



团 体 标 准

T/CIRA 62—2024

放射性药品的放射化学纯度测定
高效液相色谱法

Determination of radiochemical purity for radiopharmaceuticals—
High performance liquid chromatography

2024-12-19 发布

2025-02-28 实施

中国同位素与辐射行业协会 发布
中国标准出版社 出版

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 设备及环境	1
6 试剂和色谱柱	2
7 样品制备和试验步骤	2
8 数据处理	3
9 辐射防护	4
参考文献.....	5



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国同位素与辐射行业协会提出并归口。

本文件起草单位：原子高科股份有限公司、中国计量科学研究院、泰博斯(中国)有限公司、南京农业大学、中国同位素与辐射行业协会。

本文件主要起草人：范振亚、范富有、马军红、朱旭东、杨柳、梁珺成、吴福海、郭丽莉。



放射性药品的放射化学纯度测定

高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了用高效液相色谱法测定放射性药品放射化学纯度的方法原理、测量设备及环境要求、对照品、水、试剂以及溶剂、色谱柱与流动相、测定步骤、数据处理及辐射防护。

本文件适用于高效液相色谱法测定放射性药品的放射化学纯度。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

GB 18871 电离辐射防护与辐射源安全基本标准

GB/T 26792 高效液相色谱仪

中华人民共和国药典(2020年版)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

放射性药品 radiopharmaceuticals

含有一种或几种放射性核素供医学诊断和治疗用的药品。

3.2

放射化学纯度 radiochemical purity

某一指定化学形式的放射性核素的放射性量占该核素总放射性量的比例。

注：简称放化纯度，用%表示。

4 方法原理

测定放射性药品放化纯度的高效液相色谱法，系采用高压输液泵将规定的流动相泵入装有填充剂的色谱柱，对放射性药品进行分离测定的方法。注入的放射性药品，由流动相带入色谱柱内，各组分在柱内被分离，并进入检测器检测，由积分仪或数据处理系统记录和处理色谱信号，得到保留时间(R_t 值)，由色谱信号中规定化学形式的放射性净计数率与放射性净计数率总和的比值计算得到放化纯度。

5 设备及环境

5.1 设备包括：

- a) 高效液相色谱仪:配有紫外-可见分光、电化学等检测器;
- b) 放射性流量检测器:根据核素的衰变特性选择检测器;
- c) 其他辅助仪器。

5.2 试验环境符合以下条件:

- a) 温度:室温;
- b) 相对湿度:20%~90%;
- c) 供电电源:交流电压 220 V±22 V,频率 50 Hz±0.5 Hz;
- d) 仪器使用时不应受到的振动和电磁干扰;
- e) 测试环境中不应存在明显干扰测量的环境本底,必要时可增加屏蔽装置。

6 试剂和色谱柱

6.1 试剂

6.1.1 对照品

对照品用于放化纯度测定时放射性药品的鉴别(保留时间),通常要求在相同的色谱条件下放射性药品的保留时间与常用检测器对照品主峰的保留时间一致。

6.1.2 试剂

试剂纯度应为分析纯及以上,实验用水为 GB/T 6682 一级。水和试剂不应干扰分析。

6.1.3 溶剂

所用溶剂纯度应为色谱级及以上。常用的溶剂有甲醇、乙腈等,使用前可经过孔径为 0.5 μm 或者更小的过滤膜过滤。

6.2 色谱柱

色谱柱一般分为反相色谱柱、正相色谱柱及离子交换色谱柱等,应根据被分离物质的性质选择性能合适的色谱柱。色谱柱的选择符合 GB/T 16631 和《中华人民共和国药典》(2020 年版)四部通则 0512 的要求。色谱柱的性能评价可以采用系统适用性试验进行,试验要求按《中华人民共和国药典》(2020 年版)实施。

7 样品制备和试验步骤

7.1 样品制备

根据放射性流量检测器的测量范围,用空白溶液将待检样品适当稀释后作为供试品溶液,空白溶液尽量与流动相互溶,并且极性相近。

7.2 对照品溶液和系统适用性试验溶液制备

配制成一定浓度的对照品溶液和/或系统适用性试验溶液。

7.3 色谱条件设置

色谱条件设置项目如下:

- a) 流动相的种类和流速;

- b) 色谱柱的种类；
- c) 色谱柱的温度；
- d) 检测器的参数；
- e) 数据处理参数。

7.4 系统适用性测定

将放射性流量检测器与高效液相色谱系统连接好后,试验前开机预热 1.5 h,按照 7.3 所设置的色谱条件运行设备时,确认基线的噪声和漂移满足 GB/T 26792 的要求,用规定的对照品溶液或系统适用性试验溶液在规定的色谱系统进行试验,结果符合系统适用性试验要求。

7.5 样品测试

系统适用性试验通过后,在 7.3 所设置的色谱条件下,精密量取对照品溶液与供试品溶液,分别注入液相色谱仪,记录色谱图,包括:

- a) 检测日期和检测名称；
- b) 仪器生产商及型号；
- c) 样品名称和批号；
- d) 进样量(μL)；
- e) 柱温($^{\circ}\text{C}$)；
- f) 检测器类型。

8 数据处理

8.1 保留时间(R_t)确定

分析样品的放射性色谱图和对照品溶液的常用检测器色谱图,确定出样品放射性主峰和对照品溶液其他检测器响应主峰的 R_t 值,进行放射性药品的化学鉴别。

8.2 放化纯度计算

分析样品的放射性色谱图,采用峰面积归一化法进行放化纯度计算,两次测量数据计算平均值为放化纯度的测定结果。

8.3 误差

8.3.1 R_t 值的允许误差

由公式(1)计算 R_t 值的允许误差,供试品溶液中放射性主峰与对照品溶液中常用检测器响应主峰 R_t 值之差与对照品溶液中常用检测器响应主峰 R_t 值的比值应在 $\pm 10\%$ 之内。

$$U_1 = \frac{R_{t1} - R_{t2}}{R_{t2}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- U_1 —— R_t 值的允许误差, %;
- R_{t1} —— 供试品溶液中放射性主峰保留时间,单位为分(min);
- R_{t2} —— 对照品溶液中常用检测器响应主峰保留时间,单位为分(min)。

8.3.2 放化纯度的允许误差

由公式(2)计算放化纯度的允许误差,两次放化纯度的测定值之差与平均值的比值应不超过 2%。

$$U_2 = \frac{|A_1 - A_2|}{\bar{A}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- U_2 ——放化纯度的允许误差；
- A_1 ——放化纯度的第一次测量结果；
- A_2 ——放化纯度的第二次测量结果；
- \bar{A} ——样品的放化纯度。

9 辐射防护

试验中的辐射防护符合 GB 18871 的要求。



参 考 文 献

- [1] GB/T 9008 液相色谱法术语
-

