

玫瑰红-¹³¹I制剂的纸上色层分析

景烈马改荣

(原 子 能 研 究 所)

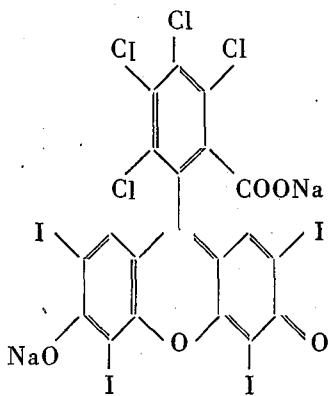
本文研究了玫瑰红-¹³¹I制剂的纸上色层分析，确定了适宜的分析条件。

采用“新华”中速色层纸，或Whitman № 1、№ 2色层纸，以戊醇-浓氨水-水(0.5:2:100)作为溶剂，用上行色层法展开到前沿25厘米，时间为2—4小时。方法可用于玫瑰红-¹³¹I制剂的常规质量控制分析，能同时测定制剂中的游离¹³¹I⁻和四氯四碘荧光素的含量。

同时观察了样品在色层纸上的脱碘现象，确定样点在色层分离前不能用红外灯烤干，否则会发生脱碘作用，使 $^{131}\text{I}^-$ 含量增加。

一、前言

玫瑰红(Rose Bengal)即4, 5, 6, 7-四氯-2', 4', 5', 7'-四碘荧光素的二钠盐, 分子式为 $C_{20}H_2Cl_4I_4Na_2O_5$, 结构式如下:



在一定的温度和压力下，与¹³¹I通过同位素交换反应制得放射性的标记化合物——“玫瑰红-¹³¹I”制剂。它常用于肝功能的研究及其它一些疾病的诊断。

由于受原材料纯度的限制，或标记过程中条件控制不准，以及贮存中的辐射自分解，使该制剂中除存在游离 $^{131}\text{I}^-$ 这一杂质外，还可能存在一些其它组份，它们在临床诊断中的生物学行为与制剂的主要组份——四氯四碘荧光素不一致^[1,2]。这样，在产品的质量控制分析中，不仅要求测定游离的 $^{131}\text{I}^-$ 含量，还要求测定主要组份——四氯四碘荧光素的含量。国际卫生组织（WHO）^[3]规定在玫瑰红- ^{131}I 制剂中游离的 $^{131}\text{I}^-$ 的放射性不得超过总放射性的10%，以四氯四碘荧光素形式存在的 ^{131}I 的放射性不得低于总放射性的70%。并推荐分别以

1978年8月8日收到；本文曾于1979年9月核化学与放射化学论文报告会上报告。

纸上色层和薄层色层来测定，操作比较繁杂。

本工作对比了一些已报道的方法^[3-10]，通过实验找出了
一种简便而又可靠的纸上色层分离法，可以同时测定玫瑰红
 $-^{131}\text{I}$ 制剂中游离的 $^{131}\text{I}^-$ 和四氯四碘荧光素的含量。

二、实验程序

实验中采用了国产的新华中速色层纸，并以 Whatman
№ 1、№ 2色层纸对比。用断面烧圆的玻璃毛细管将样品
加到色层纸条的起始点上，色层纸条裁成如图 1 所示形状，
中间从起始线以下到前沿以上剪去一条，以免样品在较长
的分离过程中发生偏斜，引起误差。

样点直径在 4 毫米以下，点样后不干燥，立即挂入带有
磨口盖的 $\phi 9 \times 35$ 厘米的玻璃缸中，按上行色层法分离。溶
剂的液面距起始线约 1 厘米。色层分离完毕后取出在空气中
干燥，然后制成放射性自显影图，或以 β 自动色层扫描仪测
量放射性在纸条上的分布。

所用放射性制剂：玫瑰红- ^{131}I 溶液、 Na^{131}I 溶液由本所
同位素车间生产。玫瑰红原材料由北京化工厂提供。其它试
剂皆为二级。

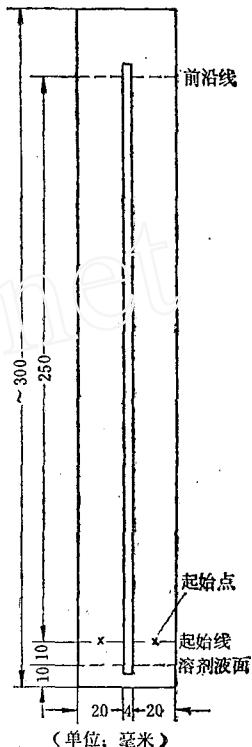


图 1 色层纸条式样

三、实验结果

1. 不同溶剂体系的比较

在已经报道的一些分析方法中，溶剂约有以下几种类型。

(1) 仅用于分析游离碘离子：

- ① 柠檬酸盐的水溶液：柠檬酸铵-水(1:50)^[4]。0.25M 柠檬酸钠溶液^[5]。
- ② 正丁醇-醋酸：正丁醇-2N 醋酸(1:1)^[6]。以 5% 醋酸饱和的正丁醇^[7]。
- ③ 含 1% (体积比) 浓氨水并用戊醇饱和的水^[8]。

(2) 不仅可以分离游离碘离子，也可分离其它组份：

- ① 0.6% 氨水^[7]。
- ② 乙醇-氨水-水：20% 乙醇-5% 氨水(1:1)^[8]。95% 乙醇-浓氨水-水(2:1:17)^[9]。

(3) 其他一些溶剂：

- ① 75% 异丙醇^[10]。
- ② 70% 甲醇^[10]等。

为了选择最好的溶剂，将上述方法进行了对比，以 Na^{131}I 溶液作为 $^{131}\text{I}^-$ 位置的参照点。
前沿皆为 15 厘米，实验结果可分为以下四种情况：

A. 以柠檬酸盐水溶液作溶剂分离的色层谱列于图 2-(1)、(2)。它们能将游离的 $^{131}\text{I}^-$ 从
玫瑰红样品中分离出来，但在分离过程中，玫瑰红样品中的一些有色组份明显地从起始点沿

纸条向下移动，直至溶剂液面。当纸条取出时，下端滴下的溶剂中都有放射性，说明在分离过程中，一部份放射性组份已进入溶剂，对纸条进行测量时记录不到，而 $^{131}\text{I}^-$ 是向上移动的，不会进入溶剂中，这样就会引起 $^{131}\text{I}^-$ 分析值偏高（表1）。因此，这一类溶剂不能用来分析玫瑰红- ^{131}I 制剂中游离的 $^{131}\text{I}^-$ 含量。在一些文献中^[4,5]，可能只着重于分离的好坏，忽略了样品中一些组份的下移现象。

表1 不同溶剂测定玫瑰红- ^{131}I 制剂中 $^{131}\text{I}^-$ 的结果

溶剂	$^{131}\text{I}^-$ 含量，%
柠檬酸铵-水 (1:50)	8.3
95%乙醇-浓氨水-水 (2:1:17)	6.4
含1% (体积比) 浓氨水并用戊醇饱和的水	6.6

B. 以正丁醇-醋酸作溶剂，也能从玫瑰红中分离出 $^{131}\text{I}^-$ 。在只要分析制剂中的 $^{131}\text{I}^-$ 含量时可以使用，但玫瑰红有色点从前沿起拖着一条很长的尾巴。见图2-(3)、(4)。分离速度也很慢，上行15厘米约需六、七小时。

C. 以0.6%氨水或乙醇-氨水-水作溶剂时，除能分离出 $^{131}\text{I}^-$ 外，也在一定程度上分离了玫瑰红的其它组份。同时还观察到，原来仅用于分析游离碘离子的以含1% (体积比) 浓氨水，并以戊醇饱和的水作溶剂分离时，也得到类似的结果。见图2-(5)、(6)、(7)、(8)。当然，对其它组份的分离是不够完全的，尽管如此，这类溶剂还是比较好的，因为它们不仅分离了 $^{131}\text{I}^-$ ，如选择合适的条件，也有可能很好地分开玫瑰红中的其它组份。

D. 另一些溶剂，如象75%异丙醇、70%甲醇等，在色层分离时，能分开玫瑰红的一些不同组份，但与 $^{131}\text{I}^-$ 分不开。见图2-(9)、(10)。这就不适用于玫瑰红- ^{131}I 制剂质量控制分析这一目的。

2. 溶液组成的确 定

对上述较好的一类溶剂进行了比较，用它们来分离具有复杂组份的玫瑰红样品，使前沿达25厘米。得到的结果示于图3。以20%乙醇-5%氨水(1:1)为溶剂分离时，各组份互相衔接，分不开，图中未列入。从图中可以看到，以0.6%氨水为溶剂时，除最下面两个组份外，其余皆分离较好。见图3-(1)。而以含1%浓氨水(体积比)并用戊醇饱和的水为溶剂时，却使最下面两个组份分离最好，但上面两个组份则分不开。见图3-(3)。为此，结合这两种溶剂的优点，改变氨水和戊醇的浓度，进一步

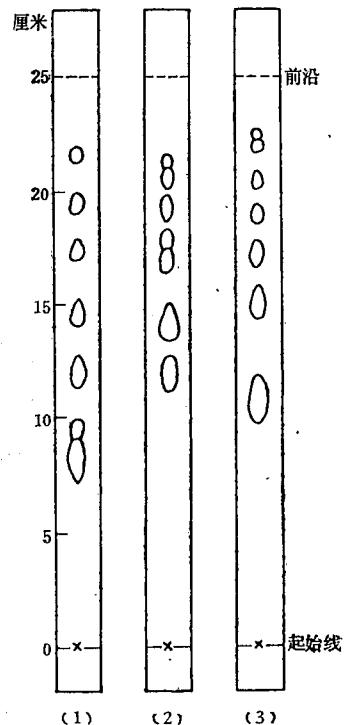


图3 不同溶剂分离具有复杂组份的玫瑰红样品的色层谱

(1) —— 0.6% 氨水；
 (2) —— 95% 乙醇·浓氨水·水 (2:1:17)；
 (3) —— 含1% 浓氨水 (体积比) 并用戊醇饱和的水。

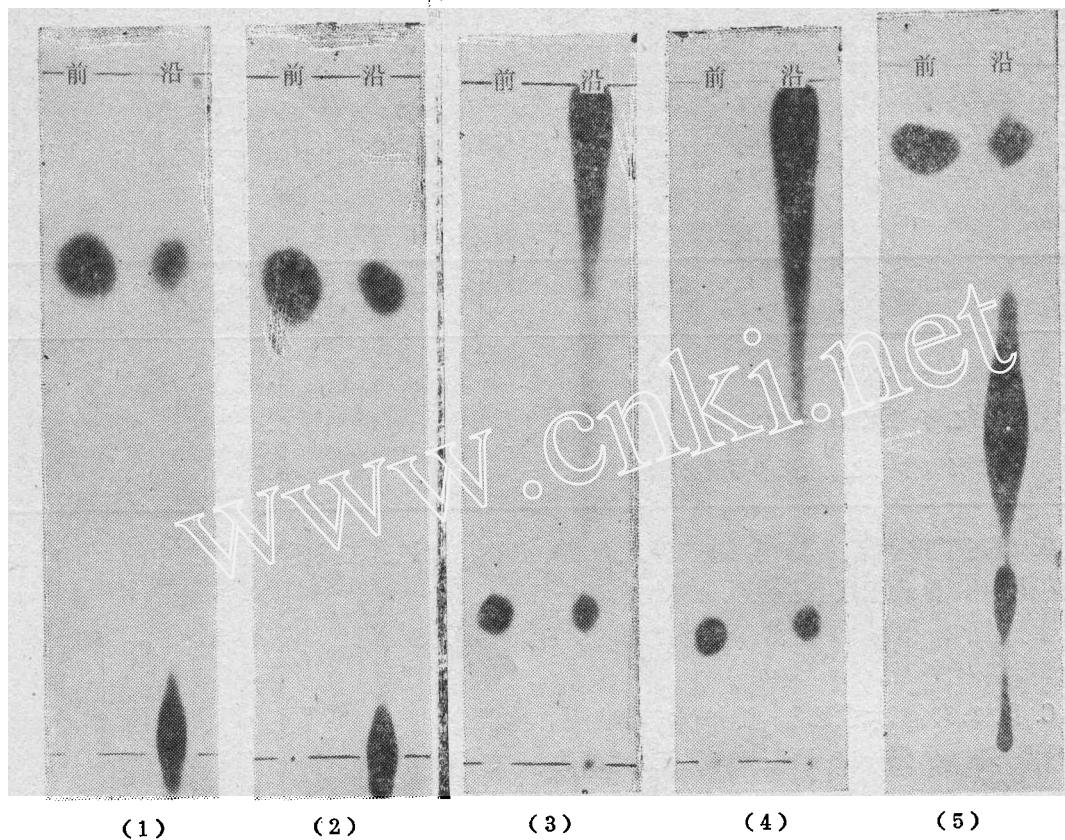


图 2 不同溶剂分离玫瑰红- ^{131}I 制剂的色层谱自显影图
 溶剂: (1)——柠檬酸铵:水(1:50); (2)——0.25M 柠檬酸钠水溶液; (3)——正丁醇:2N 醋酸
 (1:1); (4)——以5%醋酸饱和的正丁醇; (5)——含1%浓氨水(体积比)并以戊醇饱和的水。

(上接第 8 页, Continued from page 8)

THE ABSOLUTE DETERMINATION OF CUMULATIVE YIELD OF SEVERAL NUCLIDES FROM THERMAL NEUTRON AND FISSION SPECTRUM NEUTRON INDUCED FISSION OF ^{235}U

INSTITUTE OF ATOMIC ENERGY

ABSTRACT

It is reported in this paper that during the thermal neutron fission of ^{235}U , the absolute cumulative yields of ^{95}Zr , ^{99}Mo and ^{144}Ce as determined by radiochemical method, are $(6.39 \pm 0.21)\%$, $(6.08 \pm 0.16)\%$ and $(5.34 \pm 0.34)\%$ respectively. Whereas for the fission of fission spectrum neutron of ^{235}U , cumulative yields of ^{95}Zr , ^{99}Mo , ^{103}Ru , ^{106}Ru , ^{144}Ce and ^{147}Nd are $(6.56 \pm 0.28)\%$, $(6.38 \pm 0.18)\%$, $(3.36 \pm 0.18)\%$, $(0.638 \pm 0.045)\%$, $(5.28 \pm 0.20)\%$ and $2.36 \pm 0.11\%$ respectively.

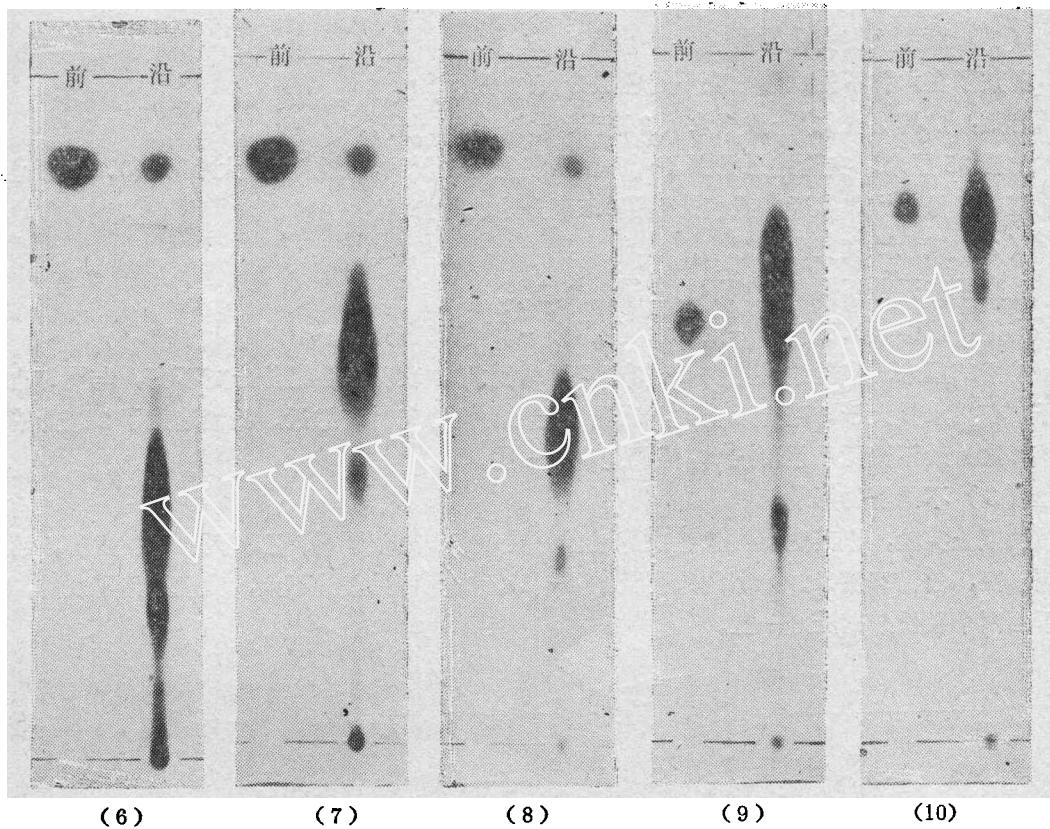


图2 (续)

溶剂: (6)—0.6%氨水; (7)—20%乙醇:5%氨水(1:1); (8)—95%乙醇:浓氨水:水(2:1:17);
 (9)—75%异丙醇; (10)—70%甲醇。

简讯 1979年11月20—21日在日本东京召开了第十四次日本放射性同位素会议, 其中心议题是“同位素辐射的应用现状和新应用的可能性”, 共发表32篇报告。我国代表团一行七人首次参加这一会议。团长徐冠仁在会上作了“原子能在中国农业上的应用”、副团长肖伦作了“中国堆制同位素二十年”的报告, 均受到与会者热烈欢迎。

* * *

核放消息 受美国卡特总统委派、以Kemeny为首的调查三里岛核电站事故(TMI)的委员会在1979年10月底公布了调查报告。报告中说, 如果在事故发生时操作人员不去干预反应堆的安全自动控制系统, 而是听任它自己运转, 则事故本来可以是微不足道的。报告中还说, 事故对于核电站地区的居民和环境没有造成永久性的损害, 事故辐射外逸造成的致癌率为零或最大为1/32500。Kemeny委员会根据TMI的经验教训提出改组美国核管理委员会(NRC)并改进其办事程序, 加强对核动力企业的管理, 对于操作人员加强培训和考核, 改善对公众的宣传报导等等七项建议。卡特业已指定以布热津斯基为首的九人小组对这份报告进行审议。〔见 Nuclear News 1979年12月第26页〕

进行试验。

(1) 戊醇浓度变化的影响。

观察了在六种不同戊醇浓度下的色层分离结果。

溶剂：戊醇（变化）-浓氨水（2毫升）-水（100毫升）。

前沿25厘米。实验结果见图4-(1)。从图上可以看到，戊醇含量太小时（0.25毫升），玫瑰红的组份向 $^{131}\text{I}^-$ 靠近，我们选用了0.5毫升的戊醇含量。

(2) 氨水浓度变化的影响。

观察了在五种不同氨浓度下的色层分离结果。

溶剂：戊醇（0.5毫升）-浓氨水（变化）-水（100毫升）。

前沿25厘米。实验结果见图4-(2)。不加氨水时，玫瑰红各组份分离不好，与 $^{131}\text{I}^-$ 也分不开。在氨水量大于4毫升以上时，玫瑰红上面的组份向 $^{131}\text{I}^-$ 靠近。我们选用了2毫升的氨水量，这时最下面两个组份的 R_f 值相差也大一些。

(3) 不同醇的影响。

按以上实验，以其它醇类代替戊醇进行色层分离，比较了甲、乙、丙、丁、戊醇，溶剂比例不变，前沿25厘米。分离结果列于图4-(3)。由图可见差异不大，我们选用了戊醇，使最下面两个组份分离更好一些。

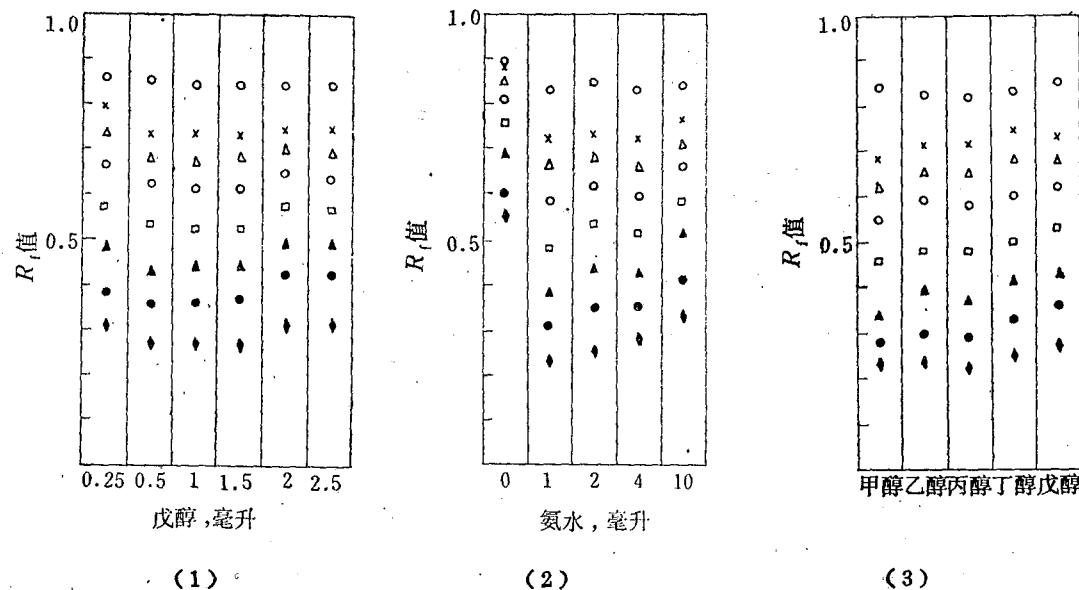


图4 在不同戊醇和氨浓度下及不同醇对玫瑰红样品色层分离的影响
图中色层纸最上方的○表示 $^{131}\text{I}^-$ ，其余符号代表玫瑰红中的不同组份。

综合以上试验，得出了合适的溶剂组成为：戊醇-浓氨水-水（0.5:2:100）。用它来分离玫瑰红- ^{131}I 制剂得到的结果示于图5和图6。

从图中可以看出，分离的结果是比较好的，不仅分离出了 $^{131}\text{I}^-$ ，而且对于具有七、八个复杂组份的玫瑰红样品也能够清晰地分开（图5）。图5中画虚线的圆圈是一个没有放射性的有色点。当用于分离较纯的玫瑰红- ^{131}I 制剂时，分离效果更为良好（图6）。在以下的实验中全部采用这一溶剂。

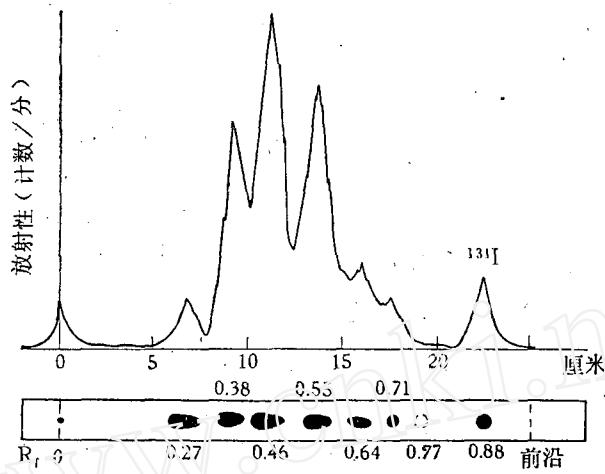


图 5 具有复杂组份的玫瑰红- ^{131}I 制剂的色层谱及扫描图

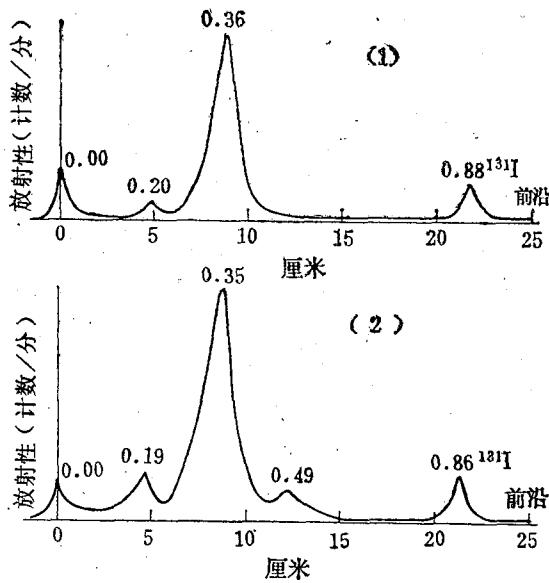


图 6 较纯的玫瑰红- ^{131}I 制剂的色层谱扫描图

(1) 经纯化的制剂; (2) 未经纯化的制剂。

3. 玫瑰红样品中各组份的鉴别

在图 5 的色层谱图上, 共有九个点, 其中有一个是没有放射性的有色点 (图上用虚线圈出)。除第九个点 (R_f 值约 0.88) 以 Na^{131}I 对照, 确定是 $^{131}\text{I}^-$ 点之外, 还需确定其它各点是何种组份。

我们将具有复杂组份的玫瑰红原料进行色层分离, 色层谱干燥后, 将各组份剪开, 用 1—2 N NH_4OH 溶液从纸上洗提各组份, 然后在分光光度计上测量这些洗提液的吸收峰值。测量结果示于图 7。这些数据与文献^[11-13] 中以其它洗提液测得的结果相当吻合。参考这些数据, 可以确定出大部份色层点的组成 (表 2)。

在分析了一些不同的玫瑰红样品后, 发现图 5 中 R_f 值约为 0.27 的第二个放射点 (桔红

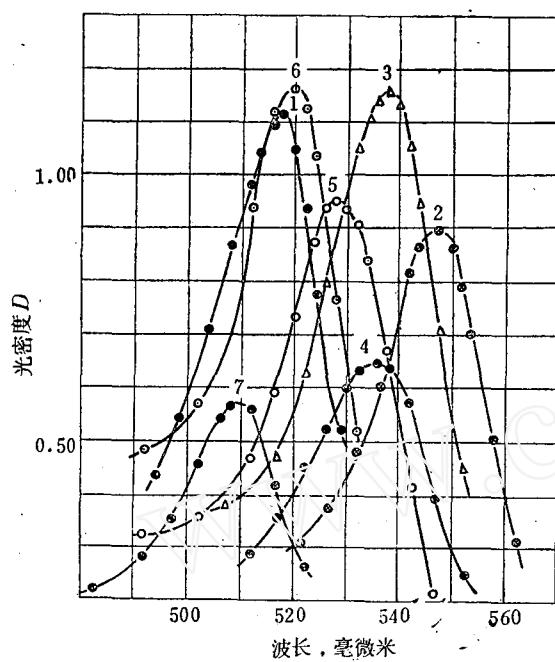


图 7 玫瑰红原料中分离出的各组份洗提液的吸收曲线

曲线号	组份的 R_f 值	吸收峰值， 毫微米
1	0.27	518
2	0.38	548
3	0.46	538
4	0.55	536
5	0.64	528
6	0.71	520
7	0.77	510

表 2 玫瑰红样品中分离出的各组份

序号	R_f 值	吸收峰值， 毫微米	斑点颜色	组份名称
1	0.00	未测到	淡红色	未鉴别出
2	0.20	未测到	无色	未鉴别出
3	0.27	518	桔红色	三碘荧光素
4	0.38	548	紫红色	四氯四碘荧光素
5	0.46	538 ¹⁾	浅红色	四氯三碘荧光素
6	0.55	536 ¹⁾	浅红色	二氯三碘荧光素
7	0.64	528	桔黄色	四氯二碘荧光素
8	0.71	520	桔黄色	四氯一碘荧光素
9	0.77	510	黄绿色荧光	四氯荧光素 ²⁾
10	0.89		无色	游离 ¹³¹ I ⁻

1) 这两个点 Raban 和 Gregora^[12] 测得的吸收峰值皆为 536 毫微米, 我们测到的结果则分别为 538 和 536 毫微米, 按 Cifka^[13] 的数据这两个点的组份可能分别为四氯三碘荧光素和二氯三碘荧光素。

2) 该点因系四氯荧光素, 不含碘, 不能与¹³¹I 产生同位素交换, 故无放射性。

色), 仅在一个样品中存在; 而在其它样品中常存在一个 R_f 值约为 0.20 左右的无色放射性点(见图 6)。由此可见, 所谓“玫瑰红”并非单一组份, 而是由一些不同组份组成的一个混合物。

4. 纸上脱碘作用

Gopal^[14] 认为在离子交换色层纸上进行色层分离或电泳时, ¹³¹I 的有机标记化合物加到纸上后, 不能干燥, 否则有脱碘的危险。这一现象对于玫瑰红-¹³¹I 制剂的质量控制分析很为

重要。因此，对国产新华中速色层纸和 Whatman № 1、№ 2 色层纸进行了实验。样品用毛细管加到色层纸上后，分别经下列四种方式处理，再进行色层分离。

(1) 用红外灯烤干(约在60—70℃)；

(2) 用热风吹干(约在90—100℃)；

(3) 用冷风吹干(室温下)；

(4) 不干燥。

这四种情况下的分析结果列于表 3。上述三种色层纸的实验结果是一致的。

表 3 玫瑰红-¹³¹I 样品在色层纸上经不同方式处理后的分析结果

处 理 方 式	四氯四碘荧光素, %	游 离 ¹³¹ I ⁻ , %	二 者 之 和, %
红外灯烤干	57.4	13.8	71.2
热风吹干	63.3	7.5	70.8
冷风吹干	62.4	7.6	70.0
不 干 燥	64.7	7.1	71.8

从表 3 中可以看出，样品加在色层纸上后，用热风或冷风吹干皆无脱碘作用，但不能用红外灯烤干，尽管温度虽低，但可能由于受到较强的光的照射，引起样品脱碘，使游离的¹³¹I⁻含量大为增加。从表 3 中还可以看到，在四种不同情况下，样品中四氯四碘荧光素与游离¹³¹I⁻含量之和基本不变。受红外灯照射的样品中，游离的¹³¹I⁻增加的量大体上等于四氯四碘荧光素减少的量。这就表明，玫瑰红-¹³¹I 制剂由于脱碘作用所增加的¹³¹I⁻，主要是从制剂的主要成份——四氯四碘荧光素上脱落下来的。

5. 其它色层分离条件

(1) 展开前沿。经多次分离确定，在只需测定制剂中¹³¹I⁻的含量时，前沿到15厘米即可。当同时还要测定四氯四碘荧光素的含量时，前沿必须到25厘米以上，这时四氯四碘荧光素才能清晰地分离出来。不同前沿时的色层谱扫描图列于图 8。图中 R_f 0.23 的峰为一无色组份，R_f 0.40 的峰是四氯四碘荧光素，R_f 0.52 的峰为四氯三碘荧光素，R_f 0.89 的峰是¹³¹I⁻。样品中的¹³¹I⁻在不同前沿时的分析结果列于表 4。

(2) 样品的 pH 值在 5—12 之间变化时，不影响分析。

(3) 国产新华中速色层纸和 Whatman № 1、№ 2 色层纸分析结果一致，都可使用。

图 9 所示为一玫瑰红-¹³¹I 样品在上述选定的色层分离条件下，得到的扫描图和自显影图。四氯四碘荧光素和相距最近的四氯三碘荧光素能够清晰地分开。

6. 方法的精密度、准确度

对精密度测定了三次，每次平行 8 个样点，分在四个色层缸中分离。

分析¹³¹I⁻含量的精密度为±(1.7—4.0)%，随¹³¹I⁻含量而定。

分析四氯四碘荧光素含量的精密度为±1.2%左右。

精密度以 $\frac{\sigma t}{C V / n} \times 100\%$ 表示之，其中 σ 为标准偏差，t 为可信度 95% 时的 Student 值，

\bar{C} 为测定的平均值，n 为测定次数（本实验中 n = 8）。

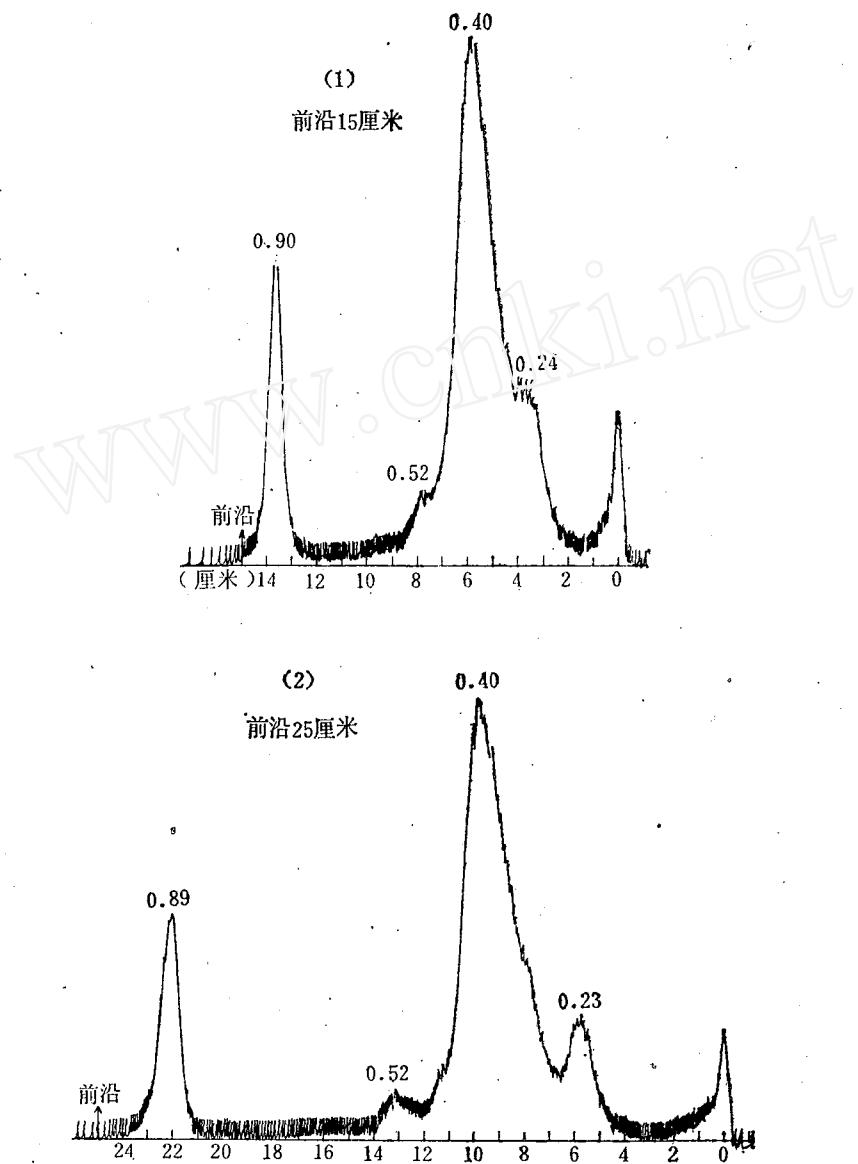


图 8 不同前沿时玫瑰红- ^{131}I 产品的色层谱扫描图

表 4 不同前沿时玫瑰红- ^{131}I 制剂中 $^{131}\text{I}^-$ 含量的分析结果

前 沿, 厘 米	分离时间*, 分	游 离 $^{131}\text{I}^-$ 含 量, %		
		1	2	3
15	76	7.6	11.2	15.3
25	158	7.3	10.8	15.5

* 在室温26°C下。

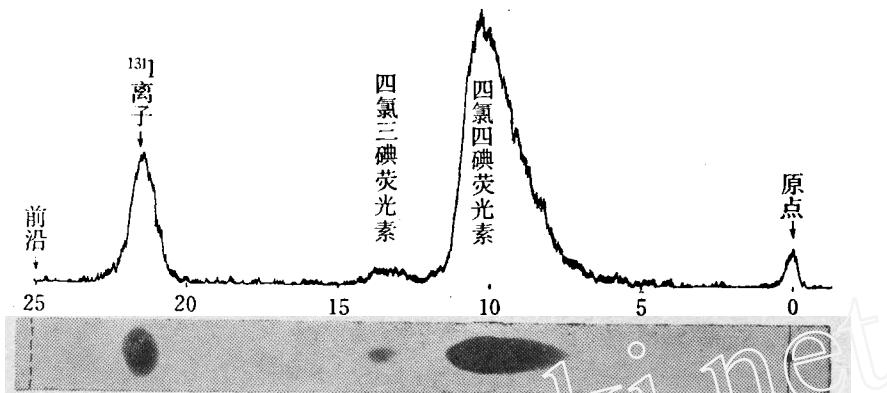


图9 玫瑰红- ^{131}I 样品的色层谱扫描图和自显影图

表5 向玫瑰红- ^{131}I 制剂中加入 $^{131}\text{I}^-$ 的回收率*

序号	原始样品中 $^{131}\text{I}^-$ 含量, 毫居/毫升 a	向样品中加入的 $^{131}\text{I}^-$ 量, 毫居/毫升 b	加入后测得样品中 $^{131}\text{I}^-$ 总量, 毫居/毫升 c	测得加入的 $^{131}\text{I}^-$ 量, 毫居/毫升 c-a	^{131}I 的回收率,% $\frac{c-a}{b} \times 100$
1	0.363	0.199	0.559	0.196	98.5
2	0.363	0.493	0.849	0.486	98.6

* 表中数据为8次分析的平均值。

以 Na^{131}I 标记玫瑰红时，需在 120°C 下反应30分钟，才能标记上去，可见在常温、常压下这一同位素交换反应速度是比较慢的。同时玫瑰红- ^{131}I 溶液与 Na^{131}I 溶液的pH值相近。因而采用了加入回收法来测定本方法（用于分析 $^{131}\text{I}^-$ 含量时）的准确度。即向一已知 $^{131}\text{I}^-$ 含量的玫瑰红- ^{131}I 制剂中，加入一定量已知浓度的 Na^{131}I 溶液（作为 $^{131}\text{I}^-$ 离子），加入后摇匀，立即取样，分析这时制剂中的 $^{131}\text{I}^-$ 含量，将测得量减去样品中原有的 $^{131}\text{I}^-$ 的量与加入量比较，求出回收率。测定结果列于表5。观察了两种不同的加入量，从表5中看到，回收率皆在98%左右。因此，用本方法来测定玫瑰红- ^{131}I 制剂中游离的 $^{131}\text{I}^-$ 的含量是准确可靠的。

四、结 论

1. 本方法可用于玫瑰红- ^{131}I 制剂的常规质量控制分析，简便可靠。一次分离可同时测定制剂中的四氯四碘荧光素和游离 $^{131}\text{I}^-$ 的含量。

分析条件：新华中速色层纸，或 Whatman № 1、№ 2色层纸。溶剂组成：戊醇-浓氨水-水（0.5:2:100）。按上行法分离。前沿25厘米。若只需分析其中的 $^{131}\text{I}^-$ 含量，前沿到15厘米即可，分离时间只需1小时左右。

2. 样品加到色层纸上后，可以吹干或不干燥即进行色层分离，但不能用红外灯烤干，否则会引起脱碘，使 $^{131}\text{I}^-$ 含量增加。

3. 本方法测定游离 $^{131}\text{I}^-$ 的精密度为±(1.7—4.0)%，随 $^{131}\text{I}^-$ 含量而定。

测定四氯四碘荧光素的精密度为±1.2%左右。

4. 本方法测定游离 $^{131}\text{I}^-$ 的回收率在98%左右。

参 考 文 献

- [1] В. Т. Харламов и др., Методы Анализа Радиоактивных Препаратов, Атомиздат, 1965, Ст. 17—27.
- [2] F. W. Lima & R. R. Pieroni, Nature, 184, 1065 (1959).
- [3] WHO Expert Committee on Specifications for Pharmaceutical Preparations, WHO Technical Report Series № 567, 1975, Geneva, p. 63—64.
- [4] Radioisotope Production and Quality Control, IAEA, Technical Reports Series № 128, 1971, Vienna, p. 871.
- [5] N. G. S. Gopal, Intern. J. Appl. Radiat. Isotopes, 17, 75 (1966).
- [6] W. Hartrodt, Nucl. Med., 3, 4, 382(1963).
- [7] Y. S. Kim, Anal. Contr. Radiopharm., IAEA, 1970, Vienna, p. 86—89.
- [8] J. Inogaka, Pharmac. Soc. (Japan), 73, 735(1963).
- [9] K. B. Taylor, Nature, 185, 243(1960).
- [10] A. Vallenciano & A. Ibarra, Rev. Assoc. Bioquim. Argent., 20, 292(1955).
- [11] V. Jovanović et al., Isotopenpraxis, 7, 218(1971).
- [12] P. Raban et al., Intern. J. Appl. Radiat. Isotopes, 19, 361(1968).
- [13] J. Cifka, Anal. Contr. Radiopharm., IAEA, 1970, Vienna, p. 161—163.

THE ANALYSIS OF ROSE BENGAL-¹³¹I

PREPARATION BY PAPER CHROMATOGRAPHY

Jing Lie Ma Gairong

(Institute of Atomic Energy)

ABSTRACT

The analysis of rose bengal-¹³¹I preparation by PC has been investigated. Analytic conditions were determined. Chromatographic separation was carried out by the ascending technique with solvent system: n-amyl alcohol-conc. ammonium hydroxide-water (0.5:2:100) on domestic "Xin Hua" medium speed chromatographic paper, Whatman № 1 or № 2 paper. The front was 25cm. The time was 2 to 4 hours. The method is suitable for routine quality control of the preparation. After one-dimensional chromatography, content of ¹³¹I⁻ and tetraiodotetrachloro-fluorescein in the preparation can be determined at the same time.

Deiodination of sample on paper has also been studied. Before chromatographic separation, the sample point should not be dried by infrared lamp, otherwise deiodination will occur, and the content of iodide ion will be increased.