

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-315831

(43)公開日 平成7年(1995)12月5日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 C 3/02		E		
B 0 1 D 53/58			B 0 1 D 53/ 34	1 3 1

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平6-118040

(22)出願日 平成6年(1994)5月31日

(71)出願人 591121867

株式会社生体機能研究所

大阪府大阪市淀川区十三本町2丁目17番85号

(72)発明者 小川 恭弘

大阪府池田市緑丘2丁目2番10号

(72)発明者 三宅 可浩

大阪府茨木市水尾1丁目6-32

(74)代理人 弁理士 青山 葆 (外2名)

(54)【発明の名称】 アンモニアフリーのシアンガスの調製法

(57)【要約】

【目的】 アンモニアガスが混在するシアン含有混合ガスからアンモニアガスを含まないシアンガスを調製する。

【構成】 シアン含有混合ガスを酸性イオン交換樹脂充填筒に導き、これを通過させる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アンモニアガスが混在するシアン含有混合ガスを酸性イオン交換樹脂を充填した容器に導き、これを通過させることによって、混在するアンモニアガスをイオン交換樹脂に捕捉させ、アンモニアを含まないシアンガスを得ることを特徴とするアンモニアフリーのシアンガスの調製法。

【請求項2】 シアン含有混合ガスが、メタンより生成されたものである、請求項2の方法。

【請求項3】 シアン含有混合ガスが ^{11}C 標識メタンより生成された ^{11}C 標識シアン含有混合ガスである、請求項2の方法。

【請求項4】 内部に酸性イオン交換樹脂が充填された充填筒とその外周に熱媒体が循環する熱媒体循環筒を有し、充填筒の下部にアンモニアガスが混在するシアン含有混合ガス導入部を、育填筒の上部にアンモニアガスフリーのシアンガス導出部を備えた、アンモニアガスが混在するシアン含有混合ガスからのアンモニアガス捕捉容器。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【産業上の利用分野】本発明は、アンモニアガスが混在するシアン含有混合ガスからアンモニアガスを酸性イオン交換樹脂によって捕捉することによるアンモニアフリーのシアンガスの調製法に関する。特に本発明は、メタンガスより合成されたシアンガスに混在するアンモニアガスを酸性イオン交換樹脂によって捕捉することにより、アンモニアの混入していないシアンガスを簡便に得るという、シアンガスの調製法に関する。さらに本発明は、特にポジトロンエミッショントモグラフィ（Positron Emission Tomography: PET）で用いられる ^{11}C 標識化合物の合成原料として適したアンモニアの混入していない ^{11}C 標識シアンガスの簡便な調製法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、アンモニアガスの混在するシアン含有混合ガスからのアンモニアフリーのシアンガスを調製する方法としては、幾つかの方法が知られているが適当なもの存在しない。特に本発明が目的としている核医学の分野では、 ^{11}C 、 ^{13}N 、 ^{15}O 、 ^{18}F などの陽電子放出短寿命核種で標識された生体関連物質を用いて、生体機能や癌の診断などを行うPETが盛んに行われており、PETで用いられる標識化合物のうち ^{11}C で標識された化合物は、サイクロトロンによる照射やそれに続く合成装置によって得られる ^{11}C 標識の炭酸ガスやメタンガス、ヨウ化メチル、シアンガスを原料として合成されている。そしてこれらのうち ^{11}C 標識シアンガスは、 ^{11}C 標識メタンガスを含むヘリウムなどの不活性ガスをアンモニアガスと混合し、加熱した白金触媒カラムを通すという、いわゆるアンモオキシデーション法によって、

^{11}C 標識シアンガスを含む混合ガスとして得られる。しかしこの混合ガスには大量のアンモニアガスが混入しており、これを標識化合物合成に用いる場合には、アンモニアを除去することが必要になることが多い。そのためにアンモニアの除去の方法がいくつか開発されてきた。例えばヨーロッパ・ジャーナル・オブ・ヌクレアー・メディシン（Europ. J. Nuc. Med.）の第10巻（1985年）p.481~486には、アンモニアを含む ^{11}C 標識シアンガスをアルカリ水溶液にトラップした後、硫酸を加えて酸性溶液とし、 ^{11}C 標識シアンガスのみを窒素ガスによって払い出すという方法が記載されている。またインターナショナル・ジャーナル・オブ・ヌクレアー・メディシン・アンド・バイオロジー（Int. J. Nuc. Med. Biol.）の第4巻（1977年）p.185~193には、 -20°C で ^{11}C 標識シアンガスのみを冷却トラップした後に昇温して払い出し、アンモニアを含まないシアンガスを得るという方法が記載されている。しかしこれらの方法は、アンモニア除去操作のための特別な装置が必要であり、またこれらの操作を行うために要する時間は、半減期が約20分と短寿命の ^{11}C 標識化合物の合成を行ううえで損失となる。

【0003】一方、時間的ロスが少ないと考えられるオンラインのアンモニアガス除去法としては、ジャーナル・オブ・ラベルド・カンパウンズ・アンド・ラジオファーマシューティカルズ（J. Label. Comp. Radiopharm.）の第25巻（1988年）p.233~245記載の方法があり、ここでは ^{11}C 標識シアンガスとアンモニアガスを含む混合ガスを、オンラインで硫酸にバブリングさせてアンモニアを捕捉する方法が記載されている。しかしこの方法は、強酸である硫酸を用いるために、配管に耐酸性の配慮を必要とする他、生成する硫酸アンモニウムが結晶としてラインの途中で析出して配管を詰まらせるなどのトラブルが発生することが懸念される。他にオンラインのアンモニアガス除去法としては、インターナショナル・ジャーナル・オブ・ヌクレアー・メディシン・アンド・バイオロジー（Int. J. Nuc. Med. Biol.）の第12巻（1985年）p.349~352にホウ酸を充填したカラムを通してアンモニアを捕捉する方法が記載されているが、詳細な方法や具体的な方法の効果は示されていない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、簡便で時間的ロスもなく操作上のトラブルの発生も少なく、しかも確実にアンモニアガスを捕捉することによって、シアンガスと共にアンモニアガスを含む混合ガスより、アンモニアガスを含まないシアンガスを得ること、特にアンモニアを含まない ^{11}C 標識シアンを得て、 ^{11}C 標識化合物合成のための原料に提供しようとするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、シアンガスと共にアンモニアガスを含む混合ガスを、イオン交換

樹脂を詰めた容器を通すことによってアンモニアガスが簡便かつ効果的に捕捉され、アンモニアガスを含まないシアンガスが得られることを見だし、さらに詳細な検討を経て本発明を完成した。以下、本発明をさらに詳細に説明する。

【0006】アンモニアガスが混在するシアン含有混合ガスとしては、アンモニアガスをどのような割合で含むものでもよい。特に¹¹C標識メタンガスより合成された¹¹C標識シアンは、アンモニアガス及びキャリアとしてのヘリウムなどの不活性ガスとの混合ガスとして得られるが、これをそのまま適用するので都合がよい。この混合ガスの流出ラインに、予め酸性イオン交換樹脂を充填した容器を接続しておき、混合ガスを樹脂内に導入し通過させることができる。

【0007】酸性イオン交換樹脂としては、好ましくはスルホン酸型である強酸性イオン交換樹脂（例えばオルガノ社製アンバーリスト15など）が良い。用いる樹脂の量は、混在するアンモニアガスの化学量論量を越える量、好ましくは2倍ないし10倍程度用いるのがよい。又、樹脂は通常室温ないし150℃程度に、好ましくは30℃ないし120℃に加温するのがよい。

【0008】従って、本発明に適用されるアンモニアガスの捕捉容器としては、内部に酸性イオン交換樹脂が充填された充填筒とその外周に熱媒体が循環する熱媒体循環筒を有し、充填筒の下部に混合ガス導入部を、上部にアンモニアガスフリーのシアンガス導出部を備えた構造のものがよい。そのような捕捉容器の実施態様として図に示すものを挙げうる。図において、1は充填筒、2はイオン交換樹脂、3はグラスウール、4は熱媒体循環筒、5は熱媒体、6は混合ガス導入部、7は導入口、8はシアンガス導出部、9は導出口、10は熱媒体入口、11は熱媒体出口である。充填筒の内径と熱媒体循環筒の内径との割合は1:2~3程度、樹脂が充填されている部分の高さと充填筒内径での割合は7~9:1程度がよい。又、熱媒体入口と熱媒体出口は、図から明らかなように30ないし35°程度ずらして取りつけるのがよい。又、混合ガス導入部、シアンガス導出部は充填筒とコネクターで接続するようにになっている。

【0009】

【発明の効果】このようにして樹脂を通すことで、アンモニアはイオン交換樹脂に捕捉され、アンモニアを含まない¹¹C標識シアンガスがキャリアガスとの混合ガスとして得られる。本方法はオンラインの方法であるため、捕捉操作に要する時間的ロスはほとんどない。用いる器具も例えば図に示すような簡単な容器でよく、アルカリ溶液にシアンガスをトラップした後に酸性にして再びシアンガス発生させる方法や、シアンガスのみを冷却トラップ後昇温して払い出す方法にて用いられるような複雑な装置は不要である。また硫酸を用いる方法のような耐酸性に対する配慮も不要で、塩析出によるトラブル

発生のおそれもない。以下に本発明の代表的な実施例をあげるが、本発明はこの実施例に限定されるものではない。

【0010】実施例1

イオン交換樹脂収容部分が内径10mm、高さ80mmの充填筒とその外周に内径25mm高さ80mmの熱媒体循環筒を有し、充填筒の下部に下方に15mm（内径は充填筒と同じ）、水平に20mm（内径3mm）、上方に25mm（内径3mm）（いずれも最も長い部分の長さ）のコの字形のシアン含有混合ガス導入部を、充填筒の上部に、上方に12mm（内径は充填筒と同じ）の円筒部とその上に高さ20mm（内径3mm）の管部を有するシアンガス導出部を備えた構造の容器の充填筒内部に、アンバーリスト15（オルガノ社製）2gを充填し、アンモニアを含んだ¹¹C標識シアンの混合ガスの排出ラインの先に接続した。樹脂の周りの熱媒体循環筒には、80℃の温水を循環させて、樹脂を同温程度まで加温しておいた。ここに、¹¹C標識シアン、アンモニア及びヘリウムの混合ガスを通させた。ガスの流量は、総流量120ml/分、そのうちアンモニアガス流量10ml/分とした。通過して得られる¹¹C標識シアンは、キュリーメーター内に設置したソーダ石灰に捕捉して、その放射量を測定した。その結果、サイクロトロン照射条件がビーム電流値15μA、加速エネルギー18MeVで窒素ガスタージットを40分間プロトン照射したものを¹¹C標識原料とした場合、合成終了時（照射終了後13.0分）で7.36GBq（199mCi）のアンモニアを含まない¹¹C標識シアンが得られた。

【0011】参考例1

アンモニアガスが混入していないことを確認するために、以下のような実験を行った。キャリアガスとしてはヘリウムガスを用い、ガス総流量120ml/分、そのうちアンモニアガス流量10ml/分の混合ガスを、アンバーリスト15（オルガノ社製）を2g充填した実施例1で用いたと同じ容器（周りには80℃の温水を循環させた）へと導き通過させた。樹脂容器を通過して出てきたガスを、ガス検知管No.3L（ガステック社製）に導入し通過させることによって、ガス中のアンモニアガスの含有量を測定した。その結果、イオン交換樹脂を通過したガス中のアンモニアガスの量は、ガスを流しはじめから30分後までは2ppm以下であった。

【図面の簡単な説明】

【図1】 アンモニアガスが混在する含有混合ガスからのアンモニアガス捕捉容器の平面図。

【図2】 図1のアンモニアガス捕捉容器のA・A線断面図。

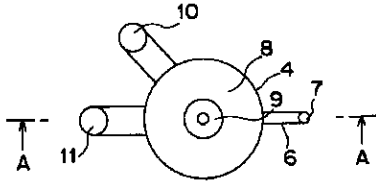
【符号の説明】

- 1 充填筒
- 2 酸性イオン交換樹脂
- 3 グラスウール

- 4 熱媒体循環筒
- 5 熱媒体
- 6 混合ガス導入部
- 7 導入口

- 8 シアンガス導出部
- 9 導出口
- 10 熱媒体入口
- 11 熱媒体出口

【図1】



【図2】

