

的放射性来完成的, 因此时的 ^{68}Ge 与 ^{68}Ga 已达到平衡状态。

结 论

用焦梧桐和甲醛制备的这种有机离子交换树脂, 对盐酸溶液中的无载体 ^{68}Ge 是一种特异性强、效率高的吸附剂, 因而使 ^{68}Ga 很容易洗脱下来。这一特性使它可用作 $^{68}\text{Ge}/^{68}\text{Ga}$ 发生器的吸附剂。而且这种树脂含有大量羟基团, 对辐射分解损伤有很大的耐受性, 因而使用寿命长。串联小型阴离子交换柱的优点有:

(1) 使发生器洗脱液的体积可缩小到4毫升0.5N HCl ,

(2) ^{68}Ge 的污染小于1ppm, 辐射分解产物可减少到测不出的水平,

(3) 当平均收率约为75%时, 刚洗脱的 ^{68}Ga 的放射性损失只有8%。用它来制备大多数放射性药物, 尤其用于螯合剂标记时, 其洗脱液可以直接使用, 不必另加化学处理。

(邵鹤生译 谈连元 蒲瑞章审校)

用切伦柯夫计数和液体闪烁计数测定 生物样品中的 ^{32}P 和 ^{45}Ca

Bem EM, Bem H and Reimchussel W

Int J Appl Radiat Isot 31(6): 371~374, 1980 (英文)

本文叙述了各种生物样品中 ^{32}P 和 ^{45}Ca 测定的实际程序。用70%的 HClO_4 和30%的 H_2O_2 湿法灰化样品。 ^{32}P 的活性用切伦柯夫计数测定, 两种核素的总活性在放入水溶液(Aquasol)——可溶性凝胶闪烁体后用液体闪烁法测定。切伦柯夫计数和液体闪烁法中的淬灭校正, 分别采用样品道比法和自动外标准道比法来完成。从各种不同的生物样品中获得的这二种核素的回收率(^{32}P 为99.5%, ^{45}Ca 为96.0%)表明, 这一方法适用于这些核素的同时测定。

引 言

用含P和Ca的食物饲养动物是值得引起重视的, 为了扩大这些元素的应用, 各种磷酸钙制剂可作为食物的补充剂使用。使用 ^{32}P 和 ^{45}Ca 双标记的化合物, 可以同时监视动物体内磷和钙的代谢。由于这二个核素发射的 β 射线的最大能量显著不同(分别为1.70和0.258MeV), 因此, 原则上, 应用液体闪烁技术能同时测定它们。以前, 我们论证了使用道比法(SCR), 在同一台闪烁计数器的两个不同道中可以校正 ^{45}Ca 和 ^{32}P 的效率。只有当样品的 ^{32}P 活性足够高, 能准确测定道比值时, 这种淬灭校正才能给出令人满意的结果。

象 ^{32}P 那样发射硬 β 射线的核素, 可以用效率较高的切伦柯夫辐射来测量。二种核素(或二种以上核素)混在一起的混合物中每一种核素的活性, 对该样品测量两次就可测定, 首先用切伦柯夫技术测量, 然

后用液体闪烁技术测量。用这种方法已经测量了 ^{32}P 和 ^{33}P , ^{80}Br , $^{80\text{m}}\text{Br}$ 和 ^{82}Br , ^{89}Sr 和 ^{90}Sr , 以及 ^{88}Sr , ^{90}Sr 和 ^{90}Y 的活性。

本研究试图说明, 对含有 ^{32}P 和 ^{45}Ca 两种核素的样品, 切伦柯夫计数和液体闪烁计数相结合是一种有用的技术。因为 ^{45}Ca 的最大 β 衰变能量低于在水中产生切伦柯夫辐射所必需的阈电子能(0.263MeV), 所以在湿法灰化得到的样品溶液中, 用切伦柯夫法只能测到 ^{32}P 的活性。然后, 加入闪烁剂的混合物, 用液体闪烁技术测量 ^{32}P 和 ^{45}Ca 的总活性。

实 验

材料

HClO_4 , 70% 溶液, H_2O_2 , 30%, Na_2HPO_4 , CaCl_2 和水溶胶(Aquasol)均为试剂级, 经过纯化的4-MU, 即4-甲基伞形酮, 7-氨基-1,3萘二磺酸(ANDA)在甲醇-苯混合物中经过三次重结晶提纯。Diphenylechtrot 3 BL ($\lambda_{\text{max}} = 545\text{nm}$)用作红色染色剂, Diphenylreingelb 5G ($\lambda_{\text{max}} = 385\text{nm}$)作为黄色染色剂。标准的 $\text{Na}_2\text{H}^{32}\text{PO}_4$ 和 $^{45}\text{CaCl}_2$ 溶液。

研究的生物样品有, 大鼠的软组织、血液、尿和骨、鸡蛋的蛋壳、蛋白、蛋黄以及牛奶。

样品制备

样品湿法灰化使用Mahin和Lofberg的方法, 因为这一方法的技术简单, 且生成的过氯酸钙的溶解度

较高。往一个20ml的标准闪烁杯中加入0.5ml的液体试样或0.2克的固体试样,再加入已知强度的0.01M $\text{Na}_2\text{H}^{32}\text{PO}_4$ 和 $^{45}\text{CaCl}_2$ 溶液50微升(每种核素约1.5千贝可)、70% HClO_4 0.5ml、30% H_2O_2 1ml。然后,用塞子紧紧地封住容器,在75℃下加热2小时。在湿法灰化后有些样品的溶液呈现淡黄色,但是在加入30%的 H_2O_2 5 ml之后这种颜色几乎能全部消除。即使如此,有些样品仍然带黄色。加入5mM的ANDA水溶液把上述溶液的体积调至5ml。然后用切伦柯夫计数测定该样品的 ^{32}P 活性。测量之后,将10ml水溶胶加入到每个样品中并使之混匀,结果产生了透明的胶体。样品中 ^{32}P 和 ^{45}Ca 的总活性即可用液体闪烁计数测得。所有组织样品都进行三次重复测量。

切伦柯夫计数法的淬灭校正样品中含有70% HClO_4 0.5ml, 30% H_2O_2 1 ml, 5 mM 的ANDA溶液2.5 ml, 0.01M的 $\text{Na}_2\text{H}^{32}\text{PO}_4$ 50微升,及不同量(0~50微升)的黄色或红色染色剂。用蒸馏水把体积调节到5 ml。对液体闪烁计数法的淬灭校正,不仅需要使用相同样品,另外还要用同样的方法制备一组样品,不过这组样品中不是加入 $\text{Na}_2\text{H}^{32}\text{PO}_4$,而是加入 $^{45}\text{CaCl}_2$,并且要在每个样品中加10ml的水溶胶。

活性测量

活性用一台SL-30型闪烁计数器测定。仪器的三个测量道宽调至如下:A道0~440, B道0~600, C道0~900分度。A道和B道用作切伦柯夫计数, B道包含整个 ^{32}P 谱, A道用作样品道比(SCR)的淬灭校正。C道用作闪烁测量,覆盖着整个 ^{32}P 和 ^{45}Ca 的谱。计数器内的温度保持在18℃。在单标记样品及双标记样品的校准测量中,至少在每道中可分别记录到 10^5 计数和 2×10^5 计数。计数器的本底, A道9cpm; B道21cpm(切伦柯夫计数); C道63cpm(闪烁计数)。探测效率E定义为对标准溶液测得的活性与从该标准溶液计算得到的活性的比值。

结果和讨论

水溶液中由 ^{32}P 衰变的 β 粒子产生的切伦柯夫光子大部分位于紫外光范围,并且被容器玻璃壁所吸收。另外,这种光子的发射方向性较强,使符合计数装置的探测效率有所降低。向样品中加入波长转换剂可克服这些缺陷,波长转换剂中最有效的是ANDA和4-MU。然而波长转换剂的引进势必要考虑化学淬灭,这是由于溶液的组成成分和加入的化合物之间相互作用的结果。在酸性介质和有 H_2O_2 存在的状态,使4-MU的荧光有相当部分被淬灭,引起 ^{32}P 探测效率下

降。湿法灰化样品时既用了 HClO_4 ,又用了 H_2O_2 ,因此在这种介质中波长转换剂对 ^{32}P 的探测效率的作用受到限制。为此,要制备一组含有不同量的 HClO_4 和 H_2O_2 (70% HClO_4 和30% H_2O_2 ,保持1:2的比例)、及一种波长转换剂(ANDA或4-MU)的样品。

用2.5mM ANDA水溶液和20%乙醇中的0.5mM 4-MU溶液中分别加入不同量的 HClO_4 - H_2O_2 混合物(HClO_4 与 H_2O_2 的比例保持1:2V/V)的方法研究了 ^{32}P 探测效率与 HClO_4 - H_2O_2 混合物体积之间的关系,结果表明,在含有4-MU溶液中,即使少量的 HClO_4 - H_2O_2 混合物,也可引起 ^{32}P 探测效率的下降,几乎下降到纯水的典型值($E=0.419$)。另一方面,含ANDA的溶液中发现有较高的探测效率,当含有湿法灰化时使用的 HClO_4 和 H_2O_2 的量时,探测效率仍约为0.5。根据这一结果,决定将新配制的5mM的ANDA溶液加入到已湿法灰化的样品中,直到体积为5ml。另外还发现,样品中即使有1.5千贝柯的 $^{45}\text{CaCl}_2$,计数器的本底也不会增加到实验误差限以上。

由于湿法灰化后某些样品仍呈淡黄色,因此必须寻找一种既适用于切伦柯夫法,又适用于液体闪烁计数的适当的标准活性测量方法。当使用一组颜色深浅不同的样品时,发现当活性比值 R_{α} 从1.11降到1.0₆时,自动外标准道比法(AESCR)不适用于切伦柯夫计数。另一方面,样品道比法(SCR)可应用于探测效率的测定。从图1可明显看出,校正溶液的实验

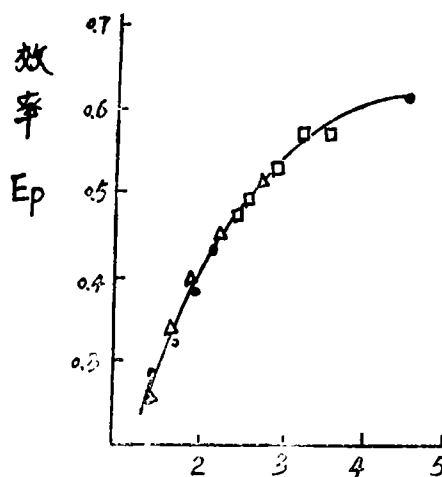


图1 ^{32}P 淬灭校正曲线

●: 红色溶液 △: 黄色溶液 □: 含有不同量的 HClO_4 - H_2O_2 的无色溶液

点符合于一条普通的曲线。这条曲线可用下列 抛物线方程表示:

$$E_P = -0.212 + 0.395R - 0.0472R^2 \dots (1)$$

式中: E_P 为切伦柯夫计数法的 ^{32}P 探测效率。R 为分别在 A、B 道中测量得到的 ^{32}P 活性比值

方程 (1) 的参数是用最小二乘法计算得来的, 其相对误差小于 3%。校正曲线的 抛物线函数表达式, 可用于计算机计算活性。

对含 ^{32}P 的样品, 闪烁计数技术中使用淬灭校正表明: 探测效率与染色剂的量无关, 其值等于 0.986 ± 0.011 。这意味着 ^{32}P 的效率无需校正。含 ^{45}Ca 的样品的探测效率在液体闪烁计数法中可用 AESCR 法测定。

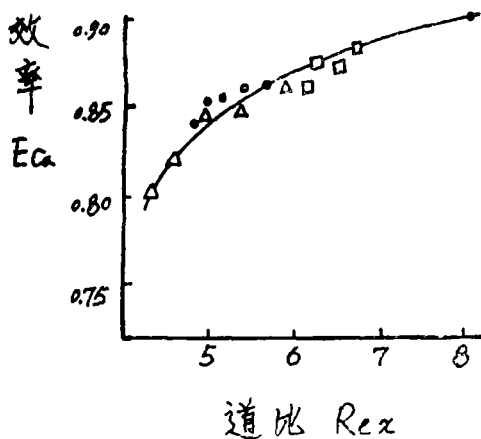


图2 ^{45}Ca 淬灭校正曲线

●: 红色溶液 △: 黄色溶液

□: 含有不同量的 $\text{HClO}_4\text{-H}_2\text{O}_2$ 的无色溶液

图2中的校正曲线可用以下方程表示:

$$E_{Ca} = 0.540 + 0.0874R_{ex} - 0.00538R_{ex}^2 \dots (2)$$

式中 E_{Ca} 为 ^{45}Ca 的探测效率,

R_{ex} 为外源在二道中的计数之比。

使用方程 (1) 和 (2) 表示的校正曲线, 双标记样品中的 ^{32}P 和 ^{45}Ca 的绝对活性可按下列公式计算:

$$A_P = I_B/E_P \dots (3)$$

$$A_{Ca} = (I_C - 0.986I_B/E_P)/E_{Ca} \dots (4)$$

式中 A_P 为 ^{32}P 的绝对活性

A_{Ca} 为 ^{45}Ca 的绝对活性

I_B 为 B 道切伦柯夫计数率

I_C 为 C 道闪烁计数率

E_P 为 ^{32}P 的切伦柯夫法计数效率 (可从 (1) 式计算出)

E_{Ca} 为闪烁法中 ^{45}Ca 的计数效率 (可从 (2) 式计算出)

含 ^{32}P 和 ^{45}Ca 的各种生物样品的活性测定结果列于表1。为评价这个方法的效力, 把这些核素回收率, 即实验测定的活性与加入样品中的活性之比值, 列于表中后二行。

表1 生物样品中 ^{32}P 和 ^{45}Ca 活性测定结果

样 品	E_P	E_{Ca}	^{32}P 回收率	^{45}Ca 回收率
大鼠:				
骨	0.373	0.852	1.03	0.94
肾	0.368	0.864	1.02	0.94
肝	0.397	0.874	1.02	0.92
血	0.419	0.880	0.98	0.96
尿	0.469	0.882	0.97	0.94
奶	0.452	0.881	0.98	0.95
蛋:				
蛋壳	0.472	0.888	0.99	0.94
蛋白	0.465	0.876	0.98	1.04
蛋黄	0.436	0.870	0.99	0.95

从表1可看出, 生物样品中 ^{32}P 的探测效率在切伦柯夫法 (0.36~0.47) 中是令人满意的, ^{45}Ca 在溶胶闪烁体中测得的探测效率都大于 0.85。两种核素的平均回收率从 ^{32}P 的 0.995 到 ^{45}Ca 的 0.96, 都接近理论值。因此, 本方法适用于生物样品中 ^{32}P 和 ^{45}Ca 的同时测定。

(周仲兴译 孙性善 赵启仁校)

放射性核素临床应用中吸收剂量的估算方法 (ICRU32号报告)

国际辐射单位与测量委员会 (ICRU) 搜集和评价与辐射测量和剂量有关问题的最新资料和信息, 并推荐最有用的数值和常用的一些技术。委员会根据这个方针写了一份报告, 为内照射辐射剂量计算提供各

种技术实例。报告对新老单位的换算、贯穿辐射分组以简化计算、低能辐射和俄歇电子剂量作了介绍。该报告对保健物理人员进行内照射剂量计算有很大的帮助。