

表 4 实验结果

编号	投料量		产率		
	1'-C ¹⁴ -庚酸钠	炔诺酮, mg	放射性强度, μCi	比度	放化产率, %
1	100 mg, 500 μCi	600	360		72
2	100 mg, 1.45 mCi	600	450		65

讨论与结果

1. 6,7-去氢-19-去甲基雄甾二酮 (V) 在 Pd/CaCO₃ 催化氟化后, 硅胶 G 板层检定, 均发现在前沿有少量杂质峰, 但在紫外光谱测定中不显出杂质的吸收峰; 在活性实验中, 杂质的放射性强度比显示的化学量大得多。因此, 我们推测可能在催化氟化时进一步反应的副产物, 但未作进一步证实。

2. 炔化反应在模拟试验中, 用 19-去甲基雄甾二酮 (I) 与乙炔锂乙二胺络合物进行反应, 得到产率 60%, 而在活性实验中, 产率较低 (25%、33%)。推测是否由于氟化时, 3、17 位上的羰基部分还原成醇造成不能炔化之故。

3. 在合成 6,7-³H 炔诺酮庚酸酯时, 我们采用炔诺酮与庚酸的克分子比数为 1:3, 并增加三氟醋酐用量, 反应时间缩短到炔诺酮刚刚溶解。这样, 炔诺酮全部作用, 而所产生的双酯又是最少。

试验中所用 19-去甲基雄甾二酮由上药九厂提供, 谨致谢。

参 考 文 献

- [1] 浙江人民卫生实验院药物研究所, 动物学报, 21, 222 (1975).
- [2] 浙江长效避孕药科研协作组, 中华医学杂志, 4, 208 (1976).
- [3] J. Zanartu et al., *Obstetrics and Gynecology*, 31, 627 (1968).
- [4] M. Karim et al., *Amer. J. Obstet. Gynec.*, 110, 740 (1971).
- [5] A. G. Schering, 商品目录, Noristerat 1973.
- [6] 浙江长效避孕药鉴定会议资料, 1974.
- [7] 上海第九制药厂脱氢炔诺酮资料, (内部资料), 1972.
- [8] E. J. Merrill et al., *J. Labelled Compounds*, 9, 43 (1973).
- [9] P. N. Pao, *Steroid*, 18, 229 (1971).
- [10] J. A. Kopley and G. F. Taylor, *J. Labelled Compounds*, 7, 545 (1971).
- [11] O. F. Beumel et al., *Org. Chem.*, 28, 2775 (1963).
- [12] 上海有机所、卫生实验院避孕药科研组, 炔诺酮庚酸酯制备方法, 1970.
- [13] E. L. Shopiro et al., *Steroides*, 9, 143 (1967).
- [14] E. L. Shopiro et al., *J. Med. Chem.*, 12, 631 (1969).
- [15] P. E. Schulze, *J. Labelled Compounds*, 5(4), 321 (1969).

同轴型 HPGe 探测器研究成功

原子能研究所 HPGe 探测器小组

采用比利时 Hoboken 公司生产的 HPGe 单晶, 我们研究成功了第一套同轴型 HPGe 探测器。经初步测试, 其主要性能如下: 探测器为双开端同轴; 灵敏体积 34 cm³ (单晶 ϕ 42mm × 25 mm, 孔心直径 8 mm.); 在 1050 伏偏压下, 对 1.33 MeV γ 射线, 能量分辨率为 2.30 keV, 脉冲产生器宽度为 1.39 keV, 峰康比为 23。相对效率为 6%。

探测器性能的进一步提高和研制更大灵敏体积同轴 HPGe 探测器的工作正在继续进行。