

科学技术成果报告

部分放射性药品的放射化学纯度 及载体含量测定操作规程

同位素部质量安全检查科

中国科学院原子能研究所

一九八〇年七月

目 录

第一部分	放化纯度测定	(4)
一、放射性纸上层析的主要用具和仪器		(4)
二、基本操作步骤		(4)
三、放化纯度的计算		(5)
四、现用放射性药品的测定程序		(5)
1. 磷酸钠 (^{32}P) 注射液 (无载体)		(5)
2. 磷酸钠 (^{32}P) 溶液 (有载体)		(5)
3. 胶体磷酸铬 (^{32}P) 注射液		(5)
4. 铬酸钠 (^{51}Cr) 注射液		(6)
5. 高锝酸钠 ($^{99\text{m}}\text{Tc}$) 注射液		(7)
6. 碘化钠 (^{125}I) 溶液		(7)
7. 碘化钠 (^{131}I) 注射液		(8)
8. 邻碘马尿酸钠 (^{131}I) 注射液		(8)
9. 玫瑰红钠 (^{131}I) 注射液		(9)
10. 二乙三胺五醋酸镱 (^{169}Yb) 注射液		(9)
11. 胶体金 (^{198}Au) 注射液		(10)
12. 汞丙脎 (^{203}Hg) 注射液		(11)
第二部分、载体含量及化学杂质测定		(12)
一、磷酸钠 (^{32}P) 溶液中磷含量测定		(12)
二、铬酸钠 (^{51}Cr) 注射液中铬含量测定		(12)
三、高锝酸钠 ($^{99\text{m}}\text{Tc}$) 注射液中铝含量测定		(13)
四、汞丙脎 (^{203}Hg) 注射液中汞含量测定		(13)
附录		(14)
1. 磷酸钠 (^{32}P) 注射液 (1974年修订版)		(14)
2. 铬酸钠 (^{51}Cr) 注射液 (1974年修订版)		(15)
3. 高锝酸钠 ($^{99\text{m}}\text{Tc}$) 注射液 (1974年修订版)		(16)
4. 碘化钠 (^{125}I) 溶液 (1974年修订版)		(18)
5. 碘化钠 (^{131}I) 注射液 (1974年修订版)		(19)
6. 碘化钠 (^{131}I) 溶液 (1974年修订版)		(20)

7. 碘马尿酸钠 (^{131}I) 注射液 (1974 年修订版)	(21)
8. 玫瑰红钠 (^{131}I) 注射液 (1974 年修订版)	(22)
9. 胶体金 (^{198}Au) 注射液 (1974 年修订版)	(23)
10. 汞丙脒 (^{197}Hg) 注射液 (1974 年修订版)	(24)

前 言

放射性药品在临床诊断和治疗上已得到广泛应用。为确保放射性药品能起到正确诊断和治疗的效果，必须根据一定的规格标准（如国际药典、国家药典或暂行标准）对药品质量进行监督。

在放射性药物质量控制中，放射化学纯度、载体含量和化学杂质往往直接影响到用药效果，是化学鉴定的重要项目。其测定方法是多种多样的。一个放化纯度分析方法，应能将放射性药物的有效组份与可能共存的放化杂质分离开。常用的方法有纸上色层、薄层色层、电泳等等。近年来，国内外还有采用葡聚糖凝胶色层和高压液体色谱法和沉淀法的。至于载体含量及化学杂质的分析，只要能达到某一项目分析指标要求的灵敏度，一般的化学分析法、电化学分析法、比色法、甚至点滴试验都是可以采用的。总之，按需要和可能，尽快地建立起可靠而又尽可能简便快速的分析方法是发展放射性药物生产的重要环节。

按目前我所生产的放射性药物品种，我们初步开展了化学鉴定工作。现将工作中已采用的测定程序汇编成册，供有关专业工作人员参考。

编 者

1980年7月

第一部分 放化纯度测定

一、放射性纸上色层分析的主要用具和仪器

1. 色层纸条 4×20 厘米或 4×30 厘米, 如图所示。
2. 玻璃毛细管 长约 8 厘米, 端口必须烧圆。
3. 色层缸 $\varnothing 10 \times 25$ 厘米或 $\varnothing 13 \times 35$ 厘米。上行色层展开示意如图 2。

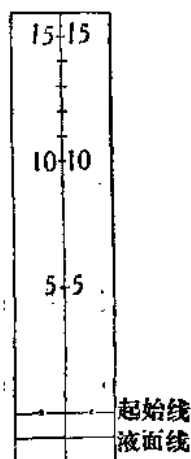


图 1 色层纸条

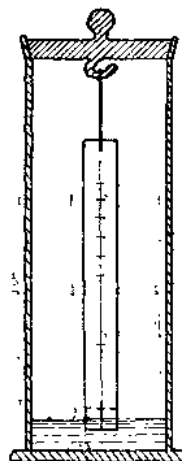


图 2 上行色层展开示意图

4. 放射性测量仪器:

塑料闪烁晶体 β 计数器,

NaI (Tl) 闪烁晶体 γ 计数器

配有单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。

配有单道分析器的 NaI (Tl) 晶体井型闪烁计数器。

二、基本操作步骤

1. 用毛细管取样品, 点在纸条原点处。控制样点直径小于 5 毫米, 放射性不低于 $0.5-1 \times 10^4$ 计数/分钟。若样品放射性浓度低, 应待样点干燥后多次重复取样。

2. 将纸条挂在有展开剂饱和气分的色层缸中, 使纸条下端浸入液面约 1 厘米, 上行展开。达到一定的前沿距离时立即取出, 晾干。

3. 按各样品选定的条件测量纸条上放射性分布, 获得纸色谱扫描图, 同时测得各放射性色谱峰的计数和总计数。

三、放化纯度的计算

$$\text{放化纯} = \frac{\text{主峰计数} - \text{主峰本底计数}}{\text{总计数} - \text{总本底计数}} \times 100\%$$

四、现用的测定程序

1. 磷酸钠 (^{32}P) 注射液 (无载体)

半衰期 (^{32}P) : 14.3 天;

状态: 无色透明溶液;

用途: 主要治疗真性红细胞增多症;

合格指标: 放化纯 $\geq 95\%$ 。

pH 6.0—8.0

放化纯测定方法:

展开剂: 异丙醇 75 毫升, 水 25 毫升, 浓氨水 0.3 毫升, 三氯乙酸 5 克。

纸型: Whatman No.1。

前沿: 20—25 厘米, 展开时间约 16 小时

测量仪器: 塑料晶体的 β 探头, 配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。扫描图和显自影图见图 8。

方法来源: Technical Reports Series No. 128, Radioisotope Production and Quality Control, IAEA, Vienna, 1971, p.935

2. 磷酸钠 (^{32}P) 溶液 (有载体)

半衰期 (^{32}P) : 14.3 天;

状态: 无色透明溶液;

用途: 外用做敷贴剂, 可治疗皮肤病,

口服可治疗真性红细胞增多症等。

合格指标: 放化纯 $\geq 98\%$

pH 6.0—8.0

比放射性 > 1 毫居里/毫克磷

放化纯测定方法: 同磷酸钠 (^{32}P) 注射液 (无载体)。

扫描图和自显影图见图 4。

3. 胶体磷酸锆 (^{32}P) 注射液

半衰期 (^{32}P) : 14.3 天;

状态: 绿色胶体溶液;

用途: 控制癌性胸腹水和某些恶性肿瘤的辅助治疗。

合格指标: 放化纯 $\geq 98\%$

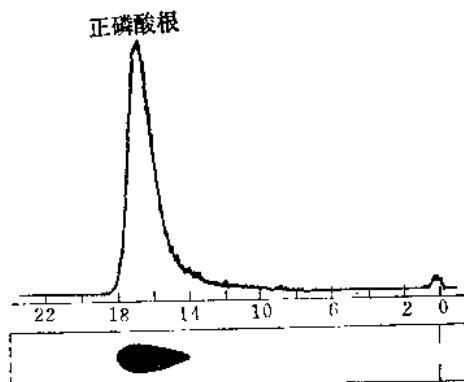


图 3 磷酸钠 (^{32}P) (无载体)
注射液纸色谱扫描图和自显影图

pH 6.0—8.0

放化纯测定方法:

展开剂: 醋酸 0.5 毫升, 水 100 毫升。

纸型: Whatman No. 1

前沿: 5 厘米, 展开时间约 10 分钟。

测量仪器: 塑料晶体的 β 探头, 配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。扫描图和自显影图见图 5。

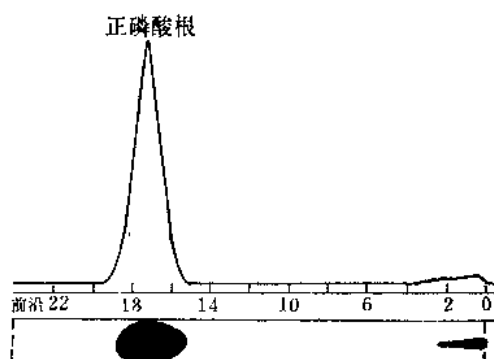


图 4 磷酸钠 (^{32}P) (有载体)
溶液纸色谱扫描图和自显影图

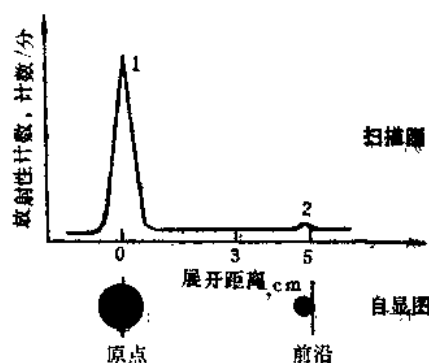


图 5 胶体磷酸铬 (^{32}P) 注射液
纸色谱扫描图和自显影图

方法来源: 本组研究工作报告“放射性胶体磷酸铬(^{32}P)注射液的放射化学纯度的快速分析方法”。

4. 铬酸钠 (^{51}Cr) 注射液

半衰期 (^{51}Cr): 27.8 天;

状态: 淡黄色澄明的溶液;

用途: 标记红血球可作红细胞寿命及血容量测定。

合格指标: 放化纯 $\geq 95\%$

pH 7.0—8.0

比放射性不低于 20 毫居里/毫克铬

放化纯测定方法:

展开剂: 水 50 毫升, 95% 乙醇 20 毫升, 浓氨水 10 毫升。

纸型: Whatman No. 1

前沿: 10 厘米, 展开时间约 1 小时

测量仪器: 配单道分析器的 $\phi 76$ 毫米 NaI (TI) 晶体井型闪烁计数器。

操作注意事项: 将色层分离后已干燥的纸条从距原点 3 厘米处剪开。原点前 0.5 厘

米至3厘米为杂质峰，3至10厘米为主峰。分别测量两部分的放射性强度。扫描图和自显影图见图6。

方法来源：本组尚未发表的研究工作报告“铬酸钠 ^{51}Cr 放化纯纸层测定中某些问题的探讨”。

5. 高锝酸钠 ($^{99\text{m}}\text{Tc}$) 注射液

半衰期 ($^{99\text{m}}\text{Tc}$)：6.0 小时

状态：母体 ^{99}Mo 以 $^{99}\text{MoO}_4^{2-}$ 状态吸附在装有三氧化二铝的吸附柱上。使用时用无菌无热源生理盐水淋洗，即得高锝酸钠的无色澄明溶液。

用途：用于甲状腺扫描和脑扫描，亦为制备 $^{99\text{m}}\text{Tc}$ 标记化合物的原料。

合格指标：放化纯 $\geq 98\%$

pH 5.5—6.5

放化纯测定方法：

展开剂：丙酮 80 毫升，2 N 盐酸 20 毫升。

纸型：Whatman No.1

前沿：10—15 厘米，展开时间约 1 小时。

测量仪器：NaI (Tl) 晶体 γ 探头，配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。扫描图和自显影图见图7。

方法来源：参照世界卫生组织推荐方法。

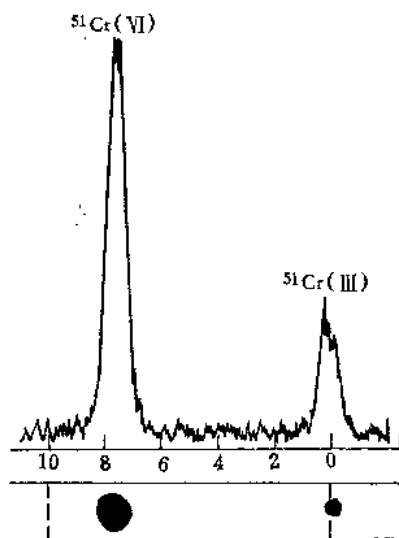


图6 铬酸钠 (^{51}Cr) 注射液
纸色谱扫描图及自显影图

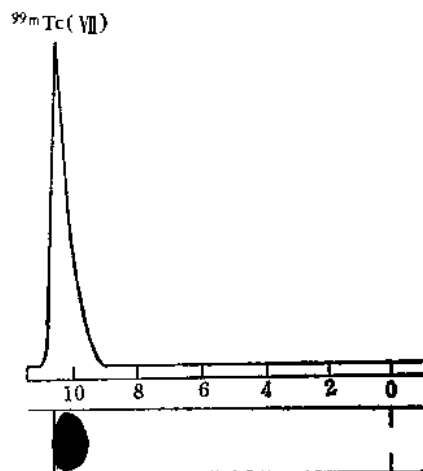


图7 高锝酸钠 ($^{99\text{m}}\text{Tc}$) 注射液
纸色谱扫描图和自显影图

6. 碘化钠 (^{125}I) 溶液

半衰期 (^{126}I)：60 天

状态：无色透明溶液

用途：制备各种 ^{125}I 标记化合物的原料

合格指标：放化纯 $\geq 95\%$

pH 7.0—9.0

放化纯测定方法：

展开剂：75%甲醇

纸型：Whatman No.1

前沿：12—15 厘米，展开时间约 2 小时。

测量仪器：NaI (TI) 晶体的 γ 探头，配单道分析器的 EA-120 A 型色展扫描仪。

操作注意事项：滴样品前，在纸条原点处加载体溶液（含 0.1% KI—0.2% KIO_3 —1.0% NaHCO_3 ）1 滴，用来减少原点吸附和防止分离过程中的氧化。扫描图和自显影图见图 8。

方法来源：参照世界卫生组织推荐方法。

7. 碘化钠 (^{131}I) 注射液

半衰期 (^{131}I)，8.05 天

状态：无色透明溶液

用途：诊断和治疗甲状腺疾病及制备 ^{131}I 标记化合物的原料。

合格指标：放化纯 $\geq 95\%$

pH 7.0—9.0

放化纯测定方法：同碘化钠 (^{125}I) 溶液，扫描图和自显影图见图 9。

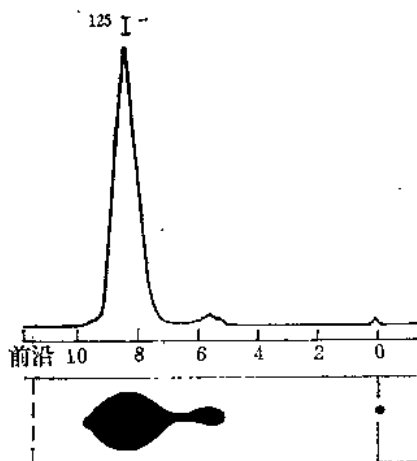


图 8 碘化钠 (^{125}I) 溶液纸色谱扫描图和自显影图

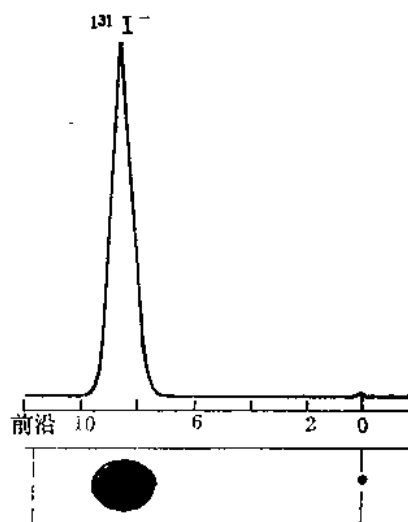


图 9 碘化钠 (^{131}I) 注射液纸色谱扫描图和自显影图

8. 邻碘马尿酸钠 (^{131}I) 注射液

半衰期 (^{131}I)，8.05 天

状态：淡棕色透明溶液

用途：肾功能检查

合格指标：放化纯 $\geq 95\%$

pH 5.0—6.0

放化纯测定方法：

展开剂：正丁醇 80 毫升，冰醋酸 20 毫升，水 20 毫升。

纸型：Whatman No.1

前沿：约 10 厘米，展开时间约 1.5 小时。

测量仪器：塑料晶体的 β 探头，配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。扫描图和自显影图见图 10。

方法来源：Technical Reports Series No. 128, Radioisotope Production and Quality Control, IAEA, Vienna, 1971, p.865.

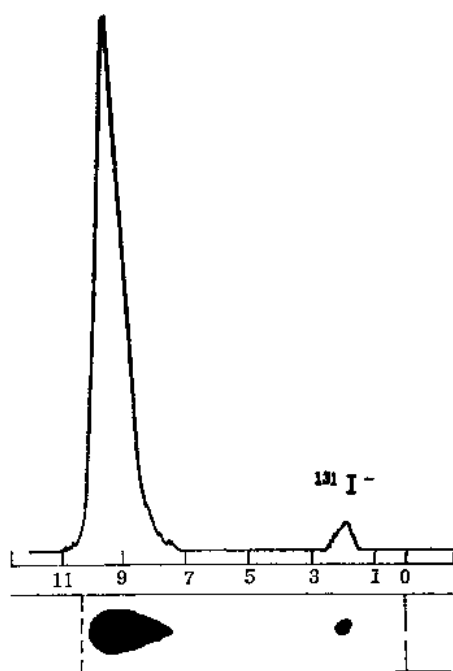


图 10 邻碘马尿酸钠 (^{131}I) 注射液
纸色谱扫描图和自显影图

9. 玫瑰红钠 (^{131}I) 注射液

半衰期 (^{131}I)：8.05 天

状态：玫瑰红色溶液

用途：主要用于肝扫描

合格指标：四氯四碘荧光素不低于 70%。

游离 $^{131}\text{I}^-$ 小于 10%

pH 8.5—9.5

放化纯测定方法：

展开剂：戊醇 0.5 毫升，浓氨水 2 毫升，水 100 毫升。

纸型：新华中速纸或 Whatman No.1, No.2

前沿：25 厘米，展开时间 2—4 小时。

测量仪器：塑料晶体的 β 探头，配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。

操作注意事项：为避免样品在展开过程中走斜，纸条中间需剪去约 2 毫米宽一条缝。样品点在纸条上，分离前不可用红外灯烤，因为在强光作用下，样品会发生脱碘现象，使 ^{131}I

离子含量增加。若只需分析样品中 $^{131}\text{I}^-$ 含量而不需分析四氯四碘荧光素含量时，展开至前沿 15 厘米即可。扫描图和自显影图见图 11。

方法来源：本组研究报告“玫瑰红- ^{131}I 制剂的纸上色层分析”。

10 二乙三胺五醋酸镱 (^{169}Yb) 注射液

半衰期 (^{169}Yb)：32 天

状态：无色透明溶液

用途：脑、肾扫描

合格指标：放化纯 $> 99\%$

pH 6.0—8.0

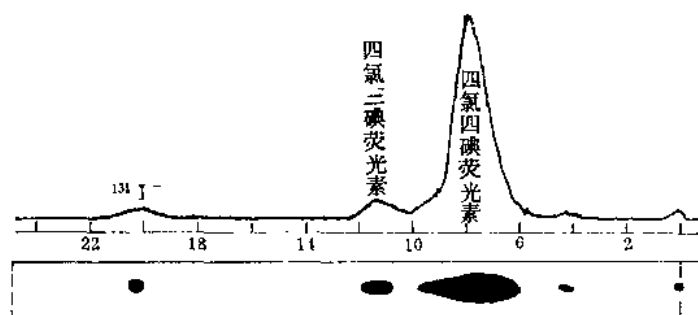


图 11 玫瑰红钠 (^{131}I) 注射液纸色谱扫描图和自显影图

放化纯测定方法:

展开剂: 去离子水或蒸馏水

纸型: Whatman No.1

前沿: 10—15 厘米, 展开时间 0.5—1 小时。

测量仪器: NaI (Tl) 晶体的 γ 探头, 配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。

扫描图和自显影图见图 12:

方法来源: 本组研究报告 “ ^{169}Yb ——二乙三胺五醋酸药物的放化纯度测定 (II)”

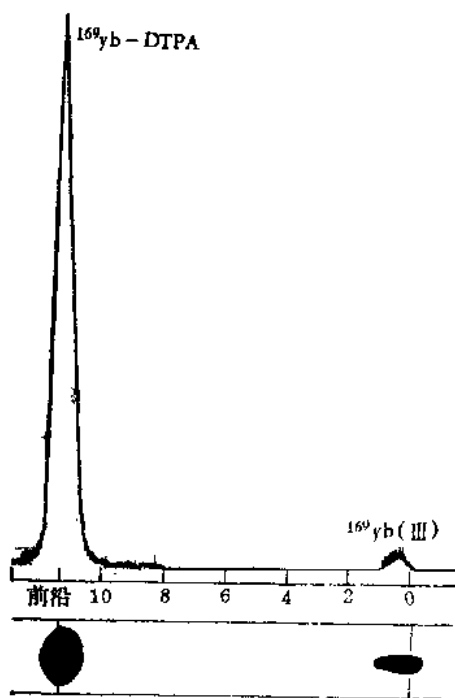


图 12 二乙三胺五醋酸镱 (^{169}Yb) 注射液纸色谱扫描图和自显影图

11. 胶体金 (^{198}Au) 注射液

半衰期 (^{198}Au): 2.7 天

状态: 樱桃红色胶体溶液

用途: 肝扫描和控制癌性胸腹水。

合格指标: 放化纯 $\geq 98\%$

pH 6.0—8.0

放化纯测定方法:

展开剂: 丙酮 70 毫升, 水 20 毫升, 浓盐酸 10 毫升。

纸型: Whatman No.1

前沿: 约 10 厘米, 展开时间 1—1.5 小时。

测量仪器: 塑料晶体的 β 探头, 配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。

操作注意事项: 滴样品前, 在起点以上两厘米处加非放射性金离子 (10 毫克金 (III)/毫升) 1 滴作载体, 用来减少游离金 (III) 在纸上的吸附。切不可将载体加在起点! 因为金的同位素交换反应速度很快。样点未干燥切不可挂

入展开缸，因为少量胶体金会随着前沿的伸展而移动，影响分析结果。扫描图和自显影图见图 13。

方法来源：参照世界卫生组织推荐方法并参考组内的初步试验结果。

12. 汞丙脎 (^{203}Hg) 注射液

半衰期 (^{203}Hg)：47 天

状态：无色透明溶液

用途：主要用于肾扫描及脑扫描

合格指标：放化纯度 $\geq 98\%$

pH 7.0—8.0

比放射性 > 0.2 毫居里/毫克汞

放化纯测定方法：

展开剂：甲醇 50 毫升，浓氨水 3.5 毫升，水 46.5 毫升。

纸型：Whatman N0.1

前沿：约 15 厘米，展开时间约 2 小时。

测量仪器：NaI (Tl) 晶体的 γ 探头，配单道分析器的 EA-120 A 型色层扫描仪。

扫描图和自显影图见图 14。

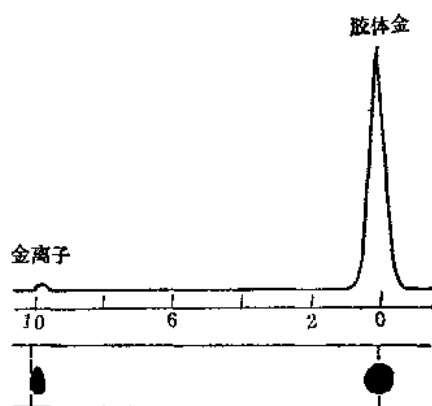


图 13 胶体金 (^{198}Au) 注射液
纸色谱扫描图和自显影图

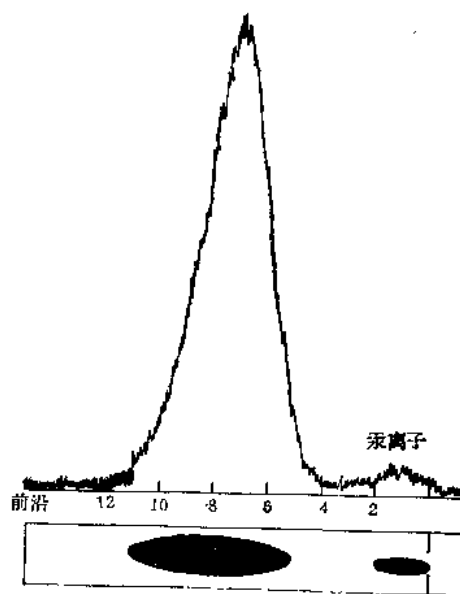


图 14 汞丙脎 (^{203}Hg) 注射液
纸色谱扫描图和自显影图

方法来源：本组研究报告“纸上层析法测定 ^{203}Hg 汞丙脎注射液的放射化学纯度”。

第二部分 载体含量及化学杂质测定

下列程序中,所用仪器设备除移液管、容量瓶等玻璃器皿外,计有 72 型分光光度计、PZ-8 数字电压表、HDI-1 型碘离子选择电极等。现分述如下。

一、磷酸钠 (^{32}P) 溶液中磷含量测定

1. 分别取 10.0 微克磷/毫升的标准溶液 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 毫升于 5 毫升容量瓶中。样品稀释约 1000 倍后,取 1.00 毫升于另一 5 毫升容量瓶中。

2. 各加 0.25% 钒酸铵 0.50 毫升。

3. 各加 10% 钼酸铵 0.50 毫升。

4. 各加 70% 高氯酸 1.0 毫升, 摇匀, 随即用水稀释至刻度。

5. 显色 30 分钟后, 用 1 厘米比色杯, 在波长 420 毫微米处, 以试剂空白参比测吸光度。

6. 以吸光度为纵坐标, 磷含量为横坐标作工作曲线。由此曲线上查得样品磷含量, 经过稀释度校正后即有所求。

方法来源: 参考世界卫生组织推荐方法。420 毫微米是 72 型分光光度计下限。更短的波长范围未试验。

二、铬酸钠 (^{51}Cr) 注射液中铬含量测定

1. 分别取 10.0 微克铬(VI)/毫升的标准溶液 0, 0.50 毫升及一定体积(铬量小于 6 微克)的铬样品溶液于 5 毫升容量瓶中。

2. 各加 1.0 N 硫酸 1.0 毫升, 摇匀。

3. 各加 0.25% 二苯卡巴肼的丙酮溶液 0.20 毫升, 摇匀, 随即用水稀释至刻度。

4. 用 1 厘米液槽, 波长 540 毫微米, 以试剂空白参比, 显色 10 分钟即可测吸光度。(由于铬(VI)的二苯卡巴肼络合物稳定性随室温升高而降低, 当室温达 25—30°C 时, 测量应在显色后 20—30 分钟内进行, 若室温 > 30°C 时, 必须在显色后 10—20 分钟内测完。或者, 当室温大于 25°C 时, 显色后将容量瓶放在冷水浴中。)

5. 结果按下式计算:

$$C = 5.00 \times \frac{A_{\text{样}}}{A_{\text{标}}} \times K, \text{ 微克/毫升}$$

式中, C——样品浓度; $A_{\text{样}}$ ——样品的吸光度; $A_{\text{标}}$ ——标准的吸光度; K——样品稀释倍数。

注意: 若样品放化纯 $<95\%$, 即铬(III)含量较大时, 测定结果应作相应校正。例如, 测得样品的铬(VI)量为 30 微克/毫升, 而放化纯为 90%, 则样品铬含量应为:

$$30 \times \frac{100}{90} = 33 \text{ 微克/毫升。}$$

方法来源: 本组研究报告“二苯卡巴肼比色测量微量铬”。

三 高锝酸钠 (^{99m}Tc) 注射液 中铝含量测定

1. 分别取 2.00 微克铝/毫升的 0.10 N 盐酸的标准溶液 0, 1.00 毫升及一定体积铝样品 (铝量小于 4 微克) 溶液于 5 毫升容量瓶中。

2. 加 0.20 N 盐酸 1.00 毫升至标准铝溶液中, 而往空白及铝样品溶液中则加 0.20 N 盐酸 1.50 毫升。

3. 各加 0.1% 邻菲罗林——10% 盐酸羟胺混合液 0.10 毫升, 摇匀。

4. 各加 0.0375% 邻苯二酚紫 0.40 毫升, 摇匀。

5. 各加 30% 六次甲基四胺缓冲液 1.00 毫升, 随即用水稀释至刻度。

6. 加六次甲基四胺 40 分钟后, 用 0.5 厘米比色杯, 在波长 585 毫微米处, 以试剂空白参比, 测吸光度。

7. 结果按下式计算:

$$C = 2.00 \times \frac{A_{\text{样}}}{A_{\text{标}}} \times K, \text{ 微克铝/毫升}$$

式中, C ——样品铝浓度; $A_{\text{样}}$ ——样品的吸光度; $A_{\text{标}}$ ——标准的吸光度; K ——样品的稀释倍数。

方法来源: 本组研究报告“邻苯二酚紫比色测定微量铝”。

四 汞丙脎 (^{203}Hg) 注射液 中汞含量测定

1. 双硫腙萃取比色法

(1) 取 10.0 微克汞 (II) /毫升的 1 N 硫酸标准溶液 0, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50, 0.60, 0.80 毫升分别放在 10 毫升萃取管中, 相应地分别补充 1 N 硫酸至 1.80 毫升。

(2) 各加 20% 盐酸羟胺 0.10 毫升。

(3) 各加 30% 醋酸 0.20 毫升。

(4) 各加 0.0125 毫克双硫腙/毫升的氯仿溶液 4.0 毫升。

(5) 盖紧萃取管塞, 手摇萃取 2 分钟, 避光放置分层。

(6) 用细口滴管将有机相转入 1 厘米比色杯中, 注意从磨面一侧放入, 避免光路上形成小水珠。

(7) 以试剂空白参比, 在 506 毫微米处测萃取后 20 分钟至 40 分钟期间的吸光

度。

(8) 将以上结果绘成吸光度 A 与汞含量的关系曲线。样品按同样条件操作，测出吸光度后，从标准曲线上查得汞含量，经取样稀释度校正后即得样品汞浓度。

方法来源：本组研究工作报告“双硫脲萃取比色测定微量汞”。

2. 碘电极法

(1) 取 $1.00 \times 10^{-1} M Hg(NO_3)_2 - 1 N HNO_3$ 标准溶液，用 $1 N$ 硝酸稀释成 $1 \times 10^{-4} M$ 和 $1 \times 10^{-3} M Hg(NO_3)_2 - 1 N HNO_3$ 溶液。然后取 $1 \times 10^{-4} M Hg(NO_3)_2 - 1 N HNO_3$ 溶液 0.15、0.25、0.50 毫升及 $1 \times 10^{-3} M Hg(NO_3)_2 - 1 N HNO_3$ 溶液 0.15、0.25 毫升，分别放在 5 毫升容量瓶中。

(2) 取 0.3 毫升 ^{203}Hg 丙脎注射液于小瓶中，加入 0.1 毫升浓硝酸，摇匀。从中取一定量用 $1 N HNO_3$ 稀释 1000 倍，然后取稀释液 0.5 毫升于另一 5 毫升容量瓶中。

(3) 各加 $1.6 M KNO_3 - 1 N HNO_3$ 溶液 3 毫升，并用 $1 N HNO_3$ 稀释至刻度，即得 $3 \times 10^{-6} M$ 、 $5 \times 10^{-6} M$ 、 $1 \times 10^{-5} M$ 、 $3 \times 10^{-5} M$ 和 $5 \times 10^{-5} M$ 标准汞溶液及待测汞样品液。

(4) 以饱和甘汞电极作参比电极（接“-”端），碘离子选择电极作指示电极（接“+”端），用饱和 KNO_3 盐桥联接，用 PZ-8 数字电压表测各溶液的电位值，碘电极插入溶液 10 分钟即可读数。

(5) 在半对数坐标纸上绘出 $\log C_{Hg}(II)/mV$ 曲线。由此查出待测汞样品浓度，再经稀释度校正即为所求。

注意：实验前后碘电极应浸泡在 $10^{-3} M$ 碘化钾溶液中。

方法来源：本组尚未发表的研究工作报告“碘离子选择性电极测定汞”。

附 录

1. 磷酸钠 (^{32}P) 注射液

Natrii phosphatis (^{32}P) Injectio

(1974 年修订版)

磷酸钠 (^{32}P) 注射液是一种在盐水试液中的磷酸钠 (^{32}P) 的灭菌溶液。此溶液含有加入的磷酸盐。

磷-32 是磷的一种放射性同位素。可用中子轰击硫来制备。它以磷酸钠的形式生产。

按标签上注明的日期和时间，磷-32 的含量不小于标示量的 90.0%，不大于 110.0%。

按标签上注明的日期和时间，比放射性应不小于每毫克磷酸盐 1 毫居里。

溶液按国际药典第二版“注射液”项中所述的方法 (1) ——在高压锅内加热灭

菌^[1]。

磷-32 的放射性半衰期是 14.3 天。

外观：透明的无色溶液。

鉴别：在适当的仪器上，测得的吸收曲线计算出的 β 射线的吸收曲线，应与用磷-32 标准溶液所得者一致。在铝盘上蒸干样品，严格地固定在一个薄窗 G-M 计数器下，在源和计数管之间插入一组铝箔，然后测定每块铝箔的计数率。至少用 6 块铝箔，厚度范围从 10—200 毫克/厘米²，以及一个单独的不小于 800 毫克/厘米² 的吸收片，按世界卫生组织 1975 年第 567 号报告所载《放射性药物规格》中的附录 13^[2]“放射性”中所述进行。

酸度：pH 6.0—7.0

放射性核纯度：遵照参考文献[2]“放射性”中提出的对放射性核纯度的一般要求。

放射化学纯度：用水稀释注射液，直至它的放射性约为 20000 计数/分，加入等体积的 10% V/V 的磷酸试液混匀，然后加 10 微升至层析纸上。用下行色层法，在 40 体积叔丁醇试剂，20 体积水，5 体积的甲酸试剂的混合溶剂中展开。让其干燥，然后用一种溶液喷于纸上，来确定非放射性磷酸的位置。此溶液的配制方法如下：溶解 5 克钼酸铵试剂于 100 毫升水中，然后在不断搅拌下倾入 12 毫升硝酸试剂和 24 毫升水的混合物。用一个有准直器的 G-M 计数器扫描，确定放射性分布位置；放射性只在同磷酸的 R_f 值相符的一个带上出现。

总磷酸盐量：用水稀释注射液至每毫升约含 10 微居里磷-32 的溶液。向 1 毫升该溶液中加入 0.5 毫升 0.25% 钼酸铵试剂溶液，0.5 毫升钼酸铵试剂溶液，1 毫升过氯酸（70% V/V）试剂和 2 毫升水，在每次加入后混匀，然后放置 30 分钟；所产生的颜色不比用相同的方法处理 1 毫升浓度为 47.3 毫克/升无水磷酸钠试剂的溶液得到的颜色深。

测量：在合适的计数装置上，用与磷-32 标准溶液比较的方法，测定放射性或在借助于该溶液校准过的仪器上测量。磷-32 标准溶液可从国家标准实验室买到。

贮存：按照参考文献[2]中“放射性”中“贮存”项中的要求。

标志：磷酸钠（³²P）注射液应按参考文献[2]中“放射性”中“标志”项中的规定标志。

2. 铬酸钠（⁵¹Cr）注射液

Natrii Chromatis Injectio

（1974 修订版）

铬酸钠（⁵¹Cr）注射液是加入氯化钠使它与血液等渗的铬酸钠（⁵¹Cr）的灭菌溶液。

铬-51 是铬的放射性同位素，可由中子辐照天然同位素组成的铬或浓缩的铬-50 制备。

按标签注明的日期和时间, 铬-51 含量不小于标示量的 90.0%, 不大于 110.0%。

按标签注明的日期和时间, 比放射性为每毫克铬不小于 20 毫居里。

溶液用国际药典第二版“注射液”项中所述的方法 (1) ——在高压锅中加热灭菌。^[1]

铬-51 的放射性半衰期是 27.7 天。

外观: 透明的无色或淡黄色溶液。

鉴别: 在适当的仪器上测得的 γ 能与铬-51 标准溶液的 γ 能谱相同, 最主要的 γ 光子能量为 0.320 兆电子伏。

酸度: pH 5.0—8.0

放射性核纯度: 遵照参考文献 [2] 中“放射性”中提出的对放射性核纯度的一般要求。

放射化学纯度: 按参考文献 [3] 中“色层法”中所述完成上行纸色层分离。取约 10 微升样品到纸上, 并立即用 5 份水, 2 份乙醇 (95%) 试剂和 1 份浓氨水试剂的混合物展开 1 小时。铬离子停留在原点, 而铬酸根离子的 R_f 值约为 0.9。待色层谱在空气中干燥后, 用适当的方法测量放射性分布。相应于铬酸根离子的点上的放射性不小于总放射性的 90%。

总铬酸盐: 按标签注明的日期和时间, 每毫居里不大于 100 微克铬酸盐离子。

铬含量的测定, 是在 370 毫微米测量 1 厘米液层的吸收, 再根据用加碳酸氢钠试剂调节至 pH 为 8.0 的 0.00017% W/V 铬酸钾试剂溶液的吸收, 计算出铬的含量。

测量: 在适当的计数装置上, 用与铬-51 标准溶液比较的方法测量放射性, 或在借助于该溶液校准过的仪器上测量。

铬-51 标准溶液可从国家标准实验室买到。

贮存: 遵照参考文献 [2] 中“放射性”中“贮存”项中注明的要求

标志: 铬酸钠 (^{51}Cr) 注射液应参考文献 [2] 中“放射性”中“标志”项中的规定标注。

3. 高锝酸钠 (^{99m}Tc) 注射液

Natrii Pertechnetatis (^{99m}Tc) Injectio

(1974 修订版)

高锝酸钠 (^{99m}Tc) 注射液是含有以高锝酸根形式存在的锝-99m 并有足量的氯化钠使它与血液等渗的灭菌溶液。

锝-99m 是由钼-99 放射性衰变而来的放射性核。钼-99 是钼的放射性同位素, 可由中子辐照天然钼或浓缩的钼-98 产生, 它也可从铀裂变产生。标签必须注明该钼-99 是否由铀裂变产生。

按标签注明的日期和时间, 锝-99m 含量不小于标示量的 90%, 不大于 110%。

除可能有由锝-99m 衰变而来的锝-99 外, 且除去锝-99 可能达到总放射性的 0.1% 之外, 锝-99m 以外的放射性核素的放射性应不大于 0.01%, 以上均换算到用药时间。当钼-99 是从铀裂变产生时, 有一附加要求, 即 α 放射性核的放射性应不大于总放射