 100mL。

A.3.4 微量注射器: 10 μL 。

A.3.5 密封平衡瓶: 容积 $(22\pm 0.5)\text{ml}$ 或 $(10\pm 0.2)\text{ml}$,具衬PTFE的硅橡胶或丁基胶垫,垫中不应产生能够干扰1,2-二氯乙烷测定的峰。

A.3.6 配气瓶: 500mL具配套硅橡胶垫片和金属螺帽。

A.4 色谱条件

A.4.1 色谱柱: 建议使用 Poraplot Q柱。

A.5 测定条件

初始柱温: 50°C , 汽化温度: 100°C , 检测温度: 200°C , 氮气: 25mL/min, 氢气: 30mL/min, 空气: 300mL/min。

A.6 操作步骤

A.6.1 1,2-二氯乙烷标准曲线的制定

A.6.1.1 1,2-二氯乙烷标准曲线的制定

抽取1,2-二氯乙烷标准液10 μL ,注入已抽真空的配气瓶中,开关配气瓶阀门平衡内外压力,振摇配气瓶,静置10min后使用,取上述标准气5mL注入装有95mL洁净空气的100mL注射器中,混匀。

取稀释后的标准气1mL、2mL、3mL、4mL、5mL分别注入装有2g-4g(精确到0.001g)空白树脂的五只平衡瓶中,将平衡瓶放入 $120^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温干燥箱或恒温箱中平衡15min,抽取1mL顶空气进样,以组分含量为横坐标,组分峰面积为纵坐标,绘制标准曲线(可根据需要绘制不同含量范围的标准曲线)。

标准气浓度计算:

$$C = \frac{V_1 \times d \times 4.000}{V} \times \frac{5}{100} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

C ——标准气浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V_1 ——注入配气瓶的组分体积， μL ；

V ——配气瓶体积， mL ；

d ——组分密度，（1，2-二氯乙烷 $1.257\text{mg}/1\mu\text{L}$ ）；

$\frac{5}{100}$ ——配气瓶体积， mL 。

A.6.2 样品测定

称取样品 2g – 4g （精确到 0.001g ）放入平衡瓶中，用塞密封后置于 120°C 恒温干燥箱或恒温箱中平衡 15min 后顶空气进样，测定组分的峰高（峰面积）于标准曲线上查得含量。

A.6.3 计算

$$X = \frac{S_1 \times C}{S_2 \times m} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

X ——样品中残留组分含量， $\mu\text{g/g}$ ；

S_1 ——标准组峰面积， cm^2 ；

S_2 ——样品组峰面积， cm^2 ；

C ——标准组分质量， μg ；

附 录 B
(规范性)
重金属(Pb、Zn、Cu、Cr)的测定

B.1 原理

原子(离子)受电能或热能的作用,外层电子得到一定能量,由较低能级被激发到较高能级的激发状态,处于激发态的电子(离子)不稳定,当它跃迁回原来的能级时就发射出一定波长的光,在光谱中形成一条或几条光谱线,而光谱线的强度与样品中待测原子(离子)的浓度成比例关系,根据这一关系,测得元素的含量。

B.2 仪器和设备**B.2.1 ICP电感耦合等离子体发射光谱仪****B.2.2 高纯水制备装置****B.2.3 微量数字吸液器****B.2.4 100ml容量瓶****B.3 试剂和溶液****B.3.1 超纯水:超纯水装置制备****B.3.2 Pb的标准储备溶液: 1000 $\mu\text{g/ml}$** **B.3.3 Zn的标准储备溶液: 1000 $\mu\text{g/ml}$** **B.3.4 Cu的标准储备溶液: 1000 $\mu\text{g/ml}$** **B.3.5 Cr的标准储备溶液: 1000 $\mu\text{g/ml}$** **B.3.6 硝酸(优级纯)****B.4 操作步骤**

B.4.1 接通ICP光谱仪电源进行预热,稳定后开启氩气,安装好进样管路,拨动蠕动泵控制杆到正常位置,吸入超纯水到矩管,然后点燃等离子体。

B.4.2 标准曲线的测定:取5只100ml容量瓶,分别加入0ml, 0.1ml, 0.2ml, 0.3ml, 0.6ml标准溶液(B.3.2、B.3.3、B.3.4和B.3.5),再分别加入0.1ml硝酸(优级纯),用超纯水稀释至刻度。编辑测定方法,选择合适的测定条件,等仪器稳定并达到测定条件后,进行ICP测定。以金属元素含量为横坐标,对应谱线强度为纵坐标绘制标准曲线。

B.4.3 样品的测定

在100ml水样中加入0.1ml硝酸(优级纯),混匀后直接进样,进行ICP测定。根据谱线强度在标准曲线上得到金属含量。