

*****生物科技有限公司

	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903	
1	0.115	0.109	0.117	0.334	0.322	0.353	
2	0.109	0.111	0.113	0.334	0.323	0.350	
3	0.116	0.107	0.115	0.335	0.319	0.350	
4	0.110	0.109	0.116	0.339	0.321	0.349	
5	0.113	0.106	0.112	0.334	0.326	0.351	
6	0.112	0.104	0.116	0.334	0.324	0.347	
7	0.114	0.110	0.116	0.342	0.321	0.347	
8	0.111	0.108	0.114	0.340	0.319	0.347	
9	0.111	0.106	0.120	0.342	0.325	0.354	
10	0.112	0.101	0.112	0.340	0.323	0.352	
平均值	0.112	0.107	0.115	0.337	0.322	0.350	
标准差	0.002	0.003	0.002	0.003	0.002	0.002	
CV 批内	1.88%	2.60%	2.07%	1.02%	0.76%	0.70%	
CV 批间	3.70%			3.51%			
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)			
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903	
1	100.66	99.83	99.84	298.82	303.72	305.95	
2	95.92	101.78	96.07	298.96	304.48	303.59	
3	101.52	98.35	98.31	300.09	300.48	303.33	
4	96.10	100.16	98.79	303.12	302.24	302.89	
5	99.58	97.35	95.51	298.73	307.15	304.38	
6	98.58	95.77	98.44	298.78	305.20	301.14	
7	99.98	101.16	98.35	305.92	302.24	300.92	
8	97.18	99.06	96.73	304.66	300.33	301.40	
9	97.36	97.54	102.20	305.79	306.48	307.09	
10	98.58	92.91	95.68	304.34	304.48	305.78	
平均值	98.55	98.39	97.99	301.92	303.68	303.65	
标准差	1.905	2.656	2.082	3.117	2.336	2.153	
CV 批内	1.93%	2.70%	2.12%	1.03%	0.77%	0.71%	
CV 批间	2.21%			0.86%			

阶段: 加速 6 天		日期: 2017.05.14	
检测项目	外观		
	判定标准	结果判定	
批号: 20170901	试剂盒各组分应齐全、完整、液体无渗漏	合格■ 不合格□	
	样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明, 无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体	合格■ 不合格□	
批号: 20170902	试剂盒各组分应齐全、完整、液体无渗漏	合格■ 不合格□	
	样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明, 无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体	合格■ 不合格□	
批号: 20170903	试剂盒各组分应齐全、完整、液体无渗漏	合格■ 不合格□	
	样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明, 无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体	合格■ 不合格□	
检测项目	净含量: 样本稀释液体 (100ml/瓶)		
	批号: 20170901	批号: 20170902	批号: 20170903
次数 1 结果 (mL)	99.7	100.8	100.8
次数 2 结果 (mL)	99.4	100.3	100.0
次数 3 结果 (mL)	99.3	99.7	100.9
结果判定	相对偏差不大于标识量的±5%		
	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□
检测项目	净含量: 碘标准溶液 (5ml/瓶)		
	批号: 20170901	批号: 20170902	批号: 20170903
次数 1 结果 (mL)	5.0	5.0	5.1
次数 2 结果 (mL)	5.1	5.0	5.0
次数 3 结果 (mL)	5.1	5.1	5.0
结果判定	相对偏差不大于标识量的±10%		
	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□
检测项目	净含量: 显色液 (7ml/瓶)		
	批号: 20170901	批号: 20170902	批号: 20170903
次数 1 结果 (mL)	7.0	7.0	7.0
次数 2 结果 (mL)	7.0	6.9	7.1
次数 3 结果 (mL)	7.0	7.1	6.9
结果判定	相对偏差不大于标识量的±10%		
	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□
检测项目	净含量: 复合氧化剂 (5ml/瓶)		
	批号: 20170901	批号: 20170902	批号: 20170903
次数 1 结果 (mL)	5.0	5.1	5.1
次数 2 结果 (mL)	5.1	5.1	5.0

次数 3 结果 (mL)	5.0		5.0		5.0	
结果判定	相对偏差不大于标识量的±10%					
	合 格 ■ 不合格 □		合 格 ■ 不合格 □		合 格 ■ 不合格 □	
检测项目	净含量: 吸附剂					
	批号: 20170901		批号: 20170902		批号: 20170903	
次数 1 结果 (g)	0.190		0.181		0.185	
次数 2 结果 (g)	0.188		0.204		0.211	
次数 3 结果 (g)	0.206		0.209		0.212	
结果判定	相对偏差不大于标识量的±10%					
	合 格 ■ 不合格 □		合 格 ■ 不合格 □		合 格 ■ 不合格 □	
检测项目	准确度					
	批号: 20170901		批号: 20170902		批号: 20170903	
	分析样本 1	分析样本 2	分析样本 1	分析样本 2	分析样本 1	分析样本 2
基础样本浓度	52.67		52.67		52.67	
加入浓度	47.62	238.10	47.62	238.10	47.62	238.10
测定浓度	98.59	290.29	99.29	298.74	101.52	290.17
回收浓度 1	45.93	237.62	46.62	246.08	48.86	237.50
回收浓度 2	48.14	228.70	47.93	228.58	47.95	247.86
平均回收浓度	47.04	233.16	47.27	237.33	48.41	242.68
回收率	98.78%	97.93%	99.28%	99.68%	101.65%	101.93%
回收率与平均回收率差值	0.42%	-0.42%	-0.20%	0.20%	-0.14%	0.14%
比例系统误差	1.65%		0.52%		1.79%	
结果判定	两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%。					
	合 格 ■ 不合格 □		合 格 ■ 不合格 □		合 格 ■ 不合格 □	

开封稳定性研究资料

尿碘测定试剂盒
(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)

目 录

一、研究方法的确定依据.....	1
二、试验用仪器及材料.....	1
2.1 试验用试剂.....	1
2.2 样本.....	1
2.3 试验用仪器.....	2
三、试验方法.....	2
四、试验各项检测指标及其检定标准.....	3
4.1 试剂盒外观检查.....	错误！未定义书签。
4.2 试剂盒性能指标.....	错误！未定义书签。
4.2.1 净含量.....	错误！未定义书签。
4.2.2 准确度.....	错误！未定义书签。
4.2.3 试剂空白.....	错误！未定义书签。
4.2.4 线性范围.....	错误！未定义书签。
4.2.5 精密度.....	错误！未定义书签。
	26
五、稳定性试验结果.....	3
六、试验结论.....	5
七、参考文献.....	5
附件：	0
稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（一）（0h）	0
稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（二）（12h）	错误！未定义书签。
稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（三）（24h）	错误！未定义书签。
稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（四）（36h）	错误！未定义书签。
稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（五）（48h）	33
稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（五）（60h）	40
稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（五）（72h）	47

概 述

稳定性是体外诊断试剂必须具有的基本属性、是确保产品在使用过程中安全有效的重要指标。稳定性研究是根据产品的理化性质，设计合理的稳定性研究试验项目，以考察不同条件下产品的主要质量指标随时间的变化情况，为产品的保存条件和有效期的确定提供依据。我公司参考《ICH 药物稳定性研究指导原则》、《体外诊断试剂分析性能指导原则》、张丽的《关于体外诊断试剂的稳定性研究》以及张妍和王治国的《体外诊断试剂的稳定性测试》的指导方法，设计了尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）的稳定性试验，以考察该产品的稳定性。

一、研究方法的确定依据

开封稳定性是指试剂打开最小单元的密封包装后，在普通操作环境中的有效期限。旨在考察用户打开产品包装后产品可维持正常性能的情况。

*****生物科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）为湿度敏感的产品，一般要求密封干燥保存，开封后立即使用。因此，本研究设计在开封后进行开封后稳定性研究。

周期设置：设置 72h 的监测时间。

检测间隔：检测时间间隔为 0h、12h、24h、36h、48h、60h、72h。

质量指标：不低于产品设计要求，包含试剂盒外观、净含量、试剂空白、准确度、线性范围、精密度。

二、试验用仪器及材料

2.1 试验用试剂

试剂名称：尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

生产厂家：*****生物科技有限公司

批号：20170901、20170902、20170903

规格：20 人份/盒

2.2 样本

2.2.1 样本配置

- 1) 将冻干人尿碘成分分析标准物质 GBW(E) 090016 (121±14) $\mu\text{g/L}$, GBW(E) 090017 (201±11) $\mu\text{g/L}$ 用纯化水复溶。
- 2) 将试剂盒 300 $\mu\text{g/L}$ 的碘标准溶液用纯化水按表 1 的比例混合配制成不同浓度的样本, 然后用 GBW(E) 090016 (121±14) $\mu\text{g/L}$, GBW(E) 090017 (201±11) $\mu\text{g/L}$ 对参考测量程序青岛三凯医学科技有限公司的尿碘测定试剂盒 (过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法) (表 2) 进行校准, 校准后, 用参考测量程序对配制好的工作校准品赋值。

表 1 工作校准品的配置

工作校准品编号	校准品配置浓度 ($\mu\text{g/L}$)	赋值结果
CAL-1	0	0.40
CAL-2	50	49.85
CAL-3	100	101.25
CAL-4	150	148.92
CAL-5	200	202.25
CAL-6	300	299.80

表 2 鉴定试剂盒信息

产品名称	生产企业	医疗器械注册证编号
尿碘测定试剂盒 (过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)	青岛市三凯医学科技有限公司	鲁械注准 20162400155

2.3 试验用仪器

丽拓生物科技有限公司的 LTS-ND180 全自动尿碘分析仪。

三、试验方法

3.1 取以上 3 个批号的产品各 21 盒, 室温下 (取温度极大值 26±2°C 进行研究) 撕开检测卡的包装, 配套的瓶装试剂使用时打开瓶盖, 使用后拧紧瓶盖, 于 0h、12h、24h、36h、48h、60h、72h 后进行检测。检测项目为试剂盒外观、净含量、试剂空白、准确度、线性范围、精密度 (批内、批间精密度)。

3.2 严格按照产品说明书的方法进行试验, 读取并记录试验结果。

四、试验各项检测指标及其检定标准

4.1 试剂盒外观检查

在自然光下以矫正视力目视检查，试剂盒各组分应齐全、完整、液体无渗漏。样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。

4.2 试剂盒性能指标

4.2.1 净含量

随机抽取 3 瓶样本稀释液，用经过校准之后的通用量具分别对其进行测量，相对偏差应不大于标识量的±5%。

随机抽取碘标准溶液、显色液、复合氧化剂各 3 瓶，用经过校准之后的通用量具分别对其进行测量，相对偏差应不大于标识量的±10%。

随机抽取 3 个尿液纯化装置，将每个尿液纯化装置在精度为千分之一的天平上进行称重，然后将内容物倒出后洗净烘干，在天平上进行称重，计算每个尿液纯化装置中特异性吸附剂的净含量，相对偏差应不大于标识量的±10%。

4.2.2 试剂空白

以样本稀释液作为样本测试反应吸光值，重复测定 20 次，得出结果计算其平均吸光值(M)和标准差 (SD)，以空白均值加两倍标准差 (M+2SD)，应小于 0.01。

4.2.3 线性范围

分别以浓度为 0 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、150 μg/L、200 μg/L、250 μg/L、300 μg/L (x_i) 的碘溶液作为样本测试反应吸光值。每个浓度碘溶液测试 2 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。按下述公式计算线性回归的相关系数 (r)；将稀释浓度 (x_i) 代入求出线性回归方程。在 0 μg/L～300 μg/L 范围内，回归系数 r 应≥0.990。

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

4.2.4 准确度

4.2.4.1 样本制备

- (1) 取尿液样本，分为 3 份，每份 1ml。
- (2) 在其中 2 份尿液样本中分别加入 50 μ l 浓度为 1 μ g/ml、5 μ g/ml 的碘标准溶液，制成 2 个不同加入浓度的待回收分析样本。
- (3) 在最后一份尿液样本中加入 50 μ l 纯化水，制成基础样本。
- (4) 按照公式 (1) 计算加入浓度。

$$\text{加入浓度 } n = \text{标准液浓度 } n \times [\text{标准液加入体积} / (\text{样本体积} + \text{标准液体积})] \dots (1)$$

- (5) 将待回收分析样本和基础样本按 3.3.2 方法进行测试并计算结果，每个样本重复测定 2 次，测定结果计算均值，取其均值按公式 (2) ~ (5) 计算，计算结果应符合 2.3 的要求。

4.2.4.2 测试方法

4.2.4.2.1 样本处理

在尿液纯化装置中加入 2ml 稀释液，取 0.5ml 尿液样本加入尿液纯化装置，摇匀后过滤，收集滤液，备用。

4.2.4.2.2 样本检测

- (1) 定标：在比色杯中分别加入 200 μ l 碘标准溶液 (300 μ g/L) 和 800 μ l 样本稀释液，混匀后放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计，调零。加入 90 μ l 显色液，混匀，再加入 30 μ l 复合氧化剂，开始计时并混匀，准确反应 60s，读取 300 μ g/L 碘标准溶液的吸光度值 Y_1 。将碘标准溶液 (300 μ g/L) 用纯化水稀释至 150 μ g/L 重复上述步骤，得出吸光度值 Y_2 ，过 (150, Y_2) (300, Y_1) 两点拟合获得标准曲线。

- (2) 样本的碘元素含量根据测定吸光度值代入标准曲线换算成相应的浓度。
- (3) 样本测试：取 1ml 滤液，放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计，调零；加入 90 μ l 显色液，混匀，再加入 30 μ l 复合氧化剂，开始计时并混匀，准确反应 60s，读取吸光度值。
- (4) 将样本测试的吸光度值代入标准曲线中计算尿碘浓度。

$$\text{回收率 } n = \frac{\text{测定待回收分析样本浓度均值}_n - \text{测定基础样本浓度均值}}{\text{加入浓度}_n} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

$$\text{平均回收率} = \frac{(\text{回收率}_1 + \text{回收率}_2 + \dots + \text{回收率}_n)}{n} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{每个样本回收率与平均回收率的差值} = \text{回收率}_n - \text{平均回收率} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{比例系统误差} = |100\% - \text{平均回收率}| \quad \dots\dots\dots (5)$$

4.2.5 精密度

同批试剂盒对两个不同浓度的碘溶液进行检测，变异系数 CV 应≤15%。连续三批试剂盒分别对两个不同浓度的碘溶液进行检测，变异系数 CV 应≤15%。

五、稳定性试验结果

具体结果见附件原始记录表（一）～（七）。

六、试验结论

在本研究中，将*****生物科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）进行开封检测，对开封 0h、12h、24h、36h、48h、60h、72h 后的试剂进行检测，结果表明放置 72h 后试剂的各项指标均符合设计要求。

结合临床实际使用，试剂开封后应在 72h 内进行检测。

七、参考文献

- [1] 张丽. 关于体外诊断试剂的稳定性研究[J]. 中国新药杂志. 2006(12): 1899-1900.
- [2] 张妍, 王治国. 体外诊断试剂的稳定性测试[J]. 现代检验医学杂志. 2012(2): 161-162.
- [3] 朱飞, 陈群. 温度对检测肺炎支原体抗体的影响[J]. 湖北中医药大学学报, 2011(05): 69-70.
- [4] 张金, 谢小梅等. 破伤风抗毒素在不同温度条件下的抗体效价稳定性[J]. 兰州大学学报(医学版), 2008(01): 38-40.

附件：

稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（一）（0h）

1. 外观和性状						
批号	要求					检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	100.2	100.5	100.3	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	7.0	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2097	0.2072	0.2027	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	100.5	99.2	100.9	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.0	7.1	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求

	复合氧化剂	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2092	0.2064	0.2086	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求
20170903	样本稀释液	100.6	100.7	100.7	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内 (即±5ml)	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	显色液	6.9	7.2	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2061	0.2042	0.2053	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求

3. 准确度 (两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于 5%。)

批号	样本	测定浓度 μ g/L		加入浓度 μ g/L	回收浓度 μ g/L		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	55.67	57.84	\	\	\	\	\	\	\
	待回收 分析样本 1	103.39	101.32	47.62	47.72	45.65	98.04%	101.03%	-3.00%	1.03%
	待回收分析样本 2	303.30	303.42	238.10	247.63	247.75	104.03%		3.00%	
20170902	基础样本	60.00	59.51	\	\	\	\	\	\	\
	待回收 分析样本 1	106.05	108.51	47.62	46.05	48.51	99.29%	98.61%	0.68%	1.39%
	待回收 分析样本 2	293.46	292.87	238.10	233.46	232.87	97.93%		-0.68%	
20170903	基础样本	51.85	51.97	\	\	\	\	\	\	\
	待回收 分析样本 1	97.14	99.12	47.62	45.29	47.27	97.19%	97.23%	-0.05%	2.77%
	待回收 分析样本 2	280.79	286.15	238.10	228.94	234.30	97.28%		0.05%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

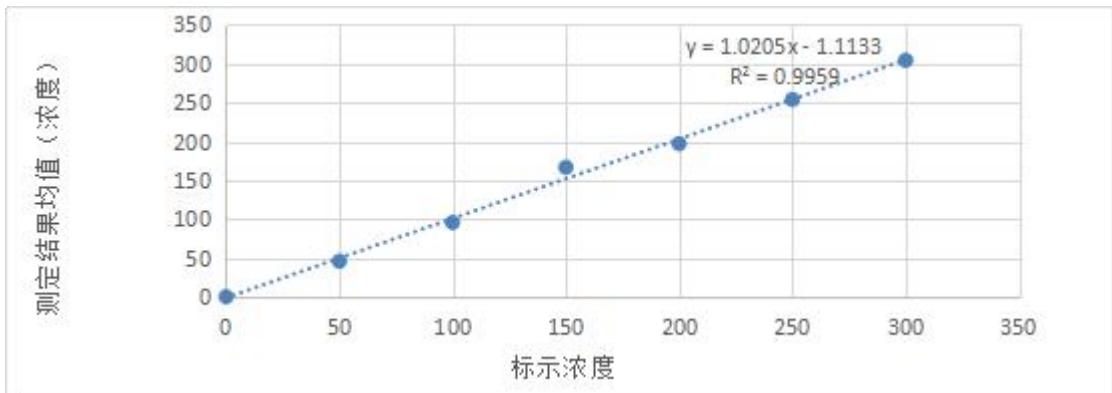
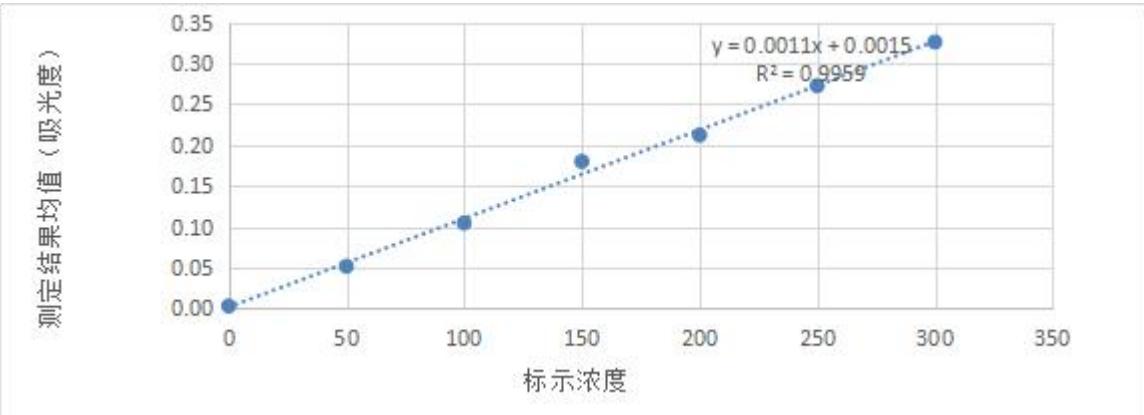
20170901	按吸光度									
	0.003	0.003	0.002	0.004	0.004	0.003	0.003	0.004	0.003	0.002
	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003	0.004	0.004	0.002	0.003	0.002
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.282	0.282	0.000	1.222	1.222	0.282	0.282	1.222	0.282	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.282	0.282	1.222	1.222	0.000	0.282	0.000
	平均值	0.4184			标准差	0.4924			M+2*s	1.4031
	按吸光度									
	0.003	0.004	0.003	0.004	0.004	0.004	0.003	0.003	0.004	0.003

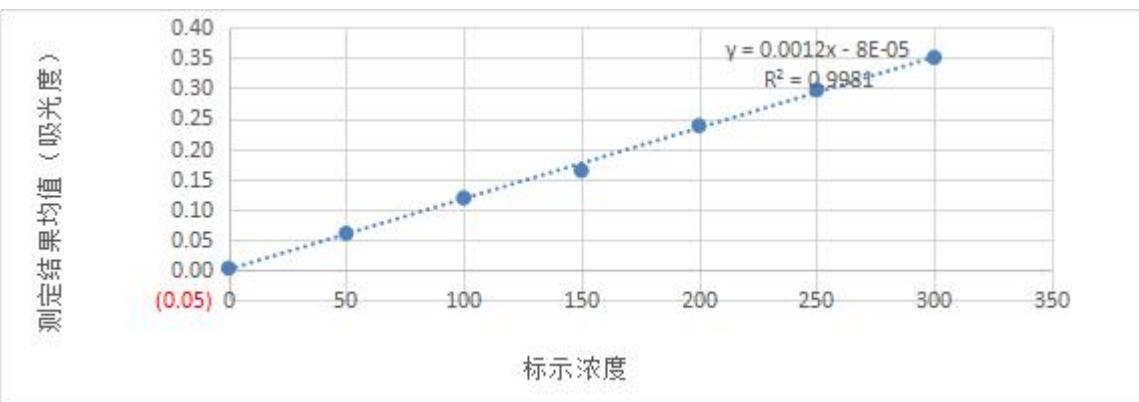
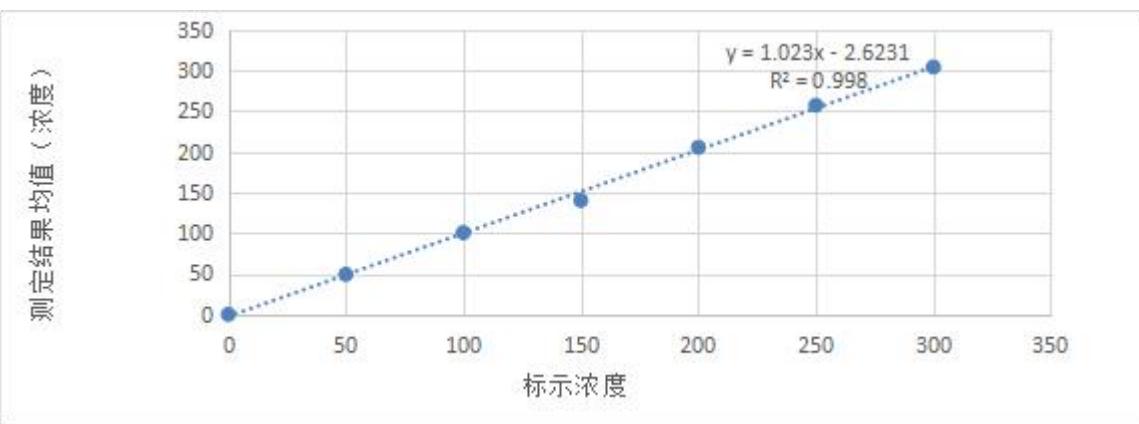
20170902	按吸光度									
	0.003	0.004	0.003	0.004	0.004	0.004	0.003	0.003	0.004	0.003
	0.003	0.004	0.002	0.002	0.003	0.002	0.004	0.003	0.002	0.002
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0047
	按浓度									
	0.000	0.263	0.000	0.263	0.263	0.263	0.000	0.000	0.263	0.000
	0.000	0.263	0.000	0.000	0.000	0.000	0.263	0.000	0.000	0.000
	平均值	0.0920			标准差	0.1286			M+2*s	0.3492
	按吸光度									
	0.003	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003	0.004	0.003

20170903	按吸光度									
	0.003	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003	0.004	0.003
	0.004	0.002	0.004	0.004	0.002	0.002	0.002	0.002	0.004	0.003
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.775	0.000
	0.775	0.000	0.775	0.775	0.000	0.000	0.000	0.000	0.775	0.000
	平均值	0.1938			标准差	0.3445			M+2*s	0.8828
	按吸光度									
	0.003	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003	0.004	0.003

5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应≥0.990)

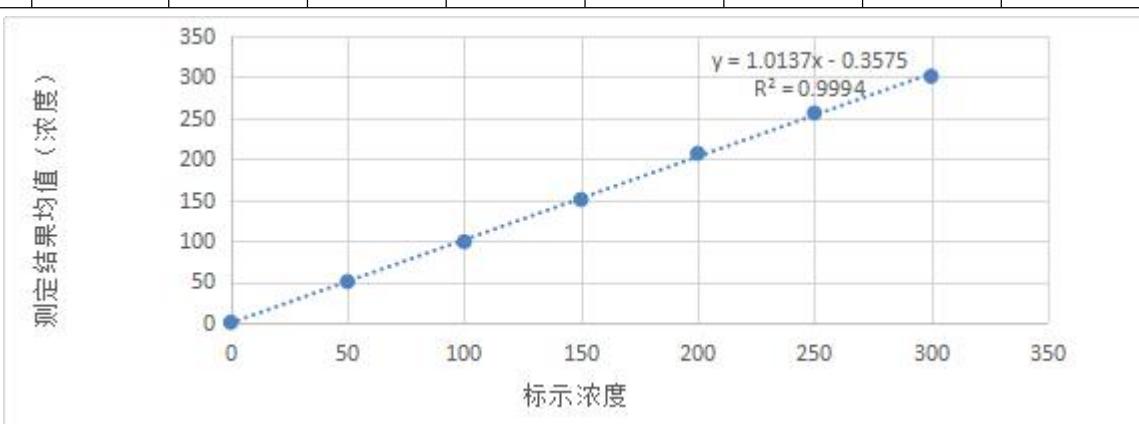
20170901	相关系数 r=		0.9980							
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差
	0.003	0.003	0.003	0.282	0.282	0.28	0	μg/L	0.28	/
	0.050	0.053	0.052	44.844	47.101	45.97	50	μg/L	-4.03	-8.1%
	0.104	0.105	0.105	95.424	96.082	95.75	100	μg/L	-4.25	-4.2%
	0.179	0.181	0.180	165.321	168.106	166.71	150	μg/L	16.71	11.1%
	0.213	0.211	0.212	197.759	196.161	196.96	200	μg/L	-3.04	-1.5%

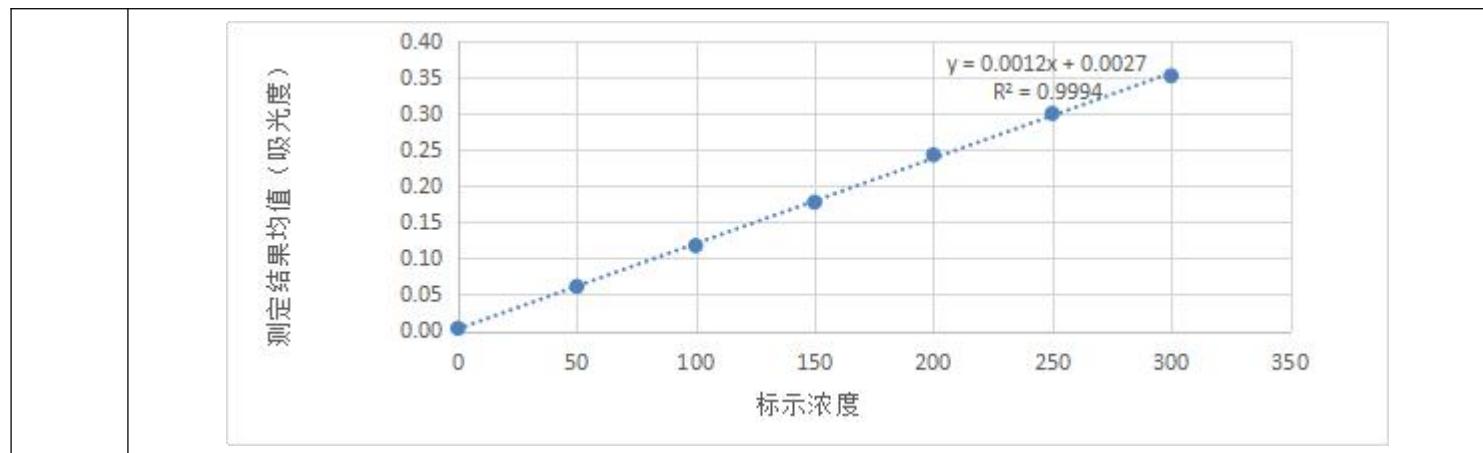
	0.272	0.273	0.273	253.557	254.051	253.80	250	μg/L	3.80	1.5%	
	0.323	0.329	0.326	301.363	307.052	304.21	300	μg/L	4.21	1.4%	
											
											
	相关系数 r=		0.9985								
20170902	0.002	0.002	0.002	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/	
	0.063	0.057	0.060	52.029	46.292	49.16	50	μg/L	-0.84	-1.7%	
	0.119	0.118	0.118	100.993	99.898	100.45	100	μg/L	0.45	0.4%	
	0.163	0.164	0.164	139.858	140.247	140.05	150	μg/L	-9.95	-6.6%	
	0.238	0.238	0.238	205.358	205.051	205.20	200	μg/L	5.20	2.6%	
	0.297	0.297	0.297	256.708	257.168	256.94	250	μg/L	6.94	2.8%	
	0.349	0.353	0.351	302.102	305.781	303.94	300	μg/L	3.94	1.3%	



相关系数 r=		0.9995								
0.003	0.004	0.004	0.000	0.775	0.39	0	$\mu\text{g/L}$	0.39	/	
0.065	0.058	0.061	53.094	47.107	50.10	50	$\mu\text{g/L}$	0.10	0.2%	
0.121	0.114	0.118	101.967	95.290	98.63	100	$\mu\text{g/L}$	-1.37	-1.4%	
0.184	0.171	0.177	155.550	144.775	150.16	150	$\mu\text{g/L}$	0.16	0.1%	
0.241	0.245	0.243	204.624	208.285	206.45	200	$\mu\text{g/L}$	6.45	3.2%	
0.298	0.302	0.300	254.164	257.136	255.65	250	$\mu\text{g/L}$	5.65	2.3%	
0.351	0.352	0.352	300.000	300.905	300.45	300	$\mu\text{g/L}$	0.45	0.2%	

20170903





6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV (100 μg/L) (吸光度)			CV (300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.110	0.114	0.117	0.328	0.350	0.357
2	0.110	0.118	0.121	0.321	0.353	0.357
3	0.112	0.120	0.118	0.328	0.347	0.351
4	0.104	0.116	0.118	0.320	0.351	0.352
5	0.105	0.115	0.119	0.328	0.353	0.351
6	0.108	0.114	0.118	0.329	0.346	0.357
7	0.103	0.121	0.119	0.322	0.348	0.358
8	0.106	0.120	0.120	0.327	0.345	0.352
9	0.108	0.112	0.118	0.326	0.350	0.350
10	0.104	0.116	0.116	0.323	0.351	0.354
平均值	0.107	0.116	0.118	0.325	0.349	0.354
标准差	0.003	0.003	0.001	0.003	0.003	0.003
CV 批内	2.73%	2.54%	1.09%	1.04%	0.81%	0.88%
CV 批间	4.92%			3.81%		
序号	CV(100μg/L)(浓度)			CV(300μg/L)(浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	101.07	96.57	97.87	305.88	303.72	304.78
2	100.69	99.72	101.15	298.87	306.04	304.87
3	102.43	101.47	99.38	305.97	300.83	299.96
4	95.61	98.23	98.95	298.78	304.12	300.26
5	96.46	97.27	100.24	306.11	305.56	299.31
6	99.33	96.66	98.65	306.86	299.43	304.65

7	94.20	102.79	99.60	300.47	301.40	305.86
8	96.88	101.78	100.50	305.27	298.91	300.86
9	98.71	94.95	99.30	304.33	303.72	298.71
10	95.57	98.19	97.66	301.46	303.85	302.67
平均值	98.09	98.76	99.33	303.40	302.76	302.19
标准差	2.751	2.587	1.111	3.174	2.473	2.678
CV 批内	2.80%	2.62%	1.12%	1.05%	0.82%	0.89%
CV 批间	2.28%		0.90%			

稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（一）（12h）

1. 外观和性状		
批号	要求	检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	99.3	100.9	99.6	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.0	7.2	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2061	0.2069	0.2071	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	99.6	100.0	100.7	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	7.1	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2072	0.2005	0.2068	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170903	样本稀释液	99.9	100.5	99.4	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.1	7.1	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求

	特异性吸附剂	0.2053	0.2004	0.2012	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内(即±0.02g)	符合要求
--	--------	--------	--------	--------	---------	----------------------------	------

3. 准确度(两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%, 比例系统误差小于5%)

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	59.75	58.29	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本1	106.40	106.11	47.62	46.65	46.36	97.66%	100.85%	-3.20%	0.85%
	待回收分析样本2	306.66	308.33	238.10	246.91	248.58	104.05%		3.20%	
20170902	基础样本	59.25	59.90	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本1	105.11	105.49	47.62	45.86	46.24	96.70%	98.90%	-2.20%	1.10%
	待回收分析样本2	297.95	302.00	238.10	238.70	242.75	101.10%		2.20%	
20170903	基础样本	55.69	51.10	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本1	102.36	104.12	47.62	46.67	48.43	99.85%	100.05%	-0.20%	0.05%
	待回收分析样本2	299.03	289.75	238.10	243.34	234.06	100.25%		0.20%	

4. 试剂空白(试剂空白吸光度≤0.01)

20170901	按吸光度									
	0.003	0.004	0.004	0.003	0.002	0.003	0.002	0.003	0.004	0.003
	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.004	0.004	0.003	0.002	0.004
	平均值 M	0.0030			标准差 s		0.0008			M+2*s
	按浓度									
	0.000	0.191	0.191	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.191	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.191	0.191	0.000	0.000	0.191
	平均值	0.0574			标准差		0.0900			M+2*s
	按吸光度									
	0.003	0.003	0.003	0.004	0.003	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002
20170902	0.004	0.003	0.003	0.003	0.002	0.002	0.004	0.004	0.003	0.004
	平均值 M	0.0030			标准差 s		0.0007			M+2*s
	按浓度									
	0.000	0.000	0.000	0.321	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.321	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.321	0.321	0.000	0.321
20170903	平均值	0.0802			标准差		0.1425			M+2*s
	按吸光度									
	0.003	0.004	0.003	0.004	0.004	0.003	0.004	0.002	0.002	0.003
	0.002	0.002	0.004	0.003	0.004	0.004	0.003	0.004	0.003	0.002
	平均值 M	0.0032			标准差 s		0.0008			M+2*s

	按浓度									
	0.000	0.611	0.000	0.611	0.611	0.000	0.611	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.611	0.000	0.611	0.611	0.000	0.611	0.000	0.000
	平均值	0.2444			标准差	0.3071			M+2*s	0.8586

5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应≥0.990)

20170901	相关系数 r=		0.9999							
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差
	0.002	0.004	0.003	0.000	0.191	0.10	0	μg/L	0.10	/
	0.057	0.052	0.055	50.782	46.330	48.56	50	μg/L	-1.44	-2.9%
	0.106	0.109	0.108	98.213	100.654	99.43	100	μg/L	-0.57	-0.6%
	0.160	0.160	0.160	149.904	149.743	149.82	150	μg/L	-0.18	-0.1%
	0.217	0.208	0.212	203.702	195.803	199.75	200	μg/L	-0.25	-0.1%
	0.271	0.263	0.267	255.776	247.997	251.89	250	μg/L	1.89	0.8%
	0.324	0.321	0.323	306.510	304.117	305.31	300	μg/L	5.31	1.8%

测定结果均值 (浓度)

y = 1.0162x - 1.7305
R² = 0.9998

标示浓度

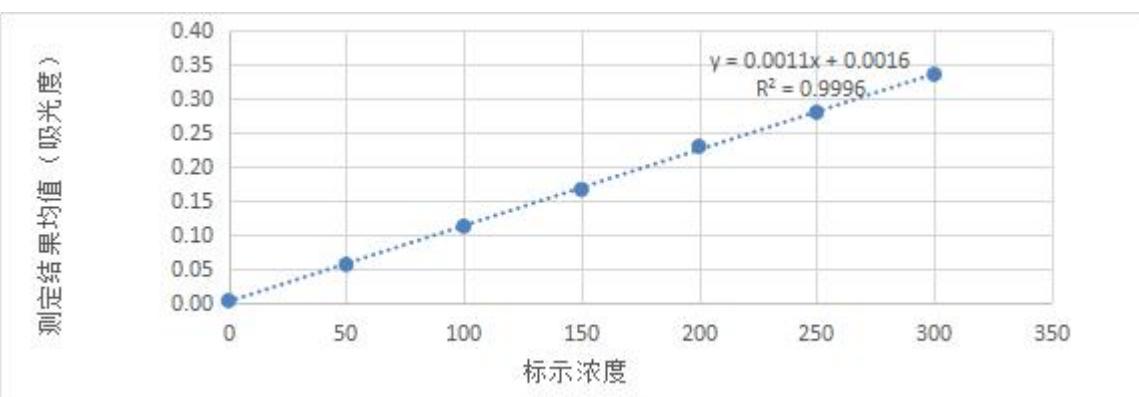
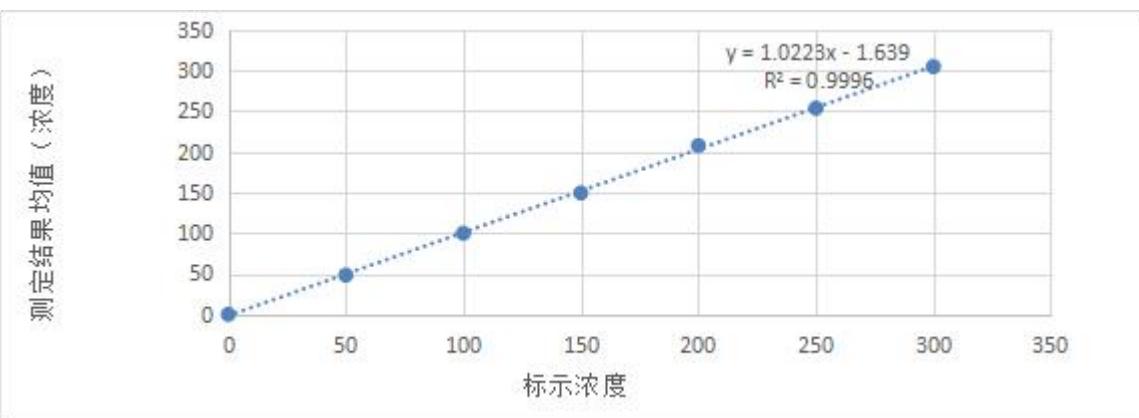
测定结果均值 (吸光度)

y = 0.0011x + 0.0016
R² = 0.9999

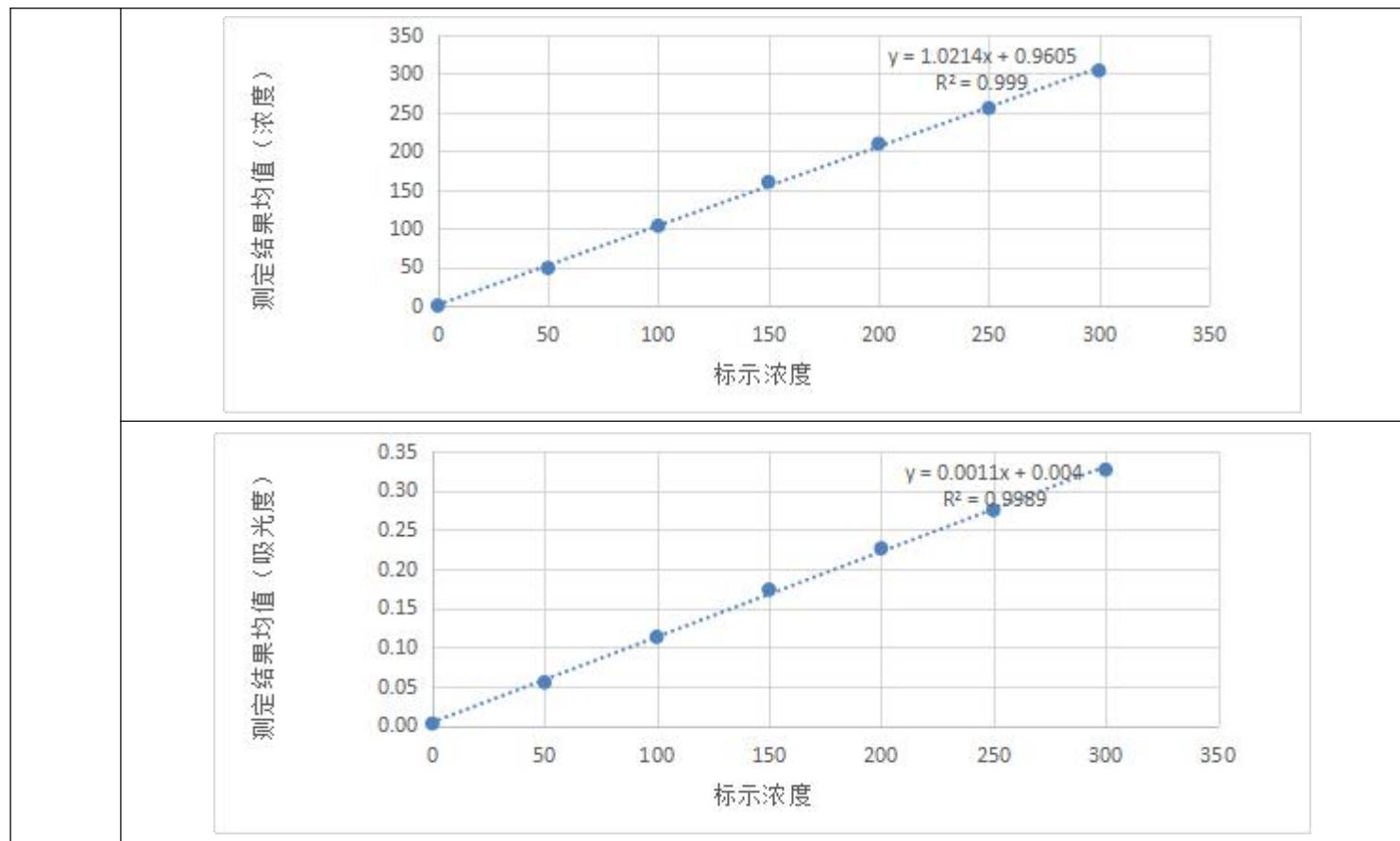
标示浓度

20170902	相关系数 r=		0.9997							
	0.003	0.003	0.003	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
	0.055	0.057	0.056	47.342	48.992	48.17	50	μg/L	-1.83	-3.7%

	0.115	0.110	0.112	102.154	97.113	99.63	100	μg/L	-0.37	-0.4%
	0.170	0.162	0.166	152.804	145.445	149.12	150	μg/L	-0.88	-0.6%
	0.229	0.231	0.230	206.370	208.249	207.31	200	μg/L	7.31	3.7%
	0.280	0.280	0.280	253.666	252.910	253.29	250	μg/L	3.29	1.3%
	0.337	0.334	0.336	305.729	303.162	304.45	300	μg/L	4.45	1.5%



20170903	相关系数 r=		0.9992							
	0.003	0.002	0.003	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
	0.053	0.057	0.055	46.451	50.682	48.57	50	μg/L	-1.43	-2.9%
	0.114	0.112	0.113	103.572	102.444	103.01	100	μg/L	3.01	3.0%
	0.172	0.174	0.173	158.900	160.492	159.70	150	μg/L	9.70	6.5%
	0.229	0.223	0.226	211.750	206.768	209.26	200	μg/L	9.26	4.6%
	0.279	0.270	0.275	259.142	250.987	255.06	250	μg/L	5.06	2.0%
	0.328	0.324	0.326	305.311	301.786	303.55	300	μg/L	3.55	1.2%



6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)			CV(300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.110	0.116	0.106	0.317	0.332	0.329
2	0.109	0.114	0.106	0.326	0.339	0.331
3	0.107	0.114	0.109	0.325	0.337	0.330
4	0.108	0.112	0.108	0.320	0.332	0.323
5	0.110	0.111	0.110	0.325	0.331	0.327
6	0.105	0.115	0.105	0.323	0.335	0.323
7	0.113	0.109	0.107	0.318	0.336	0.322
8	0.110	0.111	0.114	0.322	0.338	0.326
9	0.111	0.109	0.113	0.325	0.334	0.321
10	0.105	0.111	0.112	0.317	0.334	0.327
平均值	0.109	0.112	0.109	0.322	0.335	0.326
标准差	0.002	0.002	0.003	0.004	0.003	0.004
CV 批内	2.28%	2.21%	2.85%	1.10%	0.82%	1.07%
CV 批间	2.79%			1.94%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		

	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	101.66	103.30	96.62	299.71	301.19	306.16
2	100.99	101.24	96.38	307.99	307.10	307.76
3	98.98	101.19	99.44	307.61	305.87	307.33
4	100.03	99.27	98.07	302.68	300.64	300.66
5	101.61	98.76	99.81	307.71	299.95	304.00
6	96.73	102.15	95.96	305.89	303.76	300.71
7	104.20	96.70	97.60	301.15	304.40	299.11
8	101.95	98.40	104.23	304.74	306.65	303.24
9	102.90	96.56	102.82	307.52	302.84	298.68
10	97.35	98.44	102.21	299.76	302.66	303.95
平均值	100.64	99.60	99.31	304.48	303.51	303.16
标准差	2.376	2.277	2.920	3.386	2.507	3.293
CV 批内	2.36%	2.29%	2.94%	1.11%	0.83%	1.09%
CV 批间	2.52%			1.00%		

稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（一）（24h）

1. 外观和性状						
批号	要求					检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	100.2	99.9	99.5	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.1	6.9	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2065	0.2055	0.2047	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	101.0	100.6	99.4	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求

	显色液	7.2	7.0	7.0	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2075	0.2085	0.2047	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求
20170903	样本稀释液	99.8	100.8	99.9	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内 (即±5ml)	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	显色液	6.9	7.2	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2053	0.2039	0.2050	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求

3. 准确度 (两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%)

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	51.17	56.94	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	96.65	100.34	47.62	45.48	49.17	99.38%	100.40%	-1.02%	0.40%
	待回收分析样本 2	288.20	297.13	238.10	237.03	245.96	101.43%		1.02%	
20170902	基础样本	52.16	51.06	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	97.50	100.83	47.62	45.34	48.67	98.71%	99.84%	-1.13%	0.16%
	待回收分析样本 2	298.48	286.69	238.10	246.32	234.53	100.98%		1.13%	
20170903	基础样本	57.98	54.91	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	103.91	106.27	47.62	45.93	48.29	98.93%	99.08%	-0.15%	0.92%
	待回收分析样本 2	288.23	300.25	238.10	230.25	242.27	99.23%		0.15%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

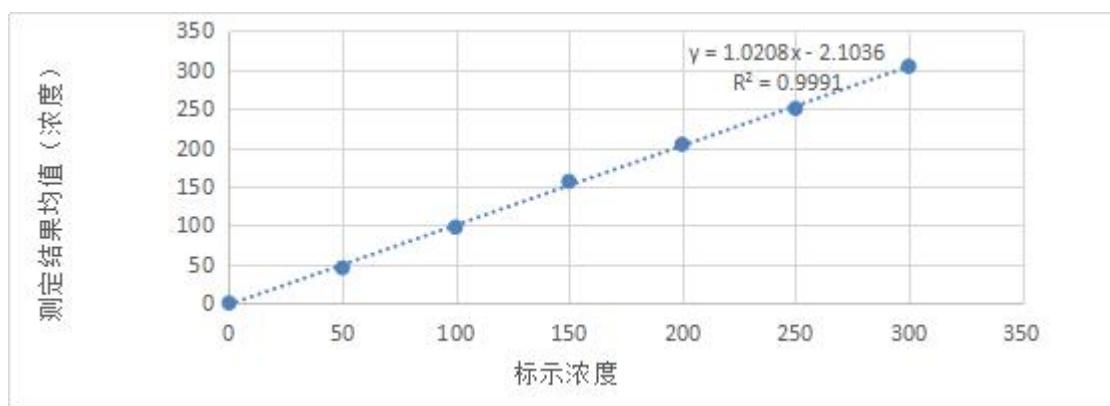
20170901	按吸光度									
	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003	0.002	0.003	0.002	0.003
	0.002	0.004	0.003	0.004	0.004	0.003	0.003	0.003	0.003	0.004
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0007			$M+2s$	0.0043
	按浓度									
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.229	0.000	0.229	0.229	0.000	0.000	0.000	0.000	0.229
	平均值	0.0459			标准差	0.0941			$M+2s$	0.2341
	按吸光度									
	0.004	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002	0.004	0.002	0.002	0.003
20170902	0.004	0.003	0.004	0.004	0.002	0.003	0.003	0.004	0.002	0.002
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0009			$M+2s$	0.0046
	按浓度									
	0.004	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002	0.004	0.002	0.002	0.003

	0.264	0.000	0.000	0.000	0.000	0.264	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.264	0.000	0.264	0.264	0.000	0.000	0.264	0.000	0.000	0.000
	平均值	0.0793			标准差	0.1243			M+2*s	0.3279

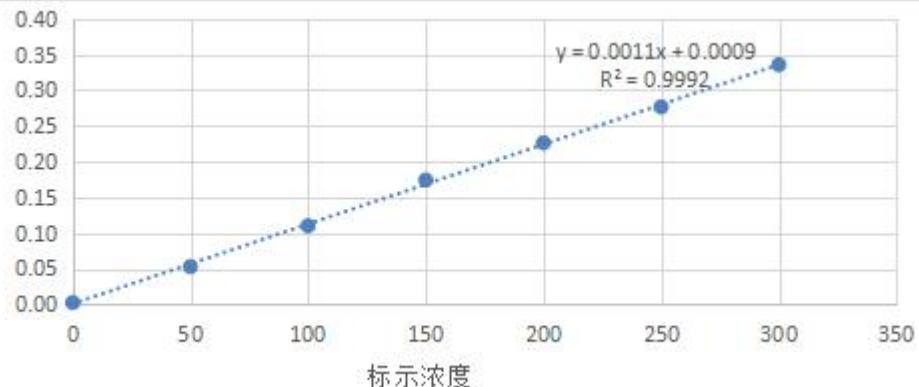
20170903	按吸光度									
	0.003	0.004	0.002	0.004	0.002	0.004	0.003	0.004	0.002	0.003
	0.003	0.002	0.004	0.003	0.003	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.000	0.870	0.000	0.870	0.000	0.870	0.000	0.870	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.870	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	平均值	0.2176			标准差	0.3867			M+2*s	0.9910

5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应≥0.990)

20170901	相关系数 r=		0.9996						
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差
	0.003	0.002	0.003	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00
	0.052	0.054	0.053	44.175	46.056	45.12	50	μg/L	-4.88
	0.114	0.107	0.110	100.688	94.313	97.50	100	μg/L	-2.50
	0.180	0.168	0.174	161.667	150.744	156.21	150	μg/L	6.21
	0.228	0.224	0.226	205.733	202.201	203.97	200	μg/L	3.97
	0.276	0.277	0.276	249.817	250.321	250.07	250	μg/L	0.07
	0.332	0.339	0.335	301.238	307.246	304.24	300	μg/L	4.24



测定结果均值 (吸光度)

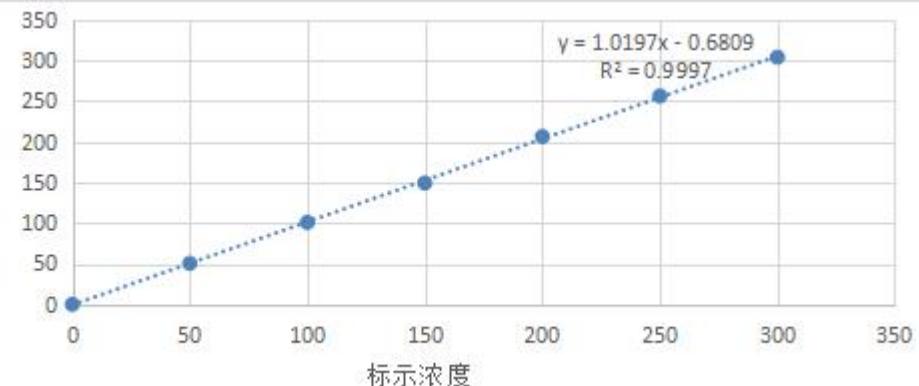


相关系数 r=

0.9997

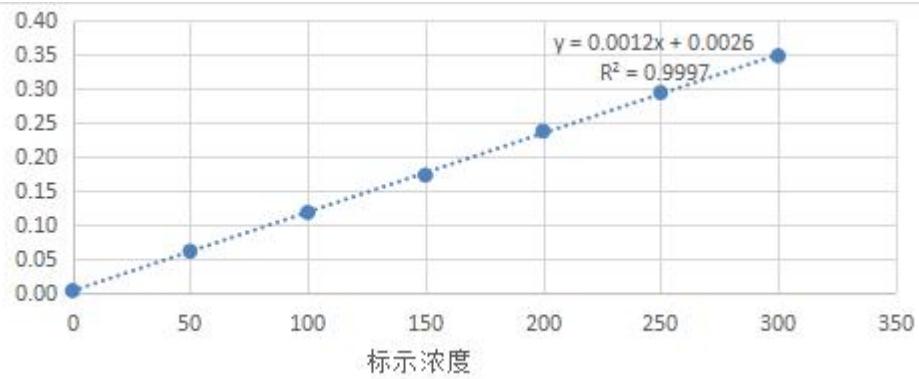
0.003	0.003	0.003	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
0.060	0.062	0.061	49.794	50.984	50.39	50	μg/L	0.39	0.8%
0.117	0.119	0.118	100.118	101.263	100.69	100	μg/L	0.69	0.7%
0.168	0.177	0.173	145.008	153.148	149.08	150	μg/L	-0.92	-0.6%
0.237	0.238	0.238	205.743	206.580	206.16	200	μg/L	6.16	3.1%
0.292	0.296	0.294	254.259	257.718	255.99	250	μg/L	5.99	2.4%
0.344	0.352	0.348	300.132	307.182	303.66	300	μg/L	3.66	1.2%

测定结果均值 (浓度)



20170902

测定结果均值 (吸光度)



20170903

相关系数 r=

0.9996

	0.004	0.003	0.004	0.870	0.000	0.44	0	μg/L	0.44	/
	0.058	0.057	0.058	50.206	49.840	50.02	50	μg/L	0.02	0.0%
	0.114	0.112	0.113	102.016	99.496	100.76	100	μg/L	0.76	0.8%
	0.165	0.180	0.172	147.987	162.528	155.26	150	μg/L	5.26	3.5%
	0.231	0.230	0.230	208.521	207.880	208.20	200	μg/L	8.20	4.1%
	0.281	0.286	0.284	255.131	259.094	257.11	250	μg/L	7.11	2.8%
	0.334	0.334	0.334	303.390	302.795	303.09	300	μg/L	3.09	1.0%

测定结果均值 (浓度)

$y = 1.0211x + 0.383$
 $R^2 = 0.9995$

测定结果均值 (吸光度)

$y = 0.0011x + 0.0035$
 $R^2 = 0.9995$

6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)			CV(300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.114	0.119	0.114	0.339	0.350	0.334
2	0.111	0.114	0.110	0.335	0.350	0.338
3	0.114	0.113	0.112	0.333	0.352	0.338
4	0.112	0.117	0.113	0.337	0.352	0.338
5	0.107	0.119	0.115	0.339	0.350	0.330
6	0.106	0.119	0.110	0.332	0.349	0.333
7	0.112	0.118	0.110	0.337	0.344	0.329
8	0.115	0.115	0.109	0.332	0.351	0.332

9	0.112	0.117	0.110	0.334	0.347	0.338
10	0.109	0.110	0.111	0.337	0.347	0.334
平均值	0.111	0.116	0.111	0.336	0.349	0.334
标准差	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003
CV 批内	2.79%	2.58%	1.74%	0.81%	0.76%	1.00%
CV 批间	3.15%			2.18%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	101.10	101.92	101.28	307.89	305.38	303.57
2	98.76	97.34	97.80	304.08	305.29	306.60
3	101.28	96.72	99.91	302.38	306.70	306.87
4	99.36	100.16	100.46	305.69	307.18	306.69
5	94.54	101.70	102.66	307.15	305.33	299.77
6	93.53	101.22	97.76	300.78	304.32	302.66
7	99.54	100.73	98.35	305.37	299.74	298.67
8	101.88	98.22	97.39	300.96	306.21	301.33
9	99.17	100.12	98.03	302.94	302.56	306.78
10	96.38	93.68	98.53	305.92	302.12	302.79
平均值	98.56	99.18	99.22	304.32	304.48	303.57
标准差	2.850	2.642	1.771	2.490	2.339	3.073
CV 批内	2.89%	2.66%	1.79%	0.82%	0.77%	1.01%
CV 批间	2.42%			0.85%		

稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（一）（36h）

1. 外观和性状		
批号	要求	检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值	标示值	要求	检测结果
----	----	-----	-----	----	------

*****生物科技有限公司

20170901	样本稀释液	99.2	100.3	99.7	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.0	7.2	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2066	0.2083	0.2091	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	99.5	99.5	100.0	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	7.0	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2027	0.2019	0.2034	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170903	样本稀释液	101.0	99.9	99.4	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	7.0	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2084	0.2074	0.2072	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求

3. 准确度（两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%。）

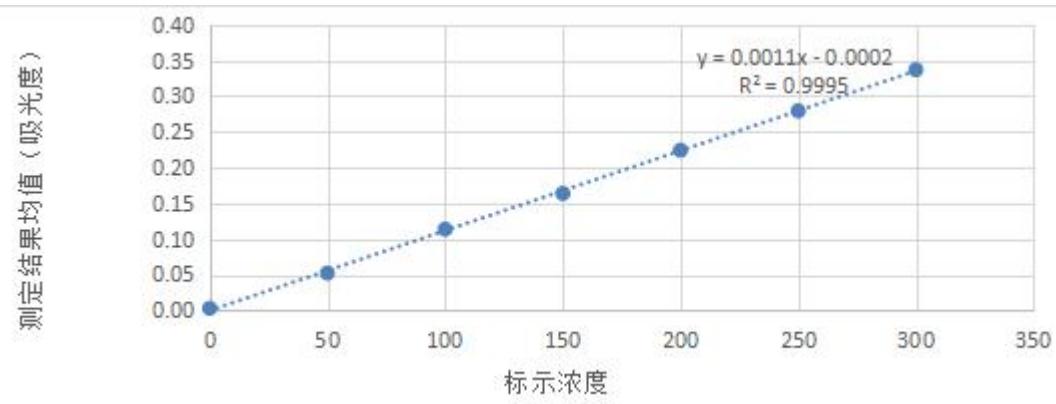
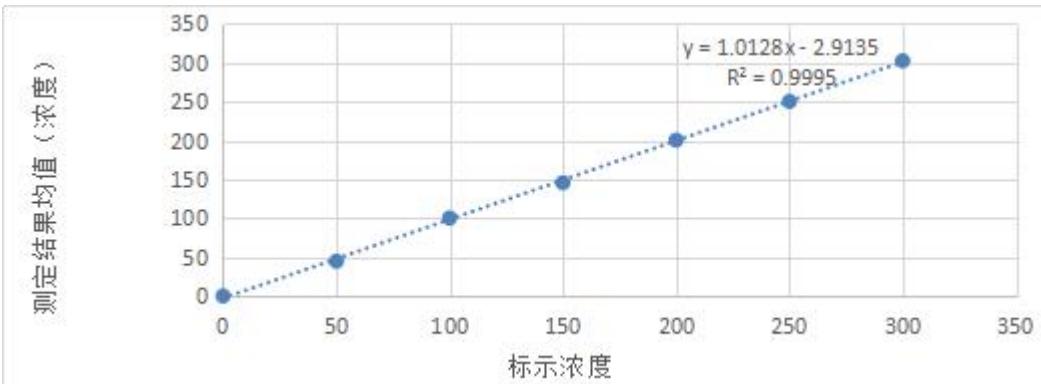
批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	58.19	55.09	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	108.10	105.67	47.62	49.91	47.48	102.26%	101.78%	0.48%	1.78%
	待回收分析样本 2	302.49	296.29	238.10	244.30	238.10	101.30%		-0.48%	
20170902	基础样本	57.86	57.35	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	107.79	106.29	47.62	49.93	48.43	103.28%	102.80%	0.47%	2.80%
	待回收分析样本 2	296.80	306.20	238.10	238.94	248.34	102.33%		-0.47%	
20170903	基础样本	53.45	52.72	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	101.91	101.03	47.62	48.46	47.58	100.84%	100.05%	0.79%	0.05%
	待回收分析样本 2	293.70	285.84	238.10	240.25	232.39	99.25%		-0.79%	

4. 试剂空白（试剂空白吸光度≤0.01）

20170901	按吸光度									
	0.003	0.004	0.003	0.004	0.003	0.002	0.003	0.002	0.004	0.002
	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003	0.002	0.004	0.003	0.003	0.003
	平均值 M	0.0030			标准差 s	0.0007			M+2*s	0.0043
	按浓度									
	0.000	0.905	0.000	0.905	0.000	0.000	0.000	0.000	0.905	0.000

*****生物科技有限公司

	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.905	0.000	0.000	0.000			
	平均值	0.1811			标准差	0.3716			M+2*s	0.9243			
按吸光度													
20170902	0.003	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.002	0.002	0.002	0.003			
	0.004	0.002	0.004	0.002	0.003	0.002	0.003	0.004	0.003	0.002			
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0048			
	按浓度												
	0.140	1.075	1.075	1.075	1.075	1.075	0.000	0.000	0.000	0.140			
	1.075	0.000	1.075	0.000	0.140	0.000	0.140	1.075	0.140	0.000			
	平均值	0.4652			标准差	0.5141			M+2*s	1.4934			
按吸光度													
20170903	0.004	0.003	0.002	0.003	0.003	0.004	0.003	0.004	0.004	0.003			
	0.002	0.004	0.003	0.002	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.003			
	平均值 M	0.0034			标准差 s	0.0007			M+2*s	0.0048			
	按浓度												
	1.368	0.425	0.000	0.425	0.425	1.368	0.425	1.368	1.368	0.425			
	0.000	1.368	0.425	0.000	1.368	1.368	1.368	1.368	1.368	0.425			
	平均值	0.8326			标准差	0.5672			M+2*s	1.9670			
5. 线性范围 (0 $\mu\text{g/L}$ ~300 $\mu\text{g/L}$, 回归系数 r 应 ≥ 0.990)													
20170901	相关系数 r=		0.9997										
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差			
	0.003	0.003	0.003	0.000	0.000	0.00	0	$\mu\text{g/L}$	0.00	/			
	0.052	0.052	0.052	44.741	44.469	44.61	50	$\mu\text{g/L}$	-5.39	-10.8%			
	0.112	0.115	0.114	99.079	101.343	100.21	100	$\mu\text{g/L}$	0.21	0.2%			
	0.164	0.163	0.164	146.097	144.962	145.53	150	$\mu\text{g/L}$	-4.47	-3.0%			
	0.228	0.220	0.224	204.090	196.620	200.35	200	$\mu\text{g/L}$	0.35	0.2%			
	0.281	0.277	0.279	252.135	248.016	250.08	250	$\mu\text{g/L}$	0.08	0.0%			
	0.337	0.337	0.337	302.264	302.309	302.29	300	$\mu\text{g/L}$	2.29	0.8%			

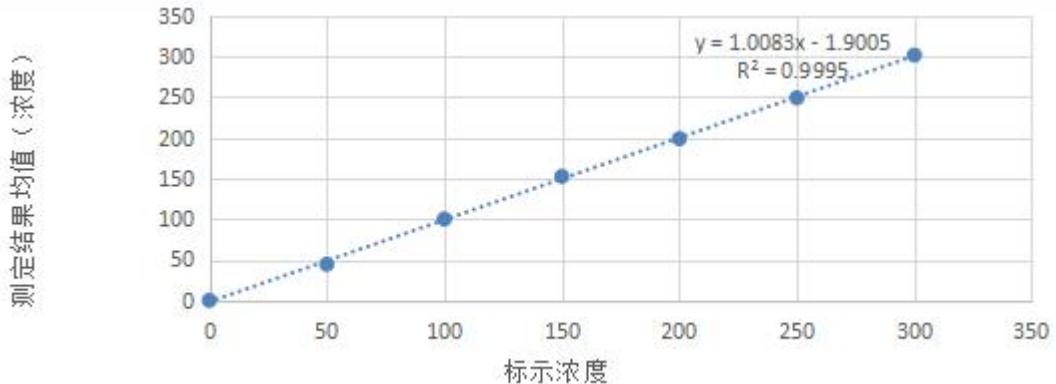


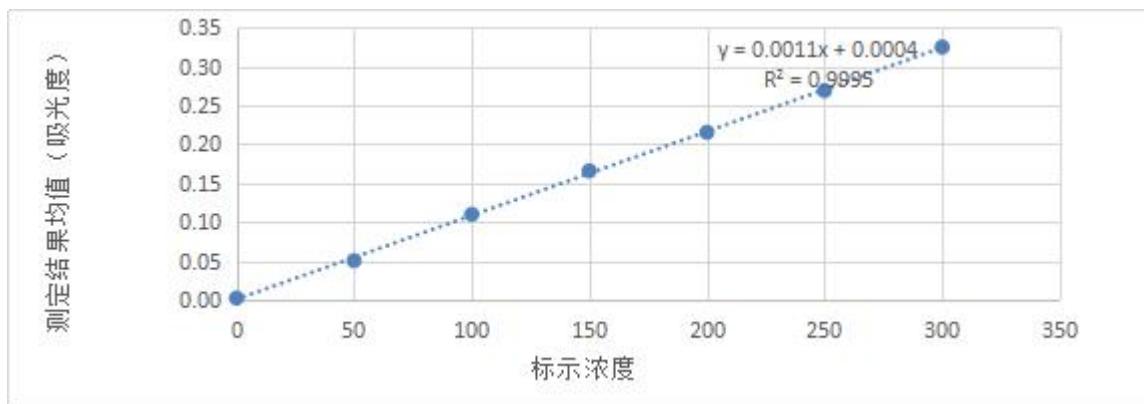
相关系数 r=

0.9997

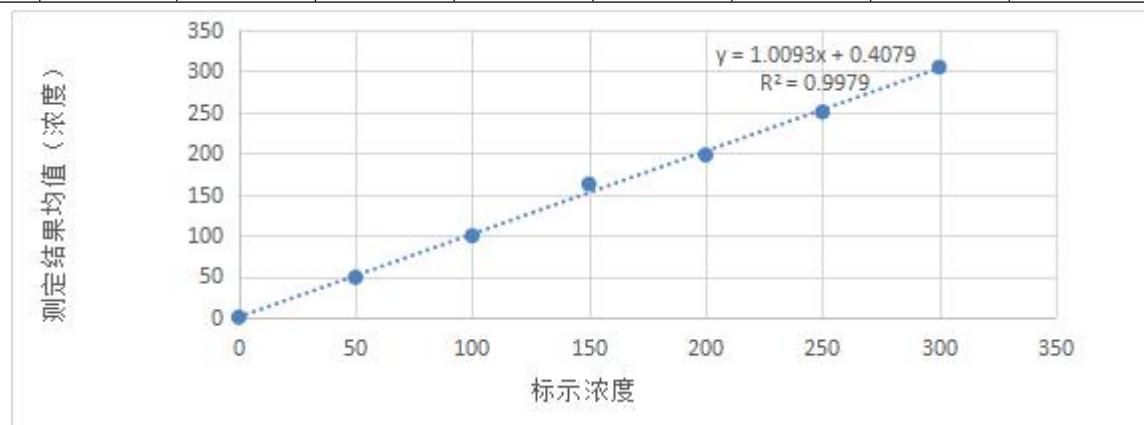
0.002	0.002	0.002	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
0.051	0.050	0.050	44.880	43.711	44.30	50	μg/L	-5.70	-11.4%
0.109	0.111	0.110	99.158	100.842	100.00	100	μg/L	0.00	0.0%
0.171	0.161	0.166	157.001	147.672	152.34	150	μg/L	2.34	1.6%
0.217	0.214	0.215	199.813	197.522	198.67	200	μg/L	-1.33	-0.7%
0.267	0.271	0.269	246.914	250.725	248.82	250	μg/L	-1.18	-0.5%
0.323	0.327	0.325	299.158	303.460	301.31	300	μg/L	1.31	0.4%

20170902

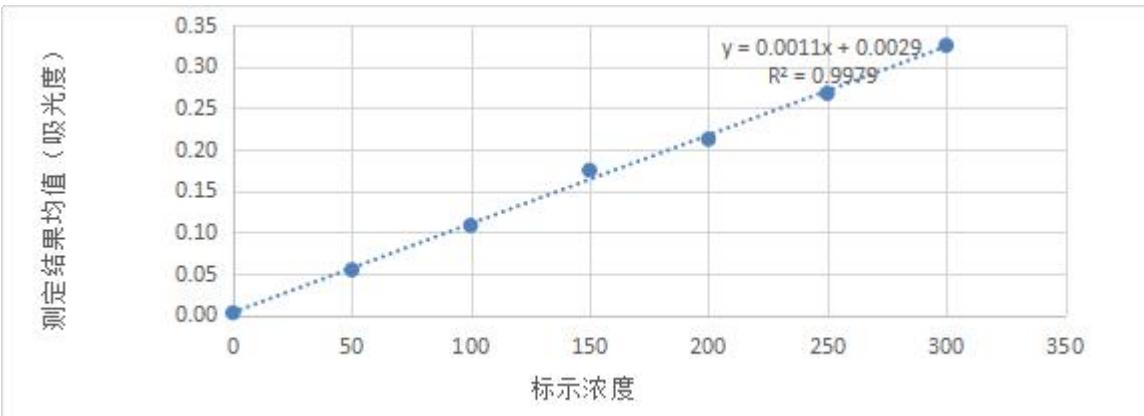




相关系数 r=		0.9983							
0.002	0.003	0.003	0.000	0.425	0.21	0	$\mu\text{g/L}$	0.21	/
0.057	0.051	0.054	51.502	46.171	48.84	50	$\mu\text{g/L}$	-1.16	-2.3%
0.108	0.108	0.108	99.465	99.277	99.37	100	$\mu\text{g/L}$	-0.63	-0.6%
0.174	0.175	0.175	161.462	163.035	162.25	150	$\mu\text{g/L}$	12.25	8.2%
0.213	0.211	0.212	198.317	197.044	197.68	200	$\mu\text{g/L}$	-2.32	-1.2%
0.270	0.265	0.267	251.895	247.673	249.78	250	$\mu\text{g/L}$	-0.22	-0.1%
0.326	0.325	0.325	305.189	303.774	304.48	300	$\mu\text{g/L}$	4.48	1.5%



20170903



6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 $\mu\text{g/L}$) (吸光度)	CV(300 $\mu\text{g/L}$) (吸光度)

	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.111	0.109	0.114	0.340	0.327	0.319
2	0.117	0.111	0.109	0.334	0.327	0.321
3	0.117	0.105	0.108	0.334	0.324	0.323
4	0.113	0.105	0.112	0.338	0.327	0.319
5	0.115	0.107	0.112	0.339	0.328	0.322
6	0.115	0.107	0.106	0.340	0.324	0.324
7	0.109	0.108	0.110	0.340	0.323	0.328
8	0.115	0.106	0.113	0.338	0.324	0.326
9	0.115	0.104	0.107	0.334	0.328	0.322
10	0.110	0.105	0.110	0.342	0.329	0.323
平均值	0.114	0.107	0.110	0.338	0.326	0.323
标准差	0.003	0.002	0.002	0.003	0.002	0.003
CV 批内	2.60%	1.93%	2.27%	0.91%	0.66%	0.87%
CV 批间	3.37%			2.16%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	97.36	99.67	104.80	304.98	303.32	298.87
2	103.29	100.75	100.55	299.32	303.04	300.42
3	102.84	95.75	99.42	299.77	300.51	302.08
4	99.35	95.98	103.10	303.62	303.04	298.73
5	101.66	97.48	103.29	304.62	303.69	301.84
6	101.61	97.66	98.00	304.75	300.09	303.21
7	95.59	98.64	101.12	305.57	299.49	307.12
8	101.57	96.87	103.90	302.99	300.00	305.38
9	101.57	94.62	98.33	299.50	303.60	301.18
10	97.04	95.70	101.40	307.20	305.38	302.03
平均值	100.19	97.31	101.39	303.23	302.22	302.09
标准差	2.674	1.931	2.355	2.786	2.012	2.641
CV 批内	2.67%	1.98%	2.32%	0.92%	0.67%	0.87%
CV 批间	2.86%			0.82%		

稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表 (一) (48h)

1. 外观和性状

批号	要求	检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	99.2	100.0	100.3	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	6.9	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2046	0.2035	0.2031	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	99.6	100.7	99.5	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.0	7.2	7.0	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2012	0.2097	0.2018	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170903	样本稀释液	99.6	99.1	100.3	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.1	6.9	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2067	0.2050	0.2034	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求

3. 准确度（两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%。）

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	59.06	57.67	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	109.02	105.85	47.62	49.96	46.79	101.59%	100.18%	1.40%	0.18%
	待回收分析样本 2	287.16	301.33	238.10	228.10	242.27	98.78%		-1.40%	
20170902	基础样本	52.98	59.00	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	101.91	98.56	47.62	48.93	45.58	99.23%	99.09%	0.14%	0.91%
	待回收分析样本 2	282.87	294.30	238.10	229.89	241.32	98.95%		-0.14%	
20170903	基础样本	59.64	59.22	\	\	\	\	\	\	\

	待回收分析样本 1	108.91	105.81	47.62	49.27	46.17	100.21%	99.33%	0.88%	0.67%
	待回收分析样本 2	290.60	297.51	238.10	230.96	237.87	98.45%		-0.88%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

20170901	按吸光度									
	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003	0.003	0.004
	0.003	0.002	0.004	0.004	0.002	0.003	0.003	0.002	0.004	0.004
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.000	0.467	0.000	0.000	0.000	0.000	0.467	0.467	0.467	1.317
	0.467	0.000	1.317	1.317	0.000	0.467	0.467	0.000	1.317	1.317
	平均值	0.4928			标准差	0.5303			M+2*s	1.5534

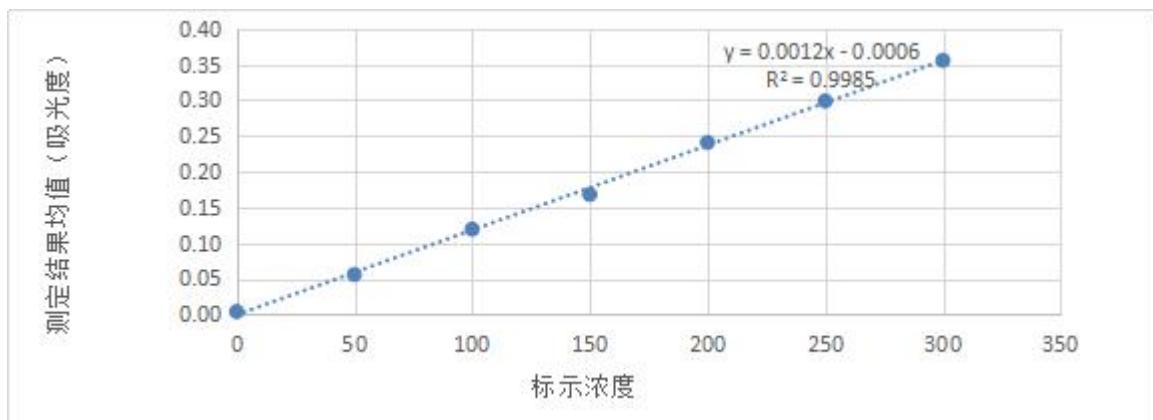
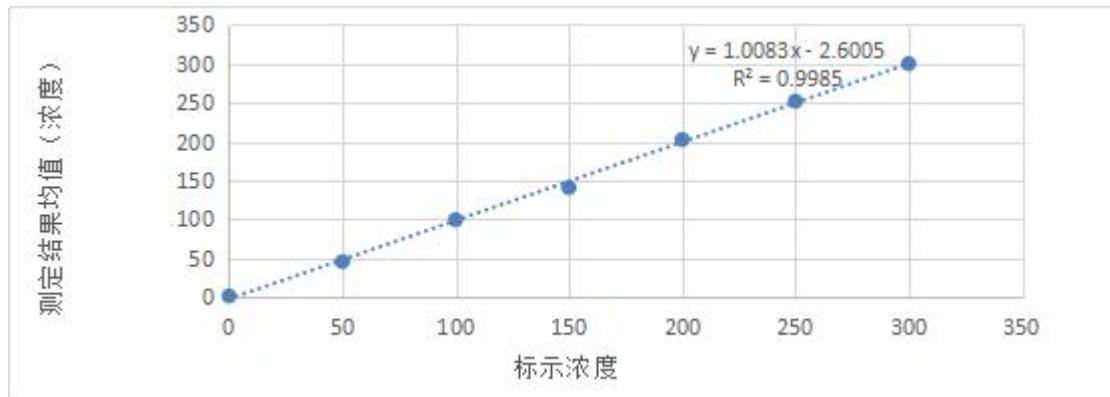
20170902	按吸光度									
	0.004	0.003	0.004	0.004	0.004	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003
	0.003	0.004	0.004	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003	0.003	0.002
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0046
	按浓度									
	1.231	0.319	1.231	1.231	1.231	0.319	0.319	0.000	0.319	0.319
	0.319	1.231	1.231	0.000	0.000	0.000	0.319	0.319	0.319	0.000
	平均值	0.5129			标准差	0.4998			M+2*s	1.5125

20170903	按吸光度									
	0.004	0.003	0.002	0.004	0.004	0.003	0.002	0.003	0.004	0.003
	0.004	0.003	0.004	0.002	0.004	0.002	0.004	0.004	0.004	0.002
	平均值 M	0.0033			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0050
	按浓度									
	1.069	0.178	0.000	1.069	1.069	0.178	0.000	0.178	1.069	0.178
	1.069	0.178	1.069	0.000	1.069	0.000	1.069	1.069	1.069	0.000
	平均值	0.5789			标准差	0.5067			M+2*s	1.5922

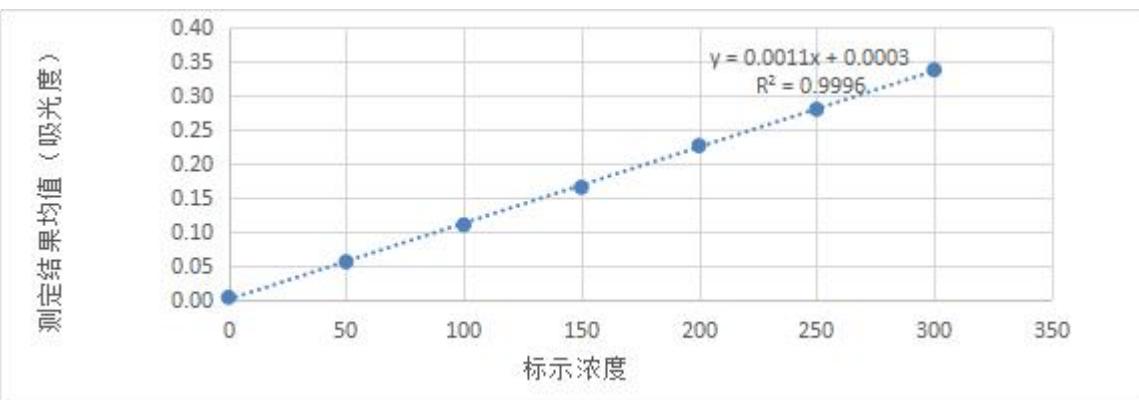
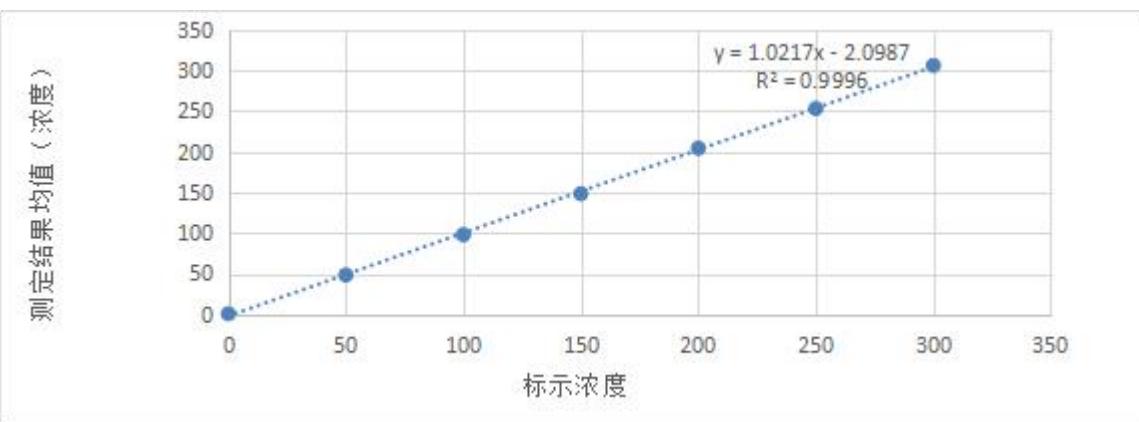
5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应≥0.990)

20170901	相关系数 r=		0.9993							
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差
	0.004	0.004	0.004	1.317	1.317	1.32	0	μg/L	1.32	/
	0.056	0.056	0.056	45.178	45.561	45.37	50	μg/L	-4.63	-9.3%
	0.120	0.119	0.119	99.830	98.726	99.28	100	μg/L	-0.72	-0.7%

	0.165	0.171	0.168	137.736	143.380	140.56	150	μg/L	-9.44	-6.3%
	0.243	0.238	0.241	204.333	200.425	202.38	200	μg/L	2.38	1.2%
	0.303	0.295	0.299	255.076	248.322	251.70	250	μg/L	1.70	0.7%
	0.354	0.357	0.355	298.938	300.977	299.96	300	μg/L	-0.04	0.0%

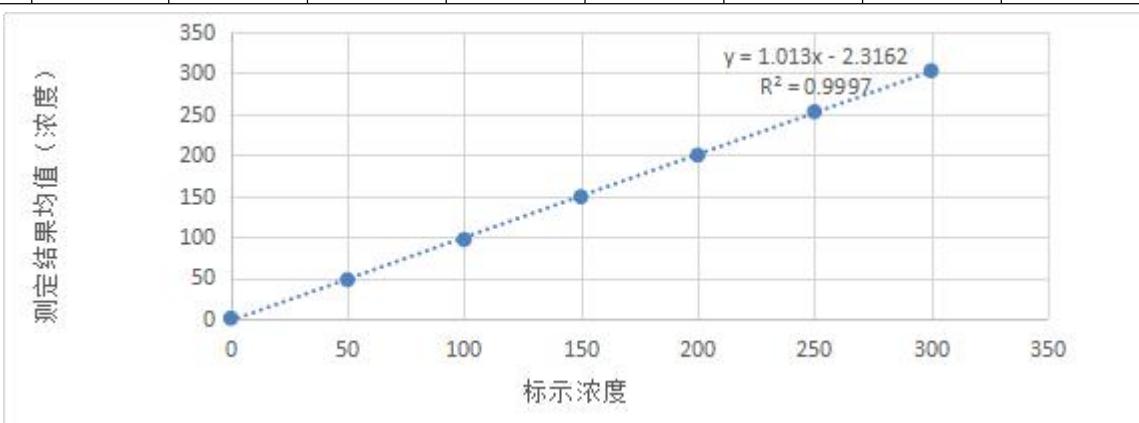


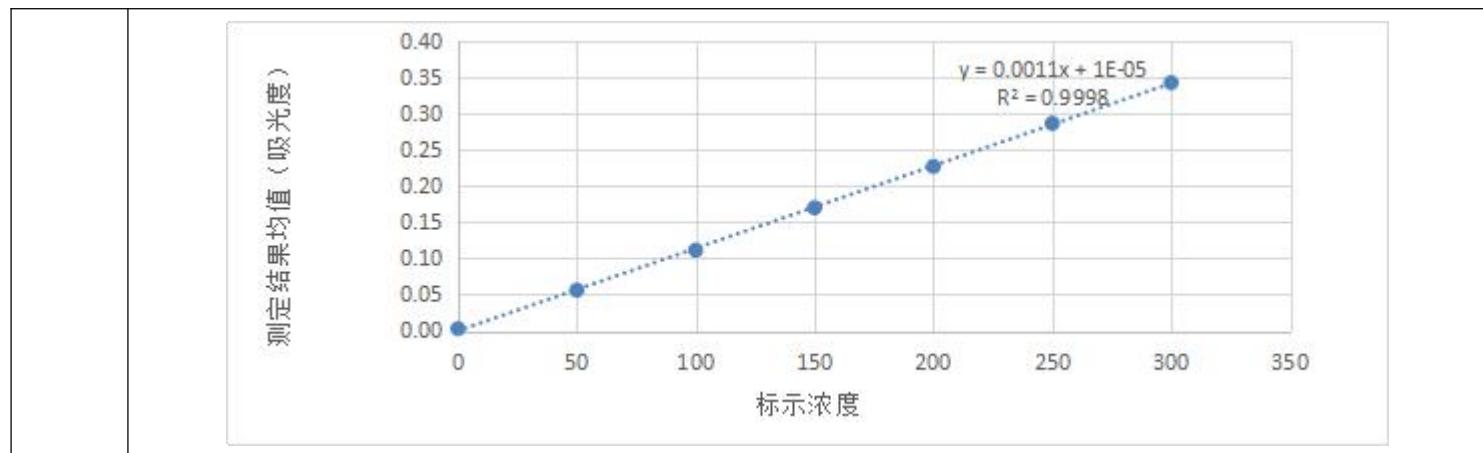
20170902	相关系数 r=		0.9999							
	0.004	0.003	0.004	1.231	0.319	0.78	0	μg/L	0.78	/
	0.057	0.055	0.056	49.126	47.622	48.37	50	μg/L	-1.63	-3.3%
	0.112	0.108	0.110	99.483	96.247	97.86	100	μg/L	-2.14	-2.1%
	0.172	0.159	0.165	154.225	142.322	148.27	150	μg/L	-1.73	-1.2%
	0.227	0.226	0.227	204.984	203.298	204.14	200	μg/L	4.14	2.1%
	0.279	0.281	0.280	251.580	254.225	252.90	250	μg/L	2.90	1.2%
	0.339	0.337	0.338	306.565	305.060	305.81	300	μg/L	5.81	1.9%



相关系数 r=		1.0000								
0.002	0.004	0.003	0.000	1.069	0.53	0	μg/L	0.53	/	
0.055	0.057	0.056	46.586	48.412	47.50	50	μg/L	-2.50	-5.0%	
0.112	0.110	0.111	97.625	95.443	96.53	100	μg/L	-3.47	-3.5%	
0.175	0.165	0.170	153.222	144.085	148.65	150	μg/L	-1.35	-0.9%	
0.224	0.229	0.227	197.432	201.440	199.44	200	μg/L	-0.56	-0.3%	
0.283	0.290	0.286	249.429	255.351	252.39	250	μg/L	2.39	1.0%	
0.344	0.341	0.342	303.473	301.247	302.36	300	μg/L	2.36	0.8%	

20170903





6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV (100 μg/L) (吸光度)			CV (300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.116	0.113	0.114	0.357	0.332	0.347
2	0.114	0.112	0.111	0.359	0.337	0.340
3	0.118	0.111	0.118	0.359	0.331	0.342
4	0.123	0.110	0.116	0.357	0.338	0.345
5	0.115	0.109	0.116	0.357	0.333	0.342
6	0.113	0.115	0.114	0.354	0.338	0.339
7	0.116	0.114	0.110	0.357	0.329	0.340
8	0.119	0.116	0.117	0.361	0.331	0.341
9	0.122	0.108	0.117	0.354	0.337	0.339
10	0.118	0.117	0.113	0.360	0.337	0.347
平均值	0.118	0.112	0.115	0.358	0.334	0.342
标准差	0.003	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003
CV 批内	2.70%	2.72%	2.31%	0.57%	0.99%	0.89%
CV 批间	3.12%			2.94%		
序号	CV (100 μg/L) (浓度)			CV (300 μg/L) (浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	96.81	100.30	99.05	301.06	300.36	306.55
2	95.03	99.94	95.93	302.72	305.15	300.45
3	98.56	98.94	102.26	302.80	299.64	301.74
4	102.46	97.43	100.39	301.02	305.33	304.85
5	95.84	96.61	101.19	301.66	301.23	302.49
6	94.31	101.99	98.69	299.07	305.93	299.69
7	96.52	101.22	95.80	301.49	297.90	300.62

8	98.77	103.50	101.81	304.33	299.64	301.47
9	101.78	96.29	101.77	299.11	305.24	299.20
10	98.00	104.36	98.47	303.48	304.56	306.46
平均值	97.81	100.06	99.54	301.67	302.50	302.35
标准差	2.698	2.783	2.357	1.730	3.024	2.698
CV 批内	2.76%	2.78%	2.37%	0.57%	1.00%	0.89%
CV 批间	2.73%			0.82%		

稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（一）（60h）

1. 外观和性状		
批号	要求	检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	100.6	101.0	100.6	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.1	7.2	7.0	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2081	0.2068	0.2034	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	100.2	100.2	99.8	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	7.2	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2087	0.2012	0.2072	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170903	样本稀释液	100.4	100.7	99.7	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	6.9	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2080	0.2070	0.2034	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求

3. 准确度 (两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%)

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	57.20	51.57	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	106.97	104.80	47.62	49.77	47.60	102.24%	100.17%	2.07%	0.17%
	待回收分析样本 2	292.33	289.23	238.10	235.13	232.03	98.10%		-2.07%	
20170902	基础样本	55.47	57.73	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	104.29	104.76	47.62	48.82	49.29	103.01%	100.54%	2.47%	0.54%
	待回收分析样本 2	291.43	286.55	238.10	235.96	231.08	98.08%		-2.47%	
20170903	基础样本	52.19	56.23	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	100.41	101.39	47.62	48.22	49.20	102.29%	101.23%	1.06%	1.23%
	待回收分析样本 2	288.39	293.03	238.10	236.20	240.84	100.18%		-1.06%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

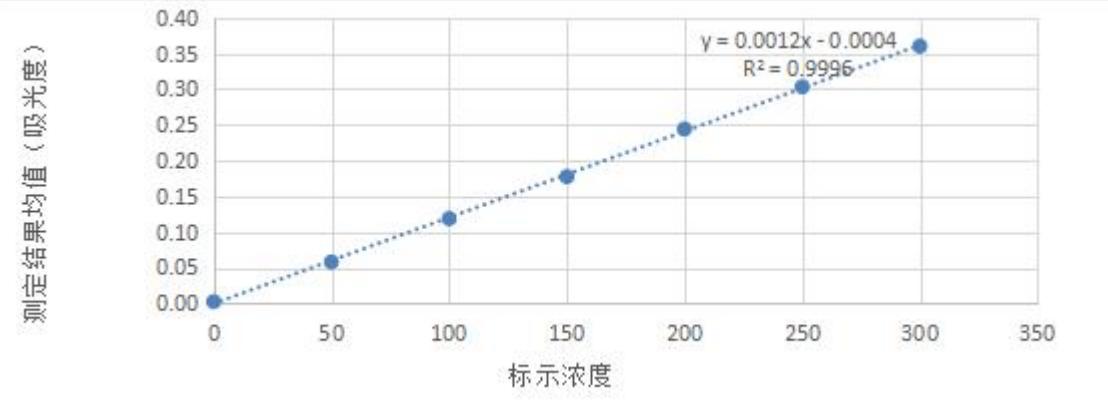
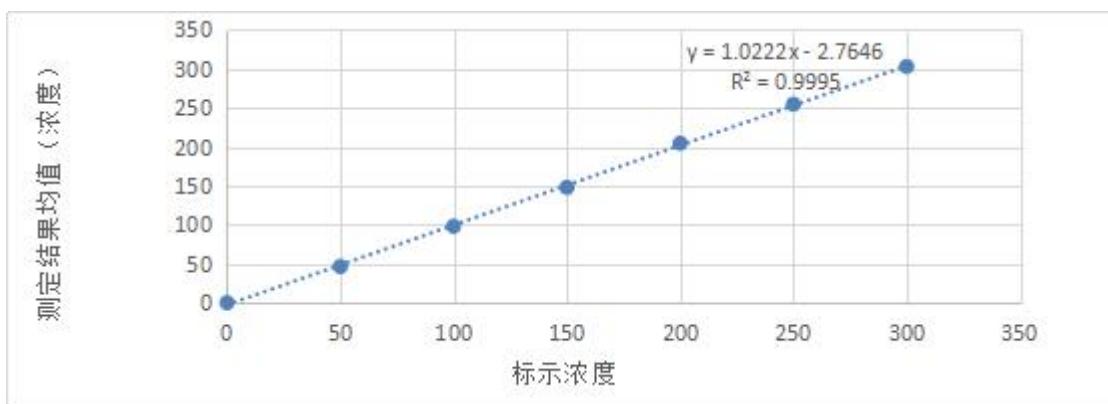
20170901	按吸光度									
	0.004	0.002	0.003	0.002	0.004	0.002	0.003	0.002	0.002	0.003
	0.003	0.003	0.003	0.004	0.004	0.004	0.002	0.004	0.002	0.003
	平均值 M	0.0030			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0046
	按浓度									
	0.637	0.000	0.000	0.000	0.637	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.637	0.637	0.637	0.000	0.637	0.000	0.000
	平均值	0.1910			标准差	0.2993			M+2*s	0.7896
	按吸光度									
	0.004	0.004	0.004	0.002	0.003	0.004	0.002	0.002	0.002	0.002
20170902	0.004	0.002	0.004	0.002	0.004	0.004	0.002	0.004	0.003	0.004
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0010			M+2*s	0.0050
	按浓度									
	0.044	0.044	0.044	0.000	0.000	0.044	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.044	0.000	0.044	0.000	0.044	0.044	0.000	0.044	0.000	0.044
	平均值	0.0220			标准差	0.0226			M+2*s	0.0671
20170903	按吸光度									
	0.004	0.002	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.002	0.003
	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003	0.002	0.004	0.004	0.002
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0049
	按浓度									

	0.985	0.000	0.985	0.985	0.985	0.985	0.985	0.985	0.000	0.047
	0.000	0.047	0.047	0.000	0.000	0.047	0.000	0.985	0.985	0.000
平均值	0.4526			标准差	0.4944			M+2*s	1.4414	

5. 线性范围 (0 $\mu\text{g/L}$ ~300 $\mu\text{g/L}$, 回归系数 r 应 ≥ 0.990)

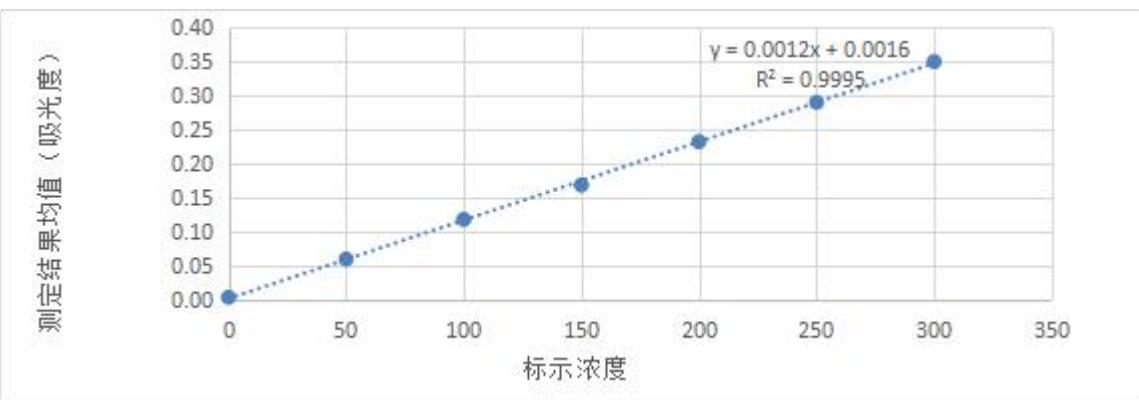
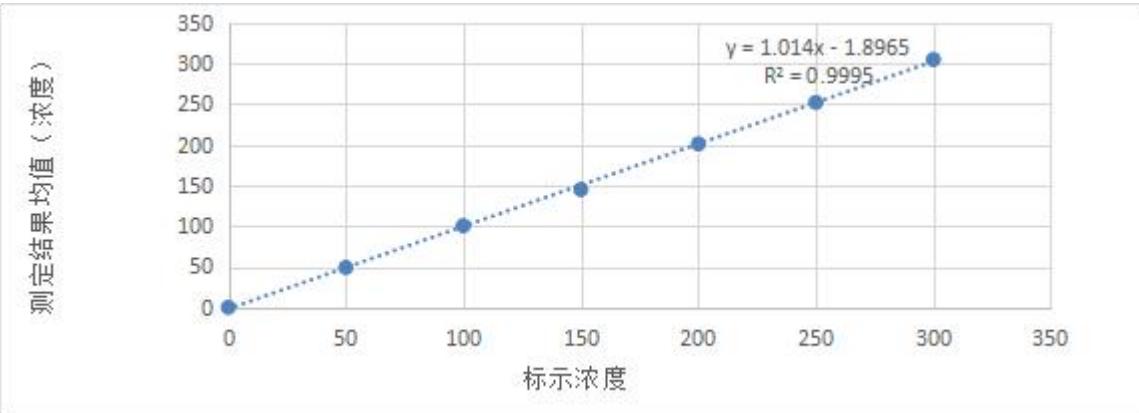
相关系数 r=		0.9998							
测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差
0.003	0.002	0.003	0.000	0.000	0.00	0	$\mu\text{g/L}$	0.00	/
0.056	0.060	0.058	44.462	48.324	46.39	50	$\mu\text{g/L}$	-3.61	-7.2%
0.121	0.116	0.119	100.170	95.841	98.01	100	$\mu\text{g/L}$	-1.99	-2.0%
0.178	0.177	0.177	148.304	147.282	147.79	150	$\mu\text{g/L}$	-2.21	-1.5%
0.242	0.247	0.244	202.292	206.663	204.48	200	$\mu\text{g/L}$	4.48	2.2%
0.304	0.302	0.303	255.093	253.926	254.51	250	$\mu\text{g/L}$	4.51	1.8%
0.363	0.356	0.360	305.772	299.830	302.80	300	$\mu\text{g/L}$	2.80	0.9%

20170901

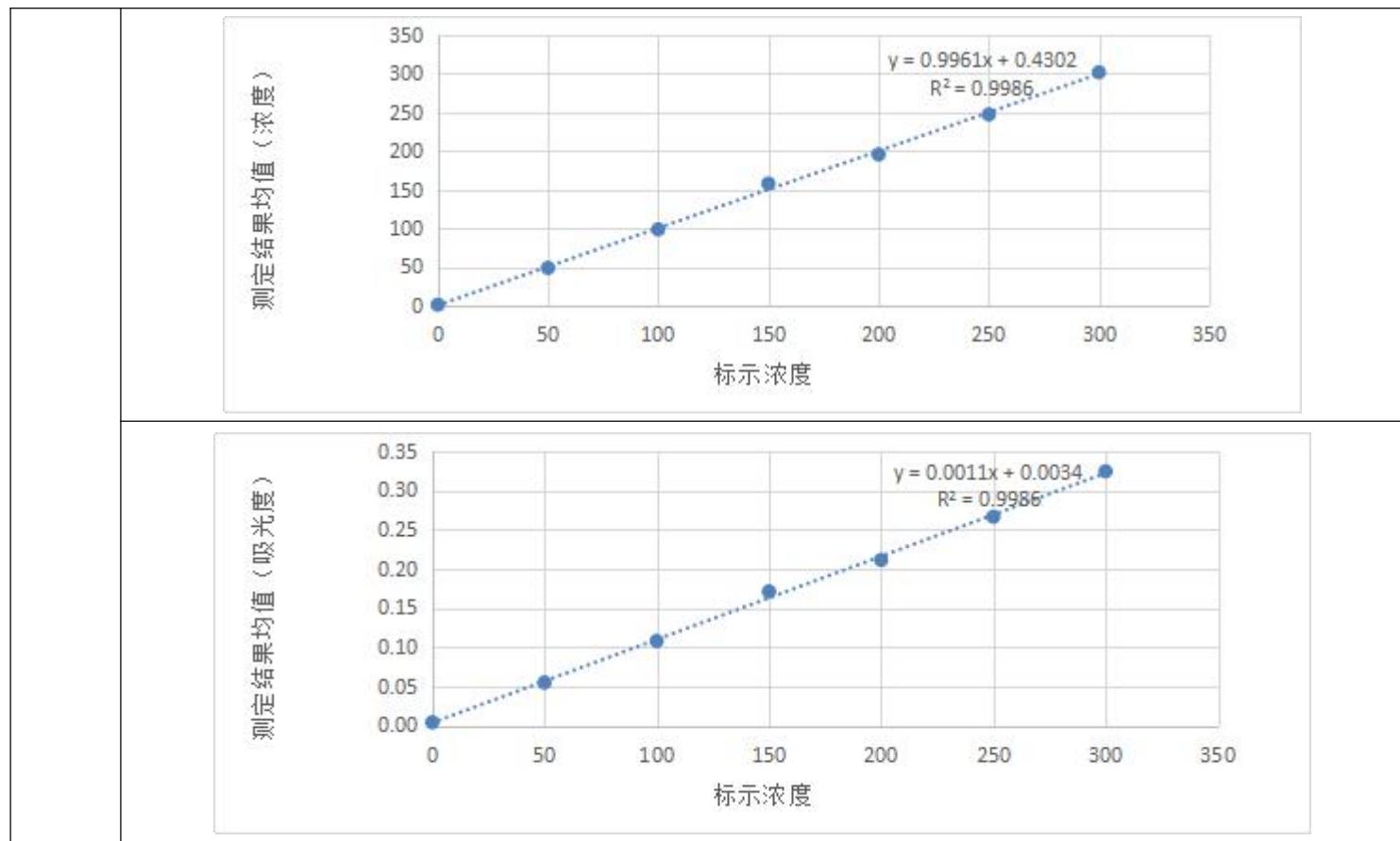


相关系数 r=		0.9997							
0.003	0.004	0.004	0.000	0.044	0.02	0	$\mu\text{g/L}$	0.02	/
0.058	0.061	0.060	47.867	50.154	49.01	50	$\mu\text{g/L}$	-0.99	-2.0%
0.116	0.120	0.118	98.681	102.067	100.37	100	$\mu\text{g/L}$	0.37	0.4%

	0.179	0.159	0.169	153.546	136.088	144.82	150	μg/L	-5.18	-3.5%
	0.234	0.230	0.232	202.595	199.252	200.92	200	μg/L	0.92	0.5%
	0.294	0.287	0.290	254.816	248.725	251.77	250	μg/L	1.77	0.7%
	0.353	0.347	0.350	306.949	302.155	304.55	300	μg/L	4.55	1.5%



20170903	相关系数 r=		0.9989							
	0.004	0.004	0.004	0.985	0.985	0.99	0	μg/L	0.99	/
	0.057	0.053	0.055	50.281	46.951	48.62	50	μg/L	-1.38	-2.8%
	0.104	0.111	0.108	95.169	101.454	98.31	100	μg/L	-1.69	-1.7%
	0.161	0.181	0.171	148.472	166.651	157.56	150	μg/L	7.56	5.0%
	0.209	0.213	0.211	193.339	197.139	195.24	200	μg/L	-4.76	-2.4%
	0.265	0.267	0.266	246.060	247.725	246.89	250	μg/L	-3.11	-1.2%
	0.327	0.321	0.324	304.409	298.311	301.36	300	μg/L	1.36	0.5%



6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)			CV(300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.120	0.116	0.114	0.356	0.353	0.330
2	0.121	0.118	0.105	0.361	0.348	0.325
3	0.121	0.118	0.112	0.364	0.353	0.328
4	0.121	0.114	0.108	0.363	0.347	0.330
5	0.117	0.116	0.110	0.364	0.348	0.330
6	0.122	0.119	0.109	0.355	0.350	0.324
7	0.123	0.115	0.110	0.363	0.344	0.327
8	0.118	0.120	0.110	0.363	0.348	0.321
9	0.122	0.116	0.104	0.363	0.347	0.327
10	0.117	0.115	0.112	0.361	0.351	0.322
平均值	0.120	0.117	0.109	0.361	0.349	0.326
标准差	0.002	0.002	0.003	0.003	0.003	0.003
CV 批内	1.82%	1.76%	2.69%	0.87%	0.82%	1.04%
CV 批间	4.42%			4.38%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		

	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	99.19	98.20	104.08	299.66	307.26	306.90
2	99.66	100.18	96.20	303.73	302.42	302.06
3	99.79	100.18	102.25	305.94	307.17	304.88
4	99.75	97.01	98.69	305.64	302.02	306.80
5	96.44	98.55	100.75	305.81	302.59	306.57
6	100.81	101.58	99.25	298.64	304.53	300.75
7	101.99	97.76	100.28	305.60	299.34	303.56
8	97.71	102.38	100.00	305.64	302.86	298.22
9	100.55	98.72	95.17	305.14	301.54	303.89
10	96.35	97.41	102.53	304.03	305.01	298.92
平均值	99.22	99.20	99.92	303.99	303.47	303.26
标准差	1.858	1.808	2.765	2.665	2.509	3.193
CV 批内	1.87%	1.82%	2.77%	0.88%	0.83%	1.05%
CV 批间	2.15%			0.90%		

稳定性试验——开封稳定性试验 原始数据记录表（一）（72h）

1. 外观和性状		
批号	要求	检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	100.1	100.7	99.1	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	6.9	6.9	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2030	0.2021	0.2032	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	100.0	100.8	100.3	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求

	显色液	7.1	7.1	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2017	0.2068	0.2013	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求
20170903	样本稀释液	99.1	100.3	99.3	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内 (即±5ml)	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	显色液	7.2	7.0	7.0	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2094	0.2095	0.2068	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求

3. 准确度 (两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%)

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	55.36	52.57	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	101.01	103.49	47.62	45.65	48.13	98.47%	99.40%	-0.93%	0.60%
	待回收分析样本 2	303.11	285.37	238.10	247.75	230.01	100.33%		0.93%	
20170902	基础样本	58.03	57.34	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	106.20	105.20	47.62	48.17	47.17	100.10%	99.62%	0.49%	0.38%
	待回收分析样本 2	284.47	303.64	238.10	226.44	245.61	99.13%		-0.49%	
20170903	基础样本	51.69	56.81	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	98.36	99.17	47.62	46.67	47.48	98.86%	100.23%	-1.37%	0.23%
	待回收分析样本 2	296.34	290.87	238.10	244.65	239.18	101.60%		1.37%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

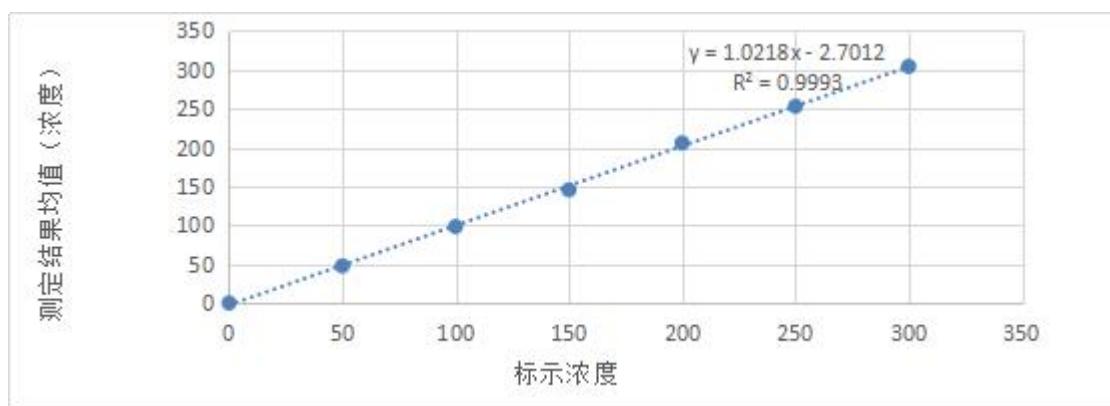
20170901	按吸光度									
	0.004	0.002	0.003	0.004	0.004	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003
	0.003	0.004	0.003	0.002	0.003	0.004	0.002	0.003	0.004	0.003
	平均值 M	0.0030			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0046
	按浓度									
	0.045	0.000	0.000	0.045	0.045	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.045	0.000	0.000	0.000	0.045	0.000	0.000	0.045	0.000
	平均值	0.0135			标准差	0.0212			M+2*s	0.0559
	按吸光度									
	0.004	0.003	0.002	0.003	0.003	0.004	0.003	0.003	0.002	0.003
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0007			M+2*s	0.0044
	按浓度									

	0.850	0.000	0.000	0.000	0.000	0.850	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.850	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.850	0.850
	平均值	0.2125			标准差	0.3776			M+2*s	0.9678

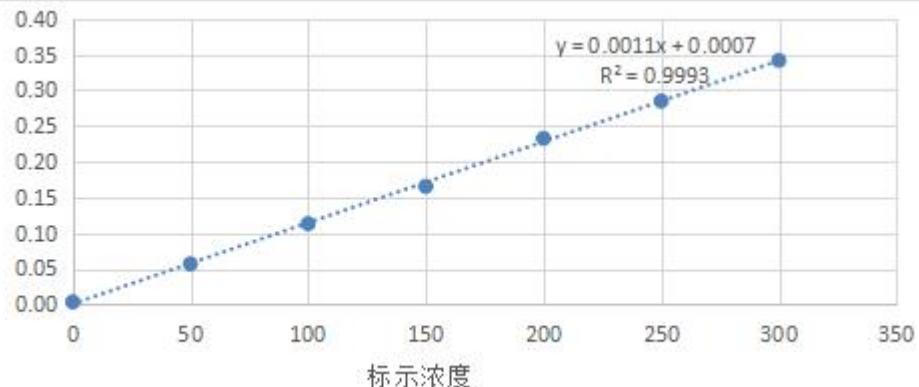
20170903	按吸光度									
	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003	0.003	0.004	0.002	0.004	0.004
	0.002	0.003	0.002	0.004	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003	0.003
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0007			M+2*s	0.0043
	按浓度									
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.217	0.000	0.217	0.217
	0.000	0.000	0.000	0.217	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	平均值	0.0434			标准差	0.0890			M+2*s	0.2213

5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应≥0.990)

20170901	相关系数 r=		0.9996						
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差
	0.003	0.004	0.004	0.000	0.045	0.02	0	μg/L	0.02
	0.053	0.060	0.057	44.339	50.826	47.58	50	μg/L	-2.42
	0.116	0.110	0.113	100.616	95.841	98.23	100	μg/L	-1.77
	0.165	0.165	0.165	145.279	145.453	145.37	150	μg/L	-4.63
	0.229	0.236	0.232	202.493	209.025	205.76	200	μg/L	5.76
	0.281	0.288	0.285	249.962	255.774	252.87	250	μg/L	2.87
	0.338	0.345	0.342	301.126	307.208	304.17	300	μg/L	4.17



测定结果均值 (吸光度)

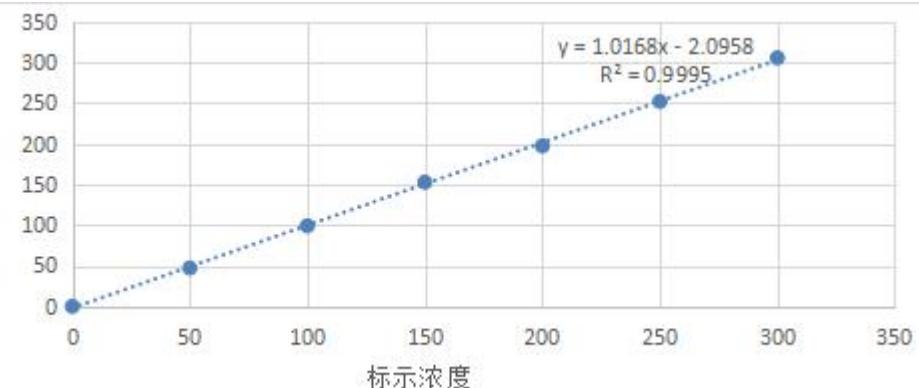


相关系数 r=

0.9997

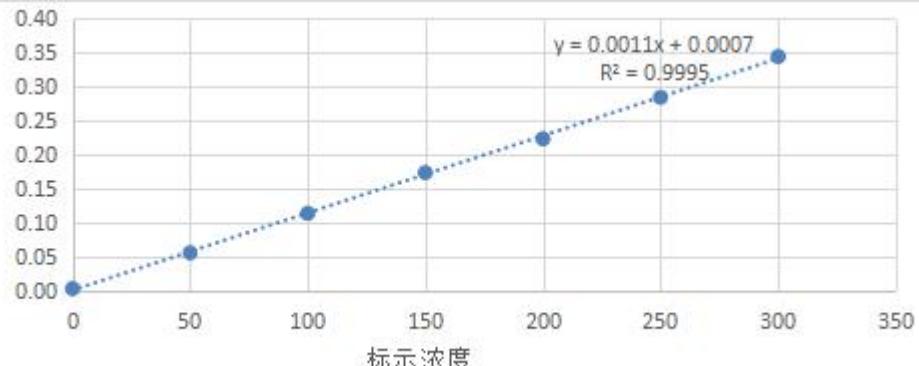
0.003	0.003	0.003	0.000	0.000	0.00	0	$\mu\text{g/L}$	0.00	/
0.057	0.054	0.056	48.449	45.765	47.11	50	$\mu\text{g/L}$	-2.89	-5.8%
0.112	0.115	0.114	97.569	100.432	99.00	100	$\mu\text{g/L}$	-1.00	-1.0%
0.176	0.171	0.174	155.075	150.123	152.60	150	$\mu\text{g/L}$	2.60	1.7%
0.220	0.227	0.223	194.243	200.060	197.15	200	$\mu\text{g/L}$	-2.85	-1.4%
0.280	0.289	0.284	247.569	255.891	251.73	250	$\mu\text{g/L}$	1.73	0.7%
0.345	0.344	0.344	306.085	304.653	305.37	300	$\mu\text{g/L}$	5.37	1.8%

测定结果均值 (浓度)



20170902

测定结果均值 (吸光度)



20170903

相关系数 r=

0.9996

	0.002	0.004	0.003	0.000	0.217	0.11	0	μg/L	0.11	/
	0.062	0.064	0.063	50.267	52.435	51.35	50	μg/L	1.35	2.7%
	0.122	0.118	0.120	102.659	99.147	100.90	100	μg/L	0.90	0.9%
	0.177	0.179	0.178	149.822	152.193	151.01	150	μg/L	1.01	0.7%
	0.248	0.242	0.245	212.168	206.922	209.54	200	μg/L	9.54	4.8%
	0.302	0.295	0.298	258.598	252.160	255.38	250	μg/L	5.38	2.2%
	0.357	0.355	0.356	306.416	304.422	305.42	300	μg/L	5.42	1.8%

测定结果均值 (浓度)

$y = 1.0233x - 0.1084$
 $R^2 = 0.9995$

测定结果均值 (吸光度)

$y = 0.0012x + 0.0032$
 $R^2 = 0.9995$

6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)			CV(300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.111	0.117	0.123	0.341	0.345	0.353
2	0.108	0.111	0.121	0.343	0.343	0.349
3	0.109	0.111	0.123	0.340	0.340	0.353
4	0.113	0.116	0.122	0.344	0.346	0.349
5	0.114	0.120	0.118	0.342	0.344	0.351
6	0.108	0.114	0.114	0.337	0.337	0.358
7	0.109	0.114	0.122	0.344	0.341	0.355
8	0.112	0.116	0.124	0.337	0.345	0.355

*****生物科技有限公司

9	0.108	0.115	0.116	0.340	0.342	0.356
10	0.111	0.116	0.117	0.340	0.337	0.355
平均值	0.110	0.115	0.120	0.341	0.342	0.353
标准差	0.002	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003
CV 批内	2.08%	2.22%	2.84%	0.73%	1.00%	0.85%
CV 批间	4.22%			1.84%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	96.74	101.82	103.70	304.10	306.40	302.99
2	93.68	97.03	101.32	305.72	304.12	299.65
3	94.98	96.67	103.14	303.15	301.07	302.43
4	98.68	101.24	102.53	306.31	307.11	299.09
5	98.86	104.32	99.36	304.41	304.79	300.65
6	93.50	99.22	95.81	300.05	298.93	307.15
7	94.44	99.18	102.79	306.53	302.15	304.34
8	97.60	101.37	104.18	300.32	306.17	304.12
9	93.72	99.99	97.07	302.88	303.49	305.07
10	96.25	100.97	98.50	302.97	298.48	304.90
平均值	95.85	100.18	100.84	303.64	303.27	303.04
标准差	2.070	2.290	2.957	2.257	3.054	2.593
CV 批内	2.16%	2.29%	2.93%	0.74%	1.01%	0.86%
CV 批间	3.31%			0.85%		

运输稳定性研究资料

尿碘测定试剂盒
(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)

目 录

一、研究方法的确定依据.....	1
二、试验用仪器及材料.....	1
2.1 试验用试剂.....	1
2.2 样本.....	1
2.3 试验用仪器.....	2
三、试验方法.....	2
3.1 运输包装设置.....	2
3.2 试验方法.....	3
四、试验各项检测指标及其检定标准.....	3
4.1 试剂盒外观检查.....	错误！未定义书签。
4.2.1 净含量.....	3
4.2.2 准确度.....	3
4.2.3 最低检出限.....	3
4.2.4 线性范围.....	3
4.2.5 精密度.....	3
五、稳定性试验结果.....	3
七、试验结论.....	6
八、参考文献.....	6
附件：稳定性试验——运输稳定性试验 原始数据记录表（一）（A 包装方式）	0
附件：稳定性试验——运输稳定性试验 原始数据记录表（二）（B 包装方式）	5

概 述

稳定性是体外诊断试剂必须具有的基本属性、是确保产品在使用过程中安全有效的重要指标。稳定性研究是根据产品的理化性质，设计合理的稳定性研究试验项目，以考察不同条件下产品的主要质量指标随时间的变化情况，为产品的保存条件和有效期的确定提供依据。我公司参考《ICH 药物稳定性研究指导原则》、《体外诊断试剂分析性能指导原则》、张丽的《关于体外诊断试剂的稳定性研究》以及张妍和王治国的《体外诊断试剂的稳定性测试》的指导方法，设计了尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）的稳定性试验，以考察该产品的稳定性。

一、研究方法的确定依据

运输稳定性是指模拟试剂的运输及保存条件，考察运输过程中试剂质量的变化情况。

*****生物科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）的保存温度为 2-8℃，根据我司市场区域分布和采用的运输方式，最长运输周期大致为 10 天。

周期设置：按最长运输周期设置为 10 天。

检测间隔：产品保存 6 个月后及有效期末。

质量指标：不低于产品设计要求，包含试剂盒外观、净含量、试剂空白、准确度、线性范围、精密度。

二、试验用仪器及材料

2.1 试验用试剂

试剂名称：尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

生产厂家：*****生物科技有限公司

批号：20170901、20170902、20170903

规格：20 人份/盒

2.2 样本

2.2.1 样本配置

- 1) 将冻干人尿碘成分分析标准物质 GBW(E) 090016 (121±14) $\mu\text{g/L}$, GBW(E) 090017 (201±11) $\mu\text{g/L}$ 用纯化水复溶。
- 2) 将试剂盒 300 $\mu\text{g/L}$ 的碘标准溶液用纯化水按表1的比例混合配制成不同浓度的样本, 然后用 GBW(E) 090016 (121±14) $\mu\text{g/L}$, GBW(E) 090017 (201±11) $\mu\text{g/L}$ 对参考测量程序青岛三凯医学科技有限公司的尿碘测定试剂盒(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法) (表2) 进行校准, 校准后, 用参考测量程序对配制好的工作校准品赋值。

表 1 工作校准品的配置

工作校准品编号	校准品配置浓度 ($\mu\text{g/L}$)	赋值结果
CAL-1	0	0.40
CAL-2	50	49.85
CAL-3	100	101.25
CAL-4	150	148.92
CAL-5	200	202.25
CAL-6	300	299.80

表 2 鉴定试剂盒信息

产品名称	生产企业	医疗器械注册证编号
尿碘测定试剂盒(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)	青岛市三凯医学科技有限公司	鲁械注准 20162400155

2.3 试验用仪器

丽拓生物科技有限公司的 LTS-ND180 全自动尿碘分析仪。

三、试验方法

3.1 运输包装设置

3.1.1 包装方式

采用两种包装方式: A 及 B 包装方式。

A 包装方式：挑战低温环境（2℃左右）；

B 包装方式：挑战高温环境（30℃左右）。

3.1.2 运输方式：陆运

3.1.3 运输开始时间：2017 年 10 月 10 日

3.1.4 运输结束时间：2017 年 10 月 20 日

3.1.5 运输总时长：10 天

3.2 试验方法

3.2.1 取出以上 3 个批号的检验合格的试剂盒各 12 盒，分别按照 A 包装方式和 B 包装方式进行包装，并于每个泡沫箱内分别放置温度记录仪，记录运输过程中的温度变化情况（温度最小值与温度最大值）。于 2017 年 11 月 10 日发往新疆。路上运输时间大致为 4~5 天，试剂到了新疆后按照原包装寄回公司，实际运输时间共计 11 天。将寄回来的试剂按照说明书要求的 2~8℃ 条件进行保存。

3.2.2 放置到有效期末，随机取出以上 3 个批号的产品分别进行检测。检测项目为试剂盒外观、净含量、最低检出限、准确度、线性范围、批内精密度。

3.2.3 严格按照产品说明书的方法进行试验，读取并记录试验结果。

四、试验各项检测指标及其检定标准

4.1 试剂盒外观检查

在自然光下以矫正视力目视检查，试剂盒各组分应齐全、完整、液体无渗漏。样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。

4.2 试剂盒性能指标

4.2.1 净含量

随机抽取 3 瓶样本稀释液，用经过校准之后的通用量具分别对其进行测量，相对偏差应

不大于标识量的±5%。

随机抽取碘标准溶液、显色液、复合氧化剂各3瓶，用经过校准之后的通用量具分别对其进行测量，相对偏差应不大于标识量的±10%。

随机抽取3个尿液纯化装置，将每个尿液纯化装置在精度为千分之一的天平上进行称重，然后将内容物倒出后洗净烘干，在天平上进行称重，计算每个尿液纯化装置中特异性吸附剂的净含量，相对偏差应不大于标识量的±10%。

4.2.2 试剂空白

以样本稀释液作为样本测试反应吸光值，重复测定20次，得出结果计算其平均吸光值(M)和标准差(SD)，以空白均值加两倍标准差(M+2SD)，应小于0.01。

4.2.3 线性范围

分别以浓度为0 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、150 μg/L、200 μg/L、250 μg/L、300 μg/L(x_i)的碘溶液作为样本测试反应吸光值。每个浓度碘溶液测试2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。按下述公式计算线性回归的相关系数(r)；将稀释浓度(x_i)代入求出线性回归方程。在0 μg/L～300 μg/L范围内，回归系数r应≥0.990。

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

4.2.4 准确度

4.2.4.1 样本制备

- (1) 取尿液样本，分为3份，每份1ml。
- (2) 在其中2份尿液样本中分别加入50 μl浓度为1 μg/ml、5 μg/ml的碘标准溶液，制成2个不同加入浓度的待回收分析样本。
- (3) 在最后一份尿液样本中加入50 μl纯化水，制成基础样本。
- (4) 按照公式(1)计算加入浓度。

$$\text{加入浓度 } n = \text{标准液浓度 } n \times [\text{标准液加入体积} / (\text{样本体积} + \text{标准液体积})] \dots (1)$$

(5) 将待回收分析样本和基础样本按 3.3.2 方法进行测试并计算结果, 每个样本重复测定 2 次, 测定结果计算均值, 取其均值按公式 (2) ~ (5) 计算, 计算结果应符合 2.3 的要求。

4.2.4.2 测试方法

4.2.4.2.1 样本处理

在尿液纯化装置中加入 2ml 稀释液, 取 0.5ml 尿液样本加入尿液纯化装置, 摆匀后过滤, 收集滤液, 备用。

4.2.4.2.2 样本检测

(1) 定标: 在比色杯中分别加入 200 μ l 碘标准溶液 (300 μ g/L) 和 800 μ l 样本稀释液, 混匀后放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计, 调零。加入 90 μ l 显色液, 混匀, 再加入 30 μ l 复合氧化剂, 开始计时并混匀, 准确反应 60s, 读取 300 μ g/L 碘标准溶液的吸光度值 Y_1 。将碘标准溶液 (300 μ g/L) 用纯化水稀释至 150 μ g/L 重复上述步骤, 得出吸光度值 Y_2 , 过 (150, Y_2) (300, Y_1) 两点拟合获得标准曲线。

(2) 样本的碘元素含量根据测定吸光度值代入标准曲线换算成相应的浓度。

(3) 样本测试: 取 1ml 滤液, 放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计, 调零; 加入 90 μ l 显色液, 混匀, 再加入 30 μ l 复合氧化剂, 开始计时并混匀, 准确反应 60s, 读取吸光度值。

(4) 将样本测试的吸光度值代入标准曲线中计算尿碘浓度。

$$\text{回收率 } n = \frac{\text{测定待回收分析样本浓度均值}_n - \text{测定基础样本浓度均值}}{\text{加入浓度}_n} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{平均回收率} = \frac{(\text{回收率}_1 + \text{回收率}_2 + \dots + \text{回收率}_n)}{n} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{每个样本回收率与平均回收率的差值} = \text{回收率 } n - \text{平均回收率} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{比例系统误差} = |100\% - \text{平均回收率}| \quad \dots\dots\dots (5)$$

4.2.5 精密度

同批试剂盒对两个不同浓度的碘溶液进行检测, 变异系数 CV 应 $\leq 15\%$ 。连续三批试剂盒分别对两个不同浓度的碘溶液进行检测, 变异系数 CV 应 $\leq 15\%$ 。

五、稳定性试验结果

5.1 运输温度结果

具体结果见表 3:

表 3 运输温度结果

运输包装方式	运输温度最小值	运输温度最大值
A 包装方式 (试剂+冰袋+泡沫箱+瓦楞纸箱)	2.7°C	3.5°C
B 包装方式 (试剂+瓦楞纸箱)	29.1°C	31.5°C

小结: 挑战低温与挑战高温的运输温度最小值为 2.7°C, 运输温度最大值为 31.5°C。

5.2 性能试验结果

具体试验结果见附件原始记录表 (一)、(二)。

七、试验结论

在本研究中, 将*****生物科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)按我司最长运输周期正常发货后, 放置 6 个月及有效期进行试剂盒外观、净含量、试剂空白、准确度、线性、批内精密度的检测, 各项结果均符合本产品的技术要求。

因此, 本公司生产的尿碘测定试剂盒(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)2~30°C正常发货运输后可以满足产品 12 个月的有效期。

八、参考文献

- [1] 张丽. 关于体外诊断试剂的稳定性研究[J]. 中国新药杂志. 2006(12): 1899-1900.
- [2] 张妍, 王治国. 体外诊断试剂的稳定性测试[J]. 现代检验医学杂志. 2012(2): 161-162.
- [3] 朱飞, 陈群. 温度对检测肺炎支原体抗体的影响[J]. 湖北中医药大学学报, 2011(05): 69-70.
- [4] 张金, 谢小梅等. 破伤风抗毒素在不同温度条件下的抗体效价稳定性[J]. 兰州大学学报(医学版), 2008(01): 38-40.

附件：

稳定性试验——运输稳定性试验 原始数据记录表（一）（A 包装方式 6 个月）

1. 外观和性状						
批号	要求					检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	100.0	99.7	100.1	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.0	7.2	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2037	0.2012	0.2045	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	99.3	99.4	99.5	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	6.9	7.2	7.0	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求

						±0.5ml)	
	特异性吸附剂	0.2006	0.2096	0.2060	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求
20170903	样本稀释液	100.2	100.3	100.7	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内 (即±5ml)	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	显色液	6.9	6.9	7.0	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2097	0.2085	0.2061	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求

3. 准确度 (两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%)

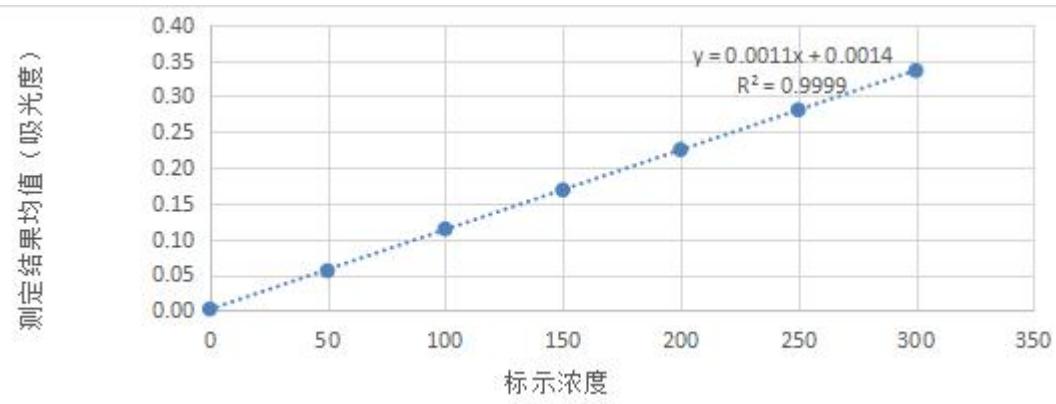
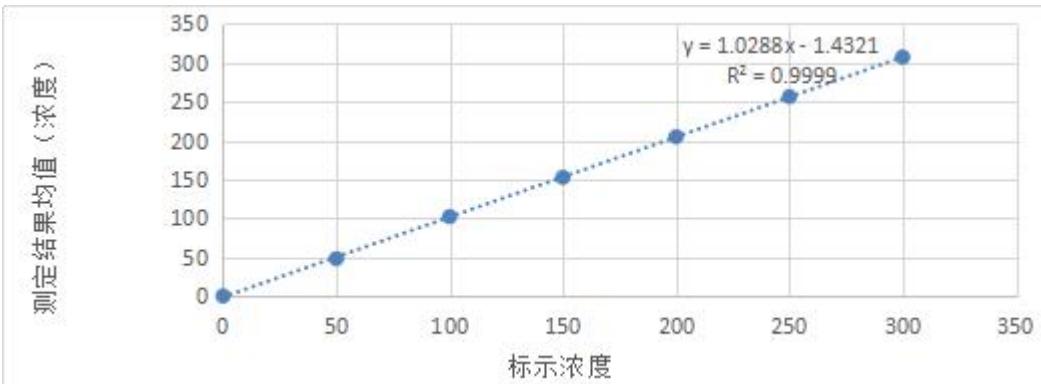
批号	样本	测定浓度 μ g/L		加入浓度 μ g/L	回收浓度 μ g/L		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	60.00	58.48	\	\	\	\	\	\	\
	待回收 分析样本 1	105.79	108.36	47.62	45.79	48.36	98.86%	99.30%	-0.45%	0.70%
	待回收 分析样本 2	296.32	298.70	238.10	236.32	238.70	99.75%		0.45%	
20170902	基础样本	50.32	52.11	\	\	\	\	\	\	\
	待回收 分析样本 1	99.09	96.44	47.62	48.77	46.12	99.63%	99.12%	0.52%	0.88%
	待回收 分析样本 2	279.73	290.45	238.10	229.41	240.13	98.60%		-0.52%	
20170903	基础样本	54.99	51.10	\	\	\	\	\	\	\
	待回收 分析样本 1	104.23	102.73	47.62	49.24	47.74	101.83%	101.15%	0.68%	1.15%
	待回收 分析样本 2	294.40	294.05	238.10	239.41	239.06	100.48%		-0.68%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

20170901	按吸光度
----------	------

*****生物科技有限公司

20170902	0.003	0.004	0.002	0.004	0.002	0.003	0.004	0.004	0.003	0.003			
	0.002	0.003	0.003	0.003	0.002	0.004	0.003	0.004	0.002	0.002			
	平均值 M	0.0030			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0046			
	按浓度												
	0.000	0.139	0.000	0.139	0.000	0.000	0.139	0.139	0.000	0.000			
	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.139	0.000	0.139	0.000	0.000			
	平均值	0.0416			标准差	0.0653			M+2*s	0.1721			
	按吸光度												
	0.002	0.004	0.004	0.003	0.003	0.002	0.004	0.003	0.003	0.003			
	0.004	0.003	0.002	0.004	0.003	0.003	0.003	0.002	0.004	0.004			
20170903	平均值 M	0.0032			标准差 s	0.0007			M+2*s	0.0046			
	按浓度												
	0.000	0.899	0.899	0.000	0.000	0.000	0.899	0.000	0.000	0.000			
	0.899	0.000	0.000	0.899	0.000	0.000	0.000	0.000	0.899	0.899			
	平均值	0.3147			标准差	0.4400			M+2*s	1.1947			
	按吸光度												
	0.002	0.002	0.004	0.002	0.003	0.004	0.003	0.002	0.002	0.004			
	0.004	0.002	0.004	0.002	0.004	0.003	0.002	0.002	0.003	0.004			
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0047			
	按浓度												
20170901	0.000	0.000	1.045	0.000	0.136	1.045	0.136	0.000	0.000	1.045			
	1.045	0.000	1.045	0.000	1.045	0.136	0.000	0.000	0.136	1.045			
	平均值	0.3931			标准差	0.4937			M+2*s	1.3806			
	5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应\geq0.990)												
	相关系数 r=		1.0000										
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差			
	0.002	0.002	0.002	0.000	0.000	0.00	0	μ g/L	0.00	/			
	0.058	0.053	0.056	50.139	45.698	47.92	50	μ g/L	-2.08	-4.2%			
	0.114	0.114	0.114	101.897	102.036	101.97	100	μ g/L	1.97	2.0%			
	0.166	0.171	0.169	150.255	154.619	152.44	150	μ g/L	2.44	1.6%			
	0.225	0.225	0.225	204.719	204.626	204.67	200	μ g/L	4.67	2.3%			
	0.276	0.285	0.281	252.244	260.062	256.15	250	μ g/L	6.15	2.5%			
	0.335	0.336	0.336	306.430	307.633	307.03	300	μ g/L	7.03	2.3%			

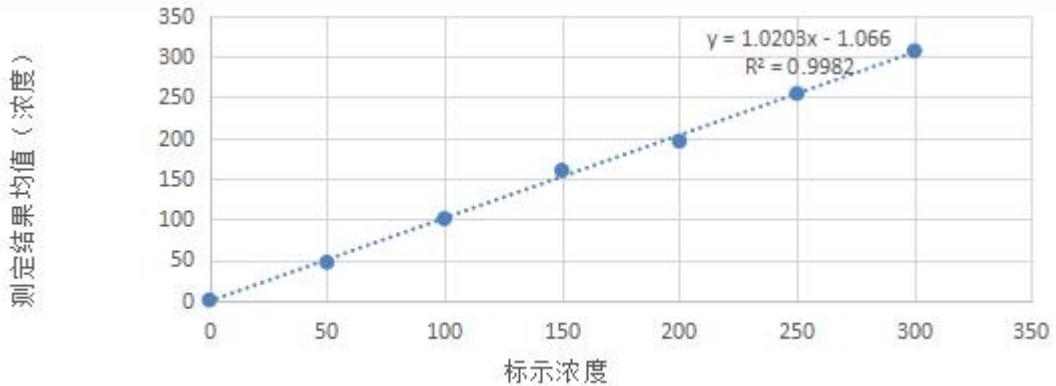


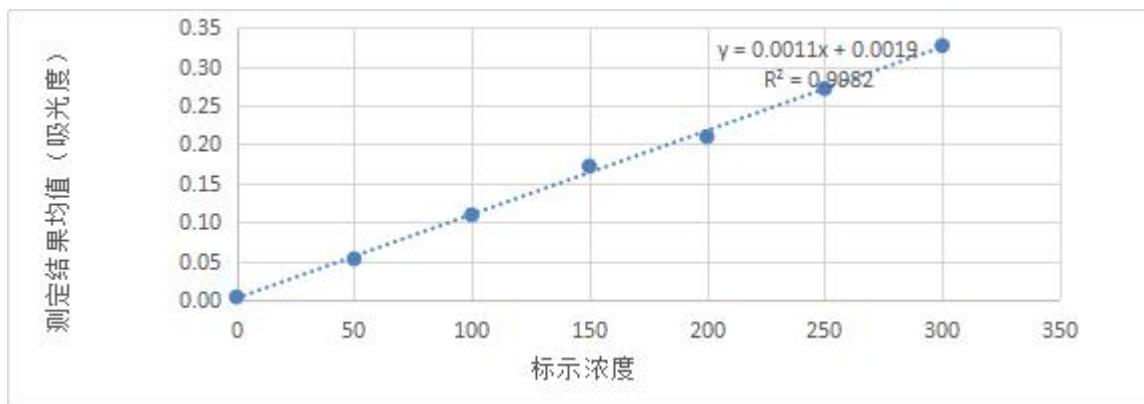
相关系数 r=

0.9986

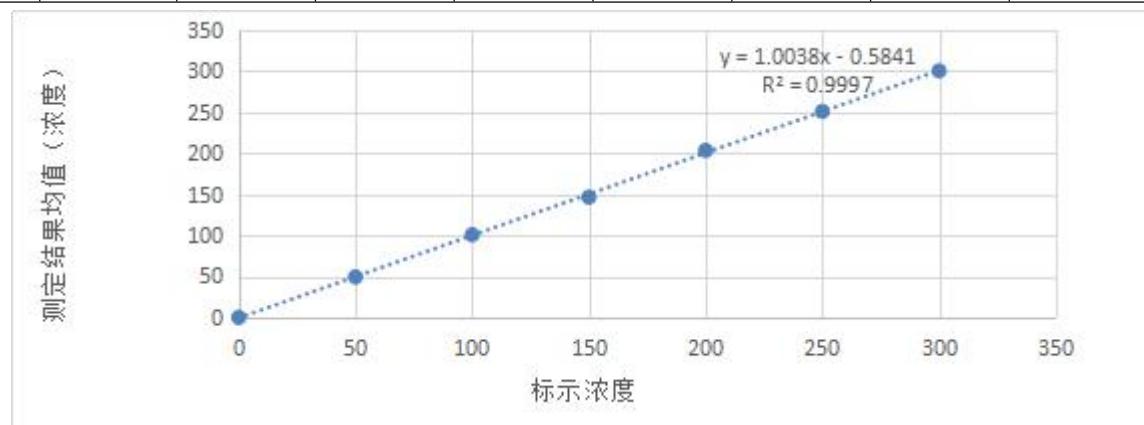
0.004	0.003	0.004	0.899	0.000	0.45	0	μg/L	0.45	/
0.051	0.054	0.053	45.402	48.241	46.82	50	μg/L	-3.18	-6.4%
0.105	0.113	0.109	96.719	104.101	100.41	100	μg/L	0.41	0.4%
0.170	0.174	0.172	157.930	161.538	159.73	150	μg/L	9.73	6.5%
0.214	0.206	0.210	199.543	191.734	195.64	200	μg/L	-4.36	-2.2%
0.275	0.269	0.272	257.130	251.333	254.23	250	μg/L	4.23	1.7%
0.328	0.326	0.327	307.430	305.726	306.58	300	μg/L	6.58	2.2%

20170902

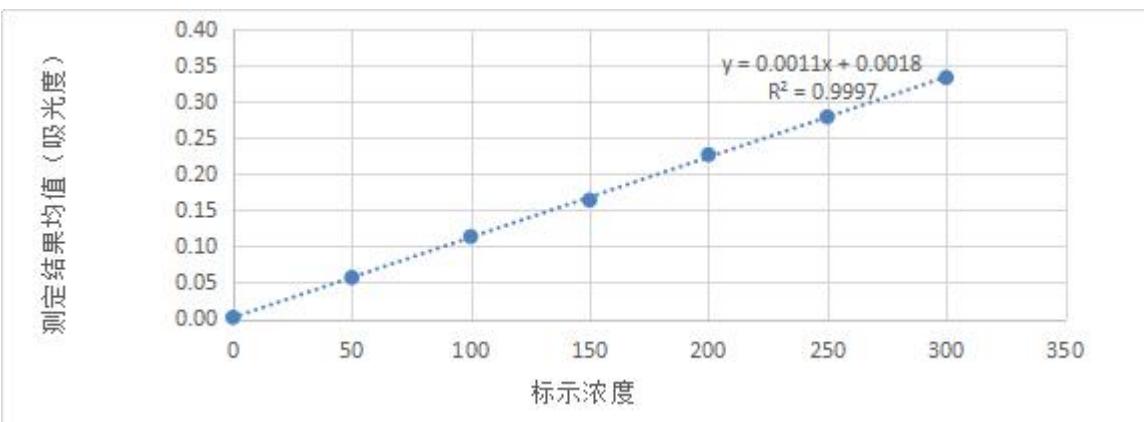




相关系数 r=		0.9997							
0.002	0.002	0.002	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
0.061	0.053	0.057	53.174	45.311	49.24	50	μg/L	-0.76	-1.5%
0.113	0.114	0.114	100.030	101.121	100.58	100	μg/L	0.58	0.6%
0.161	0.167	0.164	143.291	149.327	146.31	150	μg/L	-3.69	-2.5%
0.222	0.230	0.226	199.515	206.832	203.17	200	μg/L	3.17	1.6%
0.277	0.280	0.279	249.190	252.030	250.61	250	μg/L	0.61	0.2%
0.331	0.334	0.333	298.591	301.409	300.00	300	μg/L	0.00	0.0%



20170903



6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)	CV(300 μg/L) (吸光度)

	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.112	0.110	0.107	0.332	0.327	0.338
2	0.109	0.110	0.106	0.327	0.322	0.331
3	0.111	0.110	0.115	0.334	0.322	0.336
4	0.109	0.108	0.110	0.327	0.324	0.335
5	0.115	0.113	0.108	0.334	0.324	0.338
6	0.116	0.112	0.106	0.333	0.321	0.334
7	0.107	0.110	0.106	0.332	0.325	0.335
8	0.112	0.114	0.114	0.329	0.319	0.334
9	0.108	0.107	0.107	0.333	0.323	0.341
10	0.109	0.111	0.114	0.330	0.326	0.337
平均值	0.111	0.110	0.109	0.331	0.323	0.336
标准差	0.003	0.002	0.004	0.003	0.002	0.003
CV 批内	2.72%	2.01%	3.40%	0.80%	0.72%	0.79%
CV 批间	2.73%			1.75%		
序号	CV(100μg/L)(浓度)			CV(300μg/L)(浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	100.37	101.07	94.62	303.42	306.20	304.59
2	97.55	101.55	94.17	299.17	302.27	298.50
3	99.07	101.17	102.26	305.88	301.99	302.82
4	97.69	98.94	97.80	299.31	303.79	301.77
5	103.15	104.29	95.17	305.83	303.93	304.45
6	103.70	103.34	94.03	304.21	300.47	300.77
7	95.19	100.93	93.35	303.28	305.16	301.59
8	100.00	104.86	100.80	300.69	299.20	301.00
9	96.48	98.33	94.58	304.30	303.27	307.04
10	97.22	101.88	100.89	301.80	305.25	303.73
平均值	99.04	101.64	96.77	302.79	303.15	302.63
标准差	2.789	2.099	3.373	2.457	2.204	2.424
CV 批内	2.82%	2.07%	3.49%	0.81%	0.73%	0.80%
CV 批间	3.41%			0.76%		

稳定性试验——运输稳定性试验 原始数据记录表（一）（A 包装方式 12 个月）

1. 外观和性状						
批号	要求					检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。					符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求		检测结果
20170901	样本稀释液	99.6	100.7	99.3	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）		符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）		符合要求
	显色液	7.2	7.2	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）		符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）		符合要求
	特异性吸附剂	0.2077	0.2085	0.2061	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）		符合要求
20170902	样本稀释液	100.5	100.0	99.8	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）		符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）		符合要求
	显色液	7.2	7.0	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）		符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）		符合要求
	特异性吸附剂	0.2077	0.2089	0.2015	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）		符合要求
20170903	样本稀释液	99.6	100.9	99.6	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）		符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）		符合要求
	显色液	7.0	6.9	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）		符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）		符合要求
	特异性吸附剂	0.2086	0.2057	0.2081	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）		符合要求

3. 准确度（两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%。）

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	53.25	56.15	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	99.92	98.80	47.62	46.67	45.55	96.83%	98.34%	-1.51%	1.66%
	待回收分析样本 2	293.38	288.62	238.10	240.13	235.37	99.85%		1.51%	
20170902	基础样本	59.07	51.94	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	109.00	105.12	47.62	49.93	46.05	100.78%	99.89%	0.89%	0.11%
	待回收分析样本 2	299.68	289.91	238.10	240.61	230.84	99.00%		-0.89%	

*****生物科技有限公司

20170903	基础样本	53.40	54.38	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本1	103.33	100.86	47.62	49.93	47.46	102.26%	103.23%	-0.97%	3.23%
	待回收分析样本2	301.27	301.74	238.10	247.87	248.34	104.20%		0.97%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

20170901	按吸光度									
	0.004	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003	0.004	0.004	0.004	0.004
	0.003	0.004	0.003	0.002	0.004	0.003	0.003	0.002	0.002	0.004
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0048
	按浓度									
	0.423	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.423	0.423	0.423	0.423
	0.000	0.423	0.000	0.000	0.423	0.000	0.000	0.000	0.000	0.423
	平均值	0.1693			标准差	0.2128			M+2*s	0.5949

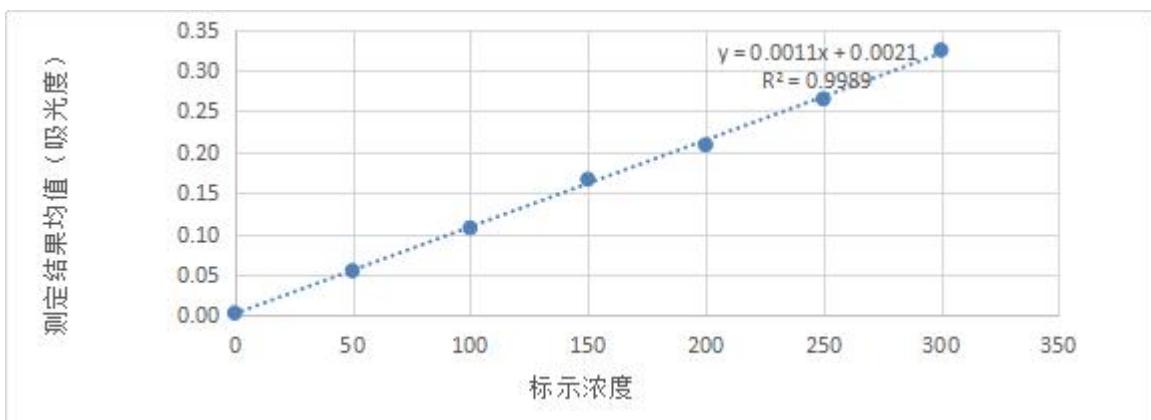
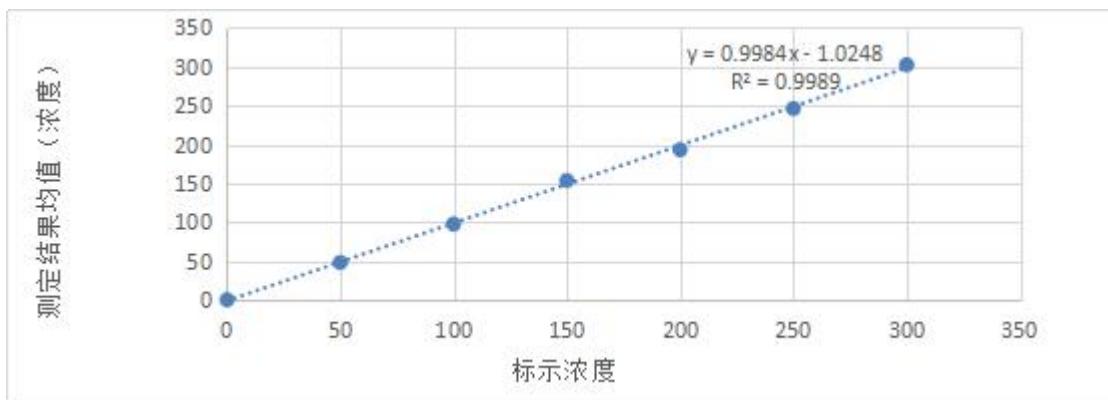
20170902	按吸光度									
	0.004	0.004	0.003	0.002	0.004	0.002	0.003	0.002	0.002	0.003
	0.004	0.003	0.002	0.003	0.002	0.002	0.004	0.004	0.003	0.002
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0046
	按浓度									
	0.431	0.431	0.000	0.000	0.431	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.431	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.431	0.431	0.000	0.000
	平均值	0.1293			标准差	0.2026			M+2*s	0.5344

20170903	按吸光度									
	0.004	0.003	0.002	0.003	0.003	0.003	0.003	0.002	0.003	0.003
	0.002	0.002	0.004	0.002	0.002	0.003	0.004	0.004	0.002	0.004
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.271	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
	0.000	0.000	0.271	0.000	0.000	0.000	0.271	0.271	0.000	0.271
	平均值	0.0677			标准差	0.1203			M+2*s	0.3084

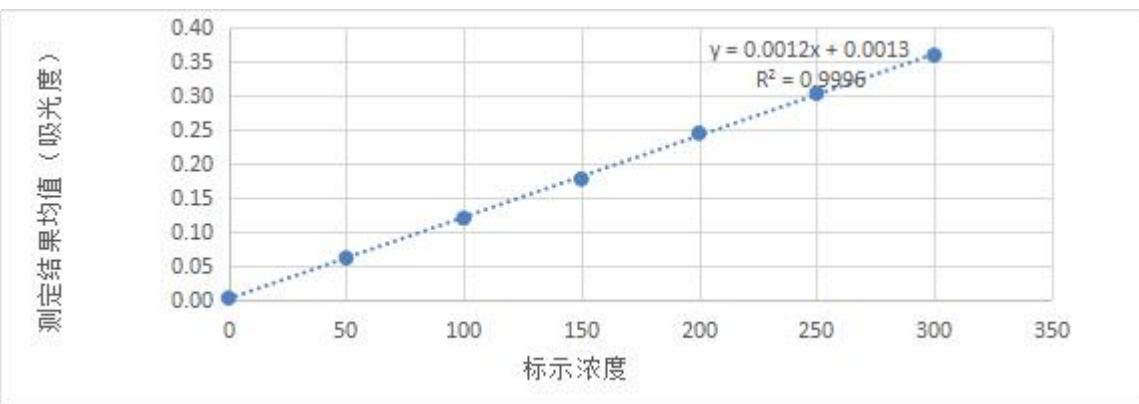
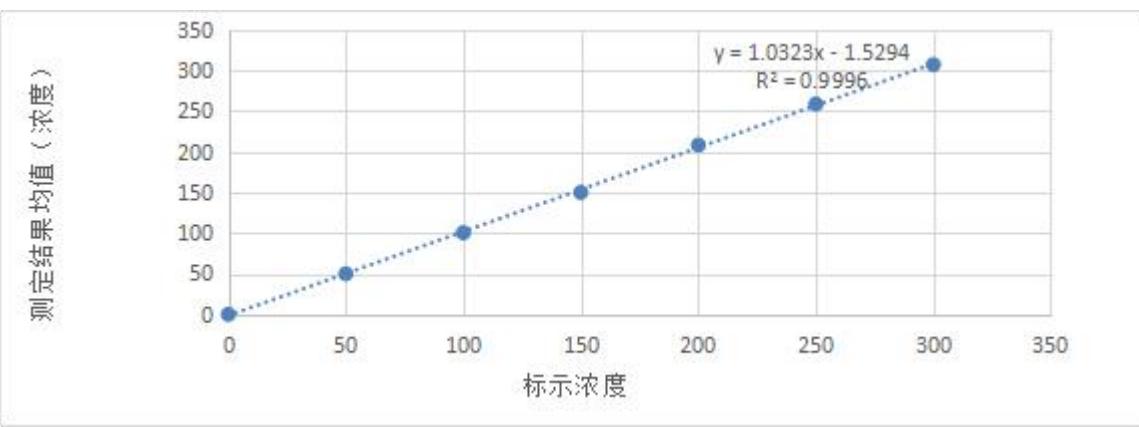
5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应≥0.990)

20170901	相关系数 r= 0.9994									
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差
	0.004	0.002	0.003	0.423	0.000	0.21	0	μg/L	0.21	/
	0.053	0.056	0.055	46.958	49.498	48.23	50	μg/L	-1.77	-3.5%

	0.104	0.110	0.107	94.904	100.172	97.54	100	μg/L	-2.46	-2.5%
	0.171	0.163	0.167	157.126	150.013	153.57	150	μg/L	3.57	2.4%
	0.209	0.209	0.209	193.195	193.101	193.15	200	μg/L	-6.85	-3.4%
	0.265	0.265	0.265	246.198	245.962	246.08	250	μg/L	-3.92	-1.6%
	0.327	0.323	0.325	304.092	300.612	302.35	300	μg/L	2.35	0.8%

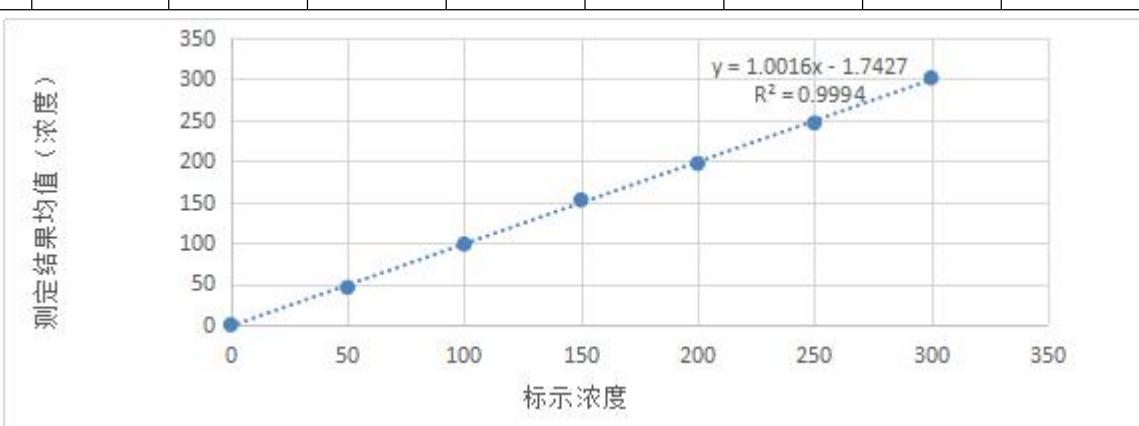


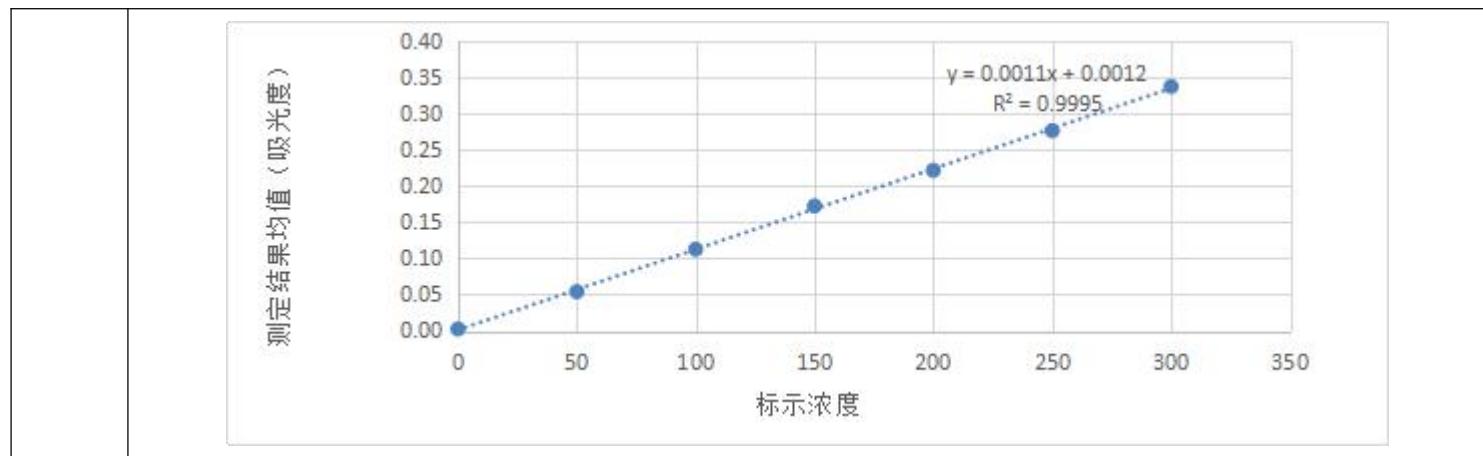
20170902	相关系数 r=		0.9997							
	0.002	0.003	0.003	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
	0.059	0.064	0.061	47.515	52.212	49.86	50	μg/L	-0.14	-0.3%
	0.122	0.118	0.120	101.925	98.650	100.29	100	μg/L	0.29	0.3%
	0.177	0.178	0.177	149.132	150.528	149.83	150	μg/L	-0.17	-0.1%
	0.248	0.241	0.245	210.959	205.056	208.01	200	μg/L	8.01	4.0%
	0.304	0.302	0.303	259.379	257.483	258.43	250	μg/L	8.43	3.4%
	0.360	0.359	0.359	307.024	306.550	306.79	300	μg/L	6.79	2.3%



相关系数 r=		0.9996								
0.003	0.002	0.003	0.000	0.000	0.00	0	$\mu\text{g/L}$	0.00	/	
0.054	0.054	0.054	45.470	45.470	45.47	50	$\mu\text{g/L}$	-4.53	-9.1%	
0.109	0.116	0.113	95.274	101.279	98.28	100	$\mu\text{g/L}$	-1.72	-1.7%	
0.174	0.170	0.172	153.949	150.446	152.20	150	$\mu\text{g/L}$	2.20	1.5%	
0.223	0.220	0.221	197.953	195.154	196.55	200	$\mu\text{g/L}$	-3.45	-1.7%	
0.276	0.276	0.276	245.974	245.952	245.96	250	$\mu\text{g/L}$	-4.04	-1.6%	
0.337	0.337	0.337	301.038	300.903	300.97	300	$\mu\text{g/L}$	0.97	0.3%	

20170903





6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)			CV(300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.108	0.118	0.110	0.325	0.355	0.338
2	0.105	0.123	0.116	0.329	0.357	0.337
3	0.108	0.122	0.117	0.321	0.352	0.343
4	0.107	0.123	0.114	0.329	0.356	0.343
5	0.110	0.121	0.109	0.330	0.351	0.341
6	0.107	0.123	0.109	0.328	0.350	0.336
7	0.105	0.119	0.116	0.328	0.358	0.337
8	0.104	0.116	0.113	0.321	0.353	0.341
9	0.109	0.123	0.117	0.325	0.354	0.343
10	0.104	0.116	0.111	0.328	0.354	0.343
平均值	0.107	0.120	0.113	0.326	0.354	0.340
标准差	0.002	0.003	0.003	0.003	0.003	0.003
CV 批内	1.92%	2.34%	2.80%	0.95%	0.72%	0.81%
CV 批间	5.61%			3.45%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	98.24	98.52	96.09	302.21	302.54	302.21
2	95.23	102.79	100.96	306.16	304.65	300.99
3	98.10	102.53	102.32	299.01	300.26	306.41
4	96.88	102.61	99.43	305.83	304.09	305.96
5	99.94	101.11	95.46	306.87	299.57	304.42
6	97.21	103.17	95.14	305.08	298.75	300.05
7	95.23	99.77	101.73	305.32	305.26	301.04

8	94.43	97.14	98.66	298.78	300.86	304.24
9	98.86	103.09	102.09	302.87	301.64	306.32
10	94.62	97.31	96.63	305.36	301.85	305.96
平均值	96.88	100.80	98.85	303.75	301.95	303.76
标准差	1.921	2.426	2.858	2.925	2.192	2.476
CV 批内	1.98%	2.41%	2.89%	0.96%	0.73%	0.82%
CV 批间	2.89%			0.86%		

稳定性试验——运输稳定性试验 原始数据记录表（二）（B 包装方式 6 个月）

1. 外观和性状		
批号	要求	检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	100.1	101.0	101.0	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.2	7.1	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2077	0.2071	0.2046	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	99.7	101.0	100.2	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.1	6.9	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2029	0.2031	0.2081	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170903	样本稀释液	100.4	99.1	100.3	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.1	6.9	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2088	0.2065	0.2091	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求

3. 准确度 (两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%)

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	57.83	53.27	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	105.55	107.26	47.62	47.72	49.43	102.01%	102.09%	-0.09%	2.09%
	待回收分析样本 2	298.79	303.44	238.10	240.96	245.61	102.18%		0.09%	
20170902	基础样本	59.99	51.64	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	107.78	105.33	47.62	47.79	45.34	97.78%	97.63%	0.15%	2.37%
	待回收分析样本 2	293.81	290.36	238.10	233.82	230.37	97.48%		-0.15%	
20170903	基础样本	59.47	53.22	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	105.38	108.88	47.62	45.91	49.41	100.08%	101.04%	-0.96%	1.04%
	待回收分析样本 2	307.46	297.22	238.10	247.99	237.75	102.00%		0.96%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

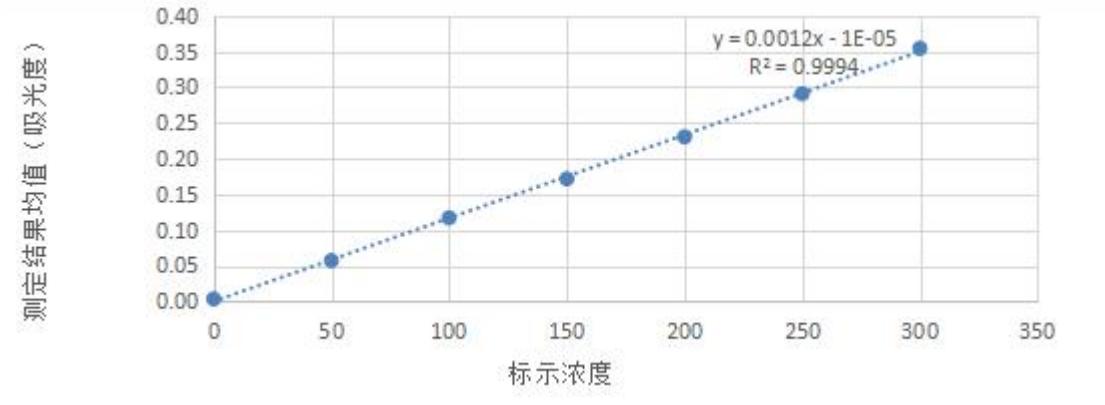
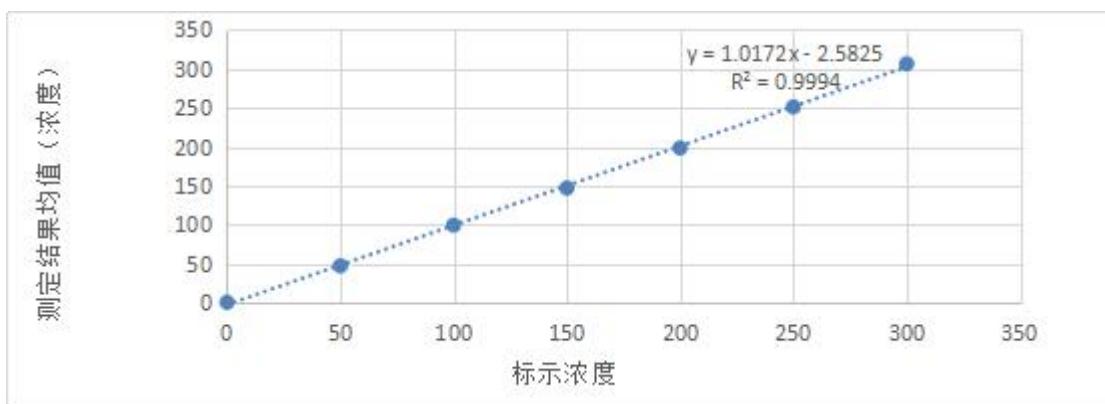
20170901	按吸光度									
	0.003	0.002	0.003	0.002	0.004	0.004	0.002	0.002	0.002	0.003
	0.002	0.004	0.003	0.003	0.002	0.003	0.004	0.002	0.003	0.004
	平均值 M	0.0029			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.044	0.000	0.044	0.000	0.916	0.916	0.000	0.000	0.000	0.044
	0.000	0.916	0.044	0.044	0.000	0.044	0.916	0.000	0.044	0.916
	平均值	0.2442			标准差	0.3983			M+2*s	1.0409
	按吸光度									
	0.003	0.002	0.004	0.002	0.002	0.004	0.002	0.003	0.003	0.003
20170902	0.002	0.002	0.003	0.004	0.004	0.002	0.002	0.004	0.002	0.002
	平均值 M	0.0028			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.044	0.000	0.930	0.000	0.000	0.930	0.000	0.044	0.044	0.044
	0.000	0.000	0.044	0.930	0.930	0.000	0.000	0.930	0.000	0.000
	平均值	0.2436			标准差	0.4072			M+2*s	1.0580
20170903	按吸光度									
	0.003	0.002	0.003	0.004	0.004	0.003	0.004	0.002	0.004	0.002
	0.003	0.002	0.003	0.004	0.004	0.003	0.003	0.003	0.004	0.002
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0008			M+2*s	0.0047
	按浓度									

	0.000	0.000	0.000	0.431	0.431	0.000	0.431	0.000	0.431	0.000
	0.000	0.000	0.000	0.431	0.431	0.000	0.000	0.000	0.431	0.000
平均值	0.1508			标准差	0.2109			M+2*s	0.5726	

5. 线性范围 (0 $\mu\text{g/L}$ ~300 $\mu\text{g/L}$, 回归系数 r 应 ≥ 0.990)

相关系数 r=		0.9997							
测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度	单位	绝对偏差	相对偏差
0.004	0.003	0.004	0.916	0.044	0.48	0	$\mu\text{g/L}$	0.48	/
0.059	0.055	0.057	49.237	45.268	47.25	50	$\mu\text{g/L}$	-2.75	-5.5%
0.115	0.119	0.117	97.558	101.308	99.43	100	$\mu\text{g/L}$	-0.57	-0.6%
0.167	0.176	0.172	143.440	150.739	147.09	150	$\mu\text{g/L}$	-2.91	-1.9%
0.232	0.228	0.230	200.087	196.642	198.36	200	$\mu\text{g/L}$	-1.64	-0.8%
0.289	0.292	0.291	249.586	252.399	250.99	250	$\mu\text{g/L}$	0.99	0.4%
0.354	0.354	0.354	306.586	306.150	306.37	300	$\mu\text{g/L}$	6.37	2.1%

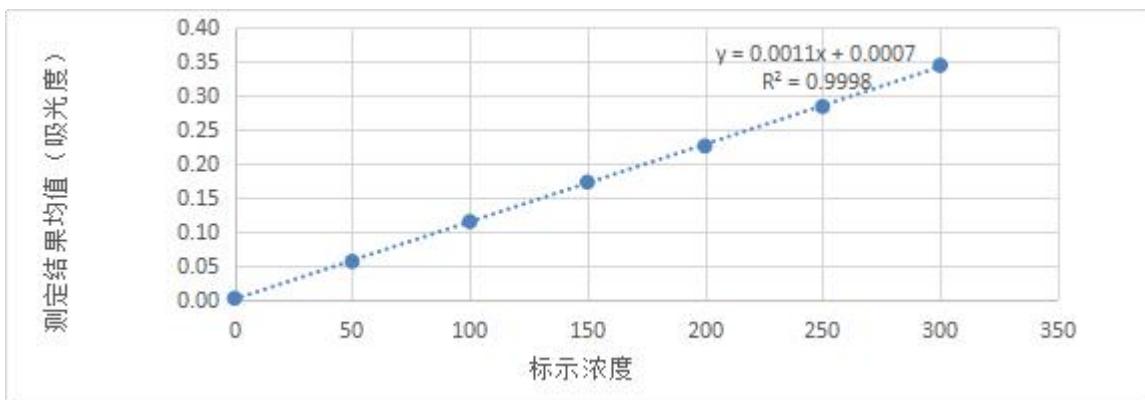
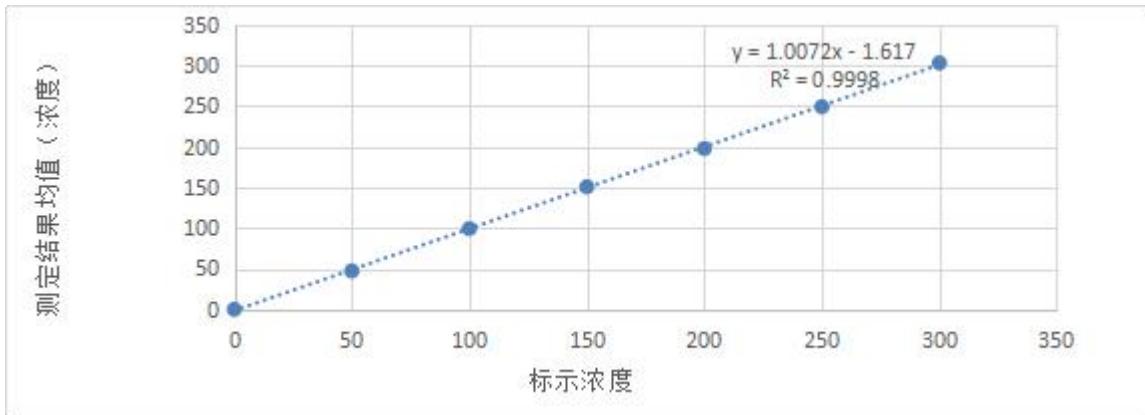
20170901



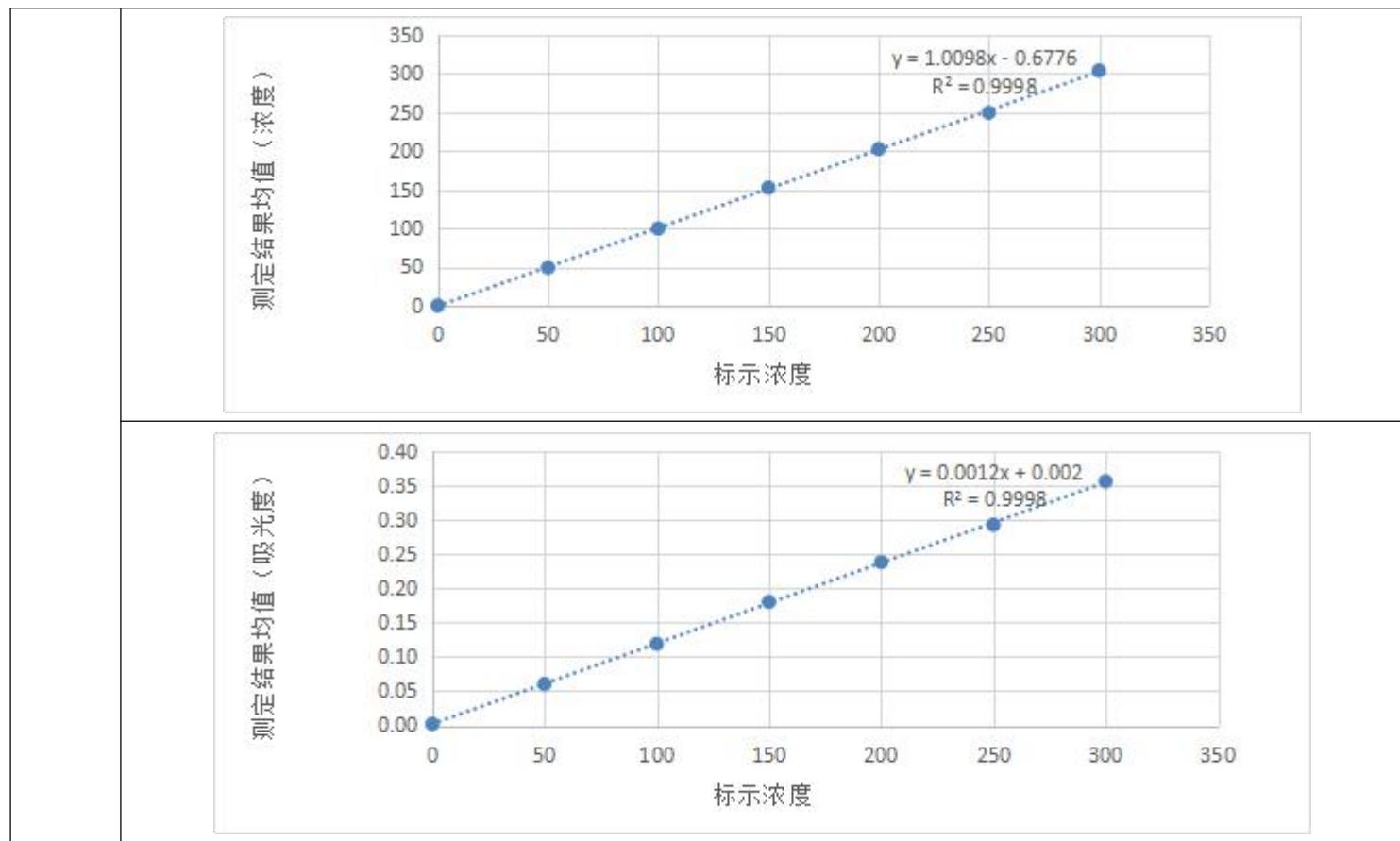
20170902

相关系数 r=		0.9999							
0.002	0.002	0.002	0.000	0.000	0.00	0	$\mu\text{g/L}$	0.00	/
0.057	0.056	0.056	47.733	46.714	47.22	50	$\mu\text{g/L}$	-2.78	-5.6%
0.112	0.118	0.115	96.220	102.112	99.17	100	$\mu\text{g/L}$	-0.83	-0.8%

0.174	0.172	0.173	151.461	149.723	150.59	150	μg/L	0.59	0.4%
0.224	0.228	0.226	195.895	199.306	197.60	200	μg/L	-2.40	-1.2%
0.281	0.287	0.284	245.976	251.934	248.96	250	μg/L	-1.04	-0.4%
0.344	0.346	0.345	301.993	303.500	302.75	300	μg/L	2.75	0.9%



20170903	相关系数 r=		0.9999							
	0.002	0.002	0.002	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
	0.058	0.063	0.060	46.617	51.358	48.99	50	μg/L	-1.01	-2.0%
	0.119	0.119	0.119	99.354	99.612	99.48	100	μg/L	-0.52	-0.5%
	0.180	0.180	0.180	152.080	152.332	152.21	150	μg/L	2.21	1.5%
	0.234	0.243	0.238	198.362	206.033	202.20	200	μg/L	2.20	1.1%
	0.291	0.294	0.292	247.737	250.409	249.07	250	μg/L	-0.93	-0.4%
	0.358	0.354	0.356	305.387	301.853	303.62	300	μg/L	3.62	1.2%



6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)			CV(300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.119	0.115	0.122	0.348	0.346	0.353
2	0.120	0.112	0.122	0.348	0.348	0.352
3	0.121	0.119	0.115	0.349	0.348	0.357
4	0.116	0.113	0.120	0.351	0.341	0.354
5	0.120	0.116	0.119	0.348	0.344	0.354
6	0.114	0.115	0.117	0.351	0.347	0.359
7	0.114	0.111	0.119	0.350	0.345	0.353
8	0.116	0.110	0.116	0.353	0.349	0.359
9	0.119	0.113	0.123	0.353	0.345	0.352
10	0.115	0.118	0.119	0.347	0.348	0.356
平均值	0.117	0.114	0.119	0.350	0.346	0.355
标准差	0.003	0.003	0.003	0.002	0.002	0.003
CV 批内	2.32%	2.43%	2.22%	0.58%	0.66%	0.77%
CV 批间	2.91%			1.23%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		

	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	101.57	99.45	102.50	300.96	304.30	300.91
2	101.96	96.40	101.77	301.22	305.36	300.69
3	103.27	102.55	96.04	302.22	305.45	304.65
4	99.04	97.81	100.00	303.23	299.87	302.11
5	101.88	100.34	99.91	301.22	302.17	301.81
6	96.64	99.14	98.19	303.45	305.01	306.46
7	97.08	95.82	99.74	302.88	302.97	301.42
8	98.39	95.25	97.37	305.63	306.69	306.38
9	101.26	97.28	103.40	305.15	302.84	300.09
10	97.69	101.54	99.96	300.44	305.27	303.84
平均值	99.88	98.56	99.89	302.64	303.99	302.84
标准差	2.373	2.460	2.281	1.768	2.021	2.345
CV 批内	2.38%	2.50%	2.28%	0.58%	0.66%	0.77%
CV 批间	2.39%			0.68%		

稳定性试验——运输稳定性试验 原始数据记录表（二）（B 包装方式 12 个月）

1. 外观和性状		
批号	要求	检测结果
20170901	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170902	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求
20170903	各组分应齐全、完整、液体无渗漏。 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。	符合要求

2. 净含量

批号	组分	测量值			标示值	要求	检测结果
20170901	样本稀释液	100.6	100.2	99.1	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.1	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	显色液	7.0	7.1	6.9	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.7ml）	符合要求
	复合氧化剂	5.1	5.1	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求
	特异性吸附剂	0.2098	0.2027	0.2008	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.02g）	符合要求
20170902	样本稀释液	101.0	99.5	99.8	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内（即±5ml）	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内（即±0.5ml）	符合要求

	显色液	7.1	7.1	7.2	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2071	0.2074	0.2084	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求
20170903	样本稀释液	100.0	99.2	100.1	100ml	装量与标示量的偏差在±5%范围内 (即±5ml)	符合要求
	碘标准溶液	5.0	5.0	5.1	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	显色液	7.0	6.9	7.1	7ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.7ml)	符合要求
	复合氧化剂	5.0	5.1	5.0	5ml	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.5ml)	符合要求
	特异性吸附剂	0.2085	0.2013	0.2036	0.2000g	装量与标示量的偏差在±10%范围内 (即±0.02g)	符合要求

3. 准确度 (两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%)

批号	样本	测定浓度 $\mu\text{g/L}$		加入浓度 $\mu\text{g/L}$	回收浓度 $\mu\text{g/L}$		样本回收率	平均回收率	样本回收率与平均回收率差值	比例系统误差
20170901	基础样本	55.81	50.98	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	103.74	104.70	47.62	47.93	48.89	101.66%	101.12%	0.54%	1.12%
	待回收分析样本 2	287.49	303.08	238.10	231.68	247.27	100.58%		-0.54%	
20170902	基础样本	53.63	52.81	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	103.35	99.78	47.62	49.72	46.15	100.66%	100.02%	0.64%	0.02%
	待回收分析样本 2	298.76	281.73	238.10	245.13	228.10	99.38%		-0.64%	
20170903	基础样本	59.65	53.98	\	\	\	\	\	\	\
	待回收分析样本 1	106.20	106.56	47.62	46.55	46.91	98.13%	97.73%	0.40%	2.27%
	待回收分析样本 2	294.78	287.99	238.10	235.13	228.34	97.33%		-0.40%	

4. 试剂空白 (试剂空白吸光度≤0.01)

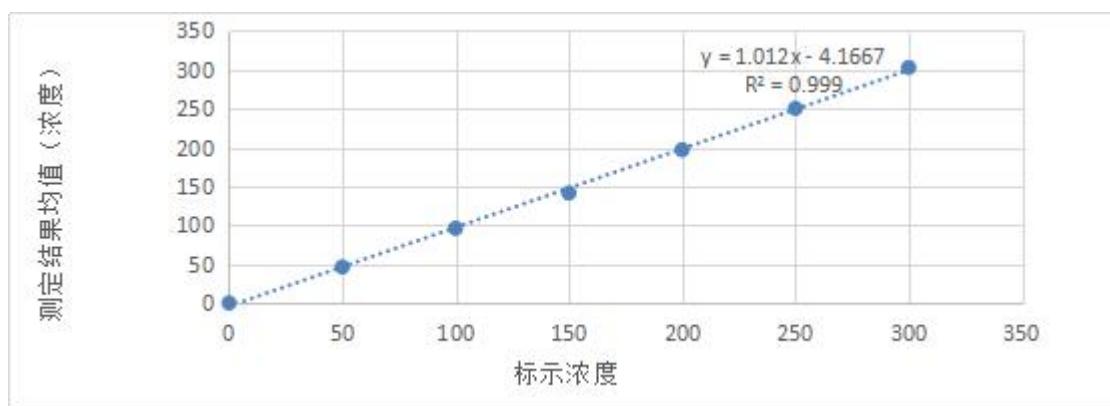
20170901	按吸光度									
	0.002	0.002	0.004	0.002	0.002	0.004	0.003	0.003	0.004	0.003
	0.004	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.003	0.004
	平均值 M	0.0028			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0045
	按浓度									
	0.000	0.000	0.043	0.000	0.000	0.043	0.000	0.000	0.043	0.000
	0.043	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.043
	平均值	0.0109			标准差	0.0193			M+2*s	0.0494
	按吸光度									
	0.004	0.003	0.004	0.003	0.002	0.004	0.003	0.002	0.004	0.004
	平均值 M	0.0030			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0048
	按浓度									

	0.261	0.000	0.261	0.000	0.000	0.261	0.000	0.000	0.261	0.261
	0.000	0.000	0.261	0.000	0.000	0.000	0.000	0.261	0.261	0.000
	平均值	0.1044			标准差	0.1312			M+2*s	0.3669

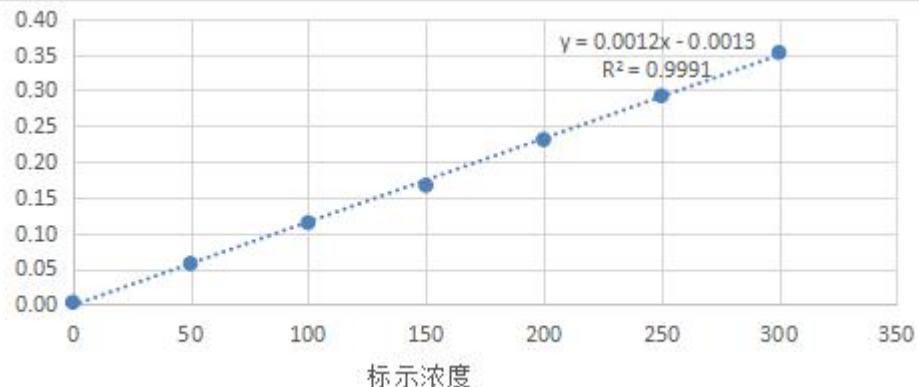
20170903	按吸光度									
	0.002	0.002	0.002	0.004	0.003	0.002	0.004	0.003	0.004	0.002
	0.003	0.003	0.004	0.004	0.004	0.003	0.003	0.002	0.004	0.004
	平均值 M	0.0031			标准差 s	0.0009			M+2*s	0.0048
	按浓度									
	0.000	0.000	0.000	0.134	0.000	0.000	0.134	0.000	0.134	0.000
	0.000	0.000	0.134	0.134	0.134	0.000	0.000	0.134	0.134	
	平均值	0.0536			标准差	0.0674			M+2*s	0.1883

5. 线性范围 (0 μg/L~300 μg/L, 回归系数 r 应≥0.990)

20170901	相关系数 r=		0.9995						
	测定结果 (吸光度)		平均值 (吸光度)	测定结果 (浓度)		平均值 (浓度)	理论浓度		单位
	0.002	0.004	0.003	0.000	0.043	0.02	0	μg/L	0.02
	0.062	0.053	0.057	50.022	42.555	46.29	50	μg/L	-3.71
	0.116	0.113	0.114	96.874	95.094	95.98	100	μg/L	-4.02
	0.167	0.166	0.167	141.903	140.745	141.32	150	μg/L	-8.68
	0.235	0.227	0.231	200.217	193.618	196.92	200	μg/L	-3.08
	0.292	0.292	0.292	250.022	250.347	250.18	250	μg/L	0.18
	0.353	0.352	0.353	303.213	302.214	302.71	300	μg/L	2.71



测定结果均值 (吸光度)

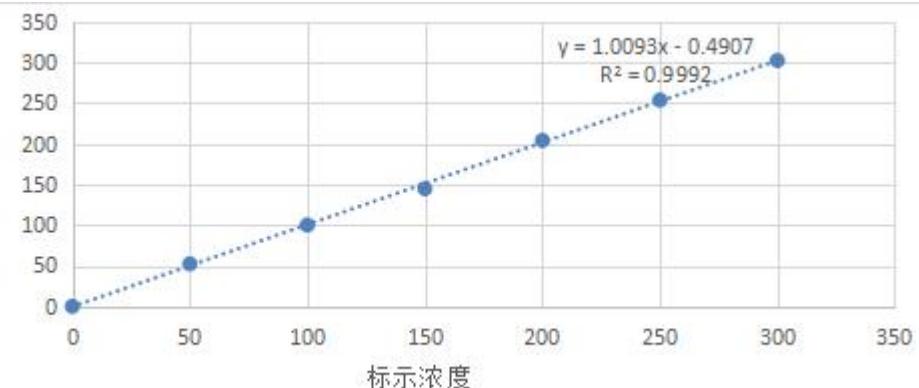


相关系数 r=

0.9994

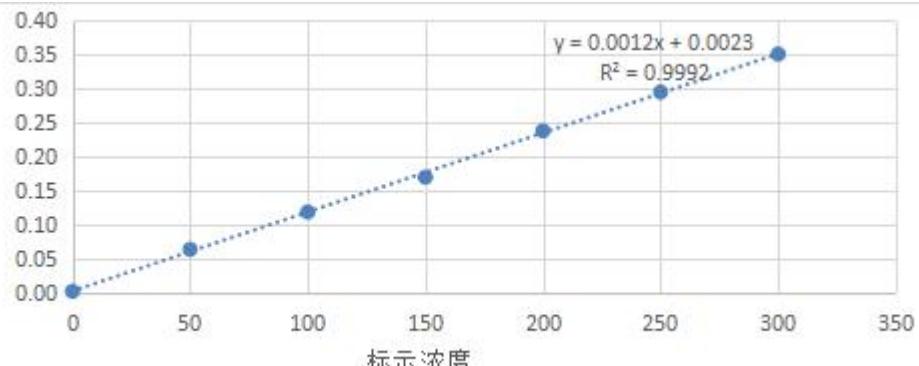
0.002	0.002	0.002	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
0.064	0.064	0.064	52.190	52.234	52.21	50	μg/L	2.21	4.4%
0.120	0.117	0.119	101.247	98.680	99.96	100	μg/L	-0.04	0.0%
0.173	0.166	0.170	147.770	141.367	144.57	150	μg/L	-5.43	-3.6%
0.239	0.237	0.238	204.584	203.191	203.89	200	μg/L	3.89	1.9%
0.301	0.289	0.295	258.667	248.441	253.55	250	μg/L	3.55	1.4%
0.354	0.348	0.351	304.569	299.695	302.13	300	μg/L	2.13	0.7%

测定结果均值 (浓度)



20170902

测定结果均值 (吸光度)



20170903

相关系数 r=

0.9996

	0.003	0.002	0.003	0.000	0.000	0.00	0	μg/L	0.00	/
	0.055	0.055	0.055	45.689	45.287	45.49	50	μg/L	-4.51	-9.0%
	0.113	0.116	0.114	97.141	99.866	98.50	100	μg/L	-1.50	-1.5%
	0.179	0.173	0.176	156.802	151.140	153.97	150	μg/L	3.97	2.6%
	0.225	0.224	0.225	197.453	196.917	197.19	200	μg/L	-2.81	-1.4%
	0.288	0.288	0.288	253.887	253.485	253.69	250	μg/L	3.69	1.5%
	0.348	0.342	0.345	307.819	302.100	304.96	300	μg/L	4.96	1.7%

测定结果均值 (浓度)

标示浓度

测定结果均值 (吸光度)

标示浓度

6. 批内精密度/批间精密度 (变异系数 CV 应≤15%)

序号	CV(100 μg/L) (吸光度)			CV(300 μg/L) (吸光度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	0.123	0.121	0.115	0.353	0.354	0.344
2	0.122	0.122	0.116	0.352	0.351	0.348
3	0.121	0.115	0.118	0.357	0.353	0.346
4	0.121	0.116	0.112	0.357	0.356	0.347
5	0.115	0.123	0.120	0.350	0.351	0.344
6	0.122	0.116	0.115	0.356	0.349	0.347
7	0.115	0.119	0.115	0.357	0.356	0.348
8	0.114	0.115	0.113	0.350	0.355	0.343

*****生物科技有限公司

9	0.117	0.117	0.114	0.353	0.353	0.346
10	0.117	0.122	0.117	0.355	0.355	0.341
平均值	0.119	0.119	0.115	0.354	0.353	0.345
标准差	0.004	0.003	0.002	0.003	0.002	0.002
CV 批内	2.96%	2.54%	2.07%	0.78%	0.70%	0.68%
CV 批间	2.80%			1.32%		
序号	CV(100 μg/L) (浓度)			CV(300 μg/L) (浓度)		
	20170901	20170902	20170903	20170901	20170902	20170903
1	102.95	101.99	99.46	303.13	304.53	304.38
2	102.65	102.81	100.40	302.04	302.39	307.33
3	102.04	96.98	101.83	306.29	304.44	305.58
4	102.00	97.94	96.38	306.21	306.35	306.61
5	96.18	103.73	103.84	300.65	301.96	303.57
6	102.17	97.77	99.11	305.77	300.22	306.70
7	96.61	100.68	99.55	306.51	306.88	307.86
8	95.14	97.16	97.72	300.09	305.87	302.64
9	98.13	98.64	98.08	303.13	304.09	305.54
10	98.13	102.73	100.71	304.47	305.79	301.47
平均值	99.60	100.04	99.71	303.83	304.25	305.17
标准差	3.049	2.623	2.140	2.390	2.145	2.105
CV 批内	3.06%	2.62%	2.15%	0.79%	0.71%	0.69%
CV 批间	2.55%			0.73%		

样本稳定性研究资料

尿碘测定试剂盒
(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)

目 录

一、研究方法的确定依据.....	24
二、试验用仪器及材料.....	24
2.1 试验用试剂.....	24
2.2 样本.....	24
2.3 试验用仪器.....	24
三、试验方法.....	25
四、检测指标及其检定标准.....	25
五、稳定性试验结果.....	25
六、试验结论.....	25
七、参考文献.....	25
附件：	26
稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（一）（2-8℃）	26
稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（二）（2-8℃）	26
稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（三）（2-8℃）	26
稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（四）（2-8℃）	27

概 述

稳定性是体外诊断试剂必须具有的基本属性、是确保产品在使用过程中安全有效的重要指标。稳定性研究是根据产品的理化性质，设计合理的稳定性研究试验项目，以考察不同条件下产品的主要质量指标随时间的变化情况，为产品的保存条件和有效期的确定提供依据。我公司参考《ICH 药物稳定性研究指导原则》、《体外诊断试剂分析性能指导原则》、张丽的《关于体外诊断试剂的稳定性研究》以及张妍和王治国的《体外诊断试剂的稳定性测试》的指导方法，设计了尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）的稳定性试验，以考察该产品所使用的样本的稳定性。

一、研究方法的确定依据

样本的稳定性是指试剂的适用样本在不同的储存条件下保存时，其检测结果的稳定性，从而确定样本的保存期限。通过对样本进行重复检测，计算其准确度，参考准确度的设计要求，相对偏差小于±15%，则样本稳定。

样本筛选：采集尿样建议是晨尿，或取受试者停止饮水后1小时后的尿样，取排尿过程中的中段尿样至少5ml。

样本储存：尿样在2~8℃条件下可保持24小时，不建议冷冻保存。

周期设置：依据参考文献，2℃~8℃条件下设置24h。

检测间隔：2℃~8℃储存检测时间间隔6h。

质量指标：准确度。

二、试验用仪器及材料

2.1 试验用试剂

试剂名称：尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

生产厂家：*****生物科技有限公司

批号：20170901

规格：20人份/盒

2.2 样本

2.2.1 样本配置

1) 将冻干人尿碘成分分析标准物质 GBW(E)090016 (121±14) μg/L, GBW(E)090017 (201±11) μg/L 用纯化水复溶。

2) 将试剂盒300 μg/L的碘标准溶液用纯化水按表1的比例混合配制成不同浓度的样本，然后用GBW(E)090016 (121±14) μg/L, GBW(E)090017 (201±11) μg/L对参考测量程序青岛市三凯医学科技有限公司的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）（表2）进行校准，校准后，用参考测量程序对配制好的工作校准品赋值。

表1 工作校准品的配置

工作校准品编号	校准品配置浓度 (μg/L)	赋值结果
CAL-1	0	0.40
CAL-2	50	49.85
CAL-3	100	101.25

CAL-4	150	148.92
CAL-5	200	202.25
CAL-6	300	299.80

表 2 鉴定试剂盒信息

产品名称	生产企业	医疗器械注册证编号
尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）	青岛市三凯医学科技有限公司	鲁械注准 20162400155

2.3 试验用仪器

丽拓生物科技有限公司的 LTS-ND180 全自动尿碘分析仪。

三、试验方法

3.1 将尿液样本在 2℃~8℃放置 6h、12h、18h、24h 后取出，再取出 3 盒产品在室温下进行检测，检测项目为准确度。

3.2 严格按照产品说明书的方法进行试验，读取并记录试验结果。

四、检测指标及其检定标准

4.1 准确度

对样本进行测试，重复测定 3 次，取平均值 (M)，按此公式计算其与参考品靶值 (T) 的相对偏差 (B)：

$$B = (M - T) / T \times 100\%。$$
 测定结果值靶值的相对偏差应在±15% 范围之内。

五、稳定性试验结果

具体结果见附件原始记录表（一）~（四）。

六、试验结论

在本研究中，对*****生物科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）的适用样本（尿液）进行稳定性研究，结果显示在 2℃~8℃存放 24h，样本保持稳定。

七、参考文献

- [1] 张丽. 关于体外诊断试剂的稳定性研究[J]. 中国新药杂志. 2006(12): 1899-1900.
- [2] 张妍, 王治国. 体外诊断试剂的稳定性测试[J]. 现代检验医学杂志. 2012(2): 161-162.
- [3] 朱飞, 陈群. 温度对检测肺炎支原体抗体的影响[J]. 湖北中医药大学学报, 2011(05): 69-70.
- [4] 张金, 谢小梅等. 破伤风抗毒素在不同温度条件下的抗体效价稳定性[J]. 兰州大学学报(医学版), 2008(01): 38-40.

附件：

稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（一）（2-8℃）

储存条件: 2-8℃	储存时间: 6h		日期: 2017.10.27		
检测项目	准确度				
批号: 20170901			样本类型: 尿液		
标示浓度	271.8	227.1	146.9	60.1	33.2
次数 1 结果	284.6	221.8	147.4	59.9	34.1
次数 2 结果	297.0	215.6	152.1	58.6	35.5
次数 3 结果	290.2	218.0	148.9	60.9	37.2
平均值	290.6	218.5	149.5	59.8	35.6
相对偏差	6.90%	-3.81%	1.78%	-0.48%	7.29%
结果判定	相对偏差在±15%以内				
	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□

稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（二）（2-8℃）

储存条件: 2-8℃	储存时间: 12h		日期: 2017.10.27		
检测项目	准确度				
批号: 20170901			样本类型: 尿液		
标示浓度	271.8	227.1	146.9	60.1	33.2
次数 1 结果	263.1	233.3	152.6	58.5	33.9
次数 2 结果	275.9	224.7	147.4	60.6	32.2
次数 3 结果	264.9	228.9	148.0	61.8	31.2
平均值	268.0	229.0	149.3	60.3	32.4
相对偏差	-1.42%	0.83%	1.68%	0.39%	-2.30%
结果判定	相对偏差在±15%以内				
	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□	合格■ 不合格□

稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（三）（2-8℃）

储存条件: 2-8℃	储存时间: 18h	日期: 2017.10.28
检测项目	准确度	

批号: 20170901			样本类型: 尿液		
标示浓度	271.8	227.1	146.9	60.1	33.2
次数 1 结果	258.4	225.5	155.5	56.7	34.7
次数 2 结果	261.4	234.8	161.4	57.8	36.2
次数 3 结果	267.4	221.3	171.1	60.8	37.6
平均值	262.4	227.2	162.7	58.4	36.2
相对偏差	-3.48%	0.06%	10.75%	-2.70%	8.85%
结果判定	相对偏差在±15%以内				
	合 格 ■ 不 合 格 □				

稳定性试验——样本稳定性试验 原始数据记录表（四）（2-8℃）

储存条件: 2-8℃	储存时间: 24 h	日期: 2017.10.28							
检测项目	准确度								
批号: 20170901	样本类型: 尿液								
标示浓度	271.8	227.1	146.9	60.1	33.2				
次数 1 结果	283.5	228.0	143.3	59.2	32.7				
次数 2 结果	269.5	242.4	137.2	63.9	30.0				
次数 3 结果	275.3	255.2	124.6	61.5	28.1				
平均值	276.1	252.7	127.4	62.0	30.0				
相对偏差	1.57%	11.26%	-13.24%	3.17%	-9.54%				
结果判定	相对偏差在±15%以内								
	合 格 ■ 不 合 格 □								

9 批生产及自检记录

略

体外诊断试剂临床评价报告

产品名称：尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

标本类型：尿液标本

方案版本：V1.0

方案日期：2018 年08 月08 日

试验时间：2018 年 08 月至 2018 年 11 月

试验地点：*****

产品注册申请人（盖章）：*****生物技术有限公司

注册申请联系人：

注册申请联系人电话：

报告版本：V1.0

报告日期：2018 年 09 月 08 日

保密声明

本报告中所包含的所有信息的所有权归*****生物技术有限公司。因此，仅提供给研究者和监督管理部门等相关的医疗机构审阅。在未得到申办者书面批准的情况下，严禁将任何信息告知与本研究无关的第三方。

研究摘要

目的: 评价*****生物技术有限公司生产的尿碘测定试剂盒(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)用于尿碘检测时,其诊断检测能力与已上市的同类生化试剂盒无差异。

方法: 本次临床试验采用同步盲法对比试验。

结果: *****共检测 102 例受试者样本,按方案剔除标准共剔除样本 1 例,其中 1 例为线性范围外标本,0 例为离群值标本,剔除率为 0.98%,最终纳入分析 101 例,其中男性 46 例,女性 55 例,平均年龄 41.46 ± 12.95 岁。

本次临床试验结果的 Pearson 相关系数接近 1,说明两种试剂的相关关系越密切。回归方程的截距 (a) 的 95%CI 包括 0, 斜率 (b) 接近 1, 说明两种试剂的一致性比较好。根据说明书中对准确度允许偏差的标准,医学决定水平处偏倚均在允许偏差范围内。

考核试剂与参比试剂检测浓度的差值 Bland-Altman 散点图显示: 两种试剂检测浓度差值为 $-0.0721 \pm 7.5364 \mu\text{g/L}$ (均值 \pm 标准差), 两种试剂检测浓度差值的均值 $\pm 1.96\text{SD}$ 范围在 $-14.8434 \mu\text{g/L}$ 到 $14.6992 \mu\text{g/L}$ 之间。超出置信区间的百分比为: 2.97%。考核试剂与参比试剂检测浓度比值的 Bland-Altman 散点图显示: 两种试剂检测浓度比值为 0.9974 ± 0.0555 (均值 \pm 标准差), 两种试剂检测浓度比值的均值 $\pm 1.96\text{SD}$ 范围在 0.8887 到 1.1061 之间。超出置信区间的百分比为: 0.99%。经计算,考核试剂定性检测结果参考范围外标本符合率为 94.29% (90.60%,96.58%), 参考范围内标本符合率为 98.48% (96.02%,99.43%), 总符合率为 97.03% (94.04%,98.54%)。进行 Kappa 一致性分析, Kappa 值 $k=0.9340$ 。对含干扰物质样本的检测,考核试剂和参比试剂检测结果无差异,表明考核试剂和参比试剂的抗干扰性能有较好的一致性。

结论: 本中心在本次临床试验共检测 101 例有效样本,通过对考核试剂和参比试剂检测浓度的 Pearson 相关系数、回归方程、Bland-Altman 图进行分析,显示两种试剂检测尿碘浓度有良好的一致性。符合率及 Kappa 一致性分析显示考核试剂与参比试剂对结果的判断有良好的一致性。

一、基本内容

1.1 引言

1.1.1 临床试验背景

碘作为人体合成甲状腺激素所必须的微量元素，对维持机体正常生理活动有着重要作用。正常情况下，机体每日最少需要 $65\mu\text{g}$ 碘。甲状腺是人体碘含量及浓度最高的组织，碘进入人体后经由碘钠同向转运体(sodium iodine symporter, NIS)由浓度较低的血液转运到浓度较高的甲状腺中。甲状腺中的碘经甲状腺过氧化酶(thyroid peroxidase, TPO)及 H_2O_2 的作用被氧化，并与甲状腺球蛋白(thyroglobulin, Tg)相结合，产生合成甲状腺激素(thyroid hormone, TH)的前体一碘酪氨酸 MIT(mono-iodotyrosines, MIT)和二碘酪氨酸 DIT(di-iodotyrosines, DIT)。2-个 DIT 相连生成甲状腺素 T4，1 个 MIT 和 1 个 DIT 连接生成甲状腺素 T3。机体对碘与甲状腺生理活动具有 2 条调节途径，即下丘脑-垂体-甲状腺轴的反馈调节及甲状腺自身调节系统。前者属于甲状腺外的神经内分泌调节，主要由甲状腺激素水平升降所导致垂体前叶分泌促甲状腺激素(thyrotropic stimulating hormone, TSH)水平反方向变化的一种负反馈调节；后者属于甲状腺内的自身调节。当机体碘摄入量波动时，机体首先启动第一线保护机制，即甲状腺自身调节首先发挥作用，只有在甲状腺自身调节效果不能达到调节目的时，特别是为了维持甲状腺有机碘池、保障甲状腺最基本正常生理活动时，第二线保护机制：下丘脑-垂体-甲状腺轴才开始启动。碘缺乏可以引起如克汀病、地方性甲状腺肿等疾病，严重影响智力水平及健康质量。自我国 1996 年实行全民食盐碘化(USI)以来，碘缺乏病(IDD)防治水平已经十分接近碘缺乏病(IDD)消除标准的要求^[1]。但是由碘过量所引发的健康问题日益明显，特别是甲状腺疾病的高发逐渐得到广泛关注，在国外研究中早有报道补碘后甲状腺疾病的变迁^[2-3]，近年来国内越来越多的研究证实不仅低摄碘会对健康产生威胁，摄碘过量同样可以影响甲状腺功能及形态，导致多种甲状腺疾病^[4-5]。过高或过低的碘摄入均可以引起甲状腺肿，而碘摄入过多或低碘地区不科学的补碘可以引起碘中毒和碘过敏从而导致高碘甲亢与自身免疫性甲状腺疾病，而甲状腺癌的高发同样与摄碘异常相关^[5-7]。特别是在食盐碘化(USI)后，全球甲状腺疾病发病率成上升趋势，即使通过手术治疗，内分泌治疗，放射碘治疗等多种方法治疗，甲状腺疾病并非可以完全治愈，其仍存在较高复发率，除外甲状腺自身内部因素作用，外界环境中碘对甲状腺不无影响。

尿碘(urinary iodine, UI)，是指尿液中含碘量。一方面可以指是单位容积内尿液中含碘量，即尿碘质量浓度；另一方面也可用来说明一定容量的尿液中含碘量，即尿总含碘量。而研究中的尿碘(UI)一般是指尿碘质量浓度。依据尿液采集的时间、方式不同，可分为晨起尿碘、日间随意一次尿碘，临床等研究通常选取晨起尿碘作为监测对象。碘可经由皮肤、呼吸道、消化道被人体吸收，但与由消化道吸收碘量相比由皮肤、呼吸道吸收碘量微乎其微，所以相关研究均选取膳食摄碘作为研究对象。碘在体内主要被甲状腺利用，未被利用的碘均排出体外，

其中约 85% 随尿液排出，10% 随粪便排出，其他经汗液、乳汁等排出^[8]，且因由膳食调查方法来计算碘摄入量比较困难，尿碘检测便捷准确，所以人体碘营养状况可以用尿碘水平来衡量。通过选取一定数量的样本对其尿碘进行统计，所得结果就可以反映出这一人群的碘营养水平。

*****生物技术有限公司生产的尿碘测定试剂盒采用氧化显色法检测，人体尿液经尿液纯化装置除去干扰物质，在酸性环境下，尿液中的碘可以催化过氧乙酸氧化四甲基联苯胺（TMB），显蓝色。在一定浓度范围内，碘的浓度与成色强度成正比。在 635nm 条件下可读取吸光度判读结果。

为验证*****生物技术有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）是否具有临床应用价值，根据《免于进行临床试验的体外诊断试剂临床评资料基本要求》开展临床评价，以验证产品的临床效果。

1.1.2 产品的检验原理、方法

*****生物技术有限公司生产的尿碘测定试剂盒采用过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法检测，人体尿液经尿液纯化装置除去干扰物质，在酸性情况下，尿液中的碘可催化过氧乙酸氧化四甲基联苯胺（TMB），显蓝色。在一定浓度范围内，碘的浓度与成色强度成正比。在 635nm 条件下可读取吸光度判读结果。

1.1.3 预期用途

用于体外定量检测人体样本（尿液）中碘的含量，临幊上主要用于甲状腺疾病的辅助诊断。

1.1.4 临幊评价单位情况说明

根据《免于进行临床试验的体外诊断试剂临床评资料基本要求》，并考核医院该项目的临幊开展情况，申办方（*****生物技术有限公司）选择*****开展临幊评价试验。

1.2 研究目的

评价*****生物技术有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）用于检测尿碘时，其诊断检测能力与已上市的同类检测试剂盒无差异。

1.3 试验管理

1.3.1 研究监查

申办方适时对试验进行监查，以保证研究方案的所有内容和要求都得到严格遵守及执行。

(1)在研究前确认临床研究机构已具有适当的条件，包括人员配备与培训，实验室设备齐全，工作情况良好，估计有足够数量的样本数；

(2)确认参加研究人员均已经过统一培训，熟悉临床试验的要求；

(3)确认所有临床评价报告表填写正确，并与原始资料一致。所有错误或遗漏均已改正或注明，经研究者签名并注明日期。

1.3.2 实验室质量控制

选用配套的质控品进行质量控制。各实验室建立各自的质控频率和可接受范围值。当测定结果超出可接受范围时，有必要采取相应措施。

1.3.3 研究人员质量控制

参加临床试验的研究者都具有临床试验的专业特长、资格和能力，并通过资格审查，人员要求应相对固定。****生物技术有限公司负责试验开始前的研究人员培训工作，以帮助临床研究人员对于试验总体情况、方案、临床评价报告表等得到充分的理解和认识。

1.3.4 研究试剂管理

1.3.4.1 研究用试剂的贮藏

临床试验单位均严格遵守中国相关法规要求。同时，按照申办者提供的考核试剂使用说明书中的贮藏条件要求对试剂盒进行保存和管理。

1.3.4.2 试剂的递送、分发方式

本次考核试剂保管在申办者仓库中，使用前，将试剂做好保护措施后，带至实验室。

1.3.4.3 剩余试剂的回收和销毁

试验结束后，考核试剂剩余试剂包装和未使用的试剂盒全部回收至申办方。申办方或其指定的机构及人员按照相应流程对考核试剂进行回收。

1.3.5 文件管理

1.3.5.1 原始文件

原始文件定义为临床研究观察或得到的初始结果。原始文件包括但不限于，医学记录、电子数据、筛查日志以及自动仪器得出的结果。涉及本临床试验的原始数据资料，主要包

括样本编号、年龄、性别、试验用试剂检测结果、对比试剂检测结果、复核试验结果（如有）、临床诊断信息等。

1.3.5.2 研究结果记录

通过临床评价报告表对本试验的数据进行收集研究者或授权人员按照方案中的要求将数据信息记载在临床评价报告表中。研究者在提交临床评价报告表给申办者之前，应该核对其内容的真实性和准确性。临床评价报告表的填写需使用黑色圆珠笔或中性笔，字迹应清晰，易于辨认。数据缺失的情况下，要附加合理解释。临床评价报告表上的内容不应涂改，需要对临床评价报告表数据进行修改或变更时，则在需修正的地方划线，在其附近记录新的数据，所有变更或修改的地方需更正者签字并注明日期（只有研究者及其授权的人员可以修改临床评价报告表）。

1.3.5.3 研究单位的文件管理和保留

研究者不得处理任何试验相关的记录。对于试验中所有数据和观察结果的电子或纸质的原始文件，研究者和研究单位有责任对其进行保存，并保证其完整和正确。

研究者必须保留临床评价报告表副本、原始数据，研究者应保存临床试验资料至试验终止后5年。5年到期之前，研究者要通知申办者，就其后原始资料的保存方式和保存方法做进一步协商。当不再需要试验记录时，申办方将通知研究者。

如果研究者退出研究，应将记录转交给共同商定的指定人员并将书面转交通知提供给申办方。

1.3.6 数据管理

研究者根据受试者的原始观察记录，将数据及时、完整、正确、清晰地载入临床评价数据表；

申办者监查研究是否遵循研究方案进行。确认所有临床评价数据表填写正确完整，并与原始资料一致。如有错误和遗漏，及时要求研究者改正。修改时需保持原有记录清晰可见，改正处需经研究者签名并注明日期。

1.4 试验设计

1.4.1 试验总体设计及方案的描述

前瞻性、盲法检测、方法学对比。

(1)盲法检测：由样本筛选人员对入选样本编号，再由试验操作人员使用考核试剂和参比试剂对同一样本进行同步检测，入选样本的临床诊断等信息在检测前对操作人员保密，以保证盲法；检测完成后，对检测结果进行一致性分析。

(2)与已上市产品进行比较研究：通过选择目前临床普遍认为质量较好的产品作为比对试剂对*****生物技术有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）进行评价，以判断其诊断检测能力与已上市的检测试剂盒无差异。

1.4.2 试验设计及试验方法选择

1.4.2.1 样本量及样本量确定的依据

按《免于进行临床试验的体外诊断试剂临床评价资料基本要求》，定量产品可选择总样本量不少于 100 例并分别采用待评价试剂和对比试剂/参考方法进行单次测定的方式。

本临床研究为方法学比对设计，采用相关系数检验(连续变量)计算样本量，根据美国国家临床实验室标准化委员会制定的 CLSI EP9-A2 标准，考核试剂与参比试剂的检测结果的相关系数不得低于 0.975，预计本试验的相关系数在 0.985 以上，故设定参数： $\alpha=0.05$ ， $s=1$ (单侧)， $\beta=0.2$ ， $\rho_0=0.975$ ， $\rho_1=0.985$ ，根据相关系数检验(连续变量)样本量估算公式^[3]，计算样本量，具体如下：

$$n = \frac{(Z_{1-\alpha/s} + Z_{1-\beta})^2}{[FZ(\rho_1) - FZ(\rho_0)]^2} + 3$$
$$FZ(\rho) = \frac{1}{2} \ln \left[\frac{1+\rho}{1-\rho} \right]$$

根据以上公式计算得出样本量为 96 例，结合法规要求及统计学要求，考虑 5% 的脱落剔除率，本次临床试验最终样本量确定为不小于 100 例，若试验过程中有脱落样本或所测量数据不满足分析要求，则需补充样本量，直到满足统计学或法规要求。

1.4.2.2 样本选择依据

本次临床试验旨在考查尿碘测定试剂盒(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)检测性能，评价其诊断检测能力与已上市的同类试剂盒有无差异。

因此，样本浓度应覆盖考核试剂检测范围，尽可能均匀分布，但在测量范围内。应选择需要评估尿碘浓度的临床样本，或其他类似的疾病患者和正常健康人群的样本。

另外，在临床试验中选择部分含干扰物质的样本进行对比研究，以从临床角度验证试剂的特异性。

1.4.2.3 入选标准需满足以下所有条件方可入选：

选取临幊上需要评估尿碘浓度的临幊样本(如妊娠检查、甲亢、甲减、甲状腺功能低下、甲状腺肿瘤等)，或其他类似的疾病患者和正常健康人群的病例作为入选样本，性别、年龄不限。

1.4.2.4 排除标准样本符合以下任意一条，则不能入选：

- (1) 样本收集时间或病例信息不明确；

- (2) 试验操作中因失误导致样本量不足检测者；
- (3) 研究者认为该样本不满足检测要求；
- (4) 样本未按要求保存或超过保存期限。

1.4.2.5 剔除标准

- (1) 因仪器或人为因素（操作过程中样本受到污染）导致无法完成双管平行测定试验过程的样本；
- (2) 被测物质浓度超过试剂的线性检测范围；
- (3) 双管平行测定结果只有考核试剂（或参比试剂）的检测数据。

1.4.2.6 样本要求

- (1) 采集尿样建议是晨尿，或取受试者停止饮水 1 小时后的尿样。
- (2) 取排尿过程中的中断尿样至少 5mL。
- (3) 受试者在留取尿样的前一天不得食用海带、紫菜等高碘食品和含碘药品，也不得为了故意排尿而饮水。
- (4) 尿样 2°C-8°C 下可保存 24 小时，不建议冷冻保存。

1.4.2.7 考核试剂说明

产品名称：尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

包装规格：20 人份/盒。

批号：20180501

有效期：2019-05-06

生产商：*****生物技术有限公司

生产地址：

生产许可证号：

检测报告编号：

保存条件及有效期：

储存条件：2°C-8°C，无腐蚀性物质的环境中避光保存。

有效期：12 个月。试剂开封后应尽快检测，暂不能检测时，可在 2°C-8°C，无服饰性物质的避光环境中密封保存，可放置 72 小时。

适用仪器：

手工法：分光光度计。

仪器法：*****生物科技有限公司生产的尿碘检测系列仪器。

1.4.2.8 参比试剂说明

产品名称：尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

包装规格：20人份/盒。

批号：18080101

有效期: 8 个月

生产商：

地址:

产品注册证号:

保存条件及有效期:

试剂应密封储存于 2°C-8°C 无腐蚀性气体的避光环境中，有效期为 8 个月，试剂开封后应尽快检测，暂不能检测时，可在 2°C-8°C，无腐蚀性气体的避光环境中贮存，不得超过 4 天。

适用仪器：SK-N型尿碘分析仪。

对比试剂确立依据：青岛市三凯医学科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）与考核试剂方法学、检测物质、临床预期用途、主要性能指标、推荐的阳性判断值或参考区间等方面基本一致，且参比试剂的临床应用广泛，产品质量好。因此，选择该公司生产的试剂作为参比试剂。

1.4.2.9 质量控制方法

试剂每次检测前，需要对生化仪进行校正，合格后方可进行检测。参比试剂和第三方复核试剂每次试验均加入配套质控品（如有），质控品检测结果复核质控要求，判定本次试验有效。

1.4.2.10 数据统计分析

(1) 离群点检查

表 1 方法间离群点检查样表

样本编号 (i) 考核试剂 (Xi) 参比试剂 (Yi) 绝对差值 (Di) 相对差值 (Di')				
1	X ₁	Y ₁	D ₁	D ₁ '
2	X ₂	Y ₂	D ₂	D ₂ '
3	X ₃	Y ₃	D ₃	D ₃ '
4	X ₄	Y ₄	D ₄	D ₄ '
...
平均值	/	/	E	E'

检测界限为 $4E$ 与 $4E'$ ，把每一个 Di 和 Di' 分别与 $4E$ 和 $4E'$ 比较，标记超出 $4E$ 和 $4E'$ 的点。

任何一点 (X_i, Y_i) 如同时未通过上述两种检测方法，则判断为离群点。

如果出现一个以上的离群点，但它们并未超出医学上有临床意义的界限，则可保留并使用这些数据。如果离群点超出医学上有临床意义的界限，应删除该点，但每组数据中被删除的离群值不能超过 2.5%。如果超过 2.5%，则应调查是否存在干扰、人为错误或仪器故障。如果有几个分析物同时在同一仪器设备上评价，检查出现明显偏差的样本的其它分析物的结果，同时也应检查同一分析批的质量控制结果。

(2)考核试剂与参比试剂定量结果评价

1) 回归分析

以考核试剂检测结果为 Y 轴, 参比试剂检测结果为 X 轴作散点图。采用最小二乘法进行线性回归分析, 计算斜率 (b) 和截距 (a), 建立回归方程 $Y=a+bX$ 。

N 为样本数量, i 为样本编号, 其中:

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{N} \quad \dots \dots \dots \quad (8)$$

2) 相关分析

计算 Pearson 相关系数：

N 为样本数量, i 为样本编号, \bar{x} 与 \bar{y} 同公式 (8)、(9)。

3) Bland-Altman 图

以同一样本考核试剂与参比试剂检测浓度的均值为 X, 检测浓度的差值 (考核试剂-参比试剂) 或差值百分比 ((考核试剂-参比试剂) / 考核试剂与参比试剂均值) 为 Y 轴作散点图, 并标注两种试剂检测浓度的差值或差值百分比的均值、一致性界限 (Mean \pm 1.96SD)。

4) 医学决定水平处的偏倚

根据考核试剂与参比试剂检测结果计算医学决定水平处偏倚，公式如下。

其中, $S_{y,x}$ 计算公式:

X_C 为医学决定水平, \hat{B}_C 为医学决定水平处偏倚, \hat{B}_{C_L} 、 \hat{B}_{C_U} 分别为医学决定水平处偏倚的 95% 置信区间下限和上限, $S_{v,x}$ 为回归残差的标准差。

1.5 临床试验结果及分析

1.5.1 入选与剔除

*****共检测 102 例受试者样本，按方案剔除标准共剔除样本 1 例，其中 1 例为线性范围外标本，0 例为离群值标本，剔除率为 0.98%，最终纳入分析 101 例，其中男性 46 例，女性 55 例，平均年龄 41.46 ± 12.95 岁。详情见表 2、表 3。

表 2 入选与剔除概况

入选样本 (例)	剔除样本 (例)	剔除率	符合样本 (例)
102	1	0.98%	101

表 3 剔除样本详情

样本编号	性别	年龄	临床诊断	考核试剂 ($\mu\text{g/L}$)	参比试剂 ($\mu\text{g/L}$)	剔除原因
2018091219	女	35	健康中心体检	337.0	325.2	线性外

1.5.2 基线情况

*****最终纳入分析 101 例，其中男性 46 例，女性 55 例，平均年龄 41.46 ± 12.95 岁。
详情见表 4。

表 4 基线概况（性别、年龄、临床诊断）

指标		中山大学附属第五医院、珠海妇幼保健院、岳阳市第二人民医院 (N=101)
性别 (例)	男 (N, %) 女 (N, %)	46 (45.54%) 55 (54.46%)
年龄 (岁)	均值±标准差 中位数 (Q25~Q75) 最小值~最大值	41.46±12.95 39 (30~51) 19~71

1.5.3 离群值

根据离群值检查方法，对*****纳入的 101 例受试者样本（不包括 1 例线性范围外样本）检测浓度进行方法间离群值检查，共 0 例被判定为离群值。

1.5.4 线性回归与相关

根据回归分析和相关分析计算公式，计算*****数据 Pearson 相关系数 $r=0.9923$ ，如图。进行回归分析，计算得截距 (a) : $-1.2173(-5.3040, 2.8693)$ ，斜率 (b) : $1.0089(0.9801, 1.0376)$ ，回归方程为： $Y=-1.2173+1.0089X$ ，决定系数 $r^2=0.9847$ 。

Pearson 相关系数接近 1，说明两种试剂的相关关系密切。回归方程的截距 (a) 的 95%CI 包括 0，斜率 (b) 95%CI 包括 1，说明两种试剂的一致性比较好。

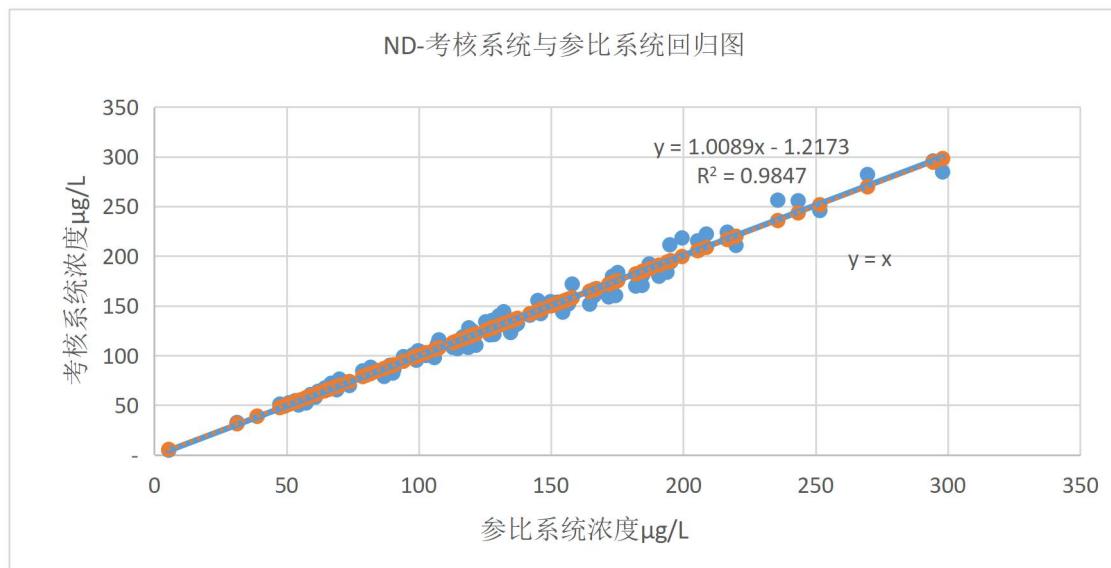


图 1 考核试剂与参比试剂回归图

1.5.5 Bland-Altman 图

考核试剂与参比试剂检测浓度的差值 Bland-Altman 散点图显示：两种试剂检测浓度差值为 $-0.0721 \pm 7.5364 \mu\text{g/L}$ (均值 \pm 标准差)，两种试剂检测浓度差值的均值 $\pm 1.96\text{SD}$ 范围在 $-14.8434 \mu\text{g/L}$ 到 $14.6992 \mu\text{g/L}$ 之间。超出置信区间的百分比为：2.97%。两种试剂检测浓度差值的变化呈检测浓度均值越大差值越大的趋势。

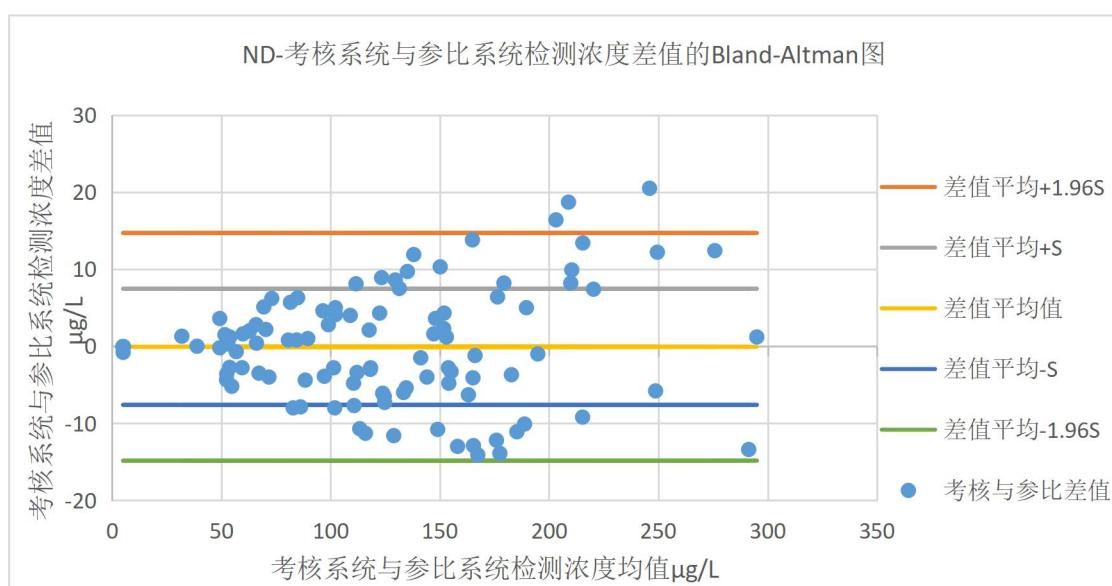


图 2 考核试剂与参比试剂差值的 Bland-Altman 图

考核试剂与参比试剂检测浓度比值的 Bland-Altman 散点图显示：两种试剂检测浓度比值为 0.9974 ± 0.0555 (均值土标准差)，两种试剂检测浓度比值的均值土 $1.96SD$ 范围在 0.8887 到 1.1061 之间。超出置信区间的百分比为：0.99%。两种试剂检测浓度差值百分比基本在 $\pm 1.96SD$ 之间均匀分布。

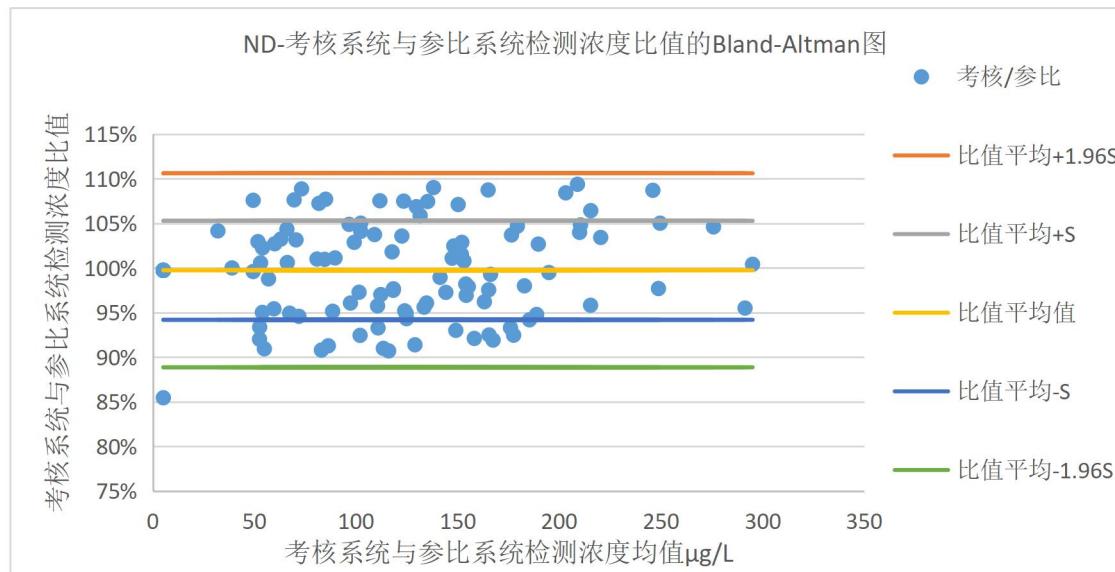


图 3 考核试剂与参比试剂差值百分比的 Bland-Altman 图

1.5.6 符合率及一致性分析

1.5.6.1 符合率分析

*****共纳入样本 101 例，考核试剂与参比试剂均检测均在参考范围外的标本 33 例，均在参考范围内的标本 65 例，参比试剂检测在参考范围外且考核试剂在参考范围内的标本 2 例，参比试剂检测在参考范围内且考核试剂在参考范围外的标本 1 例，详见下表

表 6 定性检测结果配对四格表

考核试剂	参比试剂		合计
	参考范围外	参考范围内	
参考范围外	33 (a)	1 (b)	34
参考范围内	2 (c)	65 (d)	67
合计	35	66	101

参考范围外标本符合率按公式 $a/(a+c) \times 100\%$ 计算；

参考范围内标本符合率按公式 $d/(b+d) \times 100\%$ 计算；

总符合率按公式 $(a+d)/(a+b+c+d) \times 100\%$ 计算；

符合率置信区间的计算公式为： $p \pm 1.96[p(1-p)/n]^{1/2}$ (其中 p 符合率, n 为样本量, 若 $p > 0.9$, 则采用校正的 Wilson score 方法)。

对考核试剂和参比试剂的检测结果进行 Kappa 值检验, 当 $k > 0.8$ 时, 考核试剂与检测试剂的检测结果高度一致。

经计算, 考核试剂定性检测结果参考范围外标本符合率为 94.29% (90.60%, 96.58%), 参考范围内标本符合率为 98.48% (96.02%, 99.43%), 总符合率为 97.03% (94.04%, 98.54%)。进行 Kappa 一致性分析, Kappa 值 $k=0.9340$ 。

表 7 考核试剂检测符合率及 95% 置信区间

考核试剂	置信区间
参考范围外标本符合率	94.29% (90.60%, 96.58%)
参考范围内标本符合率	98.48% (96.02%, 99.43%)
总符合率	97.03% (94.04%, 98.54%)

注：符合率均超过 90%，置信区间采用校正的 Wilsonscore 方法

1.5.6.2 不一致样本分析

*****共 3 例样本考核试剂与参比试剂检测结果不一致, 本次试验, 不一致样本比例很低, 详见表 8, 且在临界值附近, 误差在产品技术要求规定的范围内, 可以判定为试验允许误差范围内的结果不一致, 不再用第三方试剂复核。

表 8 定性检测结果不一致样本详情

病历号	性 别	年 龄	参比试 剂	考核试 剂	参比结果 判断	考核结果 判断	结果判 断	临床诊断	备注
201811011073	女	24	99.7	104.7+	-	-	不一致	孕 16+1 周	不一致
2018093015	男	67	97.6	100.4+	-	-	不一致	健康中心 体检	不一致
201811011026	女	39	105.9	97.9-	+	+	不一致	孕 30 周	不一致

1.5.7 含干扰物质样本检测

为综合、全面的评价考核试剂的检测性能, 检测了一定量的含干扰物质的样本。检测结果如表 9 所示。试验结果说明, 考核试剂和参比试剂检测结果无差异。表明考核试剂和参比试剂的抗干扰性能有较好的一致性。

表 9 含干扰物质样本详情

样本编号	性别	年龄	临床诊断	干扰物	考核试剂 ($\mu\text{g/L}$)	参比试剂 ($\mu\text{g/L}$)	相对偏差
201808025	男	47	健康中心体检	含维生素C	80.2	77.3	3.75%
2018080311	男	45	健康中心体检	含氯化钠	36.4	34.7	4.90%
201808073	男	55	健康中心体检	含维生素C	78.7	80.1	-1.75%
201811011047	女	25	孕 12+1 周	含溴化钠	275.1	270.1	1.85%
201811011063	女	29	孕 12+2 周	含胆红素	224.2	230.1	-2.56%
201811011068	女	26	孕 12+2 周	含氯化钠	180.3	184.6	-2.33%

1.5.8 医学决定水平处的偏倚

医学决定水平指在诊断及治疗工作时，对疾病诊断或治疗起关键作用的某一被测物浓度，临幊上必须采取措施的检测水平。根据国家食品安全风险评估专家委员会 2010 年 5 月 14 日发布的《中国食盐加碘和居民碘营养状况的风险评估》，尿碘缺乏的参考标准为 100 $\mu\text{g/L}$ ，偏高的参考标准为 300 $\mu\text{g/L}$ 。以及根据贵州省疾控中心杨宇，周德梅，张念恒.尿碘测定方法不确定度的评价[J].微量元素与健康研究.2016.05,33(3),尿碘测定方法的扩展不确定度为 5.9g/L。即可接受的偏倚限值为 (-5.9g/L, 5.9g/L)。

100 $\mu\text{g/L}$ 处的偏倚为 -0.3296 $\mu\text{g/L}$ ，偏倚的 95% 置信区间为 (-1.3352, 0.6761)。

300 $\mu\text{g/L}$ 处的偏倚为 1.4460 $\mu\text{g/L}$ ，偏倚的 95% 置信区间为 (-3.0055, 5.8974)。

偏倚均在可接受的偏倚限值内，说明医学决定水平处的偏倚是可以接受的。

1.6 讨论和结论

讨论：*****共检测 102 例受试者样本，按方案剔除标准共剔除样本 1 例，其中 1 例为线性范围外标本，0 例为离群值标本，剔除率为 0.98%，最终纳入分析 101 例，其中男性 46 例，女性 55 例，平均年龄 41.46 ± 12.95 岁。

本次临床试验结果的 Pearson 相关系数接近 1，说明两种试剂的相关关系越密切。

回归方程的截距 (a) 的 95%CI 包括 0，斜率 (b) 接近 1，说明两种试剂的一致性比较好。根据说明书中对准确度允许偏差的标准，医学决定水平处偏倚均在允许偏差范围内。

考核试剂与参比试剂检测浓度的差值 Bland-Altman 散点图显示：两种试剂检测浓度

差值为 $-0.0721 \pm 7.5364 \mu\text{g/L}$ （均值±标准差），两种试剂检测浓度差值的均值±1.96SD 范围在 $-14.8434 \mu\text{g/L}$ 到 $14.6992 \mu\text{g/L}$ 之间。超出置信区间的百分比为：2.97%。考核试剂与参比试剂检测浓度比值的 Bland-Altman 散点图显示：两种试剂检测浓度比值为 0.9974 ± 0.0555 （均值±标准差），两种试剂检测浓度比值的均值±1.96SD 范围在 0.8887 到 1.1061 之间。超出置信区间的百分比为：0.99%。经计算，考核试剂定性检测结果参考范围外标本符合率为 94.29% (90.60%, 96.58%)，参考范围内标本符合率为 98.48% (96.02%, 99.43%)，总符合率为 97.03% (94.04%, 98.54%)。进行 Kappa 一致性分析，Kappa 值 $k=0.9340$ 。对含干扰物质样本的检测，考核试剂和参比试剂检测结果无差异，表明考核试剂和参比试剂的抗干扰性能有较好的一致性。

结论：本中心在本次临床试验共检测 101 例有效样本，通过对考核试剂和参比试剂检测浓度的 Pearson 相关系数、回归方程、Bland-Altman 图进行分析，显示两种试剂检测尿碘浓度有良好的一致性。符合率及 Kappa 一致性分析显示考核试剂与参比试剂对结果的判断有良好的一致性。

二、有关临床试验中特别情况的说明

暂无。

三、附件

3.1 产品说明书

3.2 已上市产品（对照试剂盒）的注册信息。

3.3 临床评价数据表

临床评价数据表

项目名称：尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

标本类型：尿液

序号	病历号	性别	年龄	参比试剂	考核试剂	结果判定	临床明确诊断信息、治疗跟踪信息(如有)(包括干扰样本信息)	标本来源	备注
1	201808155	男	26	102.8	100.0	-	健康中心体检		
2	0711063579	女	51	80.3	81.1	+	甲状腺功能低下		
3	0711055108	男	38	90.6	86.2	+	甲状腺肿瘤		
4	2018120412	男	52	171.8	158.9	-	健康中心体检		
5	2018120514	女	44	182.0	169.8	-	健康中心体检		
6	0711061271	男	63	94.2	98.8	+	甲状腺机能减退症		
7	201812035	男	48	216.6	224.0	-	健康中心体检		
8	2018090719	女	47	150.6	152.9	-	健康中心体检		
9	201811273	女	71	100.2	104.3	-	健康中心体检		
10	201811011035	女	30	142.0	140.5	-	孕13周		
11	201811011069	女	31	119.7	116.7	-	孕12+1周		
12	2018100719	女	39	152.4	153.6	-	健康中心体检		
13	0711028422	女	44	70.0	76.2	+	原发性甲状腺功能减退		
14	2018102917	女	43	116.6	118.7	-	健康中心体检		
15	201808176	男	70	53.3	54.5	+	健康中心体		

							检		
16	201811011020	女	26	205.8	214.0	-	孕 23+1 周		
17	201811011073	女	24	99.7	104.7	不一致	孕 16+1 周		
18	2018081412	男	46	64.5	67.3	+	健康中心体检		
19	201810108	男	40	69.0	65.5	+	健康中心体检		
20	2018091311	女	26	158.0	171.8	-	健康中心体检		
21	201808234	男	54	7.3	7.0	+	健康中心体检		排除, 不明确的异常值
22	2018121118	男	43	146.4	148.0	-	健康中心体检		
23	201811011014	女	35	166.2	159.9	-	孕 11+2 周		
24	2018101624	男	45	175.2	183.4	-	健康中心体检		
25	2018090716	男	50	155.3	152.5	-	健康中心体检		
26	201811011001	女	34	194.9	211.3	-	孕 24 周		
27	0711064427	女	62	54.3	50.7	+	原发性甲状腺功能减退		
28	201811011041	女	23	134.7	123.1	-	孕 16+4 周		
29	201812037	男	33	112.9	108.1	-	健康中心体检		
30	2018090710	女	40	146.2	149.8	-	健康中心体检		
31	201811011081	女	30	89.1	90.1	+	孕 32+1 周		
32	201808107	男	27	78.8	84.5	+	健康中心体检		
33	2018113014	男	25	136.4	130.4	-	健康中心体检		
34	201811011004	女	35	195.3	194.3	-	孕 13 周		
35	2018120311	男	37	298.0	284.6	-	健康中心体检		
36	0711024229	女	40	66.9	72.0	+	甲状腺功能		

							减退症		
37	2018080212	男	52	145.0	155.3	-	健康中心体检		
38	2018081515	男	35	65.9	66.3	+	健康中心体检		
39	2018120316	男	33	235.7	256.2	-	健康中心体检		
40	201812068	男	23	166.7	165.5	-	健康中心体检		
41	201812059	男	30	174.4	160.3	-	健康中心体检		
42	201810254	女	26	128.4	121.1	-	健康中心体检		
43	2018121124	男	32	156.5	151.7	-	健康中心体检		
44	0711028355	女	27	31.3	32.6	+	原发性甲状腺功能减退		
45	0708205775	女	53	49.4	49.2	+	甲状腺良性肿瘤		
46	2018100813	女	65	118.7	108.0	-	健康中心体检		
47	201812054	男	26	164.6	151.6	-	健康中心体检		
48	201811137	女	55	184.6	180.9	-	健康中心体检		
49	2018080823	男	48	118.9	127.8	-	健康中心体检		
50	201811011008	女	27	146.1	142.1	-	孕13周		
51	2018091824	男	38	126.9	120.8	-	健康中心体检		
52	2018110913	女	39	190.8	179.7	-	健康中心体检		
53	201811011060	女	27	86.9	78.9	+	孕12周		
54	201810222	女	48	269.6	282.0	-	健康中心体检		

55	0711063618	女	37	5.5	4.7	+	甲状腺机能 减退		
56	2018091322	女	54	132.1	144.0	-	健康中心体 检		
57	201811293	男	35	193.8	183.7	-	健康中心体 检		
58	20180825	男	47	73.8	69.8	+	健康中心体 检		
59	2018103114	男	36	205.4	215.3	-	健康中心体 检		
60	2018102318	女	30	208.7	222.1	-	健康中心体 检		
61	201808023	男	46	130.3	140.0	-	健康中心体 检		
62	201811011027	女	28	120.3	124.6	-	孕 28 周		
63	2018121010	女	58	199.5	218.2	-	健康中心体 检		
64	2018081424	男	60	61.9	63.9	+	健康中心体 检		
65	0711063739	女	24	47.5	51.1	+	亚临床甲状 腺功能减退		
66	201812044	男	27	113.8	110.4	-	健康中心体 检		
67	2018102317	女	49	294.4	295.6	-	健康中心体 检		
68	2018090711	女	28	184.4	170.5	-	健康中心体 检		
69	201810188	女	46	137.3	131.9	-	健康中心体 检		
70	201808083	女	48	121.6	110.3	-	健康中心体 检		
71	201811069	女	47	167.2	163.1	-	健康中心体 检		
72	2018121319	男	34	127.7	135.2	-	健康中心体 检		

73	2018091327	男	51	50.9	52.4	+	健康中心体检		
74	201811131	女	51	127.8	121.3	-	健康中心体检		
75	0711024929	女	33	52.8	53.1	+	临床甲状腺功能减退		
76	2018120710	男	55	154.4	143.6	-	健康中心体检		
77	201808073	男	55	81.8	88.1	+	健康中心体检		
78	2018113021	男	33	119.7	116.9	-	健康中心体检		
79	2018120315	男	24	149.8	154.1	-	健康中心体检		
80	0711025516	男	61	99.1	95.2	+	甲状腺肿瘤		
81	2018093015	男	67	97.6	100.4	不一致	健康中心体检		
82	201810256	男	47	125.3	133.9	-	健康中心体检		
83	0711063720	女	23	107.6	115.7	-	原发性甲状腺功能减退		
84	201810223	女	54	243.4	255.6	-	健康中心体检		
85	0711028650	女	28	38.9	38.9	+	原发性甲状腺功能减退		
86	201811011019	女	30	251.6	245.8	-	孕 26 周		
87	201811011011	女	29	173.2	179.6	-	孕 33+4 周		
88	201812124	男	54	114.6	106.9	-	健康中心体检		
89	201811011025	女	28	187.1	192.1	-	孕 11+2 周		
90	2018120411	男	38	219.9	210.7	-	健康中心体检		
91	2018120321	男	36	156.8	153.5	-	健康中心体检		
92	0711065949	女	60	107.0	111.0	-	原发性甲状		

							腺功能减退		
93	101037848	女	42	69. 3	71. 48	+	亚临床甲状腺功能减退		
94	9900272585	女	64	57. 4	52. 2	+	原发性甲状腺功能减退		
95	101319268	女	19	57. 2	56. 5	+	正常妊娠监督		
96	9900272644	男	69	84. 1	84. 91	+	正常妊娠监督		
97	9900272421	男	56	54. 6	50. 24	+	正常妊娠监督		
98	9900273544	男	58	60. 9	58. 11	+	正常妊娠监督		
99	9900272401	男	55	55. 2	52. 45	+	甲状腺功能减退症		
100	9900272402	女	53	90. 2	82. 33	+	甲状腺肿瘤		
101	2018091219	女	35	337. 0	325. 2	+	健康中心体检		
102	0711028283	女	39	59. 1	60. 7	+	原发性甲状腺功能减退		
103	201811011026	女	39	105. 9	97. 9	不一致	孕 30 周		

含干扰物质样本

1	201808025	男	47	80. 2	77. 3	+	健康中心体检		含维生素 C
2	2018080311	男	45	36. 4	34. 7	+	健康中心体检		含氯化钠
3	201808073	男	55	78. 7	80. 1	+	健康中心体检		含维生素 C
4	201811011047	女	25	275. 1	270. 1	-	孕 12+1 周		含溴化钠
5	201811011063	女	29	224. 2	230. 1	-	孕 12+2 周		含胆红素
6	201811011068	女	26	180. 3	184. 6	-	孕 12+2 周		含氯化钠

产品风险分析资料

尿碘测定试剂盒

(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)

*****生物科技有限公司

目 录

一、风险管理人员及其职责分工.....	1
二、前言.....	2
三、产品概述.....	3
1 工作原理.....	3
2 技术标准及参考文件.....	3
3 预期用途.....	3
4 产品组成.....	3
四、产品风险分析记录.....	7
六、产品风险评价记录.....	20
七、产品风险控制记录.....	24
八、综合剩余风险评价记录.....	26
九、风险管理结论.....	27
十、生产和生产后信息.....	28

一、风险管理人员及其职责分工

1.1 风险管理活动参加人员

人 员	部 门	职 责
雍学安	惬意负责人/ 总经办	1、风险管理计划,风险评审报告的批准,风险分析资源配置; 2、收集并按规定提供生产及生产后相关信息(市场信息,不良事件,客户投诉等)。
黄如辉	管理者代表/ 技术部	1、负责组织风险管理活动的有效开展。 2、负责控制措施的验证,包括临床使用方面的风险识别,评估风险控制措施的有效性。
梁美贤	技术部	制定风险管理计划,编制风险管理报告,交对生产及生产后信息进行收集。
曾炎科	生产部	参与风险分析活动; 实施生产阶段风险降低措施,收集并按规定提供生产及生产后相关信息(生产过程中信息),评价措施的有效性。
邓 潢	品管部	参与风险分析活动; 实施生产阶段风险降低措施,收集并按规定提供生产及生产后相关信息(生产过程中信息),评价措施的有效性。
王 燕	营销中心	参与风险分析活动; 收集并提交有关顾客使用信息,不良事件,客户投诉,销售国监管机构信息等并按规定递交技术部,以用于内附管理报告的更新。
王东珠	物控部	参与风险分析活动; 实施生产阶段涉及原材料相关的风险降低措施,收集并按规定提供生产及生产后相关信息(生产过程中信息),评价措施的有效性。

2.2 风险管理评审人员

评审人员	部 门	职 务	职 责
黄如辉	管理者代表/ 技术部负责人	组长	1、负责组织风险管理的评审,在评审中批准风险可接受准则,并最终决定该产品风险管理活动是否有效。 2、负责识别风险,制定风险管理计划,制定风险管理报告,完善和保存风险管理文档
邓 潢	品管部负责人	组员	负责风险控制措施有效性的验证。

二、前　　言

本公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法），用于体外定量检测人体样本（尿液）中碘的含量，临幊上主要用于甲状腺疾病的辅助诊断。

本产品型号规格：20 人份/盒、50 人份/盒。

本文件是尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）的风险分析资料，依据中华人民共和国医药行业 YY/T 0316-2016 《医疗器械 风险管理对医疗器械的应用》标准编写，符合 YY/T 0316-2016 标准要求。

三、产品概述

1 工作原理

人体尿液经尿液纯化装置除去干扰物质，在酸性环境下，尿液中的碘可以催化过氧乙酸氧化四甲基联苯胺（TMB），显蓝色。在一定浓度范围内，碘的浓度与成色强度成正比。在 635nm 条件下可读取吸光度判读结果。

2 技术标准及参考文件

YY/T 0316-2016 医疗器械 风险管理对医疗器械的应用

尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）产品技术要求

3 预期用途

用于体外定量检测人体样本（尿液）中碘的含量，临幊上主要用于甲状腺疾病的辅助诊断。

4 产品组成

试剂盒由样本稀释液、尿液纯化装置、显色液、复合氧化剂、碘标准溶液、说明书及合格证组成。

产品风险管理计划

1 风险管理的寿命阶段范围

产品实现：设计开发、采购、制造、包装等

交付过程：运输

交付后：使用、维护等

报废（失效）后的处理：剩余产品及包装物的处理、过期产品的处理。

2 风险估计的评判准则

尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）产品关于事故危险和伤害的发生概率等级，以及用以定义的风险估计准则，见表 1-1~1-3。

表 1-1 严重度分级

通用术语	等级	可能的描述
可忽略	1	不便或暂时不适
轻度	2	导致不要求专业医疗介入的暂时伤害或损伤
严重	3	导致要求专业医疗介入的伤害或损伤
危重的	4	导致永久性损伤或危及生命的伤害
灾难性的	5	导致患者死亡

表 1-2 半定量概率分级

通用术语	等级	概率范围
非常少	1	$<10^{-6}$
很 少	2	$<10^{-5}$ 或 $\geq 10^{-6}$
偶 然	3	$<10^{-4}$ 或 $\geq 10^{-5}$
有 时	4	$<10^{-3}$ 或 $\geq 10^{-4}$
经 常	5	$\geq 10^{-3}$

表 1-3 风险评价准则

概率		严重程度				
		5	4	3	2	1
		灾难性的	危重的	严重	轻度	可忽略
经常	5	U	U	U	U	U
有时	4	U	U	U	U	R
偶然	3	U	U	U	R	A
很少	2	U	U	R	A	A
非常少	1	R	R	A	A	A

说明：A：可忽略的风险；R：合理可行降低(ALARP)的风险；U：不可接受的风险。

注：即使风险处在广泛可接受区，基于 ALARP（合理可行低水平）原则，预防措施也可能是需要的

3 产品生产后的风险管理

部门	职责
仓库部	负责控制运输过程中的风险，监督物流公司按运输规范进行货物运输。
销售部	负责收集市场方面的信息，对与产品风险管理相关的信息进行初步判断并提交至技术部门。
技术部	负责根据各方反馈信息，组织对产品进行工程或工艺更改；负责对用户投诉、法规变更、市场需求等各方面涉及到安全的部分进行风险分析、并制定控制和验证措施。
品管部	负责收集、跟踪和汇总所有与产品质量尤其是风险管理相关的信息。

4 风险管理的评审要求

阶段	评审对象	评审关注的问题
策划阶段～试产阶段	《风险管理报告》和/或《风险管理报告》的升版文档	风险分析是否全面，风险控制措施是否有效、剩余风险是否可接受

5 验证活动

计划在以下几个方面对风险控制措施采取验证：

从产品策划阶段到试生产阶段过程中，可能存在的资源、技术、认证及管理风险如下：

风险类型	描述	应对措施	验证对象
技术风险	试剂的性能检测存在评估失真的风险	严格的性能测试方案，测试过程中严格实验操作。若有指标不符合性能要求，则立即进行更改直至所有性能符合要求。	《分析性能研究资料》
	试剂稳定性达不到现有试剂性能的风险	广泛分析文献资料，测试过程中及时依据结果进行配方调整优化，优化试剂配置工艺流程。	《稳定性研究资料》

四、风险分析记录

根据 YY/T 0316-2016 标准，现对尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）产品的风险管理过程进行风险分析。

2.1 产品的预期用途和判定特征

2.1.1 产品的预期用途

用于体外定量检测人体样本（尿液）中碘的含量，临幊上主要用于甲状腺疾病的辅助诊断。

2.1.2 判定特征

参照 YY/T 0316-2016（附录 C、附录 H），对可能影响安全的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）的预期用途和与安全有关特征的识别，列表于 2-1 中：

表 2-1 可能影响安全的尿碘测定试剂盒的预期用途和与安全有关特征的识别

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
C.2.1 医疗器械的预期用途是什么和怎样使用医疗器械	----对疾病的诊断、预防、监护、治疗或缓解；	是	H1
	----对损伤或残疾的补偿，或	否	
	----生理过程的代替或改进，或妊娠控制。	否	
	----使用的适应症是什么（如患者群体）？	用于体外定量检测人体样本（尿液）中碘的含量，临幊上主要用于甲状腺疾病的辅助诊断。	
	----医疗器械是否用于生命维持或生命支持？	否	
	----在医疗器械失效的情况下是否需要特殊的干预？	否	
C.2.2 医疗器械是否预期植入	植入的位置、患者群体特征、年龄、体重、身体活动情况、植入物性能老化的影响、植入物预期的寿命和植入的可逆性。	否	
C.2.3 医疗器械是否预期和患者或其他人员接触	预期接触的性质，即表面接触、侵入式接触或植入以及每种接触的时间长短和频次。	该产品属于体外诊断产品，不与患者直接接触，可能与使用者接触。	H2

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
C.2.4 在医疗器械中利用何种材料或组分，或与医疗器械共同使用或与其接触	----和有关物质的相容性。	否	
	----与组织或体液的相容性；	否	
	----与安全有关的特征是否已知；	否	
	----医疗器械的制造是否利用了动物源材料？	否	
C.2.5 是否有能量给予患者或从患者身上获取	----传递的能量类型；	否	
	----对其的控制、质量、数量、强度和持续时间；	否	
	----能量水平是否高于类似器械当前应用的能量水平。	否	
C.2.6 是否有物质提供给患者或从患者身上提取	----物质是供给还是提取；	不直接接触患者，由操作人员借助其它方式获取患者的待测样本进行检测。	H6
	----是单一物质还是几种物质；	样本存在单一物质或几种物质共存的情况。	H6
	----最大和最小传递速率及其控制。	否	
C.2.7 医疗器械是否处理生物材料用于随后的再次使用、输液/血或移植	处理的方式和处理的物质（如自动输液/血、透析、血液成分或细胞疗法处理）。	否	
C.2.8 医疗器械是否以无菌形式提供或预期由使用者灭菌，或用其它适用的微生物学控制方法	----医疗器械是预期一次性使用包装，还是重复使用包装；	否	
	----贮存寿命的标示；	否	
	----重复使用周期次数的限制；	否	
	----产品灭菌方式；	否	
	----非制造商预期的其它灭菌方式的影响。	否	
C.2.9 医疗器械是否预期由用户进行常规清洁和消毒	使用的清洁剂或消毒剂的类型和清洁周期次数的限制。医疗器械的设计可影响日常清洁和消毒的有效性。另外，应当考虑清洁剂或消毒剂对器械安全和性能的影响。	否	产品是一次性使用
C.2.10 医疗器械是否预期改善患者的环境	----温度；	否	
	----湿度；	否	
	----大气成分；	否	
	----压力；	否	

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
	----光线。	否	
C.2.11 是否进行测量	测量变量和测量结果的准确度和精密度。	体外定量检测人体样本(尿液)中碘的含量。	H12
C.2.12 医疗器械是否进行分析处理	医疗器械是否由输入或获得的数据显示结论、所采用的计算方法和置信限。宜特别注意数据和计算方法的非预期应用。	否	
C.2.13 医疗器械是否预期和其它医疗器械、医药或其它医疗技术联合使用	识别可能涉及的任何其它医疗器械、医药或其它医疗技术和与其相互作用有关的潜在问题, 以及患者是否遵从治疗。	可配套分光光度计或丽拓生物科技有限公司生产的尿碘检测系列仪器使用。	H1
C.2.14 是否有不希望的能量或物质输出	与能量有关的因素包括噪声和振动、热、辐射(包括电离、非电离辐射和紫外/可见光/红外辐射)、接触温度、漏电流和电场或磁场。	否	
	与物质相关的因素包括制造、清洁或试验中使用的物质, 如果该物质残留在产品中具有不希望的生理效应。	否	
	与物质有关的其它因素包括化学物质、废物和体液的排放。	是。 有废弃标本、尿液 纯化装置。	H4
C.2.15 医疗器械是否易受环境影响	操作、运输和贮存环境。这些因素包括光、温度、湿度、振动、泄漏、对电源和致冷供应变化的敏感性和电磁干扰。	是。要求 2°C~8°C, 无腐蚀性物质的环境中 避光保存。	H8
C.2.16 医疗器械是否影响环境	----对能源和致冷供应的影响;	否	
	----毒性物质的散发;	否	
	----电磁干扰的产生。	否	
C.2.17 医疗器械是否有基本的消耗品或附件	消耗品或附件的规范以及对使用者选择它们的任何限制。	否	
C.2.18 是否需要维护和校准	----维护或较准是否由操作者或使用者或专门人员来进行?	否	
	----是否需要专业的物质或设备来进行适当的维护或校准?	否	
C.2.19 医疗器械是否软件	软件是否预期要由使用者或操作者或专家进行安装、验证、修改或更换。	否	
C.2.20 医疗器械是否有贮存寿命限制	标记或指示和到期时对医疗器械的处置。	是 有效期 12 个月。	H6
C.2.21 是否有延时或长期使用效应	人机工程学和累积的效应。其示例可包括含盐流体泵有随着时间推移的腐蚀、机械疲劳、皮带和附件松动、振动效应、标签磨损或脱落, 长期材料降解。	否	

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
C.2.22 医疗器械承受何种机械力	医疗器械承受的力是否在使用者的控制之下,或者由和其他人员的相互作用来控制。	否	
C.2.23 什么决定医疗器械的寿命	老化和电池耗尽。	是。 2°C~8°C, 无腐蚀性物质的环境中避光保存, 有效期12个月。	H14
C.2.24 医疗器械是否预期一次性使用	器械使用后是否自毁?	是。尿液净化装置使用后原封装已破裂。	
	器械已使用过是否显而易见?	是。尿液净化装置使用后原封装已破裂。	
C.2.25 医疗器械是否需要安全地退出运行或处置	医疗器械自身处置时产生的废物。例如医疗器械是否含有毒性或有害材料,或材料可再循环使用。	是 产生废弃标本及尿液净化装置应按医院或环保部门规定处置。	H4
C.2.26 医疗器械的安装或使用是否要求专门的培训或专门的技能	医疗器械的新颖性,以及医疗器械安装人员的合适的技能和培训。	是。详细阅读说明书,且必须是有资质的检验人员使用。	H11
C.2.27 如何提供安全使用信息	----信息是否由制造商直接提供给最终使用者或涉及的第三方参加者,如安装者、护理者、医疗卫生保健专家或药剂师,他们是否需要进行培训;	是。 使用说明书和标识提示。	H11
	----试运行和向最终使用者的交付,以及是否很可能/可能由不具备必要技能的人员来安装;	否	
	----基于医疗器械的预期寿命,是否要求对操作者或服务人员进行再培训或再鉴定。	否	
C.2.28 是否需要建立或引入新的制造过程	新技术或新的生产规模。	否	
C.2.29 医疗器械的成功使用,是否关键取决于人为因素,例如用户接口	/	是。 试剂盒的成功使用,关键取决于人为因素,如是否规范化操作使用及操作人员的熟练程度。	H3
C.2.29.1 用户界面设计特性是否可能促成使用错误	可能促成使用错误的用户界面设计特性。界面设计特性的示例包括:控制器和指示器、所使用的符号、人机工程学特性、物理设计和布局、操作层级、驱动装置的软件菜单、警示的可视性、报警的可听性、色标编码的标准化。	否	

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
C.2.29.2 医疗器械是否在因分散注意力而导致使用错误的环境中使用	----使用错误的后果;	否	
	----分散注意力的情况是否常见;	否	
	----使用者是否可能受到不常见的分散注意力情况的干扰。	否	
C.2.29.3 医疗器械是否有连接部分或附件	错误连接的可能性、与其它的产品连接方式的相似性、连接力、对连接完整性的反馈以及过紧和过松的连接。	否	
C.2.29.4 医疗器械是否有控制接口	间隔、编码、分组、图形显示、反馈模式、错误、疏忽、控制差别、可视性、动或变换的方向、控制是连续的还是断续的以及设置或动作的可逆行。	否	
C.2.29.5 医疗器械是否显示信息	在不同环境下的可视性、方向性、使用者的视力、视野和透视、和显示信息的清晰度、单位、色标编码以及关键信息的可达性。	否	
C.2.29.6 医疗器械是否由菜单控制	层次的复杂性和数量、状态认知，位置设置、导航方法、每一动作的步骤数、顺序的明确性和存储问题，和可访问性相关的控制功能的重要性以及偏离规定的操作程序的影响。	否	
C.2.29.7 医疗器械是否由具有特殊需要的人使用	用户、用户的精神和体能、技能和训练、人机工程学方面、使用环境、安装要求和患者控制或影响医疗器械使用的能力。对于有特殊需求的使用者，如残障人士、老人和儿童宜给予特别的关注。为能使用医疗器械，他们的特殊需要可能包括另一个人的帮助。医疗器械是否预期由具有各种技能和文化背景的人员使用。	是。 应经过培训的检验人员使用。	H5
C.2.29.8 用户界面能否用于启动使用者动作	使用者启动了一个已准备的动作进入一个受控的运行模式的可能性，这种可能性增加了患者的风险，是否会引起使用者的注意。	否	
C.2.30 医疗器械是否使用报警系统	错误报警、不报警、报警系统断开、不可能的远程报警系统的风险和医务人员理解报警系统如何工作的可能性。	否	
C.2.31 医疗器械可能以什么方式被故意地误用	连接器的不正确使用、丧失安全特性或报警不能工作、忽视制造商推荐的维护。	是。不按照使用说明书规定的内容操作。	H7
C.2.32 医疗器械是否持有患者护理的关键数据	数据被修改或被破坏的后果。	否	
C.2.33 医疗器械是否预期为移动式或便携式	必要的把手、手柄、轮子、制动、机械稳定性耐久性。	否	
C.2.34 医疗器械的使用是否依赖于基本性能	例如是生命支持器械的输出特征或报警的运行。	是。化学物质的稳定。	H14
H.2.1 预期用途的识别			

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
H.2.1.1 总则	对试验室或卫生检查站, IVD 医疗器械有两种用户: (1) 完成检查的操作者; (2) 接收、解释结果和根据结果采取措施的医疗卫生保健提供者。在用于自我测试的 IVD 医疗器械的情况下, 患者可能是唯一的使用者。	医生或医院检验科操作人员。	H1
H.2.1.2 预期使用	测量系统、分析物、同类特性、样本基质、检查程序(定性、半定量或定量)、操作者类型和使用场所。	用于体外定量检测人体样本(尿液)中碘的含量, 临幊上主要用于甲状腺疾病的辅助诊断。	H10
H.2.1.3 使用说明书	IVD 医疗器械预期的医学应用和患者群体。	有制定相应的使用说明书。	H1
H.2.2 识别可能的使用错误			
H.2.2.1 使用错误	制造商非预期的活动, 如简化、试图优化、改进和省略制造商在说明书中描述的预期活动程序。	不按照说明书使用规定的试剂可能使检测不准确。	
H.2.2.2 实验室人员的可能使用错误示例?	----使用 IVD 医疗器械时使用了不适当的校准物、试剂、仪器或样本基质;	不按照说明书使用规定可能使检测不准确。	H12
	----为改进其性能特征而试图优化检查程序;	是	
	----简化检查程序(采取“快捷方式”);	是	H9
	----忽视仪器的维护;	是。 未按使用说明书或包装标识进行贮存会使产品的性能稳定性受到影幊, 导致检查结果不准确。	H12
	----不能或未使安全装置起作用;	否	
	----在不利的环境条件下操作。	是。尿碘测定属于超微量分析, 测定场所不得放置高碘物品, 如碘酒、碘盐等; 测定所用仪器应清洁干净。	H12
H.2.2.3 医生卫生保健提供者可能的使用错误示例	----当检查程序(其性能特征可能不适用于群体的筛查)预期用于诊断疾病时, 利用 IVD 检查结果筛查群体中的某种疾病;	医生或医院检验科操作人员错误地使用了本试剂盒的检查结果。	H11

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
	<p>----当检查程序(其性能特征可能不适用于诊断)预期用于监视状况时,利用 IVD 检查结果进行疾病的诊断;</p> <p>----使用 IVD 的检查结果进行新的临床应用,这种临床应用不是制造商所宣称的(其性能特征可能不适用于新的应用)。</p>		
H.2.2.4 患者自测可能的使用错误的示例	<p>----使用的样本量不够;</p> <p>----不能适当的放入试剂组件;</p> <p>----分割了试剂条(例如为降低成本);</p> <p>----不能或未使安全装置起作用;</p> <p>----在不适当的条件下贮存试剂。</p>	否。 本产品不能自测。	
H.2.3 与安全有关的特征识别			
H.2.3.1 总则	除和其他医疗器械一样的化学、机械、电气和生物学特征外, IVD 医疗器械还具有决定检查结果准确度的性能特征。不满足特定医学用途要求的性能特征可能导致危险情况,宜估计危险情况对患者的风险。	是。 错误的结果可能导致延误治疗。	H12
H.2.3.2 定量检查程序的性能特征	定量检查程序预期用于确定被分析物的含量或浓度。其结果以区间尺度的方式报告。定量检查程序的主要分析性能特征为精密度(不确定度)、准确度(偏差)、分析特异性和定量范围。其性能要求取决于医学用途。虚高或虚低的结果,可导致不正确的诊断或延误,对患者的随后的伤害可能取决于分析物的浓度和偏差的大小。	是。 错误的结果可能导致延误治疗。	H12
H.2.3.3 定性检查结果的性能特征	定性检查程序仅预期检出某分析物的存在或不存在,检查结果以阳性、阴性或不确定的方式予以报告。定性检查程序的性能通常以诊断的灵敏度和特异性来表述。无分析物时检查结果为阳性或有分析物但检查结果为阴性,这种情况可能导致不正确的诊断或延误治疗以及对患者的伤害。	否	
H.2.3.4 依赖性特征	当医师依靠 IVD 检查结果帮助做出紧急医疗决策时,如安排重症监护时,及时的结果和准确的结果一样重要。当需要时却不能得出结果可能导致危险情况。	否。 本产品作为诊断结果的辅助依据参考,不作为重要或最终依据参考。	

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
H.2.3.5 辅助的患者信息	检查结果可能需要关于患者的人口统计学信息、样本标识、样本类型、样本描述、测量单位、参考范围、年龄、性别和遗传因素，这些可能由实验室分析者手工输入或由实验室计算机系统自动输入。如果 IVD 医疗器械设计成将辅助信息和检查结果一起报告，则未能将检查结果和正确信息结合在一起报告可能会影响结果的适当解释，并导致危险情况	否。 产品本身不具备自动输入相关信息的功能。	
H.2.4 识别已知和可预见的危险（源）			
H.2.4.1 对患者的危险（源）	对定量检查程序，如果检查结果与正确值的偏离超出基于临床应用的极限，则可认为结果是不正确的。不正确的结果的临床意义可取决于测量值和正确值之间差别的大小以及患者的生理状况（如低血糖或高血糖）。	是	H12
	在定性检查程序中，仅提供阳性或阴性结果，则结果或者正确或者不正确。下列危险（源）可能由于有害的医疗介入或延误的可能性而引起或促成误诊： ----不正确的结果； ----延误的结果； ----随同结果的不正确的信息。	否	
H.2.4.3 识别故障条件下的危险（源）	识别 IVD 在故障条件下的危险（源）时，宜考虑可导致不满足医学用途所要求的性能特征（如准确度、精密度、特异性等）的失效模式，如： ----批内的不均匀性； ----批与批之间的不一致性； ----不可溯源的校准物的数值； ----非特异性（如：干扰因素）； ----样本或试剂的残留转移效应； ----测量不精密性（与仪器有关）； ----稳定性失效（贮存、运输、使用）。	是	H12
	当识别 IVD 在故障条件下的危险（源）时，宜考虑在紧急护理情况下，可导致延误结果的失效模式：如： ----不稳定的试剂； ----硬件/软件失效，	否	
		否	

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
H.2.4.4 识别正常使用时的危险（源）	----包装失效。	是。包装破损或未按说明书规定的储存条件放置。	H12
	当识别 IVD 在失效条件下的危险(源)时，宜考虑可给出不正确的患者信息的失效模式，如： ----不正确的患者姓名或标示号码；	否	
	----不正确的出生日期或年龄；	否	
	----不正确的性别。	否	
H.2.4.4 识别正常使用时的危险（源）	即使 IVD 医疗器械满足制造商宣称的性能特征，在正常使用时也可出现不正确的结果。这可能源于检查结果的不确定性、患者样本的生物学差异、取舍点数值的选择或其他因素。对个别患者，正常使用条件下的不正确的结果可能会导致危险情况，如：----对处于阳性和阴性样本之间的不完善的辨别：定性检查程序部分地由于决定适当取舍点数值的不确定性而导致典型地呈现出固有的假阴性和假阳性率。	是	H12
	----测量的不确定度：当前技术水平可能限制定量 IVD 医疗器械的精密度；	是	H12
	----样本基质中其他成分（干扰因素）不希望的影响：新药、生化代谢物、嗜异染细胞抗体和试样制备材料可影响 IVD 检查程序的性能特征；	是	H12
	----被分析物的固有不均匀性：血液样本中的抗体和其他蛋白质是不同的异构体的混合物；发补的 IVD 检查程序的性能特征可能不适用于混合物的所有成分。	是	H12
H.2.4.5 识别危险情况	IVD 医疗器械所引起的危险情况示例： ----血库在筛查输入的血液时，收到了人类免疫缺陷病毒（HIV）或乙肝病毒表面抗原（HBsAg）假阴性的结果； ----医师基于受胆红素干扰影响的肝功能检查结果判断肝病； ----低血糖症的糖尿病患者通过自测器械测量获得虚假提高的血糖浓度。	是。 检测结果仅作为辅助参考，应结合患者的具体病症进行病情诊断。	H12
H.2.5 对患者风险的估计			
H.2.5.4.1 IVD 医疗器械产生不确定的结果的可能性是什么？	----在很可能的失效模式中？	未按照使用说明书操作、贮存产品。	H12
	----正常使用时？	否	
	----合理可预见的误用时？	否	

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
H.2.5.4.2 使用者/实验室检出不正确的IVD检查结果的可能性是什么？	----是否与 IVD 医疗器械一起提供了质控品（物）？	否	
	----控制部件是否被整合进器械中以检出故障情况？	否	
	----控制装置检出故障情况的效果如何？	否	
	----是否有其他可能检出不正确的结果的质量保证措施（如临界值体系、真实性检查）？	否	
	----错误的信息是否允许使用者纠正问题并通过再检查而获得有效的检查结果？	是。1、由于操作者熟练程度的不同，可能导致检验时试剂反应不完全，使得检测结果出现较大误差。 2.在检测时，若标准品的测量不准确，可能导致以此标准点为基础的样本检测结果出现较大误差。	H12
	----如果器械预期用于实验室，是否具有检出此种不正确的结果的有效体系？	否	
H.2.5.4.3 医师检出不正确的IVD检查结果的可能性是什么？	医疗实践的现行标准是否要求对分析物进行确定性检查？	否	
	----实验室是否在阳性筛查检查结果之后自动完成确定性检查？	否	
	----是否能在其他结果、病症、症状和患者的医疗历史背景下，而认知这种类型的不正确的结果？	医师需结合患者的情况作出判断。	H3
	----医师是否常规地通过其他手段确证此分析物的结果和对那些与临床印象不符的结果提出疑问？	患者临床病症。	H3
	----是否对该分析物有其它的真实性检查以警示医师注意错误？	否	
	----对关键的医疗决策，检查是否是唯一的根据？诊断基于该检查结果的程度有多大（即：该检查如何影响 医疗决策）？	检测结果仅作为辅助参考，应结合患者的具体病症进行病情诊断。	H12

项目名称	宜考虑的因素	是/否影响及说明	危险标识
	----在没有机会获得确定的数据或确证的信息时,紧急的情况是否要求立即作出决定?该检查结果是否直接导致医疗决策/治疗?	否。检测结果仅作为辅助参考,应结合患者的具体病症进行病情诊断。	
	----如果医疗现场的器械失效时,是否可获得可替代的检查?例如可以在中心检验室进行检查。	否	
H.2.5.4.4 医师对结果采取措施或未能采取措施的可能性是什么?	----对诸如恶性肿瘤或危及生命的感染的严重情况,IVD 医疗器械是否为治疗的主要决定因素?	否	
	----IVD 医疗器械是否预期用于输血/液,移植或其他医疗用途,这样的医疗用途可能导致疾病传染给接受者?	否	
	----IVD 医疗器械是否预期用于监测关键的人体功能,以至于错误或延误导致患者的死亡和永久性损伤?	否	
H.2.5.4.5 医师采取措施/不采取措施可能引起或促成患者伤害的可能性是什么?	----措施是否不可逆转,如外科切除术或堕胎?	否	
	----措施可逆转到什么程度?	否	
	----措施很可能将患者伤害到什么程度?	否	
	---未采取措施到什么程度而导致死亡或危险?	否	
	----什么样的生理状况将影响伤害的可能性?	严重缺碘可导致,碘过量可能导致	
H.2.5.4.6 引起的伤害的严重度是什么?	----死亡?	否	
	----危及生命的伤害?	否	
	----降低预期寿命?	否	
	----健康状态的不可恢复的恶化?	否	
	----永久性损伤?	否	
	----对人体功能/结构的永久性损伤?	否	
	----为防止严重的伤害而要求医疗介入的伤害?	否	
	----健康状态的可恢复的恶化?	否	
	----较小的身体伤害?	否	
	----不需要医疗介入的暂时性损伤?	否	
	----暂时的不适?	否	

2.3 产品有关的特有的安全特性

a) 参照 YY/T 0316-2016 (附录 E) , 根据标准中表 E.1 危险 (源) 示例对可能危险 (源) 进行识别, 如下

表 2-2:

表 2-2 危险 (源) 识别

项目名称	形成因素与可能的危险		危险标识		
能量危险 (源)					
电磁能					
----线电压	否				
----漏电流	----外壳漏电流	否			
	----对地漏电流	否			
	----患者漏电流	否			
----电场	否				
----磁场	否				
辐射能					
----电离辐射	否				
----非电离辐射	否				
热能					
----高温	是		H12		
----低温	是		H12		
机械能					
----重力	----坠落	否			
	----悬挂	否			
----振动	否				
----贮存的能量	否				
----运动零件	否				
----扭转力、剪切力和张力	否				
----患者的移动和定位	否				
----声能	----超声能量	否			
	----次声能量	否			
	----声音	否			
----高压液体注射	否				
生物学和化学危险 (源) 示例					
生物学的					
----细菌	未按要求穿戴卫生服和手套		H13		
----病毒	否				

项目名称	形成因素与可能的危险	危险标识
----其他介质（例如：蛋白病毒）	否	
----再次交叉感染	否	
化学的		
----气路、组织、环境或财产暴露在外来物质中，例如：	----酸或碱	否
	----残留物	否
	----污染物	测定场所的高碘物品
	----添加剂或加工助剂	否
	----清洁剂、消毒剂或试验试剂	未按要求配备手套，接触到试验试剂或残留清洁剂、消毒剂。
	----降解产物	否
	----医用气体	否
	----麻醉产品	否
生物相容性		
----化学成分毒品，例如：	----致敏性/刺激	否
	----致热原	否
操作危险（源）示例		
功能		
----不正确或不适当的输出或功能	否	
----不正确的测量	未按照使用说明书操作。	H12
----错误的数据转换	否	
----功能的丧失或变坏	未按照使用说明书贮存产品。	H12
使用错误		
----缺乏注意力	否	
----记忆力不良	否	
----不遵守规则	否	
----缺乏知识	否	
----违反常规	否	
信息危险（源）示例		
标记		
----不完整的使用说明书	是，说明书不完整，不能正确使用和维护，缩短产品寿命期。	H3
----性能特征的不适当的描述	是，使用者对产品性能特征不能正确了解。	H3
----不适当的预期使用规范	是，误用使用者群体。	H3
----限制性未充分公示	否	
操作说明书		
----医疗器械所使用的附件的规范不适当	否，本产品无附件。	
----使用前检查规范不适当	是，检查规范不适当，会导致不规范使用，使用前应按照说明书详细检查产品，防止错误使用。	H3
----过于复杂的操作说明	是，不易理解，应简易明了。	H8

项目名称	形成因素与可能的危险	危险标识
警告		
----副作用的警告	否	
---- 一次性使用医疗器械可能重复使用的危险（源）	是，未进行不可二次使用的标识可能会导致重复使用，应进行相关标识。	H8
服务的维护规范		
----未按使用说明书进行维护	是，不规范的维护会缩短产品寿命期。	H12
软件控制危险（源）		
----控制软件崩溃	否	
----控制软件没有反应	否	
----控制软件发送指令失灵	否	

五、产品风险评价记录

1 概述

按照风险管理过程，对经风险分析确定的危险和危险情况发生的概率及其所引起的伤害概率与伤害的严重程度进行分析并赋值，此过程称为风险估计。风险评价过程就是对经估计的风险与风险管理计划中给定的风险可接受准则进行比较，以决定该风险的可接受性。

2 步骤

2.1 初始危险分析

按照 YY/T 0316-2016 附录 D. 对上一步分析得到的每一项危险情况引起的伤害发生概率和伤害严重度进行等级划分，然后依据伤害发生概率等级和伤害严重度的准则，对估计的每一项伤害概率划分等级，具体记录如下表 5-1：可预见的事件序列、危险情况和可发生的伤害及初始风险控制方案分析

表 5-1 初始危险判断及初始风险控制方案分析

危险类型	编号	可预见的事件序列	危险情况	产生的后果或伤害	初始风险控制方案分析
信息危险	H1	1、用户在非本产品预期用途的检测中使用本产品； 2、用户操作不熟练，也未按使用说明书操作； 3、用户未按使用说明书中的注意事项使用试剂盒。	1、试剂盒非预期使用得出不适用的错误结果； 2、操作不当； 3、可能导致人员受伤或环境污染。	1、检测结果的不准确延误病情治疗； 2、试剂盒破坏或检测效果差； 3、造成人员伤亡，财产损失。	在使用说明书中明确规定。
生化危险	H2	产品材料的生物相容性、清洁剂、消毒	接触人体	1、接触可能造成使用者皮肤过敏，接触性	在说明书增加佩戴手套等防护装置的内

危险类型	编号	可预见的事件序列	危险情况	产生的后果或伤害	初始风险控制方案分析
		剂或试验试剂		皮炎等皮肤感染疾病; 2、强碱强酸试剂可能致使用者灼伤等危险。	容。
操作危险	H3	1、用户使用试剂盒治疗非本产品适用的症状; 2、用户操作不熟练,也未按使用说明书操作; 3、用户未按使用说明书中一般安全注意事项使用用户未注意标记或标识 4、使用前检查规范不适当	1、试剂盒使用不正常; 2、操作不当。	1、延误病情治疗; 2、测量不准确; 3、产品使用期缩短。	使用说明书明确规定。
操作危险	H4	产品废弃时没有遵守当地环保法令或医院规定的要求	产品耗材丢弃	使用过的试剂等废弃品随意丢弃,造成环境污染,生化感染等事故。	使用说明书明确规定。
信息危险	H5	1、用户未按使用说明书中一般安全注意事项操作试剂盒 2、安装人员未按说明书进行安装	1、试剂盒使用不正常; 2、操作不当。	1、延误病情治疗; 2、试剂盒破坏; 3、测量不准确。	使用说明书明确规定。
操作危险	H6	1、使用人员超出使用期限以及对样本筛选不当; 2、不按照操作说明书使用,标本采集不正确。	1、使用不正确的样本; 2、超过厂家规定试剂盒使用寿命继续使用。	1、试剂盒无法正常测量; 2、测量不准确。	1、使用说明书明确规定; 2、产品有效期验证。
操作危险	H7	未经过专门培训的人员使用了试剂盒;	试剂盒使用不正确	1、延误试剂盒使用; 2、试剂盒损坏。	使用说明书中明确规定。

危险类型	编号	可预见的事件序列	危险情况	产生的后果或伤害	初始风险控制方案分析
信息危险	H8	1、包装信息不清晰，标识不全； 2、操作说明过于复杂。	用户操作	延误试剂盒使用	使用说明书中明确规定。
操作危险	H9	操作顺序错误	用户操作	试剂盒无法使用。	使用说明书中明确规定。
操作危险	H10	非预期用户使用	用户操作	试剂盒无法使用。	使用说明书中明确规定。
操作危险	H11	未按照说明书规范使用试剂盒	试剂盒操作错误	1、试剂盒无法使用。 2、测量不准确，延误治疗。	使用说明书中明确规定。
操作危险	H12	检查结果不准确	试剂盒储存或使用不当失效	测量不准确，延误治疗。	使用说明书中明确规定。
生化危险	H13	细菌	接触人体	接触可能造成使用者感染。	说明书增加佩戴手套等防护装置的内容。
功能失效，维护及老化引起的危害	H14	化学物质降解，产品失效。	检测效果差	结果不正确。	说明书中明确规定。

2.2 风险可接受性判断

按照风险管理计划确定的风险可接受性准则，对估计的每一个风险进行可接受性判断，记录如下 5-2：

表 5-2 风险评价，风险控制措施记录表

危险 编号	危险 类型	风险估计			采取控制措施		采取新措施后 风险估计			备注
		严重 度	概率	风险 水平	(初始) 措施计划	实施验证	严重 度	概率	风险 水平	
H1	信息危险	2	3	R	使用说明书中明确医疗器械的预期用途和操作步骤	见说明书	2	1	A	
H2	生化危险	4	4	U	清洁剂、消毒剂进行验证，使用时佩戴防护装置，使用说明书明确规定	见验证报告、使用说明书	4	1	R	
H3	信息危险	2	2	R	使用说明书中明确医疗器械的预期用途和操作步骤	见说明书	2	1	A	
H4	生化危险	3	2	R	使用说明书中废弃物的处理要求	见说明书	3	1	A	
H5	信息危险	2	4	U	使用说明书明确规定一般安全注意事项。	见说明书	2	1	A	
H6	操作危险	2	4	U	设计控制、在使用说明书中规定	见有效期验证报告、使用说明书	2	1	A	
H7	操作危险	4	3	U	使用说明书明确规定	见使用说明书	4	1	R	
H8	信息危险	2	4	U	设计控制	见设计文件	2	1	A	
H9	操作危险	3	3	U	使用说明书明确规定	见使用说明书	4	1	R	
H10	操作危险	4	3	U	使用说明书明确规定	见使用说明书	4	1	R	
H11	操作危险	3	3	U	使用说明书明确规定	见使用说明书	4	1	R	
H12	操作危害	4	3	U	使用说明书明确规定	见使用说明书	4	1	R	
H13	生化危险	4	4	U	使用时佩戴防护装置，使用说明书明确规定	见使用说明书	4	1	R	
H14	功能失效， 维护及老化引起的 危害	2	4	U	设计控制、在使用说明书中 规定	见有效期验证报 告、使用说明书	2	1	A	

六、产品风险控制记录

风险控制是对经过风险评价判断为不可接受的采取措施以降至可接受风险的过程。设计开发过程中，运用 FMEA 或 FMECA，对于与产品安全相关的失效模式，按风险管理流程，进行风险分析、风险评价和风险控制， 以下是 FMEA、FMECA 技术用于产品制造过程的记录 6-1：

附件 6-1

产品风险控制表

过程	潜在失效模式	潜在失效后果	严重度	等级	潜在失效的原因、机理	发生频率	现行设计控制	负责人	措施结果			风险标识
									采取的措施	严重度	发生频率	
设计	标识、标签及随机文件的信息不足或不准确	导致用户使用产品不准确，测量不准确	2	重要	设计输出不足	3	设计的输出评审	梁美贤	按照设计开发控制程序对设计输出进行严格评审	2	1	H1、H2、H3、H4、H5、H6、H7、H8、H9、H10、H11、H12、H13
采购	组成产品的关键原材料安全及有效性	关键原材料失效可能导致产品有效期达不到预期设计	4	重要	合格供方评定不恰当或进货检验不严格	4	设计供方要求采购要求等	王东珠	按照采购控制程序对供方进行严格评审并按程序要求控制原材料的采购	4	1	H14
热加速测试	可靠性差	使用时间短	3	关键	没按要求进行热加速试验	5	老化工艺	梁美贤	设置专职人员，并对检验人员进行培训，严格按照要求操作	3	1	H14

本公司的体外诊断产品采用的都是成熟的技术，原材料运用上也都采用了质量合格、安全的产品。根据国家、行业相关标准的安全判定的标准，采取了防止该产品可能产生的危险和风险的措施，使剩余风险的区域降低到普遍接受的程度以确保安全。

七、综合剩余风险评价记录

1 概述

综合剩余风险评价是以医疗器械安全、有效为宗旨在所有风险控制措施已实施并验证的情况下对产品所有剩余风险可接受性的判断。

2 综合剩余风险评价

由上一步验证记录看，在所有风险控制措施实施之后没有带来新的风险，但是产品总的综合剩余风险可能存在如下几条：

2.1 过程应对产品的标识标签进行检验，对可能发生的标识标签损坏、脱落、信息不清晰进行检查。

2.2 用者应佩戴手套或其他防护装置，防止接受试剂、样本或其他可能存在生化风险的物质。

这样的剩余风险概率无法估计，但经风险/受益分析，该产品带来的受益远远大于风险，另外，公司还是采取了一定的措施如在产品使用说明书中警示性说明的信息，由此，决定该产品的综合剩余风险可接受。

3 需公开的剩余风险信息

生产部、品管部、营销中心、技术部等经商讨，决定以产品说明书的形式公开如下剩余风险：

1) 注：在收集、处置、储存、混匀样本和检测过程中应采取适当的保护措施。

八、风险管理结论

评审小组经过对生产的产品以及质管办收集到的用户信息反馈的评审，认为：

- 风险管理计划已被适当地实施；
- 综合剩余风险是可接受的；
- 已有适当方法获得相关生产和生产后信息；
- 全部剩余风险处于风险可接受准则的可接受范围内，且受益超过风险；

九、生产和生产后信息

1 要求

在医疗器械投入生产时，风险管理并未停止。风险管理是产品尚未实际显现的情况下从概念开始。风险管理中使用的信息来自任何方面，包括生产和生产后信息。公司应当监视生产和生产后信息，以便取得可能影响其风险估计、从而也影响风险管理决策的数据和信息。通过使用生产后信息，使风险管理过程真正成为一个重复的闭环过程。

2 生产过程信息评价

见下表

类别	可能发生的风险	控制措施	评价
生产过程	原材料：关键原材料的性能指标不达标	每次进货时，应验证供方提供有效期内的合格报告或证书。	是适宜和有效的
	产品外观出现明显划痕、裂纹、锋棱及毛刺等	品管部对原材料进行检验，生产过程中进行质量巡查。生产、储存、运输过程中按照制度采取产品防护措施。	是适宜和有效的

3 生产后信息评审表

生产和生产后信息	获取方法/时机	责任人
法规（如标准）的变化	定期上网收集	技术部
不良事件（内部、外部）	按照《忠告性通知控制程序》、《医疗器械不良事件报告控制程序》进行处理	品管部
通告/召回	按照《忠告性通知控制程序》进行处理	技术部、品管部
监管部门监督抽查	定期上网收集、监督抽查报告	品管部
客户退货（顾客抱怨）信息	按照《用户反馈与服务活动控制程序》进行处理	营销中心
设计更改	设计更改评审、DFMEA、PFMEA	技术部
采购产品的质量情况	采购产品质量分析	品管部
制造过程的问题	纠正/预防措施	品管部、生产部
产品检验结果	每月汇总产品检验等质量信息	品管部

风险管理人员签字

风险管理活动参加人员

参加人员	部门	签名
	管理者代表	
	技术部	
	生产部	
	品管部	
	营销中心	
	物控部	

风险管理评审人员

评审人员	部门	职务	签名
	管理者代表/技术部	组长	
	品管部	组员	

尿碘测定试剂盒 (过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)

1. 产品规格及其划分说明

1. 1 产品规格

20人份/盒； 50人份/盒。

2. 性能指标

2. 1 外观和性状

2. 1. 1 试剂盒各组分应齐全、完整、液体无渗漏。

2. 1. 2 样本稀释液、碘标准溶液、显色液和复合氧化剂应为清澈透明，无沉淀、无悬浮物、无絮状物液体。

2. 2 净含量

2. 2. 1 样本稀释液装量的相对偏差应不大于标识量的±5%。

2. 2. 2 碘标准溶液、显色液、复合氧化剂、尿液纯化装置中特异性吸附剂装量的相对偏差应不大于标识量的±10%。

2. 3 准确度

取尿液样本进行回收实验，两个样本回收率与平均回收率的差值小于±10%，比例系统误差小于5%。

2. 4 试剂空白

试剂空白吸光度≤0.01。

2. 5 线性范围

试剂盒检测的线性范围应为 0 μg/L～300 μg/L，回归系数 r 应≥0.990。

[0.00, 50.00] μg/L 区间内，测量结果的绝对偏差不大于±5 μg/L；

[50.01, 300.00] μg/L 区间内，测量结果的相对偏差不大于±10%。

2. 6 精密度

2. 6. 1 批内精密度

同批试剂盒对两个不同浓度的碘溶液进行检测, 变异系数 CV 应 $\leq 15\%$ 。

2.6.2 批间精密度

连续三批试剂盒分别对两个不同浓度的碘溶液进行检测, 变异系数 CV 应 $\leq 15\%$ 。

2.7 分析灵敏度

测试 $50 \pm 5 \mu\text{g/L}$ 样品, 吸光度应 ≥ 0.04 。

2.8 碘标准溶液

2.8.1 准确度

实测值在靶值的 $\pm 15\%$ 范围内。

2.8.2 瓶内均匀性

瓶内均匀性 (变异系数) CV $\leq 10.0\%$ 。

2.8.3 瓶间均匀性

瓶间均匀性 (变异系数) CV $\leq 15.0\%$ 。

3. 检验方法

3.1 外观和性状

在自然光下以矫正视力目视检查, 结果应符合 2.1 的要求

3.2 净含量

随机抽取 3 瓶样本稀释液, 用经过校准之后的通用量具分别对其进行测量, 结果应符合 2.2.1 的要求。

随机抽取碘标准溶液、显色液、复合氧化剂各 3 瓶, 用经过校准之后的通用量具分别对其进行测量, 结果应符合 2.2.2 的要求。

随机抽取 3 个尿液纯化装置, 将每个尿液纯化装置在精度为千分之一的天平上进行称重, 然后将内容物倒出后洗净烘干, 在天平上进行称重, 计算每个尿液纯化装置中特异性吸附剂的净含量, 结果应符合 2.2.2 的要求。

3.3 准确度试验

3.3.1 样本制备

(1) 取尿液样本, 分为 3 份, 每份 1ml。

(2) 在其中 2 份尿液样本中分别加入 50 μ l 浓度为 1 μ g/ml、5 μ g/ml 的碘标准溶液, 制成 2 个不同加入浓度的待回收分析样本。

(3) 在最后一份尿液样本中加入 50 μ l 纯化水, 制成基础样本。

(4) 按照公式 (1) 计算加入浓度。

$$\text{加入浓度 } n = \text{标准液浓度 } n \times [\text{标准液加入体积} / (\text{样本体积} + \text{标准液体积})] \dots (1)$$

(5) 将待回收分析样本和基础样本按 3.3.2 方法进行测试并计算结果, 每个样本重复测定 2 次, 测定结果计算均值, 取其均值按公式 (2) ~ (5) 计算, 计算结果应符合 2.3 的要求。

3.3.2 测试方法

3.3.2.1 样本处理

在尿液纯化装置中加入 2ml 稀释液, 取 0.5ml 尿液样本加入尿液纯化装置, 摆匀后过滤, 收集滤液, 备用。

3.3.2.2 样本检测

(1) 定标: 在比色杯中分别加入 200 μ l 碘标准溶液 (300 μ g/L) 和 800 μ l 样本稀释液, 混匀后放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计, 调零。加入 90 μ l 显色液, 混匀, 再加入 30 μ l 复合氧化剂, 开始计时并混匀, 准确反应 60s, 读取 300 μ g/L 碘标准溶液的吸光度值 Y_1 。将碘标准溶液 (300 μ g/L) 用纯化水稀释至 150 μ g/L 重复上述步骤, 得出吸光度值 Y_2 , 过 (150, Y_2) (300, Y_1) 两点拟合获得标准曲线。

(2) 样本的碘元素含量根据测定吸光度值代入标准曲线换算成相应的浓度。

(3) 样本测试: 取 1ml 滤液, 放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计, 调零; 加入 90 μ l 显色液, 混匀, 再加入 30 μ l 复合氧化剂, 开始计时并混匀, 准确反应 60s, 读取吸光度值。

(4) 将样本测试的吸光度值代入标准曲线中计算尿碘浓度。

$$\text{回收率 } n = \frac{\text{测定待回收分析样本浓度均值}_n - \text{测定基础样本浓度均值}}{\text{加入浓度}_n} \times 100\% \dots (2)$$

$$\text{平均回收率} = \frac{(\text{回收率}_1 + \text{回收率}_2 + \dots + \text{回收率}_n)}{n} \times 100\% \dots (3)$$

$$\text{每个样本回收率与平均回收率的差值} = \text{回收率 } n - \text{平均回收率} \dots$$

(4)

$$\text{比例系统误差} = |100\% - \text{平均回收率}| \quad \dots\dots\dots (5)$$

3.4 试剂空白试验

按 3.3.2 的测试方法, 以样本稀释液作为样本测试反应吸光值, 重复测定 20 次, 得出结果计算其平均吸光值 (M), 其结果应符合 2.4 的要求。

3.5 线性范围试验

按 3.3.2 的测试方法, 分别以浓度为 0 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、150 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 、250 $\mu\text{g/L}$ 、300 $\mu\text{g/L}$ (x_i) 的碘溶液作为样本测试反应吸光值。每个浓度碘溶液测试 2 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 (6) 计算线性回归的相关系数 (r); 将稀释浓度 (x_i) 代入求出线性回归方程。结果应符合 2.5 的要求。

$$r = \frac{\sum [(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})]}{\sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2 \sum (y_i - \bar{y})^2}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

3.6 精密度试验

3.6.1 批内精密度试验

按 3.3.2 的测试方法, 以 100 $\mu\text{g/L}$ 、300 $\mu\text{g/L}$ 的碘溶液作为样本测定吸光值, 重复检测 10 次, 分别计算测量值的平均值 M 和标准差 SD。按公式 (7) 计算变异系数 CV, 结果应符合 2.6.1 的要求。

$$CV = \frac{SD}{M} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

CV——变异系数;

SD——10 次测量结果的标准差;

M——10 次测量结果的平均值。

3.6.2 批间精密度试验

用连续三批试剂盒按 3.3.2 的测试方法, 以 100 $\mu\text{g/L}$ 、300 $\mu\text{g/L}$ 的碘溶液作为样本测定吸光值, 重复检测 10 次, 分别计算测量值的平均值 M 和标准差 SD。

按公式 (7) 计算变异系数 CV, 结果应符合 2.6.2 的要求。

3.7 分析灵敏度

测试已知浓度 $50 \pm 5 \mu\text{g/L}$ 的样品, 记录在试剂(盒)主波长 635nm 下的吸光度值, 换算为 $50 \mu\text{g/L}$ 尿碘的吸光度值, 应符合 2.7 的要求。

3.8 碘标准溶液

3.8.1 准确度

用参考测量程序赋值的企业工作校准品校准试剂后, 测量试剂盒配套碘标准溶液 3 次, 测试结果记为 (X_i) , 按公式 (8) 分别计算相对偏差 B , 如果 3 次结果都符合 3.8.1 的要求, 即判为合格。

B—相对偏差；

X_i —测量结果;

T—标示值

3.8.2 瓶内均一性

用试剂盒测碘标准溶液, 重复测试 10 次, 分别计算测量值的平均值 (\bar{x}) 和标准偏差 (S), 按公式 (10) 计算变异系数 (CV) 应符合 2.8.2 的要求。

$$CV = S/\bar{x} \times 100 \text{ \%} \quad \dots \dots \dots \quad (9)$$

式中：

CV-变异系数；

S-标准差；

\bar{x} —测量值的平均值。

3.8.3 瓶间均一性

取同批号的 10 瓶碘标准溶液，每瓶测试一次，按公式（10）（11）计算测试结果的平均值 X_1 和标准差 S_1 ；另用上述批号的碘标准溶液 1 瓶，连续测试 10 次，按公式（10）（11）计算测试结果的平均值 X_2 和标准差 S_2 ；按公式（12）（13）计算瓶间重复性 $CV\%$ ，测试结果应符合 2.8.3 要求。

$$S = \sqrt{\frac{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}}{n-1}} \dots \dots \dots \quad (11)$$

当 $S_1 < S_2$, 令 $CV_{\text{瓶间}} = 0$

式中：

X—测试平均值；

S—标准差；

N—测试次数；

X_i —指定参数第 i 次测量值。

附录 A
主要成分及原材料情况

成 分	生产厂家
四甲基联苯胺	上海阿拉丁生化科技股份有限公司
碘标准溶液	上海阿拉丁生化科技股份有限公司

附录 B 溯源性资料

一、标准品溯源

1 适用范围

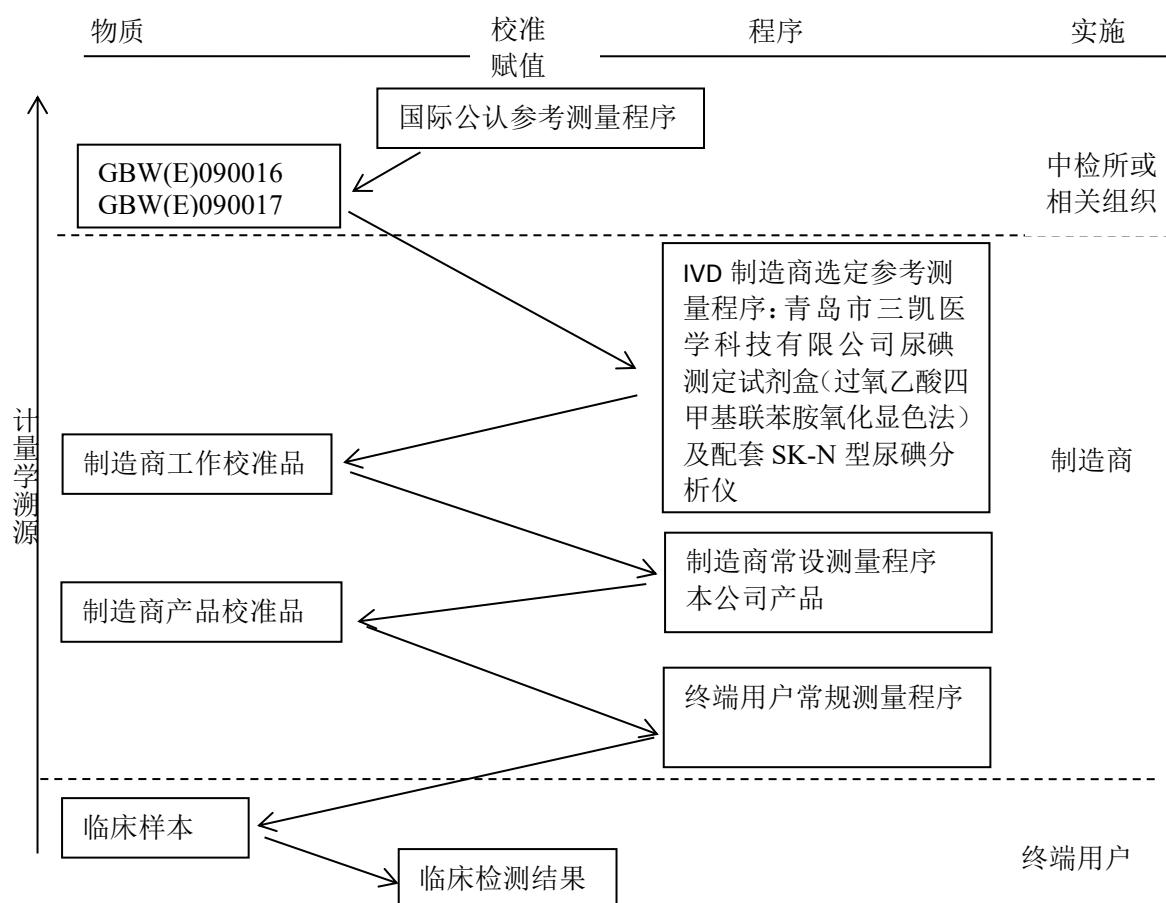
适用于尿碘测定试剂盒(过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法)工作校准品的制备、溯源、赋值。

2 制备过程

将高浓度的碘溶液用稀释液稀释成工作浓度。

3 校准品的溯源与赋值的依据

3.1 校准品的溯源与赋值依据 GB/T 21415-2008/ISO 17511: 2003 条款 5.2 溯源情况进行溯源与赋值。图如下：



（1）制造商选定参考测量程序

青岛市三凯医学科技有限公司尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）及配套 SK-N 型尿碘分析仪。

（2）制造商常设测量程序

*****生物科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）；

分光光度计或*****生物科技有限公司生产的 LTS-ND180 全自动尿碘分析仪。

（3）终端用户常规测量程序

*****生物科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）；

分光光度计或*****生物科技有限公司生产的 LTS-ND180 全自动尿碘分析仪。

4 赋值流程

4.1 制造商选定测量程序（参考测量程序）的校准

按《GB/T21415-2008/ISO17511:2003 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》4.2.2f 要求：制造商选定测量程序应是一个或多个现有一级或二级校准品校准的测量系统。

用 GBW(E)090016、GBW(E)090017 对青岛市三凯医学科技有限公司生产的尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）及配套 SK-N 型尿碘分析仪系统进行校准（参考测量程序）。

4.2 工作校准品的赋值

用校准后的制造商选定测量程序对企业工作校准品进行多次测量，多次测量的平均值即为工作校准品的赋值。

5 工作校准品的不确定度

根据《WS/T403-2012 临床生物化学检验常规项目分析质量指标》2.5 测量不确定度注 3：在特定条件下，如临床检验中用某方法在合适的质量控制下检验某项目，测量结果的室间标准差或变异系数在很大程度上可代表测量不确定度。

以及《JJF1001-2011 通用计量术语及定义技术规范》

5.18 测量不确定度

注 2: 此参数可以是诸如称为标准测量不确定度的标准偏差(或其特定倍数), 或是说明了包含概率的区间半宽度。

5.19 标准不确定度

全称标准测量不确定度

以标准偏差表示的测量不确定度。

同时《GBT 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》

6 测量不确定度表达中指出: 包含因子 $k=2$, 置信水平约 95%。

根据以上文件要求, 对校准品各浓度重复测量 20 次, 求其标准差, 以赋值浓度 ± 2 倍标准差表示校准品的不确定度

6 工作校准品的互换性

《GB/T21415-2008/ISO17511:2003 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》要求:

7.2: 制造商应同时使用参考测量程序[4.2.2b)或 d]和常规测量程序[4.2.2j]测量制造商工作校准品和一组相关的人体样品[4.2.2g], 评估工作校准品的互换性。

如果参考测量程序的结果 x 和常规测量程序的结果 y 的数学关系, 对人体样品和制造商工作校准品无明显差别, 则可以证明校准品的互换性。

具体参考《WS/T356-2011 基质效应与互通性评估指南》的方法, 同时使用参考测量程序和常规测量程序测量制造商工作校准品和一组相关的人体样品, 利用两种方法测量人体相关样品的结果建立数学关系(回归), 并计算每个人体相关样品的制造商常设测量程序测定均值的双侧 95%置信区间:

$$\bar{y}_{\text{pred}} \pm t(0.975, n-2) S_{y, x} \sqrt{1 + \frac{1}{n} + \frac{(\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2}{\sum (\bar{x}_i - \bar{x})^2}}$$

式中：

\bar{y}_{pred} — 根据回归曲线，计算出来的在 x 值的 y 值；

n — 人体相关样本数量

$S_{y, x}$ — 回归标准误，计算公式为 $[\sum (\bar{y}_{\text{pred}} - \bar{y}_i)^2 / (n-g)]^{1/2}$ ；

\bar{x}_i — X 轴上第 i 个值（某样本比对方法测定均值）；

\bar{y}_i — Y 轴上第 i 个值（某样本比对方法测定均值）；

$\bar{\bar{x}}$ — 所有样本比对方法测定均值的整体均值。

利用以上方程，将参考测量程序测定均值作为 X 轴，计算每个校准品的 y 值的 95% 置信区间，如果制造商常设测量程的测定值落在该区间内，说明工作校准品的互换性满足要求。

亦可在散点图上，可将一系列参考测量程序测定均值 (x) 与对应的 y 值的 95% 预测区间在回归线两次标记出来，若校准品的点落在预测区间线条之内，说明工作校准品的互换性满足要求。

7 产品校准品的互换性

《GB/T21415-2008/ISO17511:2003 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》要求：

国标 7.3：应同时使用参考程序和经校准的常规程序测量准备由常规测量程序测量的某类型的一组实际样品，将结果比较，以证实制造商产品校准品的互换性。

样品应是原始的、最好来自各个单一共同的、未添加任何物质的人体样品，它们的值应尽可能分布于被测量特定的测量区间的整个范围。

7.4：应对每个样品用参考和校准的常规程序进行重复测量。为达到计量学的溯源性，常规程序的结果应与参考程序的结果相关，如一定概率下线性回归的斜率为 1，截距为 0。

根据以上要求，对参考测量程序测量一组人体实际样品的结果 x 和常规测量程序测量一组人体实际样品的结果 y 值进行回归分析，斜率 95% 的置信区间包括 1，截距 95% 的置信区间包括 0，则说明产品校准品的互换性满足要求。

13 注册检验报告（略）

14 产品说明书

尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）说明书

【产品名称】

尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）

【包装规格】

20 人份/盒；50 人份/盒。

【预期用途】

用于体外定量检测人体样本（尿液）中碘的含量，临幊上主要用于甲状腺疾病的辅助诊断。

【检验原理】

人体尿液经尿液纯化装置除去干扰物质，在酸性环境下，尿液中的碘可以催化过氧乙酸氧化四甲基联苯胺（TMB），显蓝色。在一定浓度范围内，碘的浓度与成色强度成正比。在 635nm 条件下可读取吸光度判读结果。

【主要组成部分】

试剂盒由样本稀释液、尿液纯化装置、显色液、复合氧化剂、碘标准溶液、说明书及合格证组成。其数量、成分及含量见下表：

组分名称	数量	主要组成成分
样本稀释液	100mL/瓶，1 瓶	柠檬酸、柠檬酸钠
尿液纯化装置	20 个或 50 个	特异性吸附剂
显色液	7mL/瓶，1 瓶	四甲基联苯胺
复合氧化剂	5mL/瓶，1 瓶	过氧乙酸、过氧化氢
碘标准溶液	5mL/瓶，1 瓶	碘
说明书	1 份	/
合格证	1 份	/

试剂盒未配备质控品，可选择冻干人尿碘成分分析标准物质 GBW(E) 090016 (121±14) $\mu\text{g/L}$ ；

冻干人尿碘成分分析标准物质 GBW(E) 090017 (201±11) $\mu\text{g/L}$ 对试剂盒进行质量控制。

【储存条件及有效期】

- 储存条件：2°C~8°C，无腐蚀性物质的环境中避光保存。
- 有效期：12 个月。试剂开封后应尽快检测，暂不能检测时，可在 2°C~8°C，无腐蚀性物质的避光环境中密封保存，可放置 72 小时。

【适用仪器】

手工法：分光光度计。

仪器法：*****生物科技有限公司生产的*****全自动尿碘分析仪。

【样本要求】

1. 采集尿样建议是晨尿，或取受试者停止饮水一小时后的尿样。
2. 取排尿过程中的中段尿样至少 5mL。
3. 受试者在留取尿样的前一天不得食用海带、紫菜等高碘食品和含碘药品，也不得为了排尿而故意饮水。
4. 尿样 2°C~8°C 下可保存 24 小时，不建议冷冻保存。

【检验方法】

仪器法检验步骤：

按照****生物科技有限公司生产的尿碘检测系列仪器的说明书进行具体操作，直接读取尿碘浓度。

手工法检验步骤：

1. 样本处理

在尿液纯化装置中加入 2ml 稀释液，取 0.5ml 尿液加入尿液纯化装置，摇匀后过滤，收集滤液，备用。

2. 样本检测

1) 定标：在比色杯中分别加入 200 μ l 碘标准溶液 (300 μ g/L) 和 800 μ l 样本稀释液，混匀后放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计，调零。加入 90 μ l 显色液，混匀，再加入 30 μ l 复合氧化剂，开始计时并混匀，准确反应 60s，读取 300 μ g/L 碘标准溶液的吸光度值 Y_1 。将碘标准溶液 (300 μ g/L) 用纯化水稀释至 150 μ g/L 重复上述步骤，得出吸光度值 Y_2 ，过 (150, Y_2) (300, Y_1) 两点拟合获得标准曲线。

2) 取 1ml 滤液，放入设置检测波长为 635nm 的分光光度计，调零；加入 90 μ l 显色液，混匀，再加入 30 μ l 复合氧化剂，开始计时并混匀，准确反应 60s，读取吸光度值。根据标准曲线计算尿碘浓度。

注：在测定过程中尿液碘的浓度超过 300 μ g/L，则经成倍稀释后，再按以上方法进行测定。

【参考区间】

正常参考值：100 μ g/L~300 μ g/L。

通过测定 120 例健康人员（不含孕妇）的尿液标本，经统计学处理（正态分布，95%置信区间）确定参考区间。

【检验结果的解释】

1. 本测量值是在特定波长 635nm 下使用分光光度计读取吸光值后进行尿碘浓度计算或使用丽拓生物科技有限公司生产的尿碘检测系列仪器直接读取尿碘浓度。
2. 以吸光度值为纵坐标 (Y)，相应的碘元素标准品浓度为横坐标 (X)，样本的碘元素含量可根据其吸光度过 (150, Y_1) (300, Y_2) 的标准曲线换算成相应的浓度。
3. 检测值范围：0 μ g/L~300 μ g/L。

【检验方法的局限性】

1. 本试剂盒采用显色法进行尿液中碘的测量，由于操作者熟练程度的不同，可能导致检验时试剂反应不完全，使得检测结果出现较大误差。
2. 在检测时，若标准品的测量不准确，可能导致以此标准点为基础的样本检测结果出现较大误差。
3. 尿碘系列检测仪在分析过程中，由于受到温度、电压的变化或遇停电等因素影响，都会引起初始分析条件发生改变，使得检测结果产生误差。因此，在分析前要用碘标准溶液进行校准，使用中遇到仪器分析条件发生改变时都要重新进行校准。
4. 干扰物质：

检测标本中维生素 C：浓度 $\leq 20 \text{ mmol/L}$ ，氯化钠：浓度 $\leq 0.1 \text{ mol/L}$ ，溴化钠：浓度 $\leq 0.1 \text{ mol/L}$ ，胆红素：浓度 $\leq 100 \mu \text{ mol/L}$ ，血红蛋白：浓度 $\leq 100 \text{ mg/dL}$ ，乳糜（以甘油三酯计）：浓度 $\leq 200 \text{ mg/dL}$ ，对检测结果不存在明显干扰。

【产品性能指标】

1. 准确度：两个样本回收率与平均回收率的差值小于 $\pm 10\%$ ，比例系统误差小于 5%。
2. 试剂空白：试剂空白吸光度 ≤ 0.01 。
3. 线性范围： $0 \mu \text{g/L} \sim 300 \mu \text{g/L}$ ，回归系数 r 应 ≥ 0.990 。
4. 批内精密度：变异系数 $CV \leq 15\%$ 。
5. 批间精密度：变异系数 $CV \leq 15\%$ 。

【注意事项】

1. 使用前请认真阅读本说明书，操作者应经过培训。
2. 尿碘测定属于超微量分析，测定场所不得放置高碘物品，如碘酒、碘盐等；测定所用仪器应清洁干净。
3. 检测时请戴手套和口罩，一旦沾染试剂请及时用清水冲洗。
4. 出现高碘结果时，应了解受检者近期饮食情况，必要时应复检或连续检测。
5. 注意有效期，不要使用过期产品。其中复合氧化剂具有刺激性和腐蚀性，如不慎溅到皮肤、粘膜上或眼睛内，请立即用清水清洗，如误服请立即就医。
6. 本品用后应按医院或环保部门规定处置废弃物。

【标识的解释】



警告



不得二次使用



体外诊断医疗器械

【参考文献】

- [1] Rapid Urinary Iodide Test. Journal of endocrinology and metabolism , 1998, 83:1007-1012

【基本信息】

注册人/生产企业名称: *****生物科技有限公司

住所:

联系方式:

售后服务单位名称:

生产地址:

生产许可证编号:

【医疗器械注册证编号/产品技术要求编号】

【说明书核准及修改日期】

说明书核准日期:

15 包装标签样稿（略）

16 符合性声明

符合性声明

致广东省食品药品监督管理局：

*****生物科技有限公司本次申报产品《尿碘测定试剂盒（过氧乙酸四甲基联苯胺氧化显色法）》（以下简称本产品），符合以下要求

- 1、本产品符合《体外诊断试剂注册管理办法》和相关法规的要求；
- 2、本产品的类别符合《体外诊断试剂注册管理办法》和《体外诊断试剂分类子目录》的要求；
- 3、本产品符合现行国家标准、行业标准，另附符合标准清单。

特此声明。

*****生物科技有限公司

年 月 日

附件：

标准清单

序号	名称
1	GB/T 191-2000 包装储运图示标志
2	GB/T 9969.1-1998 工业产品使用说明书 总则
3	YY/T 0466.1-2016 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