ICS 11.100.10
CCS C 44

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1199—2023
代替 YY/T 1199—2013

甘油三酯测定试剂盒(酶法)

Triglycerides assay kit (Oxidase method)

2023-01-13 发布　　2023-07-15 实施

国家药品监督管理局　　发布

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。

本文件代替YY/T 1199—2013《甘油三酯测定试剂盒(酶法)》，与YY/T 1199—2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 修改了线性区间的要求(见4.4，2013年版的4.4)；

b) 修改了准确度的要求(见4.5，2013年版的4.5)。

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。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件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。

本文件起草单位：中国食品药品检定研究院、吉林省医疗器械检验研究院、重庆医疗器械质量检验中心、中生北控生物科技股份有限公司、北京利德曼生化股份有限公司、迈克生物股份有限公司、罗氏诊断产品(上海)有限公司、西门子医学诊断产品(上海)有限公司、深圳迈瑞生物医疗电子股份有限公司。

本标准主要起草人：高飞、陈丽娟、兰华林、金玲、任轶昆、史丽娟、赖留恋、韩慧、万仙子、黄杰。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2013年首次发布为YY/T 1199—2013；

——本次为第一次修订。

甘油三酯测定试剂盒(酶法)

1 范围

本文件规定了甘油三酯测定试剂盒(酶法)的要求、试验方法、标识、标签和使用说明书、包装、运输和贮存等内容。

本文件适用于基于分光光度法原理的甘油三酯测定试剂盒(酶法)的质量控制,该产品用于体外定量测定人体血清或血浆中甘油三酯(TG)的量。

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 29791.1 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

GB/T 29791.2 体外诊断医疗器械 制造商提供的信息(标示) 第2部分:专业用体外诊断试剂

3 术语和定义

GB/T 29791.1 界定的术语和定义适用于本文件。

4 要求

4.1 外观

应规定试剂盒的外观要求。目视检查,外观至少应满足以下条件:

a) 试剂(盒)组分齐全;

b) 包装外观清洁,无泄漏、无破损;

c) 标志、标签字迹清晰。

4.2 净含量

液体试剂的净含量应不少于标示量。

4.3 试剂空白

试剂空白吸光度应不大于0.2(制造商指定波长、37 ℃、光径1.0 cm)。

4.4 线性区间

在[0.45,9.04]mmol/L区间内,线性相关系数 r 应≥0.990 0。

在[0.45,2.00]mmol/L区间内,线性绝对偏差应在±0.2 mmol/L范围内。

在(2.00,9.04]mmol/L 区间内,线性相对偏差应在±10.0%范围内。

4.5 准确度

按以下优先顺序选用下列方法之一进行验证。

a) 以参考物质或用参考方法定值的人血清或血浆测定,实测值与标示值的偏差应在±10.0%范围内。

b) 以标准溶液或具有溯源性的标准血清测定,试剂盒回收率应在 90.0%～110.0%范围内。

c) 以比对方法测定,比对试验结果应符合下列要求:

——在[0.45,9.04]mmol/L 区间内,相关系数 r 应≥0.990 0;

——在[0.45,2.00]mmol/L 区间内,绝对偏差应在±0.2 mmol/L 范围内;

——在(2.00,9.04]mmol/L 区间内,相对偏差应在±10.0%范围内。

4.6 分析灵敏度

试剂(盒)测试 n 单位被测物时,吸光度差值(ΔA)应符合生产企业给定范围。

4.7 精密度

4.7.1 批内精密度

4.7.1.1 重复性

批内精密度测定值的变异系数(CV)应不大于 5.0%。

4.7.1.2 瓶间差

瓶间差(冻干粉)测定值的变异系数(CV)应不大于 5.0%。

4.7.2 批间相对极差

批间相对极差(R)应不大于 10.0%。

4.8 稳定性

可对效期稳定性和热稳定性进行验证。

a) 效期稳定性:制造商应规定产品的有效期。取到效期后一定时间内的产品检测外观、试剂空白、线性区间、准确度、分析灵敏度、重复性,应符合 4.1、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7.1.1 的要求;

注 1:一般效期为 1 年时选择不超过 1 个月的产品,效期为半年时选择不超过半个月的产品,以此类推。但如超过规定时间,产品符合要求时也可接受。

b) 热稳定性:取有效期内试剂盒在制造商规定的温度放置规定时间,检测外观、试剂空白、线性区间、准确度、分析灵敏度、重复性,应符合 4.1、4.3、4.4、4.5、4.6、4.7.1.1 的要求。

注 2:热稳定性试验不能用于推导产品有效期,除非是采用基于大量的稳定性研究数据建立的推导公式。

注 3:根据产品特性可选择 a)、b)方法的任意组合,但所选用方法宜能验证产品的稳定性,以保证在效期内产品性能符合标准要求。

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 净含量

用通用量具测量，结果应符合 4.2 的要求。

5.3 试剂空白

用纯化水或生理盐水测试试剂盒，在试剂盒规定参数下，记录测定启动后约 5 min 后的吸光度 A，A 即为试剂空白吸光度测定值，应符合 4.3 的要求。

5.4 线性区间

用接近线性区间上限的高浓度样本和接近线性区间下限的低浓度样本，混合成至少 5 个稀释度（x_i）。以此为样本，分别测试试剂盒，每个稀释度测试 3 次，分别求出测定结果的均值（y_i）。以稀释度（x_i）为自变量，以测定均值（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）。

$$r=\frac{\sum_{i}^{n}(x_i-\overline{x})(y_i-\overline{y})}{\sqrt{\sum_{i}^{n}(x_i-\overline{x})^2}\sqrt{\sum_{i}^{n}(y_i-\overline{y})^2}} \quad \cdots\cdots(1)$$

用稀释度（x_i）代入线性回归方程，计算（y_i）的估计值（y'），并按公式(2)、公式(3)计算测定（y_i）与估计值（y'）的相对偏差或绝对偏差。结果应符合 4.4 的要求。

$$\text{相对偏差}(\%)=\frac{y_i-y'}{y'}\times 100\% \quad \cdots\cdots(2)$$

$$\text{绝对偏差}(\text{mg/L})=y_i-y' \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

$\overline{x}$ ——浓度的平均值；

$\overline{y}$ ——测定结果的平均值。

5.5 准确度

5.5.1 总则

按以下优先顺序选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

可用于评价常规方法的有证参考物质（CRM）或由参考方法定值的高、低 2 个浓度的人血清，在生化分析仪测试甘油三酯测定试剂盒 3 次，测试结果记为 x，按公式(4)分别计算相对偏差 B，如果 3 次结果的相对偏差在±10.0%范围内，即判为合格。如果大于或等于 2 次的结果不符合，即判为不合格。如果有 1 次结果不符合要求，则应重新连续测试 20 次，并分别按照公式计算相对偏差，如果大于或等于 19 次测试的结果符合相对偏差在±10.0%范围内的要求，则准确度符合要求。

$$B=\frac{x_i-T}{T}\times 100\% \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：

B ——相对偏差；

x_i——测量浓度；

T —参考物质标定浓度。

5.5.3 回收试验

在人血清样品中加入一定体积标准溶液或具有溯源性的标准血清(加入的标准溶液体积或具有溯源性的标准血清体积与人血清样品之比应不大于 1∶20 或其体积比不会产生基质的变化,加入标准溶液或具有溯源性的标准血清后样品总浓度应在试剂盒测定线性区间内),每个浓度重复测定 3 次,按公式(5)计算回收率,结果均应符合要求。

$$R(\%)=\frac{c\times(V_0+V)-c_0\times V_0}{V\times c_s}\times 100\% \quad \cdots\cdots(5)$$

式中:

R ——回收率;

c ——人血清样本加入标准液后的测定浓度;

V_0——人血清中样本体积;

V ——加入标准液体积;

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

用不少于 40 个在测定浓度范围内不同浓度的人血清或血浆样品,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和绝对偏差,结果均应符合要求。

5.6 分析灵敏度

稀释一定浓度样品(n 单位被测物),测定吸光度,计算吸光值与空白吸光度值有差别的样品浓度。结果应符合 4.6 的要求。

5.7 精密度

5.7.1 批内精密度

5.7.1.1 重复性

在重复性条件下,用同一批号试剂盒测试高、低值质控品,各重复测试至少 10 次($n\geqslant 10$),分别计算测量值的平均值($\overline{x}$)和标准差(SD)。按公式(6)计算变异系数(CV),结果应符合 4.7.1.1 的要求。

$$CV=\frac{\mathrm{SD}}{\overline{x}}\times 100\% \quad \cdots\cdots(6)$$

5.7.1.2 瓶间差

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

用同一批号的 1 个待检试剂盒对同一样本重复测试 20 次,计算结果均值($\overline{x}_2$)和标准差(SD_2)按公式(7)、公式(8)计算瓶间差的变异系数(CV),结果应符合 4.7.1.2 的要求。

$$\mathrm{SD}_{\text{瓶间}}=\sqrt{\mathrm{SD}_1^2-\mathrm{SD}_2^2} \quad \cdots\cdots(7)$$

$$CV=\frac{\mathrm{SD}_{\text{瓶间}}}{\overline{x}_1}\times 100\% \quad \cdots\cdots(8)$$

当 $\mathrm{SD}_1<\mathrm{SD}_2$ 时,令 $CV=0$。

5.7.2 批间相对极差

用3个不同批号的试剂盒分别测试同一份质控品，每个批号测试3次，分别计算每批3次测定的均值$\overline{x}_i$($i=1,2,3$)按公式(9)、公式(10)计算相对极差(R)，结果应符合4.7.2的要求。

$$\overline{x}=\frac{\overline{x_1}+\overline{x_2}+\overline{x_3}}{3} \quad \cdots\cdots(9)$$

$$R=\frac{\overline{x}_{max}-\overline{x}_{min}}{\overline{x}}\times 100\% \quad \cdots\cdots(10)$$

式中：

$\overline{x}_{max}$——$\overline{x}_i$ 中的最大值；

$\overline{x}_{min}$——$\overline{x}_i$ 中的最小值；

$\overline{x}$ ——3批试剂检测均值。

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温度条件下放置规定时间的试剂盒测试，应符合4.8的要求。

6 标识、标签和使用说明书

标识、标签和使用说明书应符合GB/T 29791.2的要求。

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 试剂盒内应附有说明书。

7.2 运输

试剂盒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。

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/T 3358.1—2009 统计学词汇及符号 第1部分:一般统计术语与用于概率的术语

[2] GB/T 9969—2008 工业产品使用说明书 总则

[3] GB/T 21415—2008 体外诊断医疗器械 生物样品中量的测量 校准品和控制物质赋值的计量学溯源性

[4] YY/T 0316—2008 医疗器械 风险管理对医疗器械的应用

[5] JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

[6] 医疗器械说明书和标签管理规定,国家食品药品监督管理局,2004

[7] 尚红,王毓三,申子瑜.全国临床检验操作规程[M].4版.北京:人民卫生出版社,2015