



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1580—2018

肌酸激酶 MB 同工酶测定试剂盒 (免疫抑制法)

Creatine kinase MB isoenzyme(CK-MB) testing kit
(immunesuppression)

2018-02-24 发布

2019-03-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布

仅供内部学习使用

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。

本标准起草单位:北京市医疗器械检验所、中生北控生物科技股份有限公司、希森美康生物科技(无锡)有限公司、山东博科生物产业有限公司、郑州安图生物工程股份有限公司。

本标准主要起草人:杨宗兵、王蕴峰、张洁、谭柏清、张利红。

肌酸激酶 MB 同工酶测定试剂盒 (免疫抑制法)

1 范围

本标准规定了肌酸激酶 MB 同工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。

本标准适用于肌酸激酶 MB 同工酶测定试剂盒(免疫抑制法)(以下简称试剂盒),包括手工和半自动、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

试剂盒各组分应齐全、完整,液体无渗漏。

3.2 装量

应不少于标示值。

3.3 试剂空白

3.3.1 试剂空白吸光度

用空白样本加入试剂测试时,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 0.5。

3.3.2 试剂空白吸光度变化率

用空白样本加入试剂测试时,试剂空白吸光度变化率($\Delta A/\text{min}$)应不大于 0.002。

3.4 分析灵敏度

测定 100 U/L 样本时,吸光度变化率($\Delta A/\text{min}$)应不小于 0.008。

3.5 线性

试剂盒线性区间应覆盖[10,200]U/L,在该区间内应符合:

- a) 线性相关系数(r)应不小于 0.990;
- b) [10,50]U/L 区间内,线性偏差应不超过 ± 2.5 U/L;(50,200]U/L 区间内,线性偏差应不超过 $\pm 5\%$ 。

3.6 精密度

3.6.1 重复性

重复测试(25±5)U/L 的样本,所得结果的变异系数(CV)应不大于 6%。

3.6.2 批间差

测试(25±5)U/L 的样本,所得结果的批间相对极差(R)应不大于 15%。

3.7 准确度

可选用以下方法之一进行验证(如适用,优先采用相对偏差的方法):

- a) 相对偏差:应在±10%范围内;
- b) 比对试验:以制造商指定的具有溯源性的分析系统作比对,在区间[10,200]U/L,相关系数(r)不小于 0.990,斜率应在[0.9,1.1]内;样本浓度在[10,50]U/L 区间内,偏差应不超过±2.5 U/L;样本浓度在(50,200]U/L 区间内,相对偏差应不超过±5%。

3.8 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:生产企业应规定产品的有效期。取到效期后一定时间内的产品检测试剂空白吸光度、分析灵敏度、线性、重复性、准确度应符合 3.3、3.4、3.5、3.6.1、3.7 的要求。
- b) 热稳定性试验:检测试剂空白、分析灵敏度、线性、重复性、准确度应符合 3.3、3.4、3.5、3.6.1、3.7 的要求。

注 1: 热稳定性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 2: 一般地,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。但如果超过规定时间,产品符合要求时也可以接受。

注 3: 根据产品特性可选择 3.8a), 3.8b) 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。

4 试验方法

4.1 仪器基本要求

分光光度计或生化分析仪,波长范围应满足试剂使用需要。生化分析仪应带恒温装置(温度值在设定值的±0.3 °C 内,波动度不大于±0.2 °C),吸光度测量分辨力在 0.001 以上。

4.2 外观

在自然光下以正常视力或矫正视力目视检查,应符合 3.1 的要求。

4.3 装量

用通用量具测量,应符合 3.2 的要求。

4.4 试剂空白

4.4.1 试剂空白吸光度

用试剂盒测试空白样本,记录试剂盒参数规定读数点主波长下的吸光度值(A),应符合 3.3.1 的

要求。

4.4.2 试剂空白吸光度变化率

用试剂盒测试空白样本,记录试剂盒参数规定读数点的吸光度值(A),计算吸光度变化率($\Delta A/\text{min}$),应符合 3.3.2 的要求。

注:空白样本可以是纯水样本、生理盐水、零校准液等。

4.5 分析灵敏度

用试剂盒测试肌酸激酶 MB 同工酶已知浓度在 (100 ± 10) U/L 的样品,记录在试剂盒参数规定读数点下的吸光度值(A),换算为 100 U/L 样品的吸光度变化率($\Delta A/\text{min}$),应符合 3.4 的要求。

4.6 线性

4.6.1 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本,混合成至少 5 个稀释浓度(x_i)。用试剂盒分别测试以上样本,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(最小二乘法-LSD 拟合)。计算线性回归的相关系数(r),应符合 3.5a)的要求。

4.6.2 用 4.6.1 方法中稀释浓度(x_i)代入线性回归方程,计算 y_i 测试均值与相应估计值的相对偏差或绝对偏差,应符合 3.5b)的要求。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下,用试剂盒测试浓度在 (25 ± 5) U/L 范围内的人血清或控制物质,重复测试 10 次,计算测量值的平均值(\bar{x})和标准差(s)。按式(1)计算变异系数(CV),应符合 3.6.1 的要求。

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

式中:

CV —— 变异系数;

s —— 标准差;

\bar{x} —— 测量值的平均值。

4.7.2 批间差

分别用 3 个不同批号的试剂盒测试浓度在 (25 ± 5) U/L 范围内的人血清或控制物质,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。

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

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

式中:

\bar{x}_{\max} —— \bar{x}_i 中的最大值;

\bar{x}_{\min} —— \bar{x}_i 中的最小值。

4.8 准确度

4.8.1 相对偏差

试剂盒测试可用于评价常规方法的有证参考物质(CRM)或其他公认的参考物质 3 次,测试结果记为(X_i),按式(4)分别计算相对偏差 B_i ,如果 3 次结果都符合 3.7a)要求,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:

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

式中:

- B_i —— 相对偏差;
- X_i —— 测量浓度;
- T —— 参考物质标定浓度。

4.8.2 比对试验

用不少于 40 个覆盖区间[10,200]U/L 的不同浓度的人源样品,以生产企业指定具有溯源性的分析系统进行比对试验。每份样本按待测试剂盒及选定分析系统的要求分别进行检测,每个样本测定 1 遍,用线性回归方法对两组结果分别进行线性拟合,得到线性回归方程的相关系数(r)和斜率,计算各个样本的待测试剂盒测定值与对照系统测定值的绝对偏差或相对偏差,应符合 3.7b)的要求。

4.9 稳定性

4.9.1 效期稳定性

取到效期后的样品按照 4.4、4.5、4.6、4.7.1、4.8 方法进行检测,应符合 3.8a)的要求。

4.9.2 热稳定性试验

取有效期内样品根据生产企业声称的热稳定性条件,按照 4.4、4.5、4.6、4.7.1、4.8 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 的规定。

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] YY/T 0316—2008 医疗器械 风险管理对医疗器械的应用
 - [5] YY/T 0466.1—2009 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
 - [6] CLSI EP05-A2 Evaluation of Precision Performance of Quantitative Measurement Methods; Approved Guideline—Second Edition.
 - [7] CLSI EP06-A Evaluation of the Linearity of Quantitative Measurement Procedures; A Statistical Approach; Approved Guideline.
 - [8] CLSI EP09-A3 Measurement Procedure Comparison and Bias Estimation Using Patient Samples; Approved Guideline—Third Edition.
-