

团 体 标 准

T/BYXT 057-2024

PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料

PEG coated porous rare earth phosphate fluorescent nanomaterials

(征求意见稿)

2024-XX-XX 发布

2024-XX-XX 实施

内 蒙 古 科 技 大 学
包头市白云鄂博矿区工信和科技局
包头市白云鄂博矿区市场监督管理局
包头市白云鄂博矿区稀土产业标准化协会

发布

目 次

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原料要求 1

 4.1 包覆材料 1

 4.1 稀土纳米发光材料 1

5 生产要求 2

 5.1 生产管理 2

 5.2 设施设备 2

 5.3 化学试剂 2

6 生产工艺 2

 6.1 制备多孔稀土掺杂磷酸盐荧光纳米颗粒 2

 6.2 制备 PEG 包覆多孔稀土磷酸盐核-壳结构荧光纳米颗粒 2

7 要求 3

 7.1 感官要求 3

 7.2 理化要求 3

8 检验规则 3

 8.1 组批采样 3

 8.2 出厂检验 4

 8.3 型式检验 4

 8.4 判定规则 4

9 标志、包装、运输、贮存 4

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由内蒙古科技大学提出。

本文件由包头市白云鄂博矿区稀土产业标准化协会归口。

本文件起草单位：内蒙古科技大学、包头市检验检测中心、包头市白云鄂博矿区工信和科技局、包头市白云鄂博矿区市场监督管理局、包头市稀谷科技有限公司、内蒙古圣飞运营科技有限公司、北京炎黄医养科技有限公司、包头市白云鄂博矿区稀土新材料和产业应用研究院、包头市白云鄂博矿区稀土产业标准化协会标准化工作委员会。

本文件主要起草人为：吴锦绣、侯照东、侯权恒、焦智斌、任渊、尹志军、王振洲、白瑞、段羚、王强、那剑、袁玉静、张文权、侯倩文、赵文剑、张华虎、成志平、石晓丽、王鸿宇、张沛宇、赵艳霞、司春英、白夜明、王丽、韩乐、武小丽、敖日格乐、李明、王乐、池慧。

本文件为首次发布。

引 言

稀土元素因其独特的 4f 亚层电子结构、大的原子磁矩、强的自旋-轨道耦合、多变的配位数和晶体结构，具有丰富的光、电、磁等性质；稀土 Sm^{3+} 离子在近紫外-蓝色光区范围内具有丰富的、强烈的光吸收性能，并可激发出橙红色荧光，可实现更丰富的红色发光，其光吸收范围与 InGaN 芯片发射的近紫外光相匹配；近年来发展迅速的镧系金属离子掺杂的稀土纳米粒子由于其独特的发光性质克服了有机染料、荧光蛋白、量子点在生物医学领域上存在的缺陷，显示了独特的优势，如：①无机基质材料，化学稳定性好且无毒性；②不易光解和光漂白；③通过调节所掺杂稀土元素的种类、浓度和基质材料，可在同一激发光下，实现多色相转换发光，可用于多目标同时标记；这些无法替代的优势为稀土纳米发光材料在生物医学领域的应用提供了不可限量的应用前景，比如在常规免疫分析、药物载体、生物芯片、荧光生物成像、癌细胞的转移与示踪、生物分子多颜色多组分同时标记检测、食品及环境中病菌及微生物的检测等领域有潜在的应用前景。

随着纳米材料技术的发展，PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料因其优良的发光性能、水溶性、生物相容性，在生物医学领域显示出广泛的应用前景。

本文件旨在规范 PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料的制备方法，确保产品质量，促进其在各领域的应用。

本文件的发布机构提醒本文件的贯标应用机构，本文件可能涉及第 4 章、第 5 章、第 6 章、第 7 章与《一种 PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料的制备方法》（专利号：ZL 201911171944.4）相关的专利使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下，就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得：

专利持有人：内蒙古科技大学

专利发明人：吴锦绣、贾俊恒、李梅、贾慧灵、柳召刚、胡艳宏

地址：内蒙古自治区包头市昆都仑区阿尔丁大街 7 号内蒙古科技大学

邮编：014017

联系人：吴锦绣

电话：13674773965

邮箱：wujinxiu888@126.com

请注意除上述专利外，本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料

1 范围

本标准规范了 PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料的术语与定义、原料要求、生产要求、生产工艺、质量要求、实验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于 PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料，应用于生物和医学领域作为荧光标记、光热治疗、药物载体、免疫分析、生物芯片、食品及环境中病菌及微生物的检测、光生物成像等用途。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本文件的引用而成为本文件的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本文件。

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 15676 稀土术语

GB/T 20170.1 稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物粒度分布的测定

GB/T 30454 LED 用稀土硅酸盐荧光粉试验方法

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

YY/T 0033 无菌医疗器具生产管理规范

3 术语和定义

GB/T 15676 界定的以及下列术语和定义中的内容适用于本文件。

3.1

PEG 包覆多孔稀土磷酸盐荧光纳米材料 PEG coated porous rare earth phosphate fluorescent nanomaterials

采用 PEG 作为包覆材料，把 PEG 包覆在多孔稀土磷酸盐纳米颗粒的表面制得水溶性核-壳结构的荧光纳米复合材料，适用于生物和医学领域作为荧光标记、光热治疗、药物载体、免疫分析、生物芯片、食品及环境中病菌及微生物的检测、光生物成像等用途。

4 原料要求

4.1 包覆材料

采用 PEG 作为包覆材料，PEG 平均分子量为 1000~3000。

4.1 稀土纳米发光材料

采用多孔稀土掺杂磷酸盐荧光纳米颗粒，分子式为 $YPO_4:Sm^{3+}$ 。

5 生产要求

5.1 生产管理

应符合 YY/T 0033 的要求。

5.2 设施设备

5.2.1 超声波分散机。

5.2.2 微波反应器。

5.2.3 反应釜。

5.2.4 干燥箱。

5.2.5 离心机。

5.2.6 玛瑙研磨机。

5.3 化学试剂

5.3.1 硝酸 HNO_3 ，摩尔浓度应为 3~6mol/L。

5.3.2 磷酸 H_3PO_4 ，摩尔浓度应为 2~5mol/L。

5.3.3 氢氧化钠 NaOH 溶液，摩尔浓度应为 0.1~1mol/L，pH 值 13~14。

5.3.4 去离子水 H_2O ，电导率为 0.1~0.9 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

5.3.5 正乙烷 C_6H_{14} ，分子量为 86.17。

5.3.6 无水乙醇 $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ，密度为 0.79g/ cm^3 。

6 生产工艺

6.1 制备多孔稀土掺杂磷酸盐荧光纳米颗粒

步骤一：将 Sm_2O_3 、 Y_2O_3 溶于摩尔浓度为 3~6mol/L 的硝酸中得到摩尔浓度为 0.02~0.5mol/L 的 $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 A1 和 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 B1。

步骤二：将 $\text{Sm}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 A1 和 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 溶液 B1 混合得到混合溶液 C1，使溶液 A1 和溶液 B1 的摩尔比为 1:99~10:90；向混合溶液 C1 中加入 2~5mol/L 的 H_3PO_4 得到反应体系 D1，使反应体系 D1 中阳离子/阴离子的摩尔比为 1:1~3:1。

步骤三：用 NaOH 溶液调整反应体系 D1 的 pH 值小于等于 2，有明显的沉淀即可；并强力搅拌 10~30min，再超声 10~30min 使其充分混合，得到反应体系 E1。

步骤四：将反应体系 E1 转入到带有聚四氟乙烯的反应釜中，密封，放于干燥箱中，在 120~240℃ 的温度范围内反应时间 6~24h；自然冷却到室温，采用离心机离心分离出固体产物。

步骤五：采用去离子水将固体产物 F1 洗涤 2~4 次，再用无水乙醇洗涤 2~3 次；然后放入鼓风干燥箱中干燥 8~12h，干燥温度为 80~120℃；

步骤六：使用玛瑙研磨机将固体产物 F1 研磨，得到多孔稀土掺杂磷酸盐荧光纳米颗粒 G1。

6.2 制备 PEG 包覆多孔稀土磷酸盐核-壳结构荧光纳米颗粒

步骤一：将 0.08~0.8g PEG 溶于去离子水中得到 0.08g/L~0.8g/L 的 PEG 溶液 A2。

步骤二：将 6.1 中制备的多孔稀土掺杂磷酸盐荧光纳米颗粒 G1 溶于去离子水中，超声分散 40~

60min，得到 0.002~0.01mol/L 的悬浮液 B2。

步骤三：将悬浮液 B2 放入微波反应器中在 50~80℃ 的温度范围内，然后将 PEG 溶液 A2 以每秒 4~8 滴的速度滴入不断搅拌的悬浮液 B2 中，悬浮液 B2:PEG 溶液 A2 的体积比为 1:1；待 PEG 溶液 A2 滴加完后，反应体系冷却至室温得到反应体系 C2。

步骤四：在反应体系 C2 中加入相同体积的正己烷，陈化 12~36h 后，采用高速离心机离心分离出固体产物 D2，高速离心机的离心速率为 8000~10000r/min。

步骤五：用无水乙醇洗涤固体产物 D2，洗涤次数 3~5 次。

步骤六：将固体产物 D2 放入鼓风干燥箱中干燥，干燥温度 60~80℃，干燥时间 20~30h。

步骤七：使用玛瑙研磨机研磨固体产物 D2，得到 PEG 包覆多孔稀土磷酸盐核-壳结构荧光纳米粒子 E2。

7 要求

7.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	指标	检验方法
外观	白色、松散、固体、粉末	目测法
微观形貌	均一核-壳结构纳米颗粒	扫描电镜和 X-射线衍射仪测试

7.2 理化要求

理化要求，应符合表 2 的规定。

表 2 理化要求

项目		指标	试验方法
平均粒径/ (nm)	D ₅₀	≤ 30	GB/T 20170.1
	D ₉₀	≤ 50	
松散密度/ (g/cm ³)		3.6±0.5	GB/T 4472
PEG 包覆厚度/ (nm)		5~10	SEM 电镜对比测距法
水溶时间 (0.01g/L) / (s)		4~10	可见固溶物溶解观察计时法
光谱性能	激发波长范围/ (λ _{ex} /nm)	394~621	GB/T 30454
	发射峰值波长范围/ (λ _{em} /nm)	1000~3000	
净含量/ (kg/包)		标识的净重量±0.1	JJF 1070

8 检验规则

8.1 组批采样

8.1.1 产品应成批检验，每批应由同一牌号的产品组成。

8.1.2 产品应按照 GB/T 6678 的规定采样。

8.2 出厂检验

8.2.1 每批产品均应进行出厂检验。

8.2.2 出厂检验项目为感官、平均粒径、松散密度、水溶时间。

8.3 型式检验

8.3.1 型式检验项目包括出厂检验项目和所有理化项目。

8.3.2 型式检验每年应进行一次，有下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 产品试制、正式投产时；
- b) 更换设备或长期停产再恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 原料、工艺较大变化，可能影响产品质量时；
- e) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 每批产品的检验项目结果与本标准规定不符时，应从该产品中取双倍试样对不合格项目进行重复试验，若仍有结果不合格，则判该批产品为不合格。

8.4.2 符合本文件第7章规定的所有项指标要求时，应判定该产品合格品。

9 标志、包装、运输、贮存

9.1 产品的包装、标志、运输、贮存应符合 GB 39176 的规定。

9.2 包装应附有产品质量证书，包括：

- a) 生产方基本信息，包括不限于企业名称、地址、邮编、电话等联系方式；
 - b) 产品牌号、型号；
 - c) 产品批号；
 - d) 净重、件数；
 - e) 分析检验结果和技术质量部门印记；
 - f) 本标准编号；
 - g) 生产或出厂日期；
 - h) 其他需要的证明信息等。
-