

文章编号: 1001-411X(2002)03-0046-03

鱼藤酮在不同溶剂中的紫外吸收研究

黄继光, 徐汉虹, 周利娟, 杨晓云, 田永清

(华南农业大学昆虫毒理研究室, 广东 广州 510642)

摘要: 测定了鱼藤酮在甲醇、三氯甲烷、乙醇、四氯化碳等溶剂中的吸收情况。结果表明, 鱼藤酮在不同的溶剂中, 其紫外吸收峰和吸收图谱是不完全相同的, 它在上述 4 种溶剂中的最大吸收波长分别是 218.0、294.0、211.0 和 290.0 nm。此外, 确定了鱼藤酮的紫外检测波长为 293.0 nm。

关键词: 鱼藤酮; 溶剂; 紫外吸收光谱

中图分类号: S482.39

文献标识码: A

鱼藤酮, 作为一个古老的杀虫活性物质, 在农业害虫的防治中发挥了巨大的作用。对于鱼藤酮的紫外吸收波长, 在不同的文献报道中, 其结果各不相同^[1~4]。由于鱼藤酮是一个应用比较频繁的化合物, 许多时候, 都要对鱼藤酮进行定性和定量测定。而鱼藤酮的紫外吸收波长在其检测中起到重要作用, 不同的波长会对测定结果产生不同的影响。特别是在鱼藤酮的定量测定中, 因为一般都是用液相色谱来进行定量, 而检测波长的改变直接影响仪器的灵敏度, 从而使测定结果产生较大的误差, 所以确定鱼藤酮的紫外吸收波长显得很有必要。为了弄清鱼藤酮的紫外吸收情况, 本文采用在鱼藤酮的提取和分离中经常用到的几种有机溶剂, 用紫外-可见分光光度计对不同的鱼藤酮溶液进行紫外扫描, 对其吸收情况进行了研究。

1 材料与方法

1.1 供试药剂

鱼藤酮纯品(w 为 97%), 由 Sigma 公司生产。甲醇、三氯甲烷、四氯化碳、乙醇等均为分析纯, 由广州化学试剂厂生产。

1.2 仪器设备

HP1100 型高效液相色谱仪(HPLC), 美国惠普公司生产; GBC Cintra5 紫外-可见分光光度计, 澳大利亚 GBC 生产。

1.3 方法

根据鱼藤酮在不同溶剂中的溶解情况, 精确称取一定量的鱼藤酮纯品, 分别用上述溶剂定容, 然后

逐级稀释至 $5 \mu\text{g/mL}$ 。在 GBC Cintra5 紫外-可见分光光度计仪器运行稳定情况下, 依次对各样品进行紫外波长扫描, 用相对应的空白溶剂做参比。

HPLC 的操作方法: ODS 柱 ($5 \mu\text{m}$, $125 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$); 室温; 流动相为甲醇: 水(体积比)=68:32; 流速 0.8 mL/min ; 进样量 $10 \mu\text{L}$ 。

2 结果与分析

2.1 鱼藤酮在几种不同有机溶剂中的紫外吸收波长

用几种不同的有代表性的溶剂溶解一定量的鱼藤酮标样, 分别用紫外可见分光光度计进行紫外波长扫描, 结果见图 1:a~d。

从图谱可以看出, 用不同有机溶剂溶解鱼藤酮时, 鱼藤酮的紫外吸收波长不完全相同, 但还是有一定的相似性, 在 293.0 nm 附近都有吸收。

以甲醇、三氯甲烷、乙醇和四氯化碳作溶剂, 鱼藤酮吸收峰最大的波长分别是 218.0、294.0、211.0 和 290.0 nm。甲醇、三氯甲烷、乙醇 3 种溶剂溶解的鱼藤酮都有 3 个比较明显的吸收峰, 并且在 293.0 nm 附近出现的次数较多。四氯化碳是在鱼藤酮的分离过程中用得较多的一种溶剂, 当用它溶解鱼藤酮时, 只出现 2 个明显的吸收峰。可见, 溶剂对鱼藤酮的紫外吸收波长存在一定的影响, 溶剂改变时, 鱼藤酮的吸收波长也发生改变。

2.2 鱼藤酮在以水作溶剂时的紫外吸收波长

液相色谱分析鱼藤酮时, 流动相主要是甲醇和水。我们也分别用水和流动相(水+甲醇, 体积比为 32:68)作溶剂进行紫外扫描, 结果见图 1:e、f。

收稿日期: 2001-12-06

作者简介: 黄继光(1976-), 男, 助教, 硕士。

基金项目: 高等学校骨干教师资助项目[教技司(2000)65 号]; 中华农业科教基金人才基金资助项目(98-03-B-06)

1994-2015 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

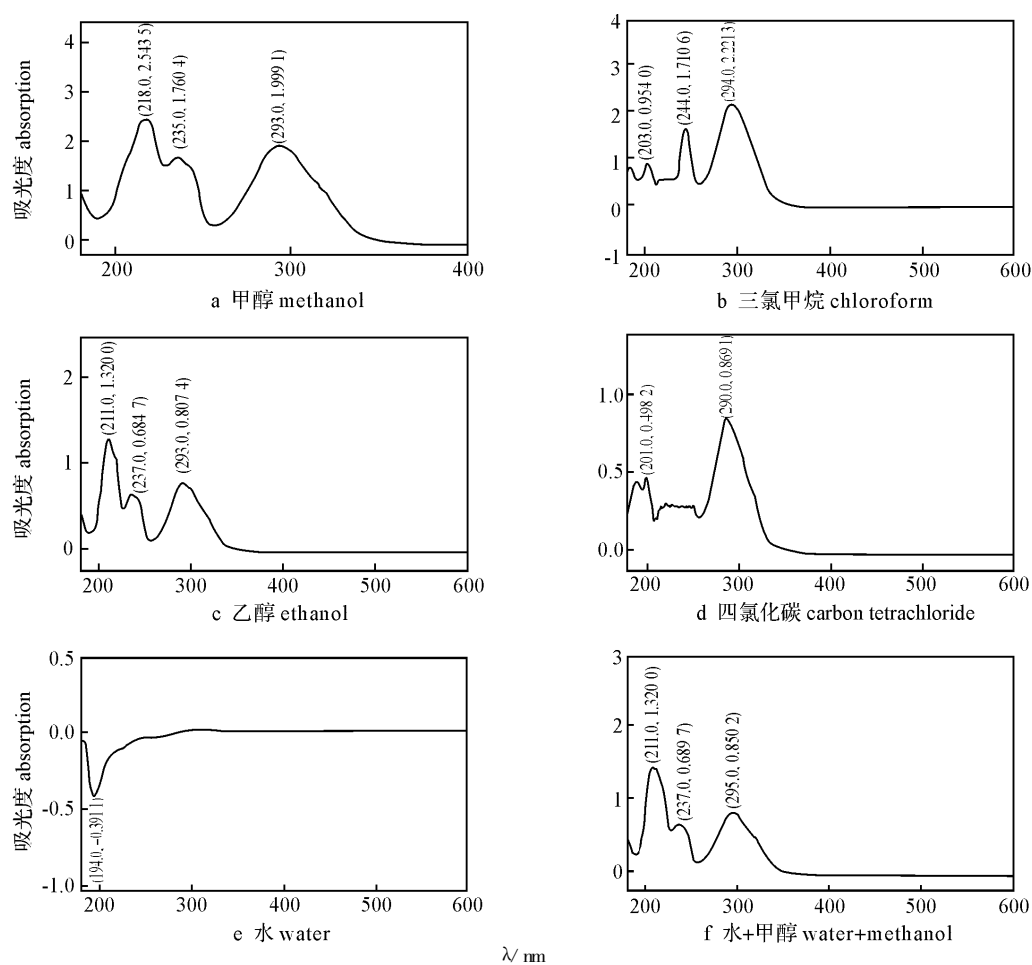


图 1 不同溶剂中鱼藤酮的紫外扫描谱图

Fig. 1 The ultraviolet spectrum of rotenone in different solutions

从图中可以看出,用水作溶剂时,在 194.0 nm 处有一个负吸收峰,说明鱼藤酮在水中 对紫外光有透过作用. 水和甲醇作溶剂时,有 3 个吸收峰,由大到小依次是在 212.0、295.0 和 237.0 nm 处. 由于水在 194 nm 处的负吸收可能会对 212.0 nm 处的吸收产生较大的影响,并且 212.0 nm 处于近紫外区,在分析过程中很容易受到其他杂质的影响,因此鱼藤酮的紫外检测波长不宜定在 212.0 nm 处.

另外,我们根据参考文献的报道,有目的地选取几个波长,用高效液相色谱 (HPLC) 作了比较. 当检测波长为 284.0、290.0、293.0、295.0、299.0 nm 时,50 μg/mL 的鱼藤酮标样的吸收峰面积分别是 1 464.6、1 748.5、1 801.3、1 799.2、1 800.6. 可见,检测波长不同,HPLC 测定的峰面积也各不相同.

当检测波长为 293.0 nm 时,鱼藤酮在 HPLC 中的吸收峰面积最大,为 1 801.3,说明此波长的灵敏度最大;其次是波长为 299.0 和 295.0 nm. 这说明不同的波长,对鱼藤酮的测定结果会产生明显的影响.

3 讨论

从文中的结果可以看出,鱼藤酮在不同的溶剂中,其紫外吸收波长是不同的,可见,根据一种溶剂的扫描结果是很难确定鱼藤酮吸收波长的. 况且,在液相色谱分析过程中,通常都是采用一种以上的溶剂作流动相,这就更加要求我们在选择检测波长时要注意. 因此,用 280 nm 作为鱼藤酮的检测波长^[3]是值得考虑的. 鱼藤酮在不同的溶剂中产生不同的吸收,其原因可能是由于鱼藤酮容易与一些溶剂如三氯甲烷、四氯化碳等形成溶媒化合物有关.

Ke 等^[4]报道,鱼藤酮在乙醇溶液中的最大吸收波长为 295.0 nm,当乙醇改为异丙醇时,其结果不变. 可能是因为乙醇和异丙醇是一类化合物,所以对鱼藤酮的吸收波长没有太大影响,这与本文的结果并不发生矛盾. Breakey^[5]的研究表明,鱼藤酮在丙酮中的最大吸收峰为 365.0 nm,而在苯中则为 390.0 nm,这也证明不同的溶剂对鱼藤酮的吸收波长会产

生不同的影响.

鱼藤酮在以水做溶剂时,会产生负吸收,其他的化合物是否也会发生类似的现象?此外,当流动相中甲醇和水的比例发生变化时,鱼藤酮的最大吸收波长是否也会发生变化以及溶剂是怎样影响鱼藤酮的紫外吸收的,这些都是需要进一步研究的问题.

参考文献:

[1] MORING S E, MCCHESNEY J D. High press liquid chro-

matographic separation of rotenoids from plant extracts [J] . J Ass Off Ana Chem, 1979, 62(4): 774—781.
[2] 黄继光, 徐汉虹, 周利娟, 等. 非洲山毛豆叶片中鱼藤酮的提取方法 [J] . 华南农业大学学报, 2001, 22(4): 29—32.
[3] 王雪娟, 魏金旺. 鱼藤酮原药和制剂的液相色谱分析 [J] . 农药科学与管理, 1999, 20(3): 7—8.
[4] KE T S, HSIEH Y M, TSAI L S, et al. The ultraviolet absorption spectrum of rotenone [J] . J Chinese Chem Soc, 1938, 6: 40—43.

Studies on Ultraviolet Absorption Spectrum of Rotenone in Different Solutions

HUANG Ji-guang, XU Han-hong, ZHOU Li-juan, YANG Xiao-yun, TIAN Yong-qing
(Lab. of Insect Toxicology, South China Agric. Univ., Guangzhou 510642, China)

Abstract: The ultraviolet absorption spectrum of rotenone in methanol, chloroform, ethanol and carbon tetrachloride were studied. It showed that the ultraviolet absorption spectrum of rotenone in different solutions were different. The maximum absorption wavelength of rotenone in methanol, chloroform, ethanol and carbon tetrachloride were at 218.0, 294.0, 211.0 and 290.0 nm, respectively. In addition, the detect wavelength of rotenone in HPLC, 293.0 nm, was determined.

Key words: rotenone; solutions; ultraviolet absorption spectrum

【责任编辑 周志红】

(上接第 45 页)

Study on the Spatial Distribution Patterns of *Nephopteryx* sp. Larvae and Sampling Methods

PENG Zheng-qiang, ZHU Chao-hua
(College of Plant Protection, South China University of Tropic Agriculture, Danzhou 571737, China)

Abstract: The spatial distribution patterns of larvae of *Nephopteryx* sp. were studied by means of aggregation indices and Iwao's regression model. The result showed an aggregation distribution pattern for the larvae and a uniform distribution for the fruit damaged by the larvae. With the different sampling methods compared, it was found that random sampling method was the best.

Key words: *Nephopteryx* sp.; spatial distribution pattern; sampling method

【责任编辑 周志红】