ICS 11.120.20
CCS C 48

T/CS

团　　体　　标　　准

T/CS 082—2025

亚甲基丙二酸酯类粘合剂

Methyl malonate adhesive

2025-06-18 发布　　2025-06-18 实施

中国商品学会　　发 布

目　　次

前言 II
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 2
6　标志、包装、运输和贮存 4
附录 A（规范性）　不期望残留（亚甲基丙二酸酯单体中苯醌残留）的测定 6
附录 B（规范性）　自由基稳定剂（对苯二酚）含量的测定 7
附录 C（规范性）　主体成分（亚甲基丙二酸酯单体）纯度的测定 9
附录 D（规范性）　固化成膜后单体残留的测定 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专利的责任。

本文件由江苏信立康医疗科技有限公司提出。

本文件由中国商品学会归口。

本文件起草单位：江苏信立康医疗科技有限公司、泰州惠益医疗器械有限公司、泰州信泰医疗科技合伙企业（有限合伙）。

本文件主要起草人：董瑞平、刘东洋、任海波、姚婷、谢阳。

亚甲基丙二酸酯类粘合剂

1 范围

本文件规定了亚甲基丙二酸酯类粘合剂的要求、试验方法、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于亚甲基丙二酸酯类粘合剂的生产和检验。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 2411 塑料和硬橡胶 使用硬度计测定压痕硬度（邵氏硬度）

GB/T 14233.1 医用输液、输血、注射器具检验方法 第1部分：化学分析方法

YY/T 0466.1 医疗器械 用于制造商提供信息的符号 第1部分:通用要求

YY/T 0729.1 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

YY/T 0729.2 组织粘合剂粘接性能试验方法 第2部分：T-剥离拉伸承载强度

YY/T 0729.3 组织粘合剂粘接性能试验方法 第3部分：拉伸强度

YY/T 0729.4 组织粘合剂粘接性能试验方法 第4部分：伤口闭合强度

《中华人民共和国药典》（2025 版）

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 外观

蓝色粘稠状液体，无正常视力可见异物。

4.2 技术指标

应符合表 1 的规定。

表 1　技术指标

项目		指标
不期望残留（苯醌残留量）/%		≤0.1
自由基稳定剂（对苯二酚）含量/%		0.15～0.35
粘度/mPa·s		≤185
主体成分纯度/%		≥96
含水量/%		≤0.06
重金属残留/%		≤0.002（固化成膜后）
酸碱度		固化成膜后，指示剂颜色变灰色所需的任何一种标准溶液应不超过 1 mL
固化成膜后单体残留/%		≤0.5
聚合热		与催化剂聚合后最高温度不超过 45 ℃
固化时间		与催化剂的固化时间不大于 120 s
粘合强度	搭接-剪切拉伸承载强度/kPa	≥80
	T-剥离拉伸承载强度/（N/cm）	≥0.8
	拉伸强度/kPa	≥40
	伤口闭合强度/N	≥25
固化后特性	成膜性	固化后形成一层连续无间断的致密薄膜
	屈挠性	成型后的试样对折 3 次后应无断裂
	硬度（邵氏 A）	50±10

4.3　微生物特征

4.3.1　无菌

应通过无菌检查。

4.3.2　细菌内毒素

细菌内毒素应不大于 20 EU/件。

4.3.3　热原

应无热原反应。

5　试验方法

5.1　外观

取少量样品放到样品瓶中，在自然光线下观察样品的颜色。

5.2　不期望残留

按附录 A 规定的方法进行。

5.3　自由基稳定剂含量

按附录 B 规定的方法进行。

5.4 粘度

将流变仪设置剪切速率为 10 s^{-1}，在常温下或使用粘度计设置 25 ℃ 调整转速获取 30%～90% 转矩读数，按《中华人民共和国药典》（2025 版）四部通则 0633 黏度测定法中第三法测定。

5.5 主体成分纯度

按附录 C 规定的方法进行。

5.6 含水量

按库仑分析法测定。

5.7 重金属残留

按《中华人民共和国药典》（2025 版）四部通则 0821 重金属检查法中第二法测定。

5.8 酸碱度

按 GB/T 14233.1 的规定进行。

5.9 固化成膜后单体残留

按附录 D 规定的方法进行。

5.10 聚合热

选用新鲜的或冷冻的猪皮，切下脱脂的、剃光的、至少 5 cm×5 cm 大小的全层猪皮，在猪皮中心位置钻一个孔。将猪皮放置在单独的玻璃板上，用磷酸盐缓冲盐水浸泡的纱布覆盖，放置在温度 45 ℃，相对湿度 75% 的环境平衡至少 30 min。测试开始后，从恒温箱中取出一块正方形猪皮，并在以 16 号针孔为中心的猪皮上划出一个 2 cm～4 cm 的部分厚度切口。将猪皮放置在海绵垫片上，将热电偶迅速通过猪皮中心的孔插入，直到尖端与表皮表面水平，用干纱布擦拭皮肤表面干燥，并记录温度。如果猪皮温度超过 35 ℃，则使其冷却至 35 ℃ 以下。按正常操作将粘合剂压破挤出适量涂抹于伤口表面，观察热电偶测量最高值并做相关的记录。

5.11 固化时间

按 YY/T 0729.4 所规定的方法制备样品，静置 30 s 后，开始计时。一端固定，用镊子轻轻地捏住猪皮，一端进行剥离，直到猪皮不能轻易拉扯开，停止计时，记录固化时间。

5.12 粘合强度

5.12.1 搭接-剪切拉伸承载强度

按 YY/T 0729.1 的规定进行。

5.12.2 T-剥离拉伸承载强度

按 YY/T 0729.2 的规定进行。

5.12.3 拉伸强度

按 YY/T 0729.3 的规定进行。

5.12.4 伤口闭合强度

按 YY/T 0729.4 的规定进行。

5.13 固化后特性

5.13.1 成膜性

取实验用猪皮，使用样品模拟正常使用均匀涂抹在猪皮表面，水平放置 30 min，取出试样观察试样表面成膜情况。

5.13.2 屈挠性

制备出约 20 mm×20 mm×2 mm 的试样，将试样取出，在温度调节至 37 ℃ 的烘箱中放置 2 h，对折三次，观察有无断裂。

5.13.3 硬度

制备出符合 GB/T 2411 要求的试块，按 GB/T 2411 的方法，选用 A 型硬度计进行测试。

5.14 微生物特征

5.14.1 无菌

按《中华人民共和国药典》（2025 版）四部通则 1101 无菌检查法中直接接种法测定。

5.14.2 细菌内毒素

按《中华人民共和国药典》（2025 版）四部通则 1143 细菌内毒素检查法测定。选用细菌内毒素检查用水为浸提介质，在（37±1）℃ 恒温箱中浸泡不少于 1 h。

5.14.3 热原

将粘合剂挤压至玻璃器皿上成膜，按 GB/T 14233.2 规定的方法进行（按 6 cm^2/mL 浸提介质的比例，37 ℃±1 ℃，72 hr±2 hr 制备试验液，浸提介质：生理盐水）。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

6.1.1 包装上应至少包含以下标志：

a) 产品名称；
b) 制造商名称和地址；
c) 生产批号或日期；
d) 失效时间；
e) 无菌；
f) 贮存条件。

6.1.2 建议采用 YY/T 0466.1 中所给出的图形符号。

6.1.3 储运标志应符合 GB/T 191 的规定。

6.2 包装

应按制造商的要求包装。

6.3 运输

应按制造商的要求运输。在运输过程中，应防潮，防止重物堆压，避免阳光直射和雨雪浸淋。防止与酸碱物质接触，防止内外包装破损。

6.4 贮存

应在制造商规定的条件下保存。

附 录 A
（规范性）
不期望残留（亚甲基丙二酸酯单体中苯醌残留）的测定

A.1 仪器设备

A.1.1 检测器：FID 检测器。

A.1.2 进样器：内衬含有玻璃棉的玻璃进样器。

A.1.3 色谱柱：毛细管柱，长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm。

A.2 溶液制备

A.2.1 标准储备液：称取 0.1 g 苯醌加入到含有少量乙腈的 10 mL 容量瓶中定容。取标准储备液，稀释成 10 μg/mL 的标准溶液。

A.2.2 供试品溶液制备：称取 0.1 g 亚甲基丙二酸酯样品加入到含有少量乙腈的 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容。

注：苯醌见光不稳定，标准溶液制备、供试品溶液制备及检验过程应避光操作。

A.3 色谱参考条件

A.3.1 柱温箱设置：

a) 初始温度：80 ℃；

b) 以 10 ℃/min 升温至 130 ℃，保持 1 min；

c) 以 10 ℃/min 升温至 160 ℃，不保持；

d) 以 25 ℃/min 升温至 300 ℃，保持 10 min。

A.3.2 进样体积：1 μL。

A.3.3 气化室温度：280 ℃。

A.3.4 检测器温度：280 ℃。

A.3.5 柱流速：1 mL/min。

A.3.6 分流比：90：1。

A.4 样品分析

将空白、标准和供试品溶液放入自动进样器中进样。

A.5 计算

采用外标法计算。

附 录 B
（规范性）
自由基稳定剂（对苯二酚）含量的测定

B.1 样品制备

B.1.1 配制 1% 乙酸/乙腈溶液（体积比）。

B.1.2 配制酸化生理盐水溶液：9 g 氯化钠溶解后，添加 10 mL 冰醋酸，去离子水定容到 1 000 mL。

B.1.3 称取 0.1 g 亚甲基丙二酸酯单体（A 液），溶于 1 mL 的 1% 乙酸/乙腈中，添加 9 mL 酸化生理盐水，常温下摇床摇动约 15 min，设置转速 160 转/min，0.2 μm 尼龙滤盘过滤部分样品。

B.2 标准品制备

B.2.1 标准储备液：称取 0.01 g 对苯二酚标准品，用 1% 乙酸/乙腈溶液稀释成 100 μg/mL。

B.2.2 校准溶液：按 10%乙腈/90%酸化生理盐水溶液的比例配制溶液，将储备溶液稀释至浓度（5 μg/mL、2.5 μg/mL、1 μg/mL、0.5 μg/mL、0.25 μg/mL）。

注：对苯二酚见光不稳定，故标准溶液制备、供试品溶液制备及检验过程应避光操作。

B.3 液相色谱参考条件

B.3.1 色谱柱：C_{18} 色谱柱（250 mm×4.6 mm，粒径 5 μm），或性能相当者。

B.3.2 流动相：

——水：乙腈：乙酸=90：10：1（流动相 A）；

——乙腈：水=75：25（流动相 B）。

B.3.3 流速：1.2 mL/min。

B.3.4 柱温：环境温度。

B.3.5 进样量：25 μL。

B.3.6 检测波长=288 nm。

表 B.1 高效液相色谱洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	100	—
7	100	—
17	—	100
23	100	—

B.4 样品分析

将样品和校准样品放入自动进样器中，一次注入一个样品。在分析批开始时注入 0.1 μg/mL 的标准品，校准标准品的所有注入用于形成校准线。

B.5 计算

按公式（B.1）计算对苯二酚含量：

$$X = \frac{C \times V}{m} \times 0.0001\% \cdots\cdots (B.1)$$

式中：

X——亚甲基丙二酸酯中对苯二酚含量，单位为 %；

C——供试品溶液中对苯二酚浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——定容体积，单位为毫升（mL）；

m——亚甲基丙二酸酯取样量，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性的条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于 0.5%， 结果保留小数点后 2 位数。

附 录 C
（规范性）
主体成分（亚甲基丙二酸酯单体）纯度的测定

C.1 仪器设备

C.1.1 检测器：FID 检测器。

C.1.2 进样器：内衬含有玻璃棉的玻璃进样器。

C.1.3 色谱柱：毛细管柱，长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm。

C.2 样品制备

使用 100 μL 注射器将 100 μL 亚甲基丙二酸酯单体样品加入到含有少量乙酸乙酯的 10 mL 容量瓶中。用乙酸乙酯定容。

C.3 色谱参考条件

C.3.1 柱温箱设置：

a) 初始温度：80 ℃；

b) 以 10 ℃/min 升温至 130 ℃，保持 1 min；

c) 以 10 ℃/min 升温至 160 ℃，不保持；

d) 以 25 ℃/min 升温至 300 ℃，保持 10 min。

C.3.2 进样体积：1 μL。

C.3.3 气化室温度：280 ℃。

C.3.4 检测器温度：280 ℃。

C.3.5 柱流速：1 mL/min。

C.3.6 分流比：90：1。

C.4 计算

按公式（C.1）计算亚甲基丙二酸酯单体纯度：

$$P = \frac{S_1}{S_2} \times 100\% \quad \text{(C.1)}$$

式中：

P——亚甲基丙二酸酯单体纯度；

S_1——亚甲基丙二酸酯单体样品峰面积；

S_2——总峰面积。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性的条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于 0.5%， 结果保留小数点后 2 位数。

附 录 D
（规范性）
固化成膜后单体残留的测定

D.1 仪器设备

D.1.1 检测器：FID 检测器。

D.1.2 进样器：内衬含有玻璃棉的玻璃进样器。

D.1.3 色谱柱：毛细管柱，长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm。

D.2 溶液制备

D.2.1 标准溶液制备：称取样品 A 液 0.1 g，加入含有少量正己烷的 10 mL 容量瓶中定容。

D.2.2 供试品溶液制备：在广口密闭玻璃瓶底部均匀的涂一层 3 cm×7 cm 的粘合剂，精密称量，让粘合剂固化 5 min 后，以 2 cm^2/mL 的提取比例加入 10.5 mL 的正己烷，将样品溶液放置 37 ℃±2 ℃的溶出仪中，以 80 转/min、转（24±1）h（或将样品溶液放入 37 ℃±2 ℃ 的保温箱 24 h±1 h，设置振动器进行不断混合），作为供试品溶液。

D.3 色谱参考条件

D.3.1 柱温箱设置：

a) 初始温度：80 ℃；

b) 以 10 ℃/min 升温至 130 ℃，保持 1 min；

c) 以 10 ℃/min 升温至 160 ℃，不保持；

d) 以 25 ℃/min 升温至 300 ℃，保持 10 min。

D.3.2 进样体积：1 μL。

D.3.3 气化室温度：280 ℃。

D.3.4 检测器温度：280 ℃。

D.3.5 柱流速：1 mL/min。

D.3.6 分流比：90：1。

D.4 样品分析

将空白、标准和供试品溶液放入自动进样器中进样。

D.5 计算

D.5.1 标准品浓度以样品实际纯度测试值为准。

D.5.2 采用外标法计算供试品溶液中亚甲基丙二酸酯的浓度。

D.5.3 按公式（D.1）计算单体残留量：

$$D = \frac{(c \times 10.5)}{m} \times 100\% \quad \text{(D.1)}$$

式中：

D——单体残留量，单位为 %；

c——供试品溶液中亚甲基丙二酸酯的浓度，单位为克每毫升（g/mL）；

m——固化后成膜的重量，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性的条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于 0.5%， 结果保留小数点后 2 位数。