



中华人民共和国国家标准

GB/T 36082—2018/ISO/TS 14101:2012

纳米技术 特定毒性筛查用金纳米颗粒 表面表征 傅里叶变换红外光谱法

**Nanotechnologies—Surface characterization of gold nanoparticles for nanomaterial
specific toxicity screening—FT-IR method**

(ISO/TS 14101:2012, Surface characterization of gold nanoparticles
for nanomaterial specific toxicity screening: FT-IR method, IDT)

2018-03-15 发布

2018-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号和缩略语	2
5 样品制备	3
6 FT-IR 测试程序	6
7 应用举例	10
附录 A (资料性附录) 验证配体交换的实例	12
附录 B (资料性附录) 金纳米颗粒表面结合生物化学分子的定性分析实例	14
附录 C (资料性附录) 窗片材料选择指南	17
参考文献	18

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO/TS 14101:2012《特定毒性筛查用金纳米颗粒表面表征：傅里叶变换红外光谱法》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 32269:2015 纳米科技 纳米物体的术语和定义 纳米颗粒、纳米纤维和纳米片 (ISO/TS 27687:2008, IDT)。

本标准作了如下编辑性修改：

——为与归口标准化技术委员会现有标准系列一致，将标准名称修改为《纳米技术 特定毒性筛查用金纳米颗粒表面表征 傅里叶变换红外光谱法》；

——符号和缩略语中，由于 g 为重力加速度， $\times g$ 为相对离心力单位符号，因此将 \times 去掉；

——5.1.3 中，为符合离心操作要求，将样品体积 1.5 mL 修正为 1 mL；

——附录 A 中，根据柠檬酸盐分子结构，增加注，建议将 C=O 的振动模式改为 COO 的振动模式；根据红外光谱振动频率分类规则，增加注，建议将 $1\ 581\ \text{cm}^{-1}$ C=O 伸缩改为 COO 反对称伸缩，将 $1\ 396\ \text{cm}^{-1}$ 羧酸 C—O—H 弯曲改为 C—O—H 弯曲和 COO 对称伸缩，将 $1\ 257\ \text{cm}^{-1}$ 羧酸 C—O 伸缩改为 C—C 伸缩振动，将 $1\ 111\ \text{cm}^{-1}$ 醇 C—O 伸缩改为醇和醚的 C—O 伸缩振动；

——7.2 和附录 B 中，根据红外光谱振动频率分类规则，增加注，建议将 $3\ 311\ \text{cm}^{-1}$ N—H 伸缩振动改为酰胺 A 带(N—H 伸缩振动)，将 $1\ 653\ \text{cm}^{-1}$ N—H 弯曲改为酰胺 I 带(C=O 伸缩振动)，将 $1\ 550\ \text{cm}^{-1}$ N—H 弯曲改为酰胺 II 带(N—H 弯曲振动)。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本标准负责起草单位：国家纳米科学中心。

本标准参加起草单位：珀金埃尔默企业管理(上海)有限公司、北京大学。

本标准主要起草人：郭玉婷、葛广路、华瑞、翁诗甫。

引 言

金纳米颗粒由于尺寸、形状和表面配体易于控制,成为研究理化性质和细胞毒性之间关系的理想模型体系^[1-3]。在金纳米颗粒各种性质中,人们发现其表面配体特性,如化学组成、分子结构和结合分子的数量,对决定金纳米颗粒的行为起到重要作用,比如在溶液中聚集或团聚的程度、在细胞培养液中与生物分子的键合,以及对活细胞的毒性^[4-12]。另一方面,合成过程中的表面配体改性并不总是成功的,配体置换的程度宜在金纳米颗粒的特定细胞毒性测试前确定,以获得可靠和一致的结果。

FT-IR(傅里叶变换红外)吸收光谱是纳米颗粒表面配体鉴定和定量分析的重要工具之一。采用FT-IR方法可对结合在纳米颗粒表面的配体分子的结构和相对数量进行分析^[13-20]。然而,金纳米颗粒是在水中合成的,且浓度很低,对测量结果的解释变得复杂。低浓度的金纳米颗粒测试得到的吸光度值很小,易受背景噪声或痕量杂质吸收的影响。由于细胞毒性测试是在水相环境中进行的,所以如果想研究表面特性对金纳米颗粒毒性的影响,需要分析在水溶液中的金纳米颗粒表面存在什么物质。然而,水分子在很宽的波数范围内对红外光有很强的吸收,所以无法用红外光谱对浓度非常低的溶质进行分析。因此有必要制定测试指南,使上述问题的影响最小化。在本标准中,力求制定一个检测干燥膜中的金纳米颗粒的表面结合化学基团的技术规范,以提供水溶液中金纳米颗粒的结合分子的信息。FT-IR测量程序的标准化将作为这一技术规范的基础,大量篇幅也将用于描述正确进行FT-IR分析所需要的样品制备过程。

纳米技术 特定毒性筛查用金纳米颗粒 表面表征 傅里叶变换红外光谱法

1 范围

本标准规定了测试纳米材料细胞毒性实验前后鉴别干燥金纳米颗粒薄膜中表面结合分子的傅里叶变换红外光谱法(FT-IR)。

注1: 金纳米颗粒在测试之前表面可能已经结合了配体,在细胞毒性测试过程中也可能额外覆盖(或包覆)有机或生物分子。

注2: 采用傅里叶变换红外光谱法分别检测磷酸二酯、胺或脂质的有关吸收谱带,可以分别确定结合在金纳米颗粒上的核酸、氨基酸、脂质或细胞膜的成分,但核酸、蛋白质或脂质的类型不能通过红外光谱具体确定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO/TS 27687 纳米科技 纳米物体的术语和定义 纳米颗粒、纳米纤维和纳米片(Nanotechnologies—Terminology and definitions for nano-objects—Nanoparticle, nanofibre and nanoplate)

3 术语和定义

ISO/TS 27687 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了ISO/TS 27687 中的一些术语和定义。

3.1

衰减全反射模式 attenuated total reflection mode

ATR 模式

一种仪器工作模式,在该模式下红外光在晶体内的入射角要大于临界角。

注: 红外光在晶体的上表面被完全反射,其强度由于覆盖在晶体上表面材料的吸收而衰减。吸收的红外光频率用来确定化学基团,吸光度用于确定化学基团的数量。

3.2

透析 dialysis

小分子或离子通过薄膜扩散与溶液中的大分子或悬浮物分离的过程。

[ISO 6107-2:2006,定义 38]

3.3

傅里叶变换红外光谱 Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR

基于样品中化学基团对红外辐射的吸收,以鉴别和定量化学基团的一种分析化学技术。

3.4

检出限 limit of detection

LOD

根据给定的测量程序得到的测量值, β 为由测量值漏报某种成分的概率, α 为误报的概率。