文章编号:1005－0523(2006)02－0158－03

α－三联噻吩水基纳米悬浮剂的制备及测定

黄晓东[2],胡 林[1,2],王玉健[1],徐汉虹[1]

(1.华南农业大学 教育部农药与化学生物学重点实验室,广东 广州 5106401;2.华东交通大学 应用化学研究所,江西 南昌 330013)

摘要:为改善生物农药 α－三联噻吩制剂的分散性、提高其悬浮率、稳定性及生物活性,以界面聚合法制备出 α－三联噻吩纳米悬浮剂,该剂型为水基剂型,环境扫描电子显微镜和荧光分光光度法的检测结果显示,在 α－三联噻吩的水基纳米悬浮剂中,α－三联噻吩悬浮颗粒的平均粒径为 124.6±51.6 nm).

关 键 词:α－三联噻吩;水基纳米悬浮剂;制备;测定

中图分类号:TP391.41 **文献标识码**:A

1 前言

为了避免有机溶剂的浪费和对环境的污染,农药的水基化是农药剂型改造的重要发展方向,在水基化过程中,如何防止农药颗粒的有效成分的降解和防止被分散的农药颗粒重新聚集和沉降是解决问题的关键.纳米技术的飞速发展让此类问题不再阻挡人们前进的步伐,纳米级粒子作为药物传递和控释的载体,它与微米颗粒载体的主要区别是超微小体积,可通过人体最小的毛细血管,能穿透组织间隙并被细胞吸收.纳米悬浮剂作为一种药物输送系统已经在医药学中获得了广泛的应用[1],[2].尽管水基纳米悬浮剂在提高药物的生物活性、渗透和传导性、可控释能力以及提高药物稳定性和悬浮率方面取得了巨大的成功,但用于农药剂型的报道并不多见[3,4],本文首次对生物农药 α－三联噻吩水基纳米悬浮剂的制备和测定进行了研究.

2 实验制备材料与方法

2.1 化学药品

α－三联噻吩标准品,美国 Aldrich 公司;其它皆为市售分析纯药品

2.2 主要仪器

LABOROTA4001 型旋转蒸发仪,德国 Heidolph 公司;

1702－MP8 型自动分析天平,德国 SGG 公司;

HP 1100 型荧光分光光度计仪,美国惠普公司;

1601 紫外－可见分光光度仪:日本岛津公司.

MAXI dry plus 冷冻离心真空干燥仪,丹麦 Heto－Holten 公司;

FEI X－30 环境扫描电子显微镜,美国惠普公司;

CQ－1 电热鼓风干燥箱, 重庆永生实验仪器厂;

JB－3 恒温加热电磁力搅拌器 ,上海新泾义公司;

2.3 α－三联噻吩水基纳米悬浮剂制备方法

称取 α－三联噻吩粉末 0.0500g,HA 0.9500g 放入 100 ml 的小烧杯中,加热至 90℃后,另取 500 ml 的圆底烧瓶加入 200 ml 的蒸馏水和电磁搅拌子后,置于电磁加热搅拌器上,再依次加入十二烷基苯磺酸钠 0.2 g, 固化剂与非离子表面活性剂各 10 ml,搅拌加热至 90℃后滴入 α－三联噻吩的 HA 混和液,恒温 10 min 后停止加热,在搅拌条件下圆底烧

收稿日期:2005－11－28

基金项目:科技部科技成果转化资金(2003440051163),江西省教育厅自然科学基金资助.

作者简介:黄晓东(1964－),男,江西临川人,工程师.

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

瓶内的溶液自然冷却，溶液变成乳白色且可见珠光样闪亮的物质出现．得 α－三联噻吩纳米悬浮液．

2.4　α－三联噻吩含量的荧光分光光度测定法

α－三联噻吩标准溶液的配制：准确称取 0.01 g α－三联噻吩，用四氢呋喃配制成 1×10^{-6} g/ml 的 α－三联噻吩溶液，再用四氢呋喃稀释成 2×10^{-7} g/ml、4×10^{-7} g/ml、6×10^{-7} g/ml、8×10^{-7} g/ml、1×10^{-6} g/ml 的 α－三联噻吩标准溶液．

α－T 的最大激发波长与荧光波长：发射光波长为 428 nm，荧光分光光度计对激发光从 200 nm～410 nm 扫描，激发光和发射光狭缝宽度均为 5.0 nm，扫描速度为 1 200 nm/min．

激发光波长为 352 nm，发射光谱扫描范围从 360 nm～800 nm 扫描，激发光和发射光狭缝宽度均为 5.0 nm，扫描速度为 1200 nm/min．可见在激发波长 352 nm 时，发射波长最大．

标准工作曲线的绘制：在激发波长 352 nm，发射波长 428 nm 下，测定 α－三联噻吩含量与荧光发射光谱峰值的之间关系的工作曲线．

2.5　纳米微粒的扫描电子显微镜图像及纳米微粒粒径的测量

取少量上述方法制备的 α－三联噻吩纳米微粒的悬浮液，滴在电子显微镜的观察铜台上，放入干燥器内干燥后，置于扫描电子显微镜下观察纳米微粒的形态并测量其粒径，扫描电镜的 X 射线用 20 kV 的电压激发，显微镜的放大分辨率为 12 800 倍，得到纳米微粒的图像，随机选择一组微粒，用 FEI 程序的界面测量粒径，统计其粒径的平均值及标准差．

3　结果与讨论

3.1　α－三联噻吩的标准工作曲线

对 α－三联噻吩激发波长和发射波长进行扫描，可见在激发波长 352 nm，发射波长 428 nm 下，α－三联噻吩可获得最大荧光强度，激发波长扫描图谱(图 1)和发射波长的扫描图谱(图 2)中．横坐标为激发或发射波长(nm)，纵坐标为荧光强度(mAu)．在激发波长 352 nm，发射波长 428 nm 下，测定 α－三联噻吩含量与荧光发射光谱峰值的之间关系的工作曲线(图 3)，可得工作曲线方程

$$y=1556.2x+6.755$$

其中 x 单位为(μg/ml)相关系数为 R＝0.99976，两者间有非常好的线性关系．

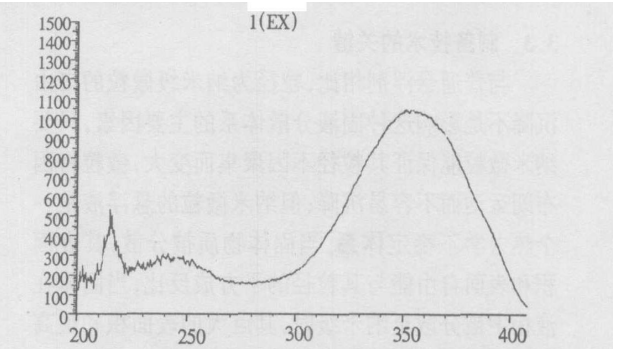

图 1　α－T 激发波长扫描图谱

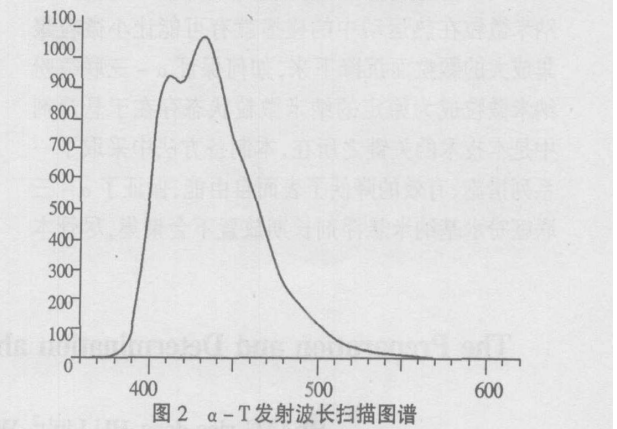

图 2　α－T 发射波长扫描图谱

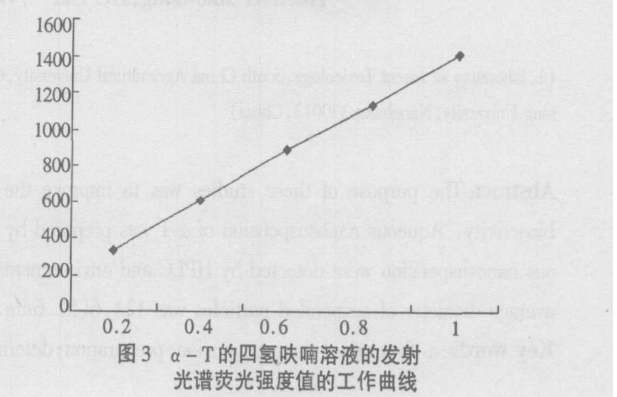

图 3　α－T 的四氢呋喃溶液的发射光谱荧光强度值的工作曲线

3.2　水基纳米悬浮剂的粒径

制备的 α－三联噻吩水基纳米悬浮剂后，以扫描电子显微镜观察 α－三联噻吩悬浮微粒的形态如图 4 所示，以仪器所附的 FEI 程序测定 α－三联噻吩水基纳米悬浮剂的颗粒平均粒径，其粒径为 124.6±51.6 nm．

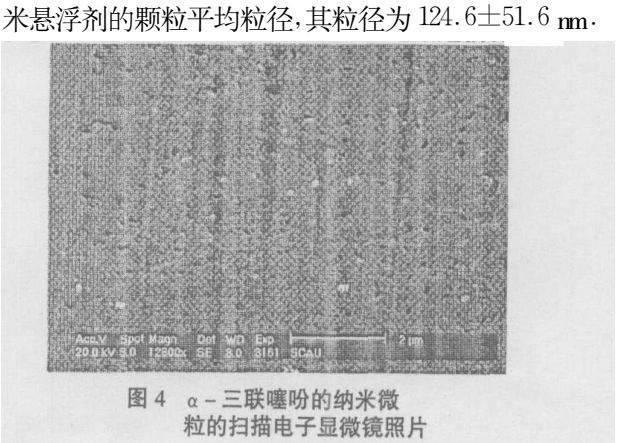

图 4　α－三联噻吩的纳米微粒的扫描电子显微镜照片

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

3.3 制备技术的关键

与普通悬浮剂相比，粒径为纳米级微粒的自由沉降不是影响这种固液分散体系的主要因素，只要纳米微粒能保证其粒径不因聚集而变大，微粒将因布朗运动而不容易沉降；但纳米微粒的悬浮液是一个热力学不稳定体系，当固体物质被分散，其表面积和表面自由能与其粒径的平方成反比，当固体在液相中被分散至纳米级时，其巨大的表面积和很高的表面自由能成为导致该体系不稳定的主要因素，纳米微粒在热运动中的碰撞就有可能让小微粒聚集成大的颗粒而沉降下来，如何保证 α－三联噻吩纳米微粒成为稳定的纳米微粒状态存在于悬浮剂中是本技术的关键之所在，本制备方法中采取了一系列措施，有效的降低了表面自由能，保证了 α－三联噻吩水基纳米悬浮剂长期放置不会聚集，尽管本 α－三联噻吩水基纳米悬浮剂在添加任何助悬浮剂的条件下长期放置会发生沉降，但不会结块，只需轻轻晃动，纳米微粒就会很容易的悬浮起来.

参考文献：

[1] 王子好，张东生.纳米药物的研究进展[J].东南大学学报(医学版)，2004，23(2)131－135.

[2] Tadanori Yamada，Yasushi Iwasaki，Hiroko Tada，*et al*. Nanoparticles for the delivery of genes and drugs to human hepatocytes[J]. Nature Biotechnology，2003，21(8)885－890.

[3] Richard Wilkins. Controlled Release Systems and Pesticide Properties 31st Annual Meeting and Exposition of the Controlled Release Society June 12 － 16，2004，Honolulu，Hawaii，U.S.A.

[4] 胡 林，徐汉虹，梁明龙.鱼藤酮水基纳米悬浮剂的特性及对松材线虫的杀灭作用[J].农药学学报，2005，(2)：171.

The Preparation and Determination about Aqueous Nanosuspension of α－T

HUANG xiao-dong，HU Lin[1,2]，WANG yu jian[1]，XU Han-hong[1,*]

(1. laboratory of Insect Toxicology，South China Agricultural University，Guangzhou 5106401；2. Institute of Applied Chemistry ，East China Jiaotong University，Nanchang 330013，China)

Abstract：The purpose of these studies was to improve the properties of α-T formulation in stability ，suspension and bioactivity. Aqueous nanosuspension of α-T was prepared by interfacial polymerization. Several characterizations of aqueous nanosuspension were detected by HPLC and environmental scanning electron microscope. The results showed that the average diameter of suspended particles was 124.6(51.6nm.

Key words：α-T；aqueous nanosuspension；preparation；determination

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net