



POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

222681

(11) (B2)

(22) Přihlášeno 29 01 80
(21) (PV 617-80)
(32) (31)(33) Právo přednosti od 14 02 79
(MA-3108) Maďarská lidová republika

(51) Int. Cl.³
G 01 N 23/00

(40) Zveřejněno 15 09 82
(45) Vydáno 15 09 82

(72) Autor vynálezu

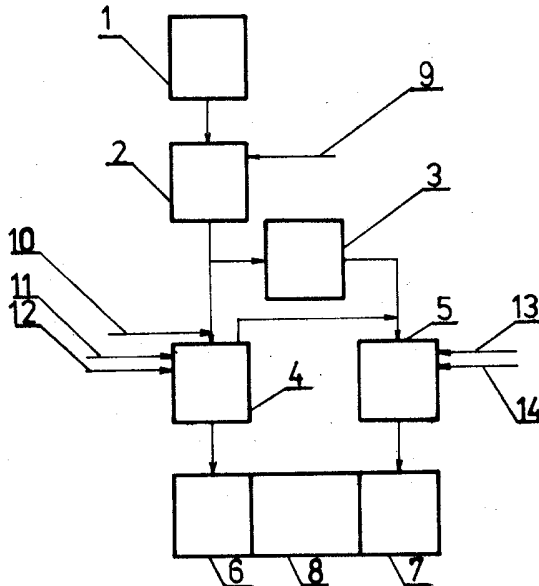
(73) Majitel patentu

GÁCS ISTVÁN ing., VARGAY ZOLTÁN, DOBIS EMILIA, DOMBI SÁNDOR ing.,
PAYER KÁROLY ing., OTTINGER JÓZSEF, BUDAPEŠT, PRUKÁCS GÁBOR,
BUDAKESZI, ÖTVÖS LÁSZLÓ prof., BUDAPEŠT (MLR)
MTA KÖZPONTI KÉMIAI KUTATÓ INTÉZETE, BUDAPEŠT (MLR)

(54) Způsob přípravy vzorků látek značených izotopem vodíku ³H nebo izotopy
vodíku ³H a uhlíku ¹⁴C a zařízení k provádění tohoto způsobu

Způsob slouží zejména pro přípravu vzorků organických sloučenin a vzorků látek biologického původu. Způsob je založen na spálení vzorku, převedení vodíku, obsaženého ve vzorku na vodu a uhlíku, obsaženého ve vzorku na kysličník uhličitý, oddělení kysličníku uhličitého a tritia a převedením látek, které nesou tyto izotopy, odděleně do roztoku pro kapalinovou scintilaci, přičemž směs plynů získaná spálením vzorku se absorbuje v cyklohexanolu, kde se váže kvantitativně tritium a kysličník uhličitý se odvádí dále.

Pro provádění způsobu slouží zařízení u něhož s mechanismem, uspořádaným jako držák a dávkovač vzorů, je spojena spalovací jednotka, která je připojena k ovladatelnému zdroji kyslíku a jednotka pro vázání vody je spojena přes přepínací ventil se spalovací jednotkou, přičemž zařízení obsahuje absorber tritia s regulačním zařízením, připojený ke spalovací jednotce a absorber kysličníku uhličitého a dále alespoň jednu jednotku držáků vzorků pro kapalinovou scintilaci, která je spojena s absorberem tritia a absorberem kysličníku uhličitého přes regulační ventily.



Obr. 1

Vynález se týká způsobu převádění zejména organických sloučenin a vzorků látek biologického původu, obsahujících ^3H izotop jakož i současně ^3H a ^{14}C izotopy do roztoků vhodných pro měření radioaktivity kapalinovou scintilací současně prováděným oxidačním převedením vodíku, obsaženého ve vzorku na vodu, popřípadě uhlíku, obsaženého ve vzorku na kysličník uhličitý a odděleným převedením vody nesoucí ^3H izotop popřípadě kysličníku uhličitého, nesoucího ^{14}C izotop na roztoky vhodné pro kapalinovou scintilaci. Předmětem vynálezu je dále zařízení k provádění tohoto způsobu.

V přítomné době je scintilační měření pomocí kapalinových scintilátorů nejrozšířenější, téměř výlučně používaná metoda měření radioaktivity organických sloučenin a vzorků organického původu, značených izotopy, vyzařujícími měkké beta-zářením, například tritiem nebo tritiem a ^{14}C izotopem současně. Pro dosažení odpovídajících analytických výsledků jsou operace přípravy vzorků, při nichž se vzorek nebo izotopy, obsažené ve vzorku převádí do roztoku vhodného pro scintilační vyhodnocování zásadně důležité. Právě proto jsou analytické výzkumy využívající izotopy zaměřeny na vypracování obecně použitelných, dobře reprodukovatelných, jednoduchých, rychlých a kvantitativní produkci izotopů zaručující automatické metody přípravy vzorků.

Tyto výzkumy jsou odůvodněny potížemi, tj. oxidačním převedením vodíku, obsaženého ve vzorku na vodu a uhlíku, obsaženého ve vzorku, na kysličník uhličitý, oddělením kysličníku uhličitého a tritia a převedením látek, nesoucích uvedené izotopy navzájem odděleně do roztoků pro kapalinovou scintilaci. Podle vynálezu se postupuje tak, že se oddělení kysličníku uhličitého a tritia provede tím způsobem, že se směs plynů, získaná spálením vzorku, zavádí do absorberu, obsahujícího cyklohexanol, v tomto se kvantitativně váže tritium a kysličník uhličitý se dále kvantitativně odvádí z absorberu.

Dále se vynález týká zařízení k provádění shora uvedeného způsobu. Podstata zařízení podle vynálezu, které obsahuje držák vzorků a dávkovací zařízení, jakož i spalovací jednotku, jednotku pro vázání vody, absorber tritia a absorber kysličníku uhličitého, spočívá v tom, že s mechanismem, uspořádaným jako držák a dávkovač vzorků, je spojena spalovací jednotka, která je připojena k ovladatelnému zdroji kyslíku a jednotka pro vázání vody je spojena přes přepínací ventil se spalovací jednotkou, přičemž zařízení obsahuje absorber tritia s regulačním zařízením, připojený ke spalovací jednotce a absorber kysličníku uhličitého a dále alespoň jednu jednotku držáků vzorků pro kapalinovou scintilaci, která je spojena s absorberem tritia a absorberem kysličníku uhličitého přes regulační ventily.

Výhodná forma provedení zařízení podle vynálezu se vyznačuje tím, že držák vzorků a dávkovací zařízení jsou spojeny s elektrickým programovým čidlem.

Převedením vodíku a uhlíku, obsažených ve vzorku, ve vodu případně kysličník uhličitý, odděleným převedením HTO (vody značené tritiem) a $^{14}\text{CO}_2$ a roztoku a zaměřením radioaktivity takto získaných roztoků kapalinovou scintilací, mohou se shora zmíněné potíže přípravy vzorků (barevné a koncentrační extinkce, korekční potíže v případě dvakrát značených vzorků atd.) obejít. S ohledem na to, že voda značená tritiem a kysličník uhličitý značený ^{14}C izotopem - se mohou mimo jiné získat jako přímý oxidační produkt značených sloučenin a biologických vzorků spálením a potom vhodným oddělením těchto produktů sloučenin a převedením do roztoků pro kapalinovou scintilaci, je splněn požadavek, aby se měření radioaktivity provádělo ve stejné chemické formě, bylo v první řadě vypracováno jako první krok způsobu, používaného pro přípravu vzorků, spalování vzorků.

U uzavřených systémů, například u způsobů, používajících tak zvanou Scpönigerovu techniku - spalování v uzavřené baňce - (R.G. Kelly, E. A. Peets, S. Gordon a D. A. Buyske, Anal. Biochem. 2, 267 (1961); F. Kalberer a J. Rutschmann, Helv. Chim. Acta 44, 1956 (1961); G. N. Gupta, Anal. Chem. 38, 1 356 (1966); L. A. Wegner a Winkelmann, Atompraxis 16,

(1970) lze dosáhnout oddělení kysličníku uhlíčitého a vody od sebe navzájem a od jiných produktů spalování pouze zvláštním způsobem, protože zařízení pro spalování vzorků je zároveň sběrný systém pro vodu a kysličník uhlíčitý. Tyto ostatně i mimořádně časově náročné a pracné způsoby jsou pro přípravu dvakrát značených a kapalných vzorků jakož i řady vzorků nevhodné popřípadě jejich použitelnost je vzhledem ke zdlouhavosti oddělování a časové náročnosti a pracnosti dílčích procesů značně omezena.

V případě způsobů, používajících všeobecně techniku spalování vzorků v proudu kyslíku v otevřeném systému jsou systémy, sloužící pro spalování vzorků a sběr vody a kysličníku uhlíčitého navzájem odděleny. Známé způsoby a na nich spočívající zařízení mají následující charakteristiky a nedostatky:

1. Vzorky, které se mají analyzovat se zavádí do přístroje odděleně, jednotlivě a ručně. Způsob používající spalování ve vysokonapěťovém jiskřišti (J. E. Naokes v "Liquid Scintillation Counting, Recent Developments", P. E. Stanley a B. A. Scoggings, ed., s. 125, Academic Press, New York, 1974), a odpovídající zařízení, je k přípravě kapalných vzorků nevhodný a musí se dbát na pečlivé umístění vzorků. V jiném případě (N. Kaartinen, Packard Bulletin 18, 1969) se musí k jednotlivým vzorkům přidávat těsně před spalováním přísada a proces spalování se musí regulovat v závislosti na chemicko-fyzikálních vlastnostech vzorku. U kontaktně katalytického způsobu [M. R. Griffiths a A. Mallison, Anal. Biochem. 22, 456 (1968)] se může souběžně se zmenšováním koroze spalovací trubice a dezaktivace katalyzátoru snížit i stupeň účinnosti zpětného získávání izotopů.

2. Produkty hoření jiných složek, přítomných ve vzorku vedle uhlíku a vodíku, rušící měření radioaktivity - například chlor, brom, jod, síra, fosfor - se oddělují od vody a kysličníku uhlíčitého teprve při kontaktně-katalytickém spalování nebo v zařízeních používaných pro přidavné spalování. [H. Frohofer, Z. Anal. Chem. 271, 203 (1974)].

3. Oddělování radioaktivního kysličníku uhlíčitého od vody, popřípadě oddělení vody značené tritiem z proudu nosného plynu se provádí kondenzací, vymrazováním nebo absorpcí v daném rozpouštědle (M. H. Griffiths a A. Mallison, Anal. Biochem. 22, 456 (1968); J. I. Peterson et al. Anal. Biochem. 31, 189 (1969); N. Kaartinen, Packard Bulletin 18, 1969; J. E. Naokes v "Liquid Scintillation Counting, Recent Developments", P. E. Stanley a B. A. Scoggings, ed. s. 125, Academic Press, New York, 1974). Z analytického hlediska vzato není ale ani oddělování vody značené tritiem ani oddělování vody a kysličníku uhlíčitého kvantitativní.

To znamená, že voda značená tritiem a kysličník uhlíčitý nesoucí ^{14}C izotop znečišťují vzájemně systémy, sloužící k jejich oddělování. Proto se dostává část ^{14}C izotopu do roztoku sloužícího k počítání tritia, a naproti tomu část tritia do roztoku pro kapalinovou scintilaci, sloužícího pro počítání ^{14}C izotopu. U přímé kondenzace vody nebo oddělování s rozpouštědlem musí se počítat se ztrátou úměrnou parciálnímu tlaku vodní páry a množství nosného plynu.

4. Kyvety sloužící pro jímání vzorků popřípadě kapalinově scintilačních roztoků se musí pro každý vzorek jednotlivě připojit k zařízení o po měření z něho odstranění (J. E. Naokes v "Liquid Scintillation Counting, Recent Developments", P. E. Stanley a B. A. Scoggings, ed., s. 125, Academic Press, New York, 1974).

Cílem vynálezu je poskytnout způsob a zařízení, které by umožnily za vyloučení nedostatků známých řešení přesnou a citlivou, popřípadě bez manuálního zásahu plně automatizovanou, rychlou přípravu vzorků látek, obsahujících ^3H izotop jakož i současně ^3H a ^{14}C izotopy pro měření radioaktivity pomocí kapalinové scintilace.

Vynález spočívá na poznatku, že se voda, vznikající při spalování vzorku, popřípadě voda vnesená do systému spolu se vzorkem, popřípadě v ní obsažené tritium může kvantitativně

oddělití při teplotě místnosti z proudu kyslíku, sloužícího pro spalování vzorku, použitím cyklohexanolu jako absorpčního činidla, spontánní kondenzací vody, jakož i kombinací procesů mezi vodou značenou tritiem, zbývající v proudu nosného plynu a cyklohexanovým absorpčním činidlem (absorpce, výměna izotopů) a potom se mohou beze ztrát převést do květy pro kapalinovou scintilaci.

Vynález spočívá dále na poznatku, že v případě, kdy se mají analyzovat vzorky, obsahující současně ^3H a ^{14}C izotop, oddělí se od sebe kvantitativně tritium a kyslíčnick uhlíčitý nesoucí ^{14}C izotop oddělením tritia v cyklohexanovém absorpčním činidle a mohou se zvlášť beze ztrát převést do květy pro kapalinovou scintilaci.

Na základě shora uvedených poznatků týká se vynález způsobu přípravy látek značených ^3H izotopem, jakož i látek značených současně ^3H a ^{14}C izotopy, hlavně organických sloučenin a vzorků látek biologického původu, pro měření radioaktivity kapalinovou scintilací, spalování vzorku, tj. oxidačním převedením vodíku, obsaženého ve vzorku na vodu a uhlík obsaženého ve vzorku na kyslíčnick uhlíčitý, oddělením kyslíčnicku uhlíčitého a tritia a převedením látek, nesoucích uvedené izotopy navzájem odděleně do roztoků pro kapalinovou scintilaci. Podle vynálezu se postupuje tak, že se oddělení kyslíčnicku uhlíčitého a tritia provede tím, způsobem, že se směs plynů, získaná spálením vzorku zavádí do absorberu, obsahujícího cyklohexanol, v tomto se kvantitativně váže tritium a kyslíčnick uhlíčitý se dále kvantitativně odvádí z absorberu.

Dále se vynález týká zařízení k provádění shora uvedeného způsobu, které je opatřeno držákem vzorků a dávkovacím zařízením, spalovací jednotkou, jednotkou pro vázání vody, absorberem tritia a absorberem kyslíčnicku uhlíčitého. Toto zařízení sestává podle vynálezu z ovladatelného držáku vzorků, regulovatelného dávkovacího zařízení, spalovací jednotky s nimi spojené a připojené k ovladatelnému zdroji kyslíku, z jednotky pro vázání vody, spojené se spalovací jednotkou přepínacím ventilem, popřípadě ovladatelného absorberu tritia, dále z jednotky nebo jednotek držáků vzorků pro kapalinovou scintilaci, spojenými s absorberem přes nastavitelné ventily.

Výhodná forma provedení zařízení podle vynálezu se vyznačuje tím, že držák vzorků a dávkovací zařízení jsou spojeny s elektrickým programovým čidlem.

Vynález je znázorněn pomocí výkresu, který ukazuje příkladnou formu provedení a princip práce zařízení podle vynálezu.

Obr. 1 představuje blokové schéma zařízení podle vynálezu a obr. 2 blokové schéma výhodné formy provedení zařízení podle vynálezu.

Jak je zřejmé z obr. 1 je s mechanismem 1, uspořádaným jako držák a dávkovač vzorků, spojena spalovací jednotka 2, do níž je zaústěno vedení 9 pro kyslík. Spalovací jednotka 2 sestává s výhodou z křemenné trubice. Spalovací jednotka 2 je spojena s jednotkou 3 pro vázání vody a tato je spojena s absorberem 5 na kyslíčnick uhlíčitý, který je opatřen vrstvou 1-amino-3-methoxypropanu. Do tohoto absorberu 5 na kyslíčnick uhlíčitý je zaústěno vedení 13 a vedení 14 pro absorpční činidlo na kyslíčnick uhlíčitý, s výhodou 3-methoxypropylemin, popřípadě roztok pro kapalinovou scintilaci, s výhodou roztok na bázi toluenu. Spalovací jednotka 2 je dále spojena vedením 10 pro ethylalkohol s absorberem 4 do něhož je zaústěno vedení 11 pro cyklohexanol a vedení 12 roztoku pro kapalinovou scintilaci, s výhodou pro roztok na bázi toluenu. Absorber 4 je spojen s jednotkou 6 spojenou s jednotkou 7 držáku vzorků přes jednotku 8 pro výměnu květ.

Jak je zřejmé, z obr. 1, zavádí se pomocí mechanismu 1, uspořádaného jako držák a dávkovač vzorků, vzorek do spalovací jednotky 2, připojené k mechanismu 1. Ve spalovací jednotce 2, která s výhodou sestává z křemenné trubice, se převádí vodík, obsažený ve vzorku, na vodu, popřípadě uhlík, obsažený ve vzorku, na kyslíčnick uhlíčitý. Obsažený fosfor se váže

kyslíčnickem wolframitým, přidaným ke vzorku předem, obsažená síra a halogenidy se vážou stříbrnou vlnou, uspořádanou ve spalovací jednotce 2.

Radioaktivní voda, vznikající jako produkt spalování, v parní fázi a kyslíčnick uhlíčitý se převádí s kyslíkem jako nosným plynem při přípravě vzorků značených tritiem popřípadě současně tritiem a ^{14}C izotopem do absorberu 4, kde se tritium kvantitativně zadrží při teplotě místnosti kondenzací vody, popřípadě cyklohexanolem vneseným předem do absorberu 4. Při dvojnásobném značení se plyn, obsahující kyslíčnick uhlíčitý, vede dále do absorberu 5 kyslíčnicku uhlíčitého, kde se kyslíčnick uhlíčitý váže beze ztrát vhodným absorpčním činidlem, s výhodou 1-mino-3-methoxypropanem. V případě, že jde o vzorky značené pouze ^{14}C izotopem, se plyn, proudící ze spalovací jednotky 2, vede přes jednotku 3 pro vázání vody přímo do absorberu 5 kyslíčnicku uhlíčitého, opatřeného předem vrstvou 1-amino-3-methoxypropanu.

Po spálení vzorků se kondenzační voda z absorberu 4 vyplachuje kapalinou mísitelnou s vodou, vhodnou pro počítání kapalinovou scintilací, s výhodou ethylalkoholem a tritiem, jakož i absorpční činidlo pro kyslíčnick uhlíčitý, nacházející se v absorberu 5 kapalinovým scintilačním roztokem, s výhodou roztokem na bázi toluenu, do jednotky 6 popřípadě jednotky 7 držáku vzorků kapalinového scintilátoru, uváděné do pohybu jednotkou 8 pro výměnu kyvet.

Vedením 9 pro kyslík, spojeným se spalovací jednotkou 2, se do systému zavádí kyslík, vedením 10 pro ethylalkohol, spojeným s absorberem 4, ethylalkohol, vedením 11 se zavádí cyklohexanol, sloužící pro oddělení tritia, vedením 12 roztok pro kapalinovou scintilaci, s výhodou roztok na bázi toluenu, dále vedením 13 popřípadě vedením 14, spojenými s absorberem 5 se zavádí činidlo pro kyslíčnick uhlíčitý, s výhodou 3-methoxypropylamin, popřípadě roztok pro kapalinovou scintilaci, s výhodou roztok na bázi toluenu.

Mezi jednotlivými díly aparatury, znázorněnými na obr. 2, se spojení vytvoří automaticky a/nebo ručně obsluhovatelnými ventily, jejichž provoz, odpovídající procesu přípravy vzorků řídí během daného cyklu přípravy vzorků programátor 17. Vedením 9, spojeným jak je zřejmé z obr. 2, se spalovací jednotkou 2 se zavádí kyslík z nádrže přes regulátor průtoku a regulátor 16 tlaku, jakož i elektromagnetický ventil 15 do systému. Přes přepínací ventil 18 je spalovací jednotka 2 v případě vzorků, značených tritiem a ^{14}C izotopem spojena s absorberem 4, v případě, že vzorky jsou značeny pouze ^{14}C izotopem naproti tomu je spalovací jednotka 2 spojena s jednotkou 3 pro vázání vody.

Vedením spojeným s absorberem 4 se alkohol zavádí do systému prvním čerpadlem 22, absorpční činidlo pro tritium pomocí druhého čerpadla 23 a roztok pro kapalinovou scintilaci čerpadlem 24. Do absorberu 5 spojeného s jednotkou 3 pro vázání vody, se přes odpovídající vedení dávkuje čtvrtým čerpadlem 25 kyslíčnick uhlíčitý a pátým čerpadlem 26 roztok pro kapalinovou scintilaci. Při přípravě vzorků značených tritiem a ^{14}C izotopem současně je absorber 4 spojen přes přepínací ventil 19 s absorberem 5, při přípravě vzorků značených pouze jednoduše, buď tritiem nebo ^{14}C izotopem, je naproti tomu spojen s okolní atmosférou. Z absorberu 4 je voda, značená tritiem (HTO) a absorpční činidlo pro tritium vedena přes regulační ventil 20, absorpční činidlo pro kyslíčnick uhlíčitý z absorberu 5 se vede přes druhý regulační ventil 21 do jednotky 6 popřípadě jednotky 7 držáku vzorků pro kapalinovou scintilaci.

Mechanismus 1, uspořádaný jako držák a dávkovač vzorků, elektromagnetický ventil 15, dávkovací čerpadla 23, 24, 25 a 26, regulační ventily 20 a 21 a jednotka 8 pro výměnu kyvet jsou o sobě známým způsobem spojeny vždy s jedním výstupem programátoru 17.

Příklad provedení

Příprava každého ze vzorků sestává ze čtyř pracovních fází. Před zapojením aparatury se vzorky, obsahujícími tritium a ^{14}C , změřené v hliníkových nebo olověných kapslích, se

vloží do mechanismu 1, uspořádaného jako držák a dávkovač vzorků, přepínací ventil 18 a regulační ventil 20 jakož i automatika programování se nastaví přiměřeně izotopu nebo izotopům, které se mají měřit.

V první fázi se regulační ventily 20, 21 uzavřou pomocí programátoru 17, elektromagnetický ventil 15 se otevře a kyvety, obsahující vzorky se zasunou dále pomocí jednotky 8 měniče kyvet (tímto způsobem se dostanou jednotky držáku vzorku ke sběrným místům vzorků). V případě, že vzorky jsou značené současně tritiem a ^{14}C izotopy se potom určité množství absorpčního činidla pro tritium popřípadě kysličník uhlíčitý uvedením druhého čerpadla 23 a 25 do chodu, ovládaným programátorem 17, zavádí do absorberu 14 popřípadě do absorberu 5. Při přípravě vzorků značených pouze jednoduše se v případě vzorků značených tritiem dávkuje pouze čerpadlem 23, v případě vzorků značených ^{14}C izotopem se dávkuje čtvrtým čerpadlem 26.

Ve druhé fázi zůstává elektromagnetický ventil 15 otevřen, regulační ventil 20, popřípadě regulační ventil 21 uzavřen. Mechanismus 1, uspořádaný jako držák a dávkovač vzorků se uvádí do činnosti programátorem 17 a první vzorek se dostává do spalovací jednotky 2 vytopené na $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ kde se rychle spálí v kyslíku, zaváděném do systému. Prostor obsažený ve vzorku se váže kysličníkem wolframitým přidaným ke vzorku při navážení, síra a halogeny, obsažené ve vzorku se naproti tomu vážou stříbrnou vlnou uspořádanou ve spalovací jednotce 2.

Kvantitativní oxidace spalných produktů na vodu a kysličník uhlíčitý se zajišťuje katalyzátorem, necházejícím se rovněž ve spalovací jednotce 2, s výhodou kysličníkem mědi. V případě vzorků značených současně tritiem a ^{14}C izotopem se vodní pára a kysličník uhlíčitý dopravuje kyslíkem protékajícím spalovací jednotkou 2 do absorberu 4, kde se kvantitativně zadržuje tritium, zatím co kysličník uhlíčitý se proudem kyslíku dále dopravuje do absorberu 5, naplněného určitým množstvím 1-amino-3-methoxypropanu. V případě jednoduše značených vzorků vypouští se kyslík transportující kysličník uhlíčitý na výstupu z absorberu 4 přes regulační ventil 20 do ovzduší. V případě vzorků značených ^{14}C izotopem proudí plyn, vystupující ze spalovací jednotky 2 přes přepínací ventil 18 a jednotku 3 pro vázání vody, přímo do určitého množství 1-amino-3-methoxypropanu, vneseného předem do absorberu 5. Ve třetí fázi se elektromagnetický ventil 15 uzavře. Přepínací ventil 18, popřípadě druhý přepínací ventil 19 se otevře, čímž se absorpční činidlo, necházející se v absorberu 4 popřípadě v absorberu 5 v souladu s programem automatiky, dostane do jednotky 6 popřípadě jednotky 7 držáku vzorků kapalinového scintilátoru.

Ve čtvrté fázi počínají (v souladu s danou naprogramovanou automatikou) pracovat v případě vzorků značených současně tritiem a ^{14}C izotopy čerpadla 22, 24 a 26. Přitom se vyplachuje voda zkondenzovaná v absorberu 4 ethylalkoholem, absorpční činidla zbylá v absorberu 4 a v absorberu 5 naproti tomu roztokem pro kapalinovou scintilaci do jednotky držáku 6 vzorků pro kapalinovou scintilaci. V případě vzorků značených jednoduše tritiem, pracují čerpadla 22 a 24, v případě vzorků, značených jednoduše ^{14}C izotopem naproti tomu jen čerpadlo 26.

Operace přípravy vzorků probíhá tedy podle uvedeného příkladu ve čtyřech fázích. Tyto čtyři fáze se mohou tak dlouho automaticky opakovati dokud nejsou vzorky, uložené v mechanismu 1, uspořádaném jako držák a dávkovač vzorků, zpracovány.

Výsledky reprodukovatelnosti způsobu a řady měření, prokazující spolehlivý způsob práce aparatury jsou pro jednoduše značené vzorky uvedeny v tabulce 1 a pro dvojnásobně značené vzorky v tabulce 2.

T a b u l k a 1

Analytické výsledky (jednoduše značené vzorky)

Vzorek	Hmotnost mg	Naměřená specifická radioaktivita, dpm/mg
kyselina salicylová	11,258	30 180
- ³ H	15,283	30 439
	16,776	30 258
(specifická radioaktivita	19,289	30 389
na bázi přímých měření)	19,426	30 452
	21,376	29 916
	21,847	30 094
	21,930	30 399
	23,331	30 194
	23,371	30 065
	50,855	30 011
	73,047	29 940
		X = 30 195
+ plíce	12,751	1 484
	25,263	1 424
	75,877	1 416
+ mozek	28,479	554
	43,879	556
	136,066	554
+ slezina	19,073	4 239
	17,793	2 438
	12,910	2 424
+ ledviny	33,869	5 411
	37,026	5 443
	54,652	5 440
+ játra	62,845	7 006
	59,763	7 075
	62,825	7 076
kyselina benzoová	9,085	6 339
- ¹⁴ C	15,874	6 414
(specifická radioaktivita	14,770	6 290
na bázi přímých měření:	10,632	6 298
6 362 ± 25 dpm/mg)	12,639	6 408
	12,605	6 350
	17,256	6 343
	13,876	6 368
	13,115	6 377
	18,398	6 411
	14,232	6 404
	14,258	6 365
		X = 6 355

*3,4-diacetyl-1,2,5,6-dianhydrodulcitol - ³H, dávka: 50 μ Ci/200 g krysa

T a b u l k a 2

Analytické výsledky (dvojnásobně značené vzorky)

Vzorek	Hmotnost (mg)		Naměřená specifická radioakti- vita	
	(³ H)	(¹⁴ C)	tritium dpm/mg	¹⁴ uhlík dpm/mg
kyselina salicylová - ³ H +	13,869 + 13,279 = 27,148		30 164	6 375
kyselina benzoová - ¹⁴ C	17,929 + 11,833 = 29,762		30 062	6 388
(společně)	18,204 + 11,101 = 29,305		30 236	6 361
	18,439 + 16,088 = 34,527		30 275	6 306
	19,159 + 6,445 = 25,604		30 026	6 300
	19,572 + 12,152 = 31,724		30 110	6 377
	19,918 + 11,233 = 31,151		30 129	6 382
	15,404 + 10,900 = 26,304		29 842	6 380
	20,943 + 8,233 = 29,216		30 206	6 346
	21,780 + 10,205 = 31,985		29 992	6 401
	21,852 + 12,691 = 34,543		30 210	6 392
	27,700 + 9,965 = 37,665		30 172	6 339
			X = 30 119	X = 6 362
+ játra		59,029	26 712	4 738
		60,542	26 840	4 681
		65,117	26 347	4 654
+ plíce		33,587	26 350	1 964
		34,630	26 062	1 936
		34,786	25 932	1 905
+ ledviny		54,371	38 487	2 091
		62,811	37 936	2 110
		92,350	38 376	2 158
+ mozek		51,520	3 693	nulový efekt
		63,112	3 641	nulový efekt
		88,836	3 678	nulový efekt

+ 3,4-(B-fenylpropionyl)-1,2, 5,6-dianhydrodulcitol - ³H - ¹⁴C
dávka ¹⁴C - 72 μ Ci/200 g krysy
³H - 545 μ Ci/200 g krysy

Z tabulek lze také zjistit překvapující, předem neočekávanou přednost, že lze změřit specifickou radioaktivitu i u biologických vzorků s velmi dobrou reprodukovatelností.

Nejdůležitější přednosti způsobu a zařízení podle vynálezu jsou:

1. Připravené vzorky se dostanou k měření radioaktivity vždy ve stejné chemické formě a toto měření radioaktivity se provádí po odstranění spalných produktů jiných produktů, obsažených ve vzorku vedle uhlíku a vodíku a rušících měření radioaktivity.

2. Kvantitativním oddělením tritia a ¹⁴C izotopu zaručuje způsob podle vynálezu a zařízení podle vynálezu přesné a reprodukovatelné zjištění obsahu izotopů dvojnásobně značených vzorků.

3. Způsob podle vynálezu a zařízení podle vynálezu poskytují jak u jednoduchého

tak i u dvojnásobného značení dobře reprodukovatelné výsledky. Přesnost a reprodukovatelnost jsou prakticky nezávislé na bezpečnosti obsluhujícího personálu.

4. Proces přípravy vzorků se provádí - počínaje s vložením vzorků do dávkovacího zařízení - automaticky, bez ručního zásahu.

5. Během užívání zařízení a způsobu nemění se stupeň účinnosti - prakticky kvantitativního - zpětného získávání izotopů. Proto nejsou zapotřebí četné kontroly zařízení pomocí standardních vzorků a korekčních přepočívání.

6. Paměťový efekt zařízení je prakticky zanedbatelný, takže se ušetří dekontaminace zařízení inaktivními vzorky.

7. Vzhledem k jednoduché konstrukci zařízení je poruchovost malá a údržba je jednoduchá, jednotlivé součásti jsou použitelné i když jsou vzájemně zaměněny. Stejný roztok pro kapalinovou scintilaci je vhodný jak pro měření radioaktivity tritia tak i pro měření radioaktivity ^{14}C izotopu.

8. Spotřeba pracovního času pro přípravu vzorků je velmi malá, takže za hodinu se může připravit 30 až 60 vzorků pro měření radioaktivity kapalinovou scintilací.

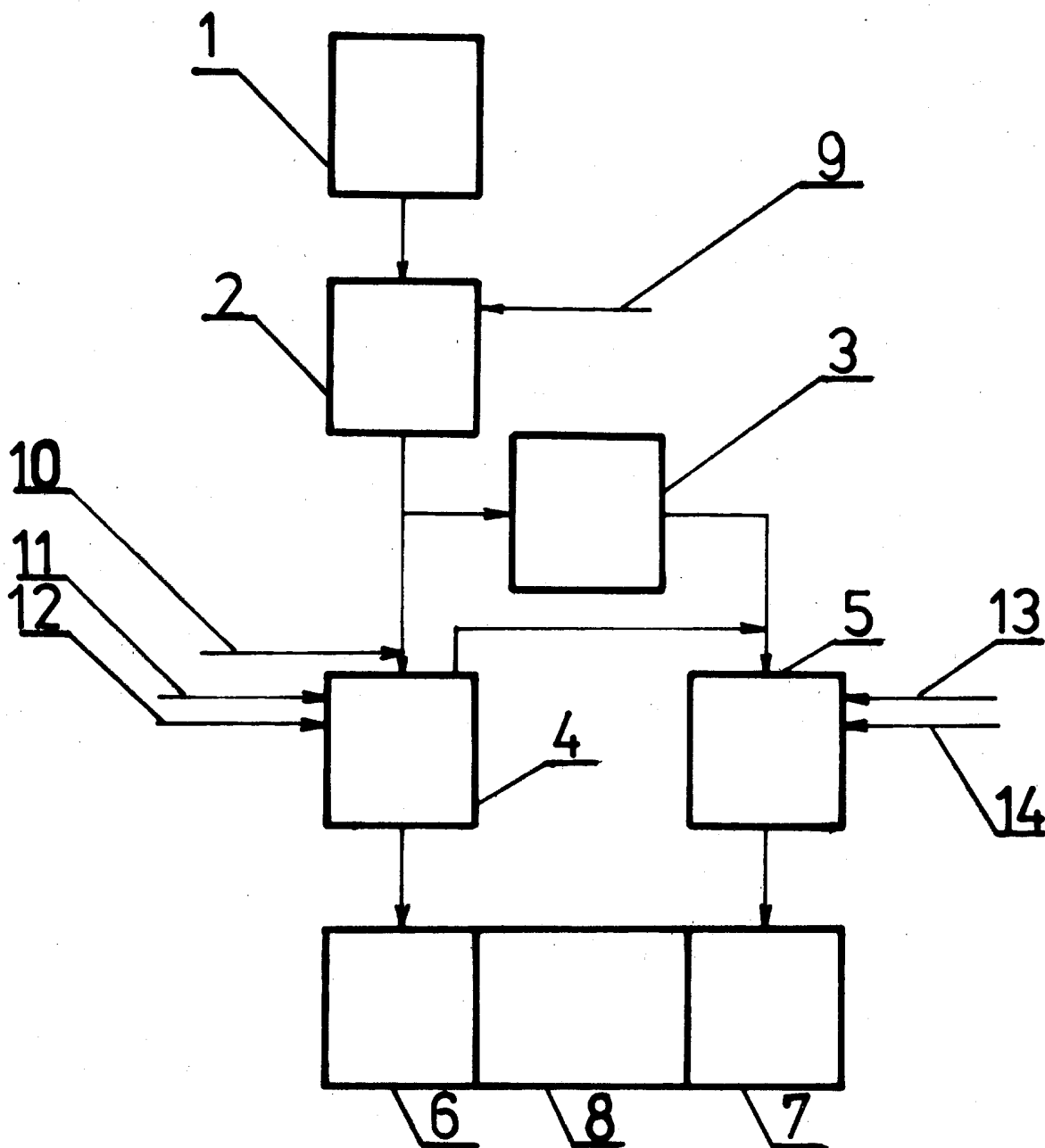
9. Provozní náklady na způsob podle vynálezu a zařízení podle vynálezu - jsou ve srovnání s ostatními řešeními nízké.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

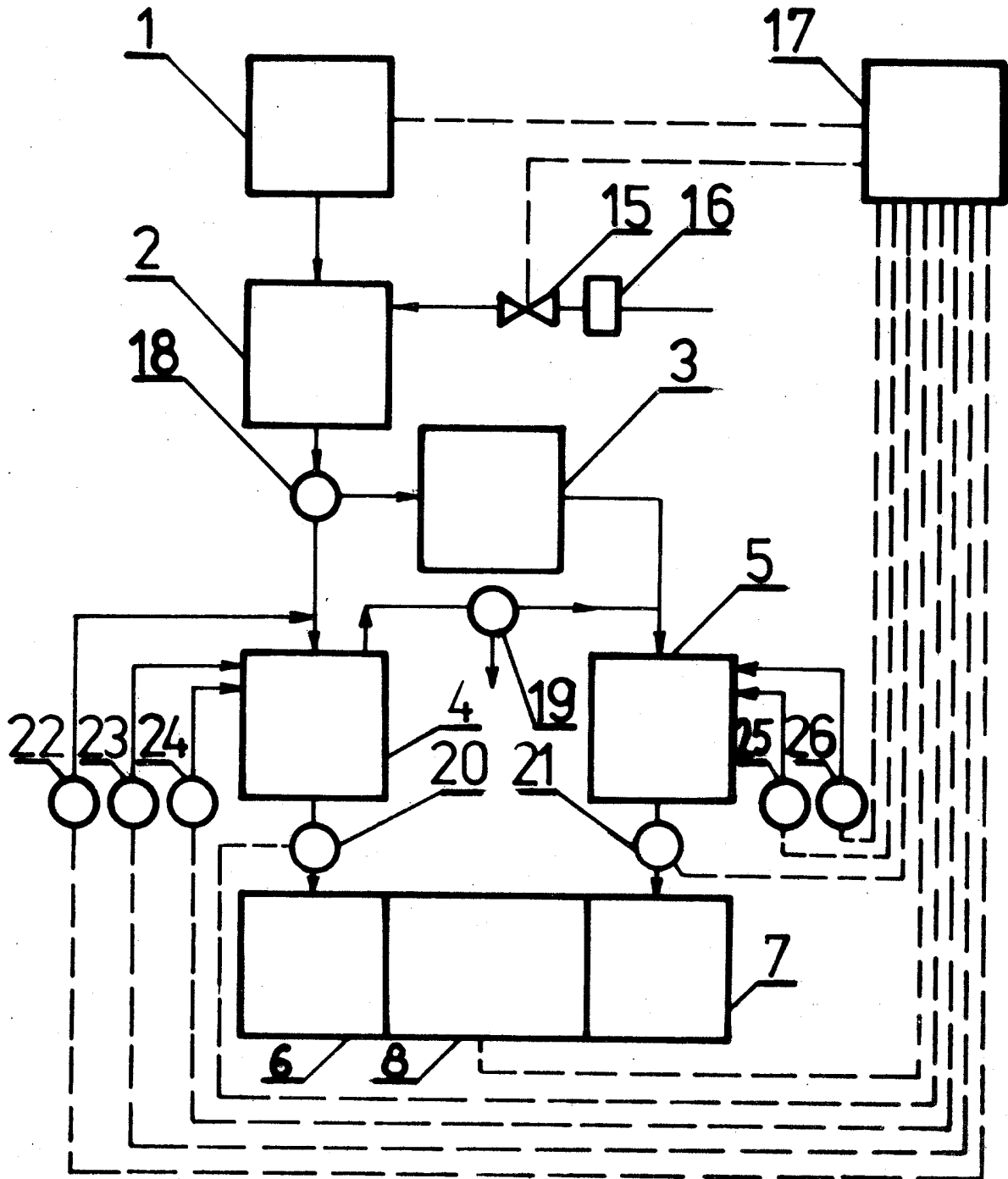
1. Způsob přípravy vzorků látek značených izotopem vodíku ^3H nebo izotopy vodíku ^3H a uhlíku ^{14}C pro měření radioaktivity kapalinovou scintilací, zejména přípravy vzorků organických sloučenin a vzorků látek biologického původu, spálením vzorku, při kterém se oxidačně převádí ve vzorku obsažený vodík na vodu a ve vzorku obsažený uhlík na kysličník uhličitý, oddělením kysličníku uhličitého a tritia a převedením látek nesusoucích uvedené izotopy od sebe odděleně do roztoku pro kapalinovou scintilaci, vyznačující se tím, že pro oddělení kysličníku uhličitého a tritia se směs plynů, získaná spálením vzorku vede do absorberu obsahujícího cyklohexanol, kterým se kvantitativně váže tritium a z něhož se dále kvantitativně odvádí kysličník uhličitý.

2. Zařízení pro provádění způsobu podle bodu 1, které obsahuje držák vzorků a dávkovací zařízení, jakož i spalovací jednotku, jednotku pro vázání vody, absorber tritia a absorber kysličníku uhličitého, vyznačující se tím, že s mechanismem (1), uspořádaným jako držák a dávkovač vzorků, je spojena spalovací jednotka (2), která je připojena k ovladatelnému zdroji kyslíku a jednotka (3) pro vázání vody je spojena přes přepínací ventil (18) se spalovací jednotkou (2), přičemž zařízení obsahuje absorber (4) tritia s regulačním zařízením, připojený ke spalovací jednotce (2) a absorber (5) kysličníku uhličitého a dále alespoň jednu jednotku (6, 7) držáků vzorků pro kapalinovou scintilaci, která je spojena s absorberem (4) tritia a absorberem (5) kysličníku uhličitého přes regulační ventily (20 a 21).

3. Zařízení podle bodu 2, vyznačující se tím, že mechanismus (1) uspořádaný jako držák a dávkovač vzorků je spojen s elektrickým programátorem (17).



Obr. 1



Obr. 2