



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 38135—2019

---

## 医用壳聚糖短纤维

Chitosan staple fibers for medical applications

2019-10-18 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局  
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 术语和定义 ..... 1

4 产品规格和标识 ..... 2

5 技术要求 ..... 2

6 试验方法 ..... 4

7 检验规则 ..... 5

8 标志、包装、运输和贮存 ..... 6

附录 A（规范性附录） 酸不溶物测定 ..... 7

附录 B（规范性附录） 蛋白质含量测定 ..... 9

附录 C（规范性附录） 乙醇残留量测定（气相色谱法） ..... 12



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准由中国纺织工业联合会提出并归口。

本标准起草单位：海斯摩尔生物科技有限公司、中国食品药品检定研究院、上海市纺织工业技术监督所、北京市医疗器械检验所。

本标准主要起草人：胡广敏、周家村、林亮、魏利娜、王丽莉、王利霞、林红赛、张娟、杜衍涛、陈凯。



## 医用壳聚糖短纤维

### 1 范围

本标准规定了医用壳聚糖短纤维的产品规格和标识、技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存的要求。

本标准适用于以壳聚糖为原料生产的本色医用壳聚糖短纤维。

### 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 3291.1 纺织 纺织材料性能和试验术语 第1部分:纤维和纱线

GB/T 3291.3 纺织 纺织材料性能和试验术语 第3部分:通用

GB/T 4146(所有部分) 纺织品 化学纤维

GB/T 6503 化学纤维 回潮率试验方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7573—2009 纺织品 水萃取液 pH 值的测定

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 14334 化学纤维 短纤维取样方法

GB/T 14335—2008 化学纤维 短纤维线密度试验方法

GB/T 14336 化学纤维 短纤维长度试验方法

GB/T 14337 化学纤维 短纤维拉伸性能试验方法

GB/T 14339—2008 化学纤维 短纤维疵点试验方法

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 16886.12 医疗器械生物学评价 第12部分:样品制备与参照材料

FZ/T 50037 壳聚糖纤维脱乙酰度试验方法

YY/T 0313 医用高分子产品 包装和制造商提供信息的要求

YY/T 0466.1 医疗器械 用于医疗器械标签、标记和提供信息的符号 第1部分:通用要求

YY/T 0771.2 动物源医疗器械 第2部分:来源、收集与处理的控制

YY/T 0771.3 动物源医疗器械 第3部分:病毒和传播性海绵状脑病(TSE)因子去除与灭活的确认

中华人民共和国药典(2015年版 四部)

### 3 术语和定义

GB/T 3291.1、GB/T 3291.3、GB/T 4146(所有部分)和 FZ/T 50037 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了 GB/T 4146.3 中的某些术语和定义。

## 3.1

## 医用壳聚糖短纤维 chitosan staple fibers for medical applications

以壳聚糖为原料制得的,用于制备人体代用材料和医疗卫生材料的壳聚糖短纤维。

## 3.2

## 疵点 defect

化学纤维生产过程中产生的不正常纤维的统称。例:异状纤维、并丝、粗纤维、树脂化丝、黏胶酸伤丝、硬板丝等。

[GB/T 4146.3—2011,定义 2.13.1]

## 4 产品规格和标识

## 4.1 产品规格

以纤维名义线密度和切断长度表示,名义线密度单位为分特(dtex),切断长度单位为毫米(mm)。

## 4.2 产品标识

应包括产品规格和产品名称。

## 5 技术要求

## 5.1 医用壳聚糖短纤维特征峰

医用壳聚糖短纤维傅里叶变换红外光谱(FT-IR)应符合相应的特征峰。典型的傅里叶变换红外光谱(FT-IR)频率( $\text{cm}^{-1}$ )如表 1 所示,宽峰(b)数值偏差应不大于  $150 \text{ cm}^{-1}$ ,其他峰数值偏差应不大于  $20 \text{ cm}^{-1}$ 。

表 1 傅里叶变换红外光谱主要特征峰

特征峰	$\nu(\text{O-H})+\nu(\text{N-H})$	$\nu(\text{C-H})$	$\nu(\text{C-O})$ 酰胺 I 带	$\delta(\text{CH}_2)+\delta(\text{CH}_3)$	$\delta(\text{C-O-C})$
壳聚糖	3 447(b)	2 929	1 652	1 380	1 070(s)
注:s表示强峰;b表示宽峰。					

## 5.2 物理性能

## 5.2.1 干断裂强度

干断裂强度应不小于  $1.40 \text{ cN/dtex}$ 。

## 5.2.2 干断裂伸长率

干断裂伸长率应不小于  $7.0\%$ 。

## 5.2.3 线密度偏差率

线密度偏差率应为  $\pm 13.0\%$ 。

## 5.2.4 长度偏差率

长度偏差率应为  $\pm 7.0\%$ 。

### 5.2.5 超长纤维率

超长纤维率应不大于 1.0%。

### 5.2.6 倍长纤维含量

倍长纤维含量应不大于 20.0 mg/100 g。

### 5.2.7 疵点含量

疵点含量应不大于 12.0 mg/100 g。

### 5.2.8 油污黄纤维含量

油污黄纤维含量应为 0.0 mg/100 g。

## 5.3 化学性能

### 5.3.1 脱乙酰度

脱乙酰度应为标称值的 90%~110%。

### 5.3.2 灰分

灰分应不大于 0.5%。

### 5.3.3 pH

pH 应为 6.5~8.0。

### 5.3.4 干燥失重

干燥失重应不大于 13.8%。

### 5.3.5 酸不溶物

酸不溶物应不大于 0.5%。

### 5.3.6 重金属含量

5.3.6.1 重金属总量(以 Pb 计),应不大于 10  $\mu\text{g/g}$ 。

5.3.6.2 总砷含量和总汞含量,应分别不大于 4  $\mu\text{g/g}$ 。

### 5.3.7 蛋白质含量

蛋白质含量应不大于 0.2%。

### 5.3.8 乙醇等有机溶剂残留量

乙醇残留量应不大于 0.5%,如在加工过程中使用了除乙醇之外的其他有机溶剂,应建立相应的检验指标和检验方法。

### 5.3.9 油剂残留量

若使用油剂,应指明油剂信息,建立油剂残留量的限量指标和检验方法,满足 5.4.2 规定的生物学

评价要求,不释放出对人体有不良作用的物质。

## 5.4 生物学性能和生物学评价

### 5.4.1 微生物限度

以非无菌方式提供的产品,应进行微生物限度检测。

需氧菌总数应不大于 100 CFU/g,霉菌和酵母菌总数应不大于 20 CFU/g。不得检出金黄色葡萄球菌、铜绿假单胞菌和大肠埃希菌。

### 5.4.2 生物学评价

应按照 GB/T 16886.1 的要求进行生物学评价,应不释放出对人体有不良作用的物质。

### 5.4.3 动物源性材料要求

应按照 YY/T 0771.2、YY/T 0771.3 的要求进行质量控制,特别是外源因子污染和不期望的异源性免疫反应的控制。应设有至少一步有效的病毒灭活工艺,并进行病毒灭活工艺验证。

## 6 试验方法

### 6.1 医用壳聚糖短纤维特征峰

按照《中华人民共和国药典(2015 年版 四部)》,通则 0402,红外分光光度法检测。用溴化钾压片作为仲裁方法。

### 6.2 干断裂强度、干断裂伸长率

按照 GB/T 14337 规定检测。

### 6.3 线密度偏差率

按照 GB/T 14335—2008 规定检测。仲裁时采用束纤维中段称量法。

### 6.4 长度偏差率、超长纤维率、倍长纤维含量

按照 GB/T 14336 规定检测。

### 6.5 疵点含量、油污黄纤维含量

按照 GB/T 14339—2008 规定检测。仲裁时采用手检法。

### 6.6 脱乙酰度

按照《中华人民共和国药典(2015 年版 四部)》,药用辅料,壳聚糖中规定的方法;或者按照 FZ/T 50037 规定检测。

### 6.7 灰分

按照《中华人民共和国药典(2015 年版 四部)》,通则 0841,炽灼残渣检查法检测。灼烧温度控制在 500 °C~600 °C。残渣留作重金属检查。

### 6.8 pH

按照 GB/T 7573—2009 规定检测。萃取介质采用 0.1 mol/L 的氯化钾溶液。

## 6.9 干燥失重

按照《中华人民共和国药典(2015年版 四部)》,通则 0831,干燥失重测定法检测。

## 6.10 酸不溶物

按照附录 A 规定检测。

## 6.11 重金属含量

重金属总量(以 Pb 计),取 6.7 灰分样品,按照《中华人民共和国药典(2015年版 四部)》,通则 0821,重金属检查法第二法检测。

总砷含量和总汞含量,按照 GB/T 14233.1—2008 中的原子荧光光谱法;或者按照《中华人民共和国药典(2015年版 四部)》,通则 0412,电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)检测。

## 6.12 蛋白质含量

按照附录 B 规定检测。

## 6.13 乙醇等有机溶剂残留量

乙醇残留量按照附录 C 规定检测。

## 6.14 微生物限度

按照《中华人民共和国药典(2015年版 四部)》,通则 1105,非无菌产品微生物限度检查:微生物计数法;通则 1106,非无菌产品微生物限度检查:控制菌检查法检测。

## 6.15 生物学评价

按照 GB/T 16886.1 的要求确定相关生物学评价检测。

## 6.16 外源因子污染控制

按照 YY/T 0771.2、YY/T 0771.3 的要求进行外源因子污染的控制,并参照国家相关指导原则进行病毒灭活工艺验证。

# 7 检验规则

## 7.1 检验项目

第 5 章中所规定的项目均为型式检验项目,5.2.1~5.3.5 为出厂检验项目。

## 7.2 组批规定

同一规格的产品原则上以同样机台每班或每天连续生产量组成一个检验批,如需另行组批,应在取样前确定。

## 7.3 取样规定

各性能项目的取样和制备实验样品,按照 GB/T 14334、GB/T 16886.12 规定执行。

## 7.4 综合评定

若所有检验项目全部符合要求,则判定为合格,否则判定为不合格。



## 7.5 公定质量验收

按照 GB/T 14334 规定,称取和计算批产品包装件的净质量。按照 GB/T 6503 规定,检测实测回潮率。按式(1)计算公定质量。

$$m = m_1 \times \frac{1 + R_0}{1 + R} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m$  ——批产品包装件公定质量,单位为千克(kg);
- $m_1$  ——批产品包装件净质量,单位为千克(kg);
- $R_0$  ——壳聚糖纤维的公定回潮率,其值为 17.5%;
- $R$  ——实测回潮率。

## 8 标志、包装、运输和贮存

### 8.1 标志

8.1.1 包装件上应提供如下信息:

- a) 产品名称;
- b) 规格;
- c) 批号、包装日期;
- d) 净重、毛重;
- e) 产品标准编号;
- f) 商标;
- g) 生产企业名称、详细地址;
- h) 贮存条件、有效期;
- i) 防护、搬运等警示标志。



8.1.2 储运标志应符合 GB/T 191 和 YY/T 0466.1 规定。

8.1.3 产品印刷标志应明显且不褪色,防止油、色渗入包内污染纤维。

### 8.2 包装

8.2.1 产品的包装应符合 YY/T 0313 的规定。

8.2.2 包装材料及包装的质量应保证纤维不受损伤。包装完整,纤维不裸露,并用塑料带或其他具有一定强度的打包带紧固。

8.2.3 不同规格、批号的产品应分别包装。

8.2.4 每批产品附质量检验单。

### 8.3 运输

运输和装卸时应按产品警示标志规定执行,采取相应防范措施,防止产品受潮、曝晒、污染和受损,严禁抛掷。

### 8.4 贮存

包装件按批堆放,贮存在通风、干燥、清洁的仓库内,不应靠近火源、热源,避免阳光直射。

附 录 A  
(规范性附录)  
酸不溶物测定

A.1 原理

将壳聚糖纤维在稀酸中溶解,形成溶解液。将溶解液加热煮沸之后,过滤收集残留物,并清洗、烘干和称量。以质量分数表示酸不溶物的含量。

A.2 试剂

- A.2.1 醋酸溶液:取 10 mL 冰醋酸试剂,用三级水稀释至 1 000 mL,配制成 1%醋酸溶液。  
A.2.2 水:GB/T 6682,三级。

A.3 仪器

- A.3.1 玻璃砂芯坩埚:3#。  
A.3.2 烘箱:带强排风装置,控温精度±3℃。  
A.3.3 分析天平:最小分度值 0.1 mg。  
A.3.4 干燥器:装有干燥的变色硅胶作为干燥剂。  
A.3.5 具塞锥形瓶:1 000 mL。  
A.3.6 烧杯:2 000 mL。

A.4 试验步骤

取 400 mL 的醋酸溶液,转移入 1 000 mL 具塞锥形瓶。准确称取 2 g 的待测试样,精确至 1 mg。在 1 min 内均匀将称取的试样加入醋酸溶液中,在常温下进行溶解,至少 3.5 h~4 h,必要时可适当延长,确保纤维完全溶解。刚开始溶解时,可以将磁力搅拌器的速度适当调大,但不能过大,防止溶液飞溅;接近溶解完成时,将速度调慢,减少气泡的产生。静置溶解液 10 min。  
转移溶解液至 2 000 mL 烧杯,加入 200 mL 水。在加热装置上加热至沸腾,文火保持 2 h。加热过程中,盖住杯口。  
趁热用玻璃砂芯坩埚过滤。以醋酸溶液洗涤烧杯 3 次~4 次、滤渣 7 次~8 次。再以热水和常温水洗涤烧杯、滤渣。将酸不溶物和坩埚置于(105±3)℃的烘箱中,烘干至恒重。

A.5 结果表示

按式(A.1)计算试样中酸不溶物的含量  $w$ 。

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:  
 $m_1$ ——恒重后玻璃砂芯坩埚和酸不溶物的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——恒重后玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后一位。



**附 录 B**  
(规范性附录)  
**蛋白质含量测定**

**B.1 原理**

游离状态下呈红色的考马斯亮蓝 G250(Coomassie Brilliant Blue G250),在稀酸溶液中与蛋白质结合后转为蓝色。蓝色蛋白质复合物,在 595 nm 波长下有最大光吸收,在一定范围内其颜色深浅与蛋白质浓度呈正比。将壳聚糖纤维在稀酸中溶解,形成溶解液。以蛋白质对照品溶液作标准曲线,采用比色法测定纤维溶解液中的蛋白质含量。

**B.2 试剂**

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

**B.2.1 乙醇:**体积分数为 95%。

**B.2.2 浓盐酸:**质量分数 35%。

**B.2.3 牛血清白蛋白。**

**B.2.4 考马斯亮蓝 G250。**

**B.2.5 冰乙酸:**体积分数 98%。

**B.2.6 水:**GB/T 6682,三级。

**B.3 仪器**

**B.3.1 分析天平:**最小分度值 0.1 mg。

**B.3.2 紫外可见分光光度计:**带有 1 cm 玻璃比色皿。

**B.3.3 漩涡式混合器:**振荡频率可调。

**B.3.4 容量瓶。**

**B.3.5 单标移液管。**

**B.3.6 石英比色皿。**

**B.4 溶液制备**

**B.4.1 醋酸溶液:**取 10 mL 冰醋酸试剂,用三级水稀释至 1 000 mL,配制成 1%醋酸溶液。

**B.4.2 考马斯亮蓝 G250 溶液:**称取约 100 mg 考马斯亮蓝 G250,溶解于 50 mL 95%乙醇后,再加入 50 mL 浓盐酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀,滤纸过滤。取滤液,置于棕色试剂瓶内,室温贮存。如有沉淀产生,使用前需再次过滤。

**B.4.3 牛血清白蛋白标准溶液:**精确称取牛血清白蛋白 30 mg,加水溶解并定容至 300 mL,配制成 300  $\mu\text{g/mL}$  的蛋白质标准溶液。温度 4  $^{\circ}\text{C}$  下贮存。临用前,用 1%醋酸稀释成约 30  $\mu\text{g/mL}$ 。

## B.5 样品准备

### B.5.1 干燥试样

将壳聚糖纤维的试样剪切成 10 mm 长小段,装入密闭的称量容器,放入 $(105\pm 3)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中,烘干至恒重。

### B.5.2 溶解试样

取 100 mL 的醋酸溶液,转移入 250 mL 具塞锥形瓶。准确称取恒重 500 mg 的待测试样,精确至 0.1 mg。

在 1 min 内均匀将称取的试样加入醋酸溶液中,在常温下进行溶解,至少 3.5 h~4 h,必要时可适当延长,确保纤维完全溶解。刚开始溶解时,可以将磁力搅拌器的速度适当调大,但不能过大,防止溶液飞溅;接近溶解完成时,将速度调慢,减少气泡的产生。

静置溶解液 10 min。制成 5 mg/mL 的试样溶液。

由于高分子量壳聚糖的絮凝作用,与考马斯亮蓝 G250 会产生沉淀,影响检查结果。在样品溶解后,应置于  $80^{\circ}\text{C}$  中恒温 4 h;或采用其他可降解壳聚糖但不影响蛋白质检测结果的处理方式,进行样品的再处理。

## B.6 测定步骤

### B.6.1 标准曲线的绘制

按表 B.1 制备蛋白质标准溶液系列。

表 B.1 蛋白质标准溶液系列浓度

比色管号	0	1	2	3	4	5
30 $\mu\text{g/mL}$ 蛋白质标准溶液/mL	0	0.1	0.2	0.4	0.8	1.0
1% 醋酸溶液/mL	1.0	0.9	0.8	0.6	0.2	0
蛋白质质量浓度/ $(\mu\text{g/mL})$	0	3	6	12	24	30

各比色管中分别加入 5 mL 考马斯亮蓝 G250 溶液。用旋涡式混合器使试管中溶液充分混合,并在室温 $(20\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 下放置 15 min。以 0 号管(试剂空白)作参比,在紫外可见分光光度计上用 1 cm 的比色皿,在 595 nm 波长处测定吸光度。应在出现蓝色 2 min~60 min 内完成。

以吸光度为纵坐标,标准蛋白质质量浓度 $(\mu\text{g/mL})$ 为横坐标,绘制标准曲线。

### B.6.2 试样的测定

移取待测试样溶液 1 mL,置于 10 mL 比色管中,加入 5 mL 考马斯亮蓝 G250 溶液。用旋涡式混合器使试管中溶液充分混合,并在室温 $(20\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 下放置 15 min。

以 0 号管(试剂空白)作参比,在紫外可见分光光度计上用 1 cm 的比色皿,在 595 nm 波长处测定吸光度。应在出现蓝色 2 min~60 min 内完成。

根据标准曲线计算出样品中的蛋白质质量浓度。

B.7 结果表示

按式(B.1)计算样品中蛋白质含量  $x(\%)$ ：

$$x = \frac{\rho_2}{\rho_1} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$\rho_1$ ——比色管中医用壳聚糖短纤维质量浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$\rho_2$ ——比色管中蛋白质质量浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )。

计算结果保留到小数点后一位。

附 录 C  
(规范性附录)  
乙醇残留量测定(气相色谱法)

### C.1 原理

采用顶空气相色谱法使要测定的乙醇与其他组分分开,用氢火焰离子化检测器检测,并将得到的乙醇色谱峰与外标物得到的色谱峰相比较。

### C.2 试剂

C.2.1 无水乙醇标准品:色谱纯(纯度 $>99.5\%$ )。

C.2.2 水:GB/T 6682,一级。

### C.3 仪器

C.3.1 气相色谱仪:配备 FID 检测器、顶空进样器。

C.3.2 色谱柱:DB-624 或相同分离效果的其他色谱柱。

C.3.3 分析天平:最小分度值 0.1 mg。

C.3.4 加热装置:可调节温度。

C.3.5 容量瓶:10 mL。

C.3.6 单标移液管:1.0 mL。

### C.4 乙醇标准溶液制备

取色谱纯无水乙醇适量置于容量瓶中,精密称定。用水稀释至刻度,摇匀,制成 500  $\mu\text{g/mL}$  的标准贮备溶液。在 4  $^{\circ}\text{C}$  下储存,有效期为 1 个月。

临用前,用水稀释成 25  $\mu\text{g/mL}$  作为标准溶液。

### C.5 样品制备

准确称取 0.01 g 的待测试样,精确至 0.1 mg。置于 10 mL 顶空瓶中,加入 2 mL 水,压盖密封,混匀。

### C.6 操作条件

C.6.1 柱温:60  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 5 min。

C.6.2 汽化室温度:200  $^{\circ}\text{C}$ 。

C.6.3 测室温度:250  $^{\circ}\text{C}$ 。

### C.7 步骤

精密量取乙醇标准溶液各 2 mL,分别置于 10 mL 顶空瓶中,压盖密封,混匀。将样品溶液和标准

溶液顶空瓶置于加热装置上,80 ℃加热 30 min。

在规定的色谱分析条件下,顶空进样,待乙醇色谱峰流出后,量取乙醇峰的面积值,作为外标的定量标准。

C.8 结果计算

按式(C.1)计算试样中乙醇的含量。

$$x_i = \rho_r \times V \times \frac{A_i}{m \times A_r} \times 10^{-6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- $x_i$  —— 试样中乙醇的含量;
  - $\rho_r$  —— 乙醇标准溶液的乙醇质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
  - $V$  —— 所取乙醇标准溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
  - $A_i$  —— 样品溶液的乙醇峰面积;
  - $A_r$  —— 乙醇标准溶液的乙醇峰面积;
  - $m$  —— 试样的质量,单位为克( $\text{g}$ )。
- 计算结果保留到小数点后一位。
-