



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1204—2013

总胆汁酸测定试剂盒(酶循环法)

Total bile acids assay kit (Enzyme cycle method)

2013-10-21 发布

2014-10-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家食品药品监督管理总局提出。

本标准由全国医用临床检验实验室和体外诊断系统标准化技术委员会(SAC/TC 136)归口。

本标准主要起草单位:中国食品药品检定研究院。

本标准主要起草人:王玉梅、黄宝斌、刘艳、高尚先。

总胆汁酸测定试剂盒(酶循环法)

1 范围

本标准规定了总胆汁酸测定试剂盒(酶循环法)的测定原理、要求、试验方法、标识、标签和使用说明书、包装、运输和贮存等。

本标准适用于总胆汁酸测定试剂盒(酶循环法)的质量控制,该产品用于体外定量测定人体血清或血浆中总胆汁酸量。

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

3 测定原理

本方法采用的原理是 3 α -羟基类固醇脱氢酶(3 α -HSDH)可以将胆汁酸 C₃ 上 α 位氢基转移到氧化型 b-硫代辅酶(Thio-NAD)上,生成 3-酮类固醇。

4 要求

4.1 外观

符合制造商规定的正常外观要求。

4.2 装量

液体试剂的净含量应不少于标示量。

4.3 试剂空白

4.3.1 试剂空白吸光度

应不大于 0.80(波长 405 nm、光径 1.0 cm)。

4.3.2 试剂空白吸光度变化率

在波长 405 nm、光径 1.0 cm 下,空白吸光度的变化应不大于 0.04/min。

4.4 线性区间

线性区间上限至少达到 150 μ mol/L,在线性区间内,理论浓度与实测浓度的线性相关系数 r 应不小于 0.990 0。

4.5 准确度

- 4.5.1 提供参考物质或用参考方法定值的血清测定,实测值与标示值的偏差在±15.0%内。
- 4.5.2 以标准溶液测定,试剂盒回收率在90%~110%内。
- 4.5.3 无具有溯源性的标准品或标准溶液,以比对方法测定,相关系数 r 应不小于0.990 0。

4.6 分析灵敏度

试剂盒测试被测物时,单位浓度吸光度变化率应符合制造商给定区间。

4.7 精密度

4.7.1 批内精密度

批内变异系数应不大于5.0%,瓶间差(冻干粉)应不大于5.0%。

4.7.2 批间精密度

批间相对极差应不大于10.0%。

4.8 稳定性

试剂在规定的贮存条件下保存至有效期末或制造商规定的加速试验条件下,产品的性能应符合4.1、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7.1的要求。

5 试验方法

5.1 外观

目测检查,结果应符合4.1的要求。

5.2 装量

用通用量具测量,结果应符合4.2的要求。

5.3 试剂空白

5.3.1 试剂空白吸光度

用指定空白样品测试试剂盒,340 nm 波长,1 cm 光径,37 °C 稳定 30 s 后,测定吸光度值,重复试验一次,求出均值即为空白吸光度。结果应符合4.3.1的要求。

5.3.2 试剂空白吸光度变化率

用指定空白样品测试试剂盒,在测试主波长下,记录测试启动时的吸光度(A_1),扣除反应的非线性段或约5 min(t)后的吸光度(A_2), A_2 测试结果即为试剂空白吸光度测定值;计算出吸光度变化值 $\frac{|A_2-A_1|}{t}$,即为试剂空白吸光度变化率($\Delta A/\text{min}$)。结果应符合4.3.2要求。

5.4 线性区间

用接近线性区间上限的高浓度(活性)样品和接近线性区间下限的低浓度(活性)样品或蒸馏水混合

成至少 5 个稀释浓度(x_i)。分别测试试剂(盒),每个稀释浓度建议测试 1~3 次,分别求出测定结果的均值(y_i)。以稀释浓度(x_i)为自变量,以测定结果均值(y_i)为因变量求出线性回归方程。按公式(1)计算线性回归的相关系数(r)。结果应符合 4.4 的要求。

$$r = \frac{\sum [(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})]}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2 \sum (y_i - \bar{y})^2}} \dots\dots\dots (1)$$

5.5 准确度

5.5.1 总则

采用与要求相符合的下列方法之一测试试剂(盒)的准确性。结果应符合 4.5 的要求。

5.5.2 相对偏差

用参考物质或有证参考物质(CRM)和相应的参考测量程序对试剂(盒)进行测试,重复测定 3 次,取测试结果均值(M),按公式(2)计算相对偏差(B);

或用由参考方法定值的高、低 3 个浓度的人血清(分为正常范围和病理范围)(可参照 EP6-A 的要求适当添加被测物,以获得高浓度的样品)对试剂(盒)进行测试,每个浓度样品重复测定 3 次,分别取测试结果均值,按公式(7)计算相对偏差。

$$B = \frac{M - T}{T} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 M ——测试结果均值;
 T ——有证参考物质标示值,或各浓度人血清定值。

5.5.3 回收试验

在人血清样品中加入一定体积标准或校准品溶液(标准溶液体积与血清体积比应不大于 1 : 20 或其体积比不会产生基质的变化,加入标准或校准品溶液后样品总浓度应在试剂(盒)测定线性范围内,标准品或校准品应有溯源性)或纯品,每个浓度重复测定 3 次,按公式(3)计算回收率。

$$R = \frac{c \times (V_0 + V) - c_0 \times V_0}{V \times c_s} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 R ——回收率;
 V ——加入标准液体积;
 V_0 ——人血清样品的体积;
 c ——人血清样品加入标准液后的测定浓度;
 c_0 ——人血清样品的测定浓度;
 c_s ——标准液的浓度。

5.5.4 比对试验

参照 EP9-A2 的方法,用不少于 40 个在测定浓度区间内不同浓度的人血清样品,以制造商指定的分析系统作为比对方法,每份样品按待测试剂盒操作方法及比对方法分别测定。用线性回归方法计算两组结果的相关系数(r)及每个浓度点的相对偏差。

5.6 分析灵敏度

用已知浓度或活性的样品测试试剂盒,记录在试剂盒规定参数下产生的吸光度改变。换算为单位

浓度吸光度差值(ΔA)或吸光度变化。结果应符合 4.6 的要求。

5.7 精密度

5.7.1 批内精密度

在重复性条件下,用高、低值质控品测试同一批号试剂盒,重复测试至少 10 次($n \geq 10$),分别计算测量值的平均值($\bar{x}$)和标准差(SD)。按公式(4)计算变异系数(CV)。

$$CV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

用高、低值质控品分别测试同一批号的 20 个待检试剂盒,并计算 20 个测量值的平均值($\bar{x}_1$)和标准差(SD_1)。

用高、低质控品对该批号的 1 个待检试剂盒重复测试 20 次,计算结果均值($\bar{x}_2$)和标准差(SD_2)按公式(5)、公式(6)计算瓶间差的变异系数(CV)。

$$SD_{\text{瓶间}} = \sqrt{SD_1^2 - SD_2^2} \dots\dots\dots (5)$$

$$CV = \frac{SD_{\text{瓶间}}}{\bar{x}_1} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

当 $SD_1 < SD_2$ 时,令 $CV=0$
结果应符合 4.7.1 的要求。

5.7.2 批间精密度

用同一质控品分别测试 3 个不同批号的试剂(盒),每个批号测试 3 次,分别计算每批 3 次测定的均值 $\bar{x}_i (i=1,2,3)$,按公式(7)、公式(8)计算相对偏差(R)。

$$\bar{x}_T = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 + \bar{x}_3}{3} \dots\dots\dots (7)$$

$$R = \frac{\bar{x}_{\max} - \bar{x}_{\min}}{\bar{x}_T} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中:
 $\bar{x}_{\max}$ —— $\bar{x}_i$ 中的最大值;
 $\bar{x}_{\min}$ —— $\bar{x}_i$ 中的最小值。
结果应符合 4.7.2 的要求。

5.8 稳定性

取在规定的贮存条件保存至有效期末或制造商规定的加速试验条件下的试剂(盒)测试,应符合 4.8 的要求。

6 标识、标签和使用说明书

6.1 试剂盒外包装盒标识、标签

包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的要求,并至少应包含下列内容:

- a) 产品名称及规格;
- b) 生产批号;
- c) 失效日期;
- d) 贮存条件。

6.2 试剂盒单包装瓶标识、标签

试剂盒单包装瓶上应有下列内容：

- a) 产品名称及规格；
- b) 商标；
- c) 产品净含量；
- d) 生产批号；
- e) 失效日期；
- f) 贮存条件。

6.3 产品使用说明书

产品使用说明书上应有以下内容：

- a) 产品名称；
- b) 包装规格；
- c) 预期用途；
- d) 检验原理；
- e) 主要组成成分；
- f) 储存条件及有效期；
- g) 适用仪器；
- h) 样本要求；
- i) 检验方法；
- j) 参考值(参考区间)；
- k) 检验结果的解释；
- l) 检验方法的局限性；
- m) 产品性能指标；
- n) 注意事项；
- o) 参考文献；
- p) 生产企业；
- q) 医疗器械生产企业许可证编号；
- r) 医疗器械注册证书编号；
- s) 产品标准编号；
- t) 说明书批准及修改日期。

7 包装、运输和贮存

7.1 包装

7.1.1 储运包装

试剂盒的储运包装、图示标志应符合 GB/T 191 的要求。

7.1.2 单元包装

7.1.2.1 试剂盒应配置齐全,标签清晰,封口严密,无漏液。

7.1.2.2 试剂盒内附有说明书。

7.2 运输

产品的运输按合同规定进行。

7.3 贮存

试剂盒应在制造商规定条件下保存。

参 考 文 献

[1] GB 3100 国际单位制及其应用

[2] GB/T 19702—2005 体外诊断医疗器械 生物源性样品中量的测量 参考测量程序的说明

[3] GB/T 19703—2005 体外诊断医疗器械 生物源性样品中量的测量 参考物质的说明

[4] 叶应妩. 全国临床检验操作规范. 3 版. 南京: 东南大学出版社, 2006

[5] WS/T 124—1999 临床化学体外诊断试剂(盒)质量检验总则

[6] GB/T 29791.1—2013 体外诊断医疗器械 制造商提供的信息(标示) 第 1 部分: 术语、定义和通用要求

中华人民共和国医药
行业标准
总胆汁酸测定试剂盒(酶循环法)
YY/T 1204—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

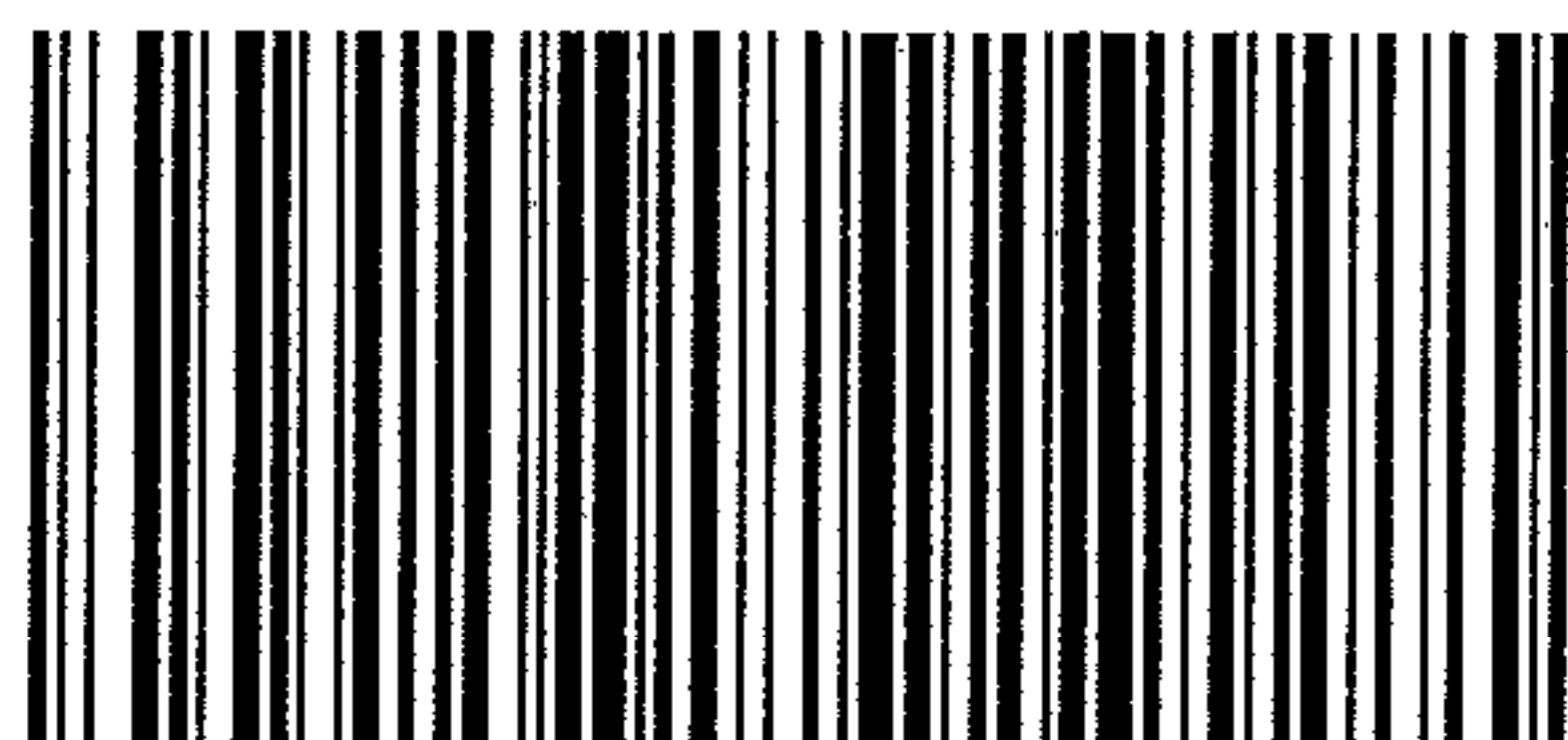
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2013年12月第一版 2013年12月第一次印刷

*

书号: 155066·2-26293

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



YY/T 1204-2013