

二苯基噻吩的高效液相色谱分析

陈小军, 徐汉虹, 张志祥

(农药与化学生物学教育部重点实验室 华南农业大学 昆虫毒理研究室 广州 510642)

摘要 采用高效液相色谱法,以甲醇-水为流动相,用 C_{18} 柱和紫外检测器分离测定二苯基噻吩的方法。结果表明,二苯基噻吩的标准偏差为0.1193,变异系数为0.1326%,平均回收率为99.56%,线性关系系数为0.9999。

关键词 二苯基噻吩;高效液相色谱;分析

中图分类号: TQ450.7 文献标志码: A 文章编号: 1006-0413(2008)05-0352-02

Analysis of Diphenylthiophene by HPLC

CHEN Xiao-jun, XU Han-hong, ZHANG Zhi-xiang

(Key Lab of Pesticide and Chemical Biology, Ministry of Education, Laboratory of Insect Toxicology, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China)

Abstract: It was introduced that the quantitative analysis of diphenylthiophene by reverse phase HPLC, using methanol and water as mobile phase, using C_{18} column and ultraviolet detector. The results showed that the standard deviation for diphenylthiophene was 0.1193, the variation coefficient was 0.1326%, the average recovery was 99.56%, liner correlation was 0.9999.

Key words: diphenylthiophene; HPLC; analysis

光活化农药是近年来研究的热点,进入20世纪90年代后,我国也开始了对光活化杀虫剂的研究。1993年,徐汉虹等报道了猪毛蒿(*Artemisia scoparia*)精油中的茵陈二炔对斜纹夜蛾(*Spodoptera litura*)的光活化毒杀活性^[1],代表国内研究光活化杀虫剂的开端。此后,国内以华南农业大学为中心,开始了对光活化杀虫剂的系统研究^[2-10]。虽说三联噻吩(*a*-T)对多种昆虫具有良好的光活化毒杀活性,但自从*a*-T光活化活性被发现已经有30多年了,一直没能大规模田间应用,主要原因是其在环境中半衰期太短,合成难度较大,成本高、工业化生产面临很多问题。为了克服*a*-T等光活化物质应用于田间等不足,课题组以具有优异光活化化合物*a*-T为模板,利用生物等排原理,以苯环代替噻吩环合成二苯基噻吩,从而提高了光活化化合物的稳定性和降低了生产成本。前期研究表明,二苯基噻吩在光照条件下对白纹伊蚊、小菜蛾的生物活性与*a*-T相当,但稳定性比三联噻吩强^[11]。本报道研究了利用高效液相色谱检测光活化物质二苯基噻吩的条件和方法,为二苯基噻吩稳定性检测、产品开发及残留检测提供指导。

1 材料与方法

1.1 实验仪器

高效液相色谱仪HP1100(带紫外-可见波长检测器):

美国安捷伦公司生产;紫外-可见分光光度计(带扫描): SHIMADZU公司生产。

1.2 试剂

二苯基噻吩标准品(98.0%) 华南农业大学昆虫毒理研究室合成并标定;二苯基噻吩原药(92.0%) 华南农业大学昆虫毒理研究室合成;甲醇(色谱纯) 德国默克公司;过滤二次蒸馏水 华南农业大学昆虫毒理研究室制备。

1.3 色谱条件

色谱柱 HP ODS Hypersi 250 mm×4.0 mm(i.d.), 5 μ m 柱温 室温;流动相:甲醇-水(体积比85:15) 流速 1.0 mL/min 检测波长 343 nm 进样量 10 μ L;保留时间 约9.916 min。

1.4 操作步骤

标准溶液的配制 准确称取二苯基噻吩标样0.0122 g(精确至0.0001 g)加入到50 mL容量瓶中,加入甲醇并定容至50 mL,摇匀备用,质量浓度为240 mg/L。

试样溶液的配制 称取约含0.0130 g(精确至0.0001 g)二苯基噻吩原药,置于50 mL容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀备用。

含量测定 按上述色谱条件,待仪器工作状态稳定

收稿日期 2007-10-23

基金项目 科技部农业科技成果转化基金(2003440051163) 广东省自然科学基金(04300516) 农药与化学生物教育部重点实验室开放基金资助(药重开04-08)

作者简介 陈小军(1980—)男,在读博士。E-mail: xchenxiaojun2003@163.com。

通讯作者 徐汉虹,教授,博士。Tel: 020-85285127。

后,待相邻两针的相应响应值变化 $<1.5\%$,再按下列程序进样分析:标样溶液,试样溶液,试样溶液,标样溶液。

1.5 计算

二苯基噻吩质量分数 $X(\%)$ 按下式计算:

$$X(\%) = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot P}{A_1 \cdot M_2}$$

式中: A_1 为两针标准二苯基噻吩溶液峰面积平均值

A_2 为两针试样二苯基噻吩峰面积平均值

m_1 为标准品二苯基噻吩试样的质量(g)

m_2 为试样二苯基噻吩的质量(g)

P 为标样中二苯基噻吩的质量分数(%)

2 结果与讨论

2.1 检测波长的选择

将10 mg/L的二苯基噻吩标准溶液,利用可见紫外分光光度计扫描,可得到二苯基噻吩的吸收波长-响应值的紫外吸收图谱,二苯基噻吩的最大吸收波长为343 nm,此时吸光度最大,并且产品中各杂质在此波长时不影响产品的测定,因此选择343 nm作为本方法的最佳检测波长。

2.2 流动相的选择

采用甲醇与水的混合流动相,当甲醇与水的体积比为85:15时,分离情况良好(见图1)。

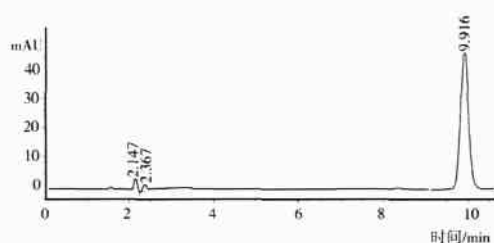


图1 二苯基噻吩试样溶液的液相色谱图

2.3 分析方法的线性相关性

取母液稀释并配制60、30、15、7.5、3.75、1.875 mg/L系列质量浓度的二苯基噻吩标准溶液,分别进样分析。以质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制线性关系曲线。其线性方程为 $y=57.375x+28.118$,相关系数 r 为0.9999。

2.4 分析方法的精密度

在仪器完全稳定的状态下,取一含量为90.0%的样品,连续进样6次,计算出标准偏差为0.1193,变异系数为0.1326%。

2.5 分析方法的准确度

3 mL质量浓度为150 mg/L二苯基噻吩样品溶液中,添加质量浓度为150 mg/L二苯基噻吩标准品3、4、5、6、7、8 mL,则添加的质量分别是0.45、0.60、0.75、0.9、1.05、1.20 mg,进样分析后,扣除样品中原有的二苯基噻吩的含量,测定出回收率分别是99.03%、100.28%、99.21%、99.08%、100.54%、99.12%,平均回收率为99.56%。

3 总结

综上所述,用本方法检测二苯基噻吩,具有检测快速、准确等优点,且重现性、稳定性、分离效果均能满足产品的检验要求,是一种较为理想的分析方法。

参考文献:

- [1] 徐汉虹,赵善欢.猪毛蒿精油的杀虫作用研究[J].华南农业大学学报,1993,14(1):97-102.
- [2] 乐海洋,赵善欢.万寿菊提取物对白纹伊蚊幼虫的光活化活性及有效成分研究[J].华南农业大学学报,1998,19(2):8-12.
- [3] 王新国,徐汉虹,刘新清,等.四种菊科植物 α -三噻吩的含量测定及杀虫活性研究[J].华南农业大学学报,2001,22(3):26-28.
- [4] 蒋志胜.光活化杀虫剂作用机理研究(博士后出站工作报告)[D].广州:华南农业大学资源环境学院,1999.
- [5] 万树青,徐汉虹,赵善欢,等.光活化多炔化合物对蚊幼虫的毒力[J].昆虫学报,2000,43(3):264-270.
- [6] 万树青,徐汉虹,赵善欢,等.多炔化合物对美洲大蠊的触杀活性及对乙酰胆碱酯酶和腺苷三磷酸酶活性的影响[J].昆虫学报,2005,48(4):526-530.
- [7] WAN S Q, XU H H, ZHAO S H, et al. Oviposition Repelling Activity of Synthetic Polyacetylenes and Electroantennogram Responses in *Ostrinia furnacalis* (Lepidoptera: Pyralidae) [J]. Acta Entomologica Sinica, 2004, 47(3): 293-297.
- [8] 张耀谋.光学活性物质的合成及其生物活性研究(博士后出站工作报告)[D].广州:华南农业大学资源环境学院,2004.
- [9] 王玉健,胡林,徐汉虹. α -三噻吩的 b -环糊精包结物荧光检测[J].农药,2004,43(3):406-408.
- [10] 王玉健,胡林,徐汉虹.植物中 α -三噻吩的荧光分光光度法检测[J].华南农业大学学报,2005,26(1):73-75.
- [11] 陈小军,徐汉虹,王玉健,等.二苯基噻吩的活性氧量子产率、杀虫活性及稳定性研究[J].中国农业科学,2006,39(1):81-87.

责任编辑:夏彩云

陶氏益农公司关闭法国一农药厂

美国陶氏益农公司将关闭其在法国Lauterbourg的一农药厂,关闭原因是生产能力过剩及成本过高。根据要求,该公司已经就关闭计划与当地员工代表达成协议。陶氏益农表示,将在全球范围关闭一些工厂,包括退出汽车密封材料以及部分高性能化学品业务,在这一战略实施后,该公司每年可节省大约1.8亿美元支出。为此需要裁员大约1000人。(ZMH)