

# 体外诊断试剂现状剖析

范仁祥 (四川省达州市大竹食品药品监督管理局, 635100)

中图分类号: R915.5 文献标识码: A 文章编号: 1002-7777 (2006) 11-0663-02

2005 年, 四川省大竹食品药品监督管理局集中检查了 20 家使用体外诊断试剂的医疗单位, 现剖析如下, 供同仁们参考。

## 1 资料

大竹食品药品监督管理局采取查体外诊断试剂来源、质量合格证明文件、票据、验收入库记录; 看试剂包装情况、标签和说明书载明内容、保管养护条件; 问相关人员对体外诊断试剂所属范围, 相关法律法规, 采购、运输、储存、养护等知识掌握情况, 检查了乡镇卫生院以上医疗单位 20 家, 其检查单位分类和发现问题情况见表 1、2。

表 1 被检查单位分类表

单位类别	数量	百分比(%)
县级医疗单位	6	30
中心卫生院	10	50
乡镇卫生院	4	20

表 2 发现问题分类表

问题类别	医院数	占检查数百分比(%)
非法渠道采购	18	90
未在低温下运输	20	100
未建立购进记录	14	70
不了解试剂属药品或医疗器械管理	15	75
未纳入医院统一采购	18	90
使用超效期试剂	13	65
不能提供质量合格、供货方资质证明文件	16	80

## 2 分析

从表 2 看出, 被检查的医疗单位普遍存在使用超效期体外诊断试剂等 7 个问题, 其主要原因是:

**2.1** 不了解体外诊断试剂属药品还是医疗器械管理范畴。90% 的被检查单位都将体外诊断试剂作为一般医疗用品, 由检验科人员自行购进, 凭票 (或收单) 回单位入帐。没有建立健全验收入库记录, 更没有主动索要供货方资质证明文件、体外诊断试

剂合格文件、正规购进票据。

**2.2** 对多数体外诊断试剂应在 2 ~ 8℃ 下运输的要求不了解, 或不按要求做。

**2.3** 药监部门未将体外诊断试剂纳入常规管理。由于体外诊断试剂用量少, 且相关法律法规不完善, 因而, 体外诊断试剂成为监督管理的空白点。

**2.4** 医疗器械经营企业许可不规范。在《医疗器械经营企业许可证》产品范围栏中, 有的载明“体外诊断试剂 (含按药品管理的体外诊断试剂)”, 有的则是“临床检验分析仪器”, 但也在经营体外诊断试剂。而且按药品管理的体外诊断试剂准许在《医疗器械经营企业许可证》上出现, 也造成了经营管理上的混乱。

**2.5** 体外诊断试剂准入极不规范。体外诊断试剂许可有: “卫药生证字”、“国药准字”、“国食药监械(准)试字”、某省“食药监械准(试)字”, 有的体外诊断试剂无批准文号。除“国药准字”和“食药监械(准)试字”产品标注有产品标准外, 其他均未标注产品标准。有的诊断试剂标签只载明名称、生产单位、生产日期和有效期, 无使用说明书。

## 3 对策

**3.1** 体外诊断试剂是一种涉及面宽、质量要求高、用量小、又必不可少的医疗必需品, 其质量优劣直接关系到检验结果。因此, 应将其纳入药品或医疗器械管理, 依法组织生产、经营和使用。

**3.2** 完善法律法规。

**3.2.1** 国家食品药品监督管理局应按照《医疗器械注册管理办法》第五十四条的规定, 尽快出台“按医疗器械注册管理的体外诊断试剂”注册管理办法, 以规范准入和产品标准。

**3.2.2** 国家食品药品监督管理局应出台体外诊断试剂经营企业管理办法, 明确准入条件, 以及相应的低温运输、储存要求, 解决交叉经营的准入问题。

(下转第 690 页)

连续重复进样 6 次, 测得黄芩苷峰面积平均值为 1847139, 其 RSD 为 0.9%。

### 2.8 重复性试验

平行称取同一样品(批号: 050101) 6 份, 按照供试品溶液制备项下方法处理, 依上述色谱条件依法进行测定, 并计算含量, 结果黄芩苷平均含量为 1.147 mg/粒, RSD=1.1%。

### 2.9 稳定性试验

称取样品(批号: 050102) 一份, 按照供试品溶液制备项下方法处理, 依上述色谱条件依法进行测定, 每隔 4 小时进样一次, 测得峰面积平均值为 1839875, 其 RSD 为 0.9% (n=6), 表明样品溶液在 24 小时内稳定。

### 2.10 回收率试验

采用加样回收试验, 精密称取已知含量的样品(批号: 050101) 细粉 6 份(各份约 0.5g), 精密加入黄芩苷对照品溶液(0.1541mg · ml<sup>-1</sup>) 15ml, 按照供试品溶液制备项下方法处理, 依上述色谱条件依法进行测定黄芩苷的含量, 并计算回收率, 测定结果见表 1。

表 1 回收率试验结果

样品中黄芩苷的含量(mg)	对照品加入量(mg)	实测总量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
2.4077	2.3670	4.7648	99.58		
2.4170	2.3670	4.7678	99.32		
2.3794	2.3670	4.7702	101.01	100.37	0.91
2.4272	2.3670	4.8139	100.83		
2.3701	2.3670	4.7338	99.86		
2.3655	2.3670	4.7709	101.62		

### 2.11 样品测定

取 5 个批号的样品, 按照供试品溶液制备项下

方法处理, 依上述色谱条件依法进行测定, 每批号测定 4 次, 测定结果见表 2。

表 2 样品的测定结果 (n=4)

批号	050101	050102	050103	050104	050105
平均含量(mg/粒)	1.13	1.21	1.21	1.18	1.17

### 3 讨论

取黄芩苷对照品的甲醇溶液, 经岛津 UV-260 型可见紫外分光光度计, 在 250~300nm 范围内扫描, 其最大吸收为 280nm, 并参考《中国药典》<sup>[2]</sup> 中黄芩苷的测定波长, 故选择其测定波长为 280nm。

提取溶剂我们曾分别采用了以 70% 乙醇, 甲醇, 乙醇为溶剂, 进行了提取溶剂的比较选择, 实验结果证明, 在其它条件完全相同的情况下, 三种溶剂无明显差别, 参考其它条件, 正文中选择了以 70% 乙醇为溶剂。

提取方法我们采用了超声提取与加热回流提取方法的比较。超声仪为功率 250W、频率 50kHz, 采用超声 15 分钟, 30 分钟, 40 分钟, 三个时段的比较, 结果超声 30 分钟好于 15 分钟, 但超声 40 分钟与超声 30 分钟无明显差异。加热回流采用了 30 分钟, 60 分钟, 经多种比例流动相选择, 认为甲醇-水-磷酸(40:60:0.2) 为最佳, 此条件下可免除干扰, 使样品中黄芩苷与其它组分均能达到基线分离, 分离度大于 1.5。因此采用甲醇-水-磷酸(40:60:0.2) 为流动相。

#### 参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部药品标准 [S]. 中药成方制剂. 第二册, 1989; 181
- [2] 中国药典 [S]. 一部, 2005; 211

(上接第 663 页)

3.2.3 国家食品药品监督管理局应出台按药品管理、批签发管理和按医疗器械管理的产品目录。同时, 明确相应管理单位的审批目录。

3.2.4 按照《药品包装、标签和说明书管理规定》和《医疗器械说明书、标签和包装标识管理规定》的要求, 规范体外诊断试剂的说明书和标签。

3.3 强化监管。各级药监部门要高度重视, 将体外诊断试剂纳入药品和医疗器械监管范围。组织对体外诊断试剂的专项检查, 坚决纠正非法生产和经营、使用无批准文号和过效期试剂、不在低温下运

输和储存等问题。在监督检查中发现的问题要限期整改, 对违法违规者依法查处, 情节严重者公开曝光。

3.4 强化培训。各级药监部门要组织体外诊断试剂生产、经营和使用单位质量负责人、药剂科、医疗器械科和检验科人员, 对体外诊断试剂所属范畴、分类, 相关法律法规, 生产、经营、运输和储存条件, 在库养护要求等知识进行全面培训。力求做到生产依法、流通有序、管理规范、保证质量、使用有效。