



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1742—2021

腺苷脱氨酶测定试剂盒

Adenosine deaminase testing kit

2021-03-09 发布

2022-10-01 实施

国家药品监督管理局 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。

本标准由国家药品监督管理局提出。

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。

本标准起草单位:上海市临床检验中心、北京市医疗器械检验所、山东博科生物产业有限公司、德赛系统(上海)有限公司、上海科华生物工程股份有限公司、北京利德曼生化股份有限公司、英科新创(厦门)科技有限公司、北京九强生物技术股份有限公司。

本标准主要起草人:王华梁、欧元祝、杨忠、谢清华、邹艳芳、肖禄生、任轶昆、林晓荣、陈阳。

腺苷脱氨酶测定试剂盒

1 范围

本标准规定了腺苷脱氨酶测定试剂盒的要求、试验方法、标签和使用说明书、包装、运输和贮存。

本标准适用于过氧化物酶法对人血清和血浆样品中腺苷脱氨酶进行定量测定的试剂盒(以下简称:试剂盒),包括手工、半自动和全自动生化分析仪上使用的试剂。

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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 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 要求

3.1 外观

外观应符合如下要求:

- a) 试剂盒各组分应齐全、完整,液体无渗漏;
- b) 包装标签文件符号应清晰。

3.2 装量

试剂盒液体净含量应不少于标示值。

3.3 试剂空白

3.3.1 试剂空白吸光度

用空白样品加入试剂测试时,在试剂盒说明书规定的测量波长(光径 1 cm)试剂空白吸光度应不大于 0.3。

3.3.2 试剂空白吸光度变化率

用空白样品加入试剂测试时,试剂空白吸光度变化率(单位为 $\Delta A/\text{min}$)应不大于 0.02。

3.4 分析灵敏度

测定 25 U/L 样品时,吸光度变化率应不小于 0.005。

3.5 线性

制造商应规定试剂盒线性区间,至少涵盖[5,150]U/L 的区间内,并符合下列要求:

- a) 线性相关系数(r)应不小于 0.990;

- b) $[5, 25]$ 区间内, 线性绝对偏差应不超过 ± 2.5 U/L; $(25, 150]$ 区间内, 线性相对偏差应不超过 $\pm 10\%$ 。

3.6 精密度

3.6.1 重复性

重复测试高、低两个浓度的样品, 所得结果的变异系数(CV)应不大于 5% 。

3.6.2 批间差

测试浓度为 (20 ± 5) U/L 的样品, 所得结果的批间相对极差(R)应不大于 10% 。

3.7 准确度

可选用以下方法之一进行验证:

- a) 相对偏差: 用可用于评价常规方法的公认参考物质或有证参考物质进行测试, 其测量结果的相对偏差应不超过 $\pm 15\%$;
- b) 回收试验: 回收率应为 $[100 \pm 15]\%$;
- c) 比对试验: 以制造商指定的具有溯源性的分析系统作为比对方法, 相关系数(r)不小于 0.975 ; 样本浓度 ≤ 25 U/L 时, 绝对偏差应不大于 ± 2.5 U/L; 样本浓度 > 25 U/L 时, 相对偏差不超过 $\pm 15\%$ 。

3.8 稳定性

可选用以下方法进行验证:

- 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, 测试试剂空白吸光度、试剂空白吸光度变化率、分析灵敏度、线性、重复性和准确度, 应符合 3.3.1、3.3.2、3.4、3.5、3.6.1、3.7 的要求;
- b) 热稳定性试验: 取有效期内试剂盒在制造商规定的温度放置规定时间, 测试试剂空白吸光度、试剂空白吸光度变化率、分析灵敏度、线性、重复性和准确度, 应符合 3.3.1、3.3.2、3.4、3.5、3.6.1、3.7 的要求。

注 1: 效期稳定性试验, 一般情况下, 效期为 1 年时选择不超过 1 个月的产品进行试验, 效期为半年时选择不超过半个月的产品进行试验, 以此类推。但如超过规定时间, 产品符合要求时也可以接受。

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 3.8a)、3.8b) 方法的组合, 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。

4 试验方法

4.1 外观

在自然光下以正常视力或矫正视力目视检查, 结果应符合 3.1 的要求。

4.2 装量

采用通用量具进行测量, 应符合 3.2 的要求。

4.3 试剂空白

4.3.1 试剂空白吸光度

用试剂盒测试空白样品,记录试剂盒参数规定的读数点主波长下的吸光度值(A),应符合 3.3.1 的要求。

4.3.2 试剂空白吸光率变化

用试剂盒测试空白样品,在测试主波长下,记录测试启动时的吸光度值(A₁)和约 5 min 后的吸光度值(A₂),计算吸光度变化值($\frac{|A_2-A_1|}{t}$),即为试剂空白吸光度变化率,应符合 3.3.2 的要求。

注:空白样品可以是纯水样本、生理盐水和零校准液等。

4.4 分析灵敏度

用试剂盒测试腺苷脱氨酶已知浓度在(25±5)U/L 的样品,记录在试剂盒参数规定的读数点下的吸光度变化值,换算成 25 U/L 浓度样本的吸光度变化率,应符合 3.4 的要求。

4.5 线性

4.5.1 用接近线性区间下限的低浓度样本稀释接近线性区间上限的高浓度样品,混合成至少 5 个稀释浓度(x_i)。用试剂盒分别测试以上样品,每个稀释浓度测试 3 次,分别求出每个稀释浓度检测结果的均值(y_i)。以稀释浓度(x_i)为自变量,以检测结果均值(y_i)为因变量,求出线性回归方程。计算线性回归的相关系数(r),应符合 3.5a)的要求。

4.5.2 用 4.5.1 方法中的稀释浓度将稀释浓度(x_i)代入线性回归方程,计算检测均值(y_i)与相应估计值的相对偏差或绝对偏差,应符合 3.5b)的要求。

4.6 精密度

4.6.1 重复性

在重复性条件下,用试剂盒测试浓度为(20±5)U/L 和(50±15)U/L 的样品,各重复测试 10 次,计算测定值的平均值(\bar{x})和标准差(s),根据式(1)计算变异系数(CV),应符合 3.6.1 的要求。

$$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:
CV —— 变异系数;
s —— 标准差;
 \bar{x} —— 测定值的平均值,单位为酶单位每升(U/L)。

4.6.2 批间差

分别用 3 个不同批号的试剂盒测试浓度为(20±5)U/L 的样本,每个批号测试 3 次。分别计算每批 3 次检测的均值 \bar{x}_i (i=1,2,3),按式(2)、式(3)计算相对极差(R),应符合 3.6.2 的要求。

$$\bar{x}_T = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 + \bar{x}_3}{3} \dots\dots\dots (2)$$

$$R = \frac{\bar{x}_{\max} - \bar{x}_{\min}}{\bar{x}_T} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

\bar{x}_{\max} —— \bar{x}_i 中的最大值，单位为酶单位每升(U/L)；

\bar{x}_{\min} —— \bar{x}_i 中的最小值，单位为酶单位每升(U/L)；

\bar{x}_T —— 3 批试剂检测的均值，单位为酶单位每升(U/L)。

4.7 准确度

4.7.1 总则

可采用相对偏差、回收试验或比对试验 3 种方法之一测试试剂盒的准确度，应符合 3.7 的要求。优先采用相对偏差的方法。

4.7.2 相对偏差

用可用于评价常规方法的有证参考物质(CRM)或其他公认参考物质对试剂盒进行 3 次重复测试，测试结果记为(X_i)，按式(4)分别计算相对偏差(B)，如果 3 次结果都符合 3.7a)的要求，即判为合格。如果大于或等于 2 次的结果不符合，即判定为不合格。如果有 1 次结果不符合要求，则应重新连续测试 20 次，并分别按照式(4)计算相对偏差，如果大于或等于 19 次测试的结果符合 3.7a)的要求，则准确度符合 3.7a)的要求。

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

式中：

B —— 相对偏差；

X_i —— 测试结果，单位为酶单位每升(U/L)；

T —— 参考物质标定浓度，单位为酶单位每升(U/L)。

4.7.3 回收试验

在人源样品中加入一定体积标准溶液(标准溶液与人源样本体积比应不超过 1 : 9，加入标准溶液后样品浓度应在试剂盒检测线性区间内)，每个浓度重复测试 3 次，按式(5)计算回收率，回收率应符合 3.7b)的要求。

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

式中：

R_e —— 回收率，%；

c —— 人源样品加入标准溶液后的检测浓度，单位为酶单位每升(U/L)；

V_0 —— 人源样品的体积，单位为升(L)；

V —— 加入标准溶液的体积，单位为升(L)；

c_0 —— 人源样品的检测浓度，单位为酶单位每升(U/L)；

c_s —— 标准溶液的浓度，单位为酶单位每升(U/L)。

4.7.4 比对试验

用不少于 40 个在检测浓度范围内不同浓度的人源样品，以制造商指定的具有溯源性的分析系统作为比对方法进行比对试验。每份样品按待测试剂盒及选定分析系统的要求分别进行检测，用线性回归方法对两组结果进行线性拟合，得到两组结果的相关系数(r)及计算每个浓度点的绝对偏差或相对偏差，结果应符合 3.7c)的要求。

4.8 稳定性

4.8.1 效期稳定性

取到效期后的产品,按照 4.3、4.4、4.5、4.6.1、4.7 的方法进行检测,应符合 3.8a)的要求。

4.8.2 热稳定性试验

取有效期内产品,根据制造商声称的热稳定性条件,按照 4.3、4.4、4.5、4.6.1、4.7 的方法进行检测,应符合 3.8b)的要求。

5 标签和使用说明书

应符合 GB/T 29791.2 的要求。

6 包装、运输和贮存

6.1 包装

包装应符合以下要求:

- a) 试剂盒的包装应能保证免受自然和机械性损坏;
- b) 如适用,包装盒内应附有使用说明书及产品检验合格证。

6.2 运输

按照合同规定的条件进行运输。

6.3 贮存

按照规定的条件进行贮存。

参 考 文 献

- [1] GB/T 191—2008 包装储运图示标志.
 - [2] 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.
 - [3] GB/T 26124—2011 临床化学体外诊断试剂(盒).
 - [4] 尚红.全国临床检验操作规程.第4版[M].北京:人民卫生出版社.
 - [5] CLSI EP05-A3 Valuation of precision of quantitative measurement procedures,3rd Edition.
 - [6] CLSI EP06-A Evaluation of the linearity of quantitative measurement procedures;A statistical approach;Approved guideline.
 - [7] CLSI EP09c Measurement procedure comparison and bias estimation using patient samples;3rd Edition.
-