



团 体 标 准

T/CIRA 78—2025

放射性药品的放射化学纯度测定 纸色谱法操作规范

Determination of radiochemical purity in radiopharmaceuticals—
Operation specifications for paper chromatography method

2025-08-29 发布

2025-10-29 实施

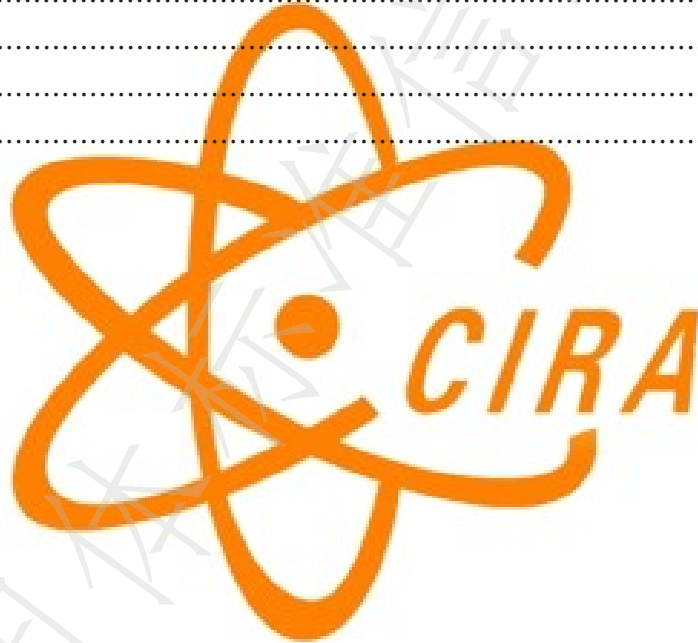
中国同位素与辐射行业协会 发布
中国标准出版社 出版



全国团体标准信息平台

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 试验条件	2
6 试剂与材料	2
7 试验仪器设备	2
8 样品	3
9 试验步骤	3
10 数据处理	5





全国团体标准信息平台

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、中国同辐股份有限公司、中国计量科学研究院、宁波君安药业科技有限公司、中国同位素与辐射行业协会。

本文件主要起草人：姜华、朱玉、梁珺成、蒋雄飞、王晓明、范富有、朱林旭、王勇、范振亚、杨柳、吴丽丽。





全国团体标准信息平台

放射性药品的放射化学纯度测定 纸色谱法操作规范

1 范围

本文件规定了采用纸色谱法测定放射性药品放射化学纯度的试验条件、试剂与材料、试验仪器设备、样品、试验步骤和数据处理。

本文件适用于上行纸色谱法测定放射性药品的放射化学纯度,下行纸色谱法参照执行。

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。

中华人民共和国药典(2025年版)

3 术语和定义

中华人民共和国药典(2025年版)界定的以及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。

3.3

纸色谱法 paper chromatography

以纸为载体,以纸上所含水分或其他物质为固定相,用展开剂进行展开的分配色谱法,分为上行和下行两种方法。

3.4

载体 carrier

以适当的数量载带某种微量物质共同参与某化学或物理过程的一种物质。

3.5

反载体 holdback carrier

在放射化学分离过程中使用的一种与载体起相反作用(即减少载带)的常量物质。

4 方法原理

当溶剂沿色谱纸向上渗透时,由于样品中同一放射性核素的指定化学形式和其他化学形式在固定相

和流动相间的分配比不同,从而使其沿溶剂渗透方向形成彼此分离的谱带。展开完成后,采用放射性薄层扫描仪或 γ 计数器测量色谱纸上的放射性分布,根据分布计算放射化学纯度。

5 试验条件

- 5.1 温度:室温。
- 5.2 相对湿度:20%~90%。
- 5.3 测试环境中无明显干扰测量的环境本底,必要时可增加屏蔽装置。

6 试剂与材料

6.1 试剂

所用试剂在未注明其他要求时,均指分析纯及以上纯度试剂。
除非另有说明,所用水应为纯化水,符合电导率(25℃)不大于5.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 的要求。

6.2 色谱纸

色谱纸应质地均匀平整,具有一定机械强度,必要时可进行处理后再用。

6.3 点样器具

定量毛细管(无毛刺)、微量注射器(平口)或微量移液器。

6.4 展开容器

通常为圆柱状或长方形玻璃缸,应能密闭。密闭盖上有适于固定悬挂色谱纸条的装置(以惰性材料制成)。

6.5 P-10气体

P-10气体为氩气和甲烷的混合气体。

7 试验仪器设备

7.1 放射性薄层扫描仪

γ 射线能量测量范围为30 keV~2 000 keV;计数率线性范围为0 cps~15 000 cps;位置偏移不超过 ± 3 mm。

7.2 γ 计数器

γ 射线能量测量范围为30 keV~2 000 keV;计数率线性范围为0 cps~50 000 cps;对 ^{125}I 核素的探测效率应 $\geq 70\%$ 。

7.3 其他

天平、量筒、移液器、移液管及直尺等计量器具应满足试验的精确度要求。

8 样品

8.1 液体样品:一般使用原液作为供试品溶液进行测定。当原液放射性浓度过高时,可适当稀释后点样,以保证点样后色谱纸上的放射性计数率在测量仪器的测量范围之内。

8.2 固体样品:取适量的样品用适宜的溶剂溶解后作供试品;如辅料未溶解完全时,需满足放射性核素回收率的要求。

9 试验步骤

9.1 展开剂的配制

展开剂可新配制或验证其稳定性后在一定效期内使用。

按以下步骤配制展开剂:

- 选择合适的量筒或移液器取用液体,配置成适当的溶液(A);
- 根据精确度要求选择合适的天平称量固体,用水溶解成适当的浓度(B);
- 根据需要,取合适体积的溶液(A)、溶液(B)或溶液(A)和溶液(B)的混合液作展开剂。

9.2 色谱纸的处理

9.2.1 取色谱纸按纤维长丝方向切成适当大小纸条。纸条的展开距离为5 cm~15 cm,宽度为1 cm至层析缸宽度之间。点样基线距底边1 cm~2.5 cm。色谱纸示意图见图1。

9.2.2 根据需要可采用载体溶液或反载体溶液对色谱纸进行预处理。

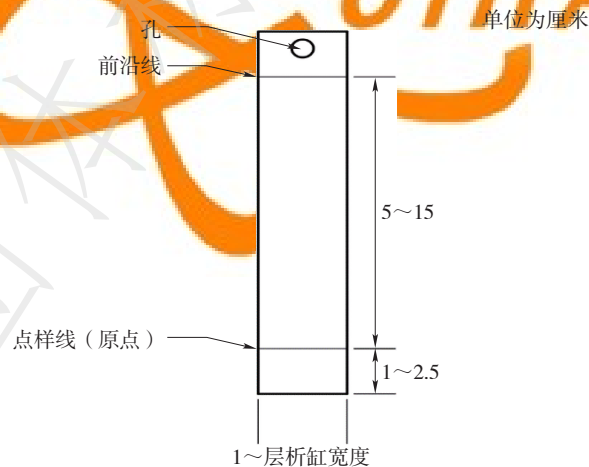


图1 色谱纸示意图

9.3 点样

9.3.1 应根据放射性检测器的测量范围,取不超过5 μL 的供试品点于色谱纸的点样基线中心位置。

9.3.2 放射性浓度合适时,可采用点状点样,样品点直径为0.2 cm~0.4 cm的圆形。

9.3.3 放射性浓度小时,供试品溶液宜叠加点样,每次点样后使用冷风吹干以除去残存溶剂。

9.4 展开

- 9.4.1 将装有展开剂的展开缸密闭,保持 15 min~30 min,使展开剂蒸汽饱和。
- 9.4.2 将点样后的色谱纸挂入展开缸中,色谱纸浸入展开剂约 0.5 cm~1 cm,密闭展开缸。
- 9.4.3 当展开剂沿色谱纸上行到规定位置,取出色谱纸。
- 9.4.4 展开后的色谱纸晾干或用冷风吹干,待检测。

9.5 γ 计数器测量色谱纸处理

- 9.5.1 将展开后的色谱纸从点样线下 0.5 cm 处直至前沿上 0.5 cm 处按 1 cm 长度分段剪开。
- 9.5.2 当组分较多或组分间距离较近时,可 0.5 cm 分段或更短距离分段剪开。
- 9.5.3 将剪开的色谱纸段放入标有序号的测量管中。
- 9.5.4 以展开距离为 10 cm 色谱纸为例,裁剪示意图见图 2。

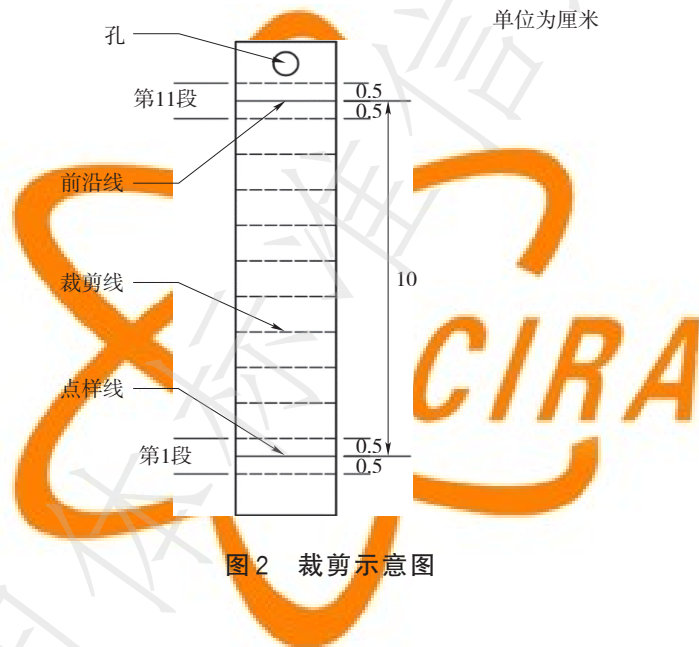


图2 裁剪示意图

9.6 测定

9.6.1 放射性薄层扫描仪测定

9.6.1.1 参数设置

放射性薄层扫描仪参数设置内容包括:

- a) 测量时间;
- b) 色谱纸的原点和前沿位置;
- c) 根据需要设置扫描速度或 P-10 气体气流。

9.6.1.2 测量

放射性薄层扫描仪测量内容包括:

- a) 本底测量;
- b) 将展开后的色谱纸固定在扫描仪探头下扫描测量,得到放射性色谱图。

9.6.2 γ 计数器的测定

9.6.2.1 参数设置

γ 计数器参数设置包括：

- 测量时间；
- 根据需要设置测量阈值或核素能峰。

9.6.2.2 测量

γ 计数器测量包括：

- 本底测量；
- 顺序测量每段色谱纸，分别得到每段色谱纸的放射性计数。

10 数据处理

10.1 放射性薄层扫描仪测量结果计算

按照公式(1)计算出 R_{f_1} 值。

$$R_{f_1} = \frac{d_{\text{样品}}}{d_{\text{溶剂}}} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$d_{\text{样品}}$ ——点样点至展开主色谱峰中心的距离，单位为厘米(cm)；

$d_{\text{溶剂}}$ ——点样点至溶剂前沿的距离，单位为厘米(cm)。

按照公式(2)计算得到放射性药品的放射化学纯度。为减少测定误差，应进行平行测试，放射化学纯度的测定结果以平均值报告。

$$\text{放射化学纯度}(\%) = \frac{A_{\text{规定1}}}{A_{\text{总1}}} \times 100\% \dots\dots\dots(2)$$

式中：

$A_{\text{规定1}}$ ——纸色谱上规定 R_{f_1} 处的扣除本底后的峰面积，单位为计数(counts)；

$A_{\text{总1}}$ ——整个纸色谱扣除本底后的核素的总峰面积，单位为计数(counts)。

10.2 γ 计数器测量结果计算

设共剪 n 段，原点所在段数记为1，前沿所在段数记为 n 。可按照公式(3)计算出 R_{f_2} 值。

$$R_{f_2} = \frac{x-1}{n-1} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

x ——主峰所在段数；

n ——色谱纸剪成总段数。

可按照公式(4)计算得到放射性药品的放射化学纯度。

$$\text{放射化学纯度}(\%) = \frac{A_{\text{规定2}}}{A_{\text{总2}}} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$A_{\text{规定2}}$ ——主峰放射性净计数扣除本底计数，单位为计数(counts)；

$A_{\text{总}2}$ —— n 段放射性净计数之和扣除本底总计数,单位为计数(counts)。

10.3 放射化学纯度的相对偏差

对同一供试品的放射化学纯度的两次独立测量结果之间的相对偏差不超过2.0%,按公式(5)计算。

$$U = \left| \frac{A_1 - A_2}{A_1 + A_2} \right| \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

U ——放射化学纯度的偏差,%;

A_1 ——放射化学纯度的第一次测量结果的平均值,%;

A_2 ——放射化学纯度的第二次测量结果的平均值,%。

