

Cuantificación de Nanopartículas de Oro mediante el espectrofotómetro NanoDrop de Thermo Scientific

Ph.D., Department of Chemistry, Syracuse University, Syracuse, NY, USA

Kristen Hamner, Mathew M. Maye Ph.D., Department of Chemistry, Syracuse University, Syracuse, NY, USA

Introducción

Los coloides de nanopartículas metálicas (NP) con diámetros (d) entre 1-100 nm poseen una absorción óptica única que se relaciona con la oscilación de los electrones de superficie. Esta propiedad de Resonancia Superficial del Plasma (SPR) depende del tamaño y la forma de las NP así como del medio circundante^{1,2}. Dado que la banda SPR es una característica de la composición y morfología de NP, a menudo es la primera propiedad medida para juzgar el éxito de la síntesis. Posteriormente, el SPR se utiliza para controlar una serie de características, como la concentración. Los NP de oro (AuNP) tienen coeficientes de extinción $> 10^7 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$, cuando $d > 10 \text{ nm}$, lo que los hace muy absorbentes. Por lo tanto, es difícil medir la absorbancia de muestras altamente concentradas usando una longitud de paso de 1 cm. Además, dado que muchos de estos AuNP se usan en estudios de autoensamblaje, en los que los NP se han sometido a una tediosa funcionalización y purificación,³ a menudo solo están disponibles en volúmenes muy pequeños.

Por lo tanto, resulta ideal un instrumento capaz de medir altas las concentraciones AuNP en pequeños volúmenes de muestra. Los Espectrofotómetro UV-Vis Thermo Scientific™ NanoDrop™ ha demostrado ser particularmente útil en este sentido debido que cuenta con longitudes mínimas en sus pasos ópticos disponibles (0.05-1.0 mm) y cumple con el requisito de volumen de poder medir micro-volúmenes de muestra. En esta nota de aplicación se demuestra que es posible cuantificar con precisión la banda SPR de dos AuNP ($d = 13 \text{ nm}$, $d = 52 \text{ nm}$) en un amplio rango de concentraciones.

Nanodrop One



Procedimientos experimentales

Las AuNP utilizados en estos experimentos fueron sintetizados siguiendo dos procedimientos. Las AuNP con $d = 13 \text{ nm}$ fueron sintetizadas a través de una reducción estándar de Cloruro de Oro (III) a citrato de sodio³ El AuNP con $d = 52 \text{ nm}$ fue sintetizado por un enfoque de crecimiento mediado por semillas.⁴ El espectrofotómetro NanoDrop se utilizó por primera vez para determinar el diámetro aproximado midiendo la Banda SPR de cada AuNP. Por ejemplo, el AuNP con $d = 13 \text{ nm}$ ha mostrado un SPR máximo de 520 nm (Figura 1a), mientras que AuNP con $d = 52 \text{ nm}$ evidenció un SPR de 533 nm (Figura 2a), como ha sido reportando en anteriores ocasiones.^{2,5}

Las AuNP fueron posteriormente purificadas y concentradas usando centrifugación, lo que permitió realizar diluciones sistemáticas al recoger el SPR. Para la medición se activó la opción de auto-ajuste del paso óptico en el software NanoDrop, y cada espectro fue obtenido mediante la utilización de una alícuota de 5 μL de una solución *stock* conocida. Entre mediciones, Las superficies ópticas del espectrofotómetro se limpiaron utilizando papel de laboratorio estándar y agua destilada.

Resultados

Los resultados correspondientes de UV-Vis para los AuNP con $d = 13 \text{ nm}$ y $d = 52 \text{ nm}$ se muestran en la Figura 1 y Figura 2 respectivamente. Como se muestra, los espectros SPR son altamente reproducibles, con alta relación señal respecto al ruido. Los SPR pudieron ser medidos con éxito en un amplio rango concentración rango (1 ~ 150 nM).

Como se puede ver en el gráfico de 1 mm Abs vs. [Au] en la Figura 1b, la relación es lineal, con un coeficiente de extinción extraído de $1 \times 10^8 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ de acuerdo con la literatura valores.^{2,5} Se mostró una tendencia similar para las AuNP con $d = 52 \text{ nm}$ (Figura 2), con coeficiente de extinción extraído de $3 \times 10^{10} \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$, de nuevo, concordando con la literatura.^{2,5}

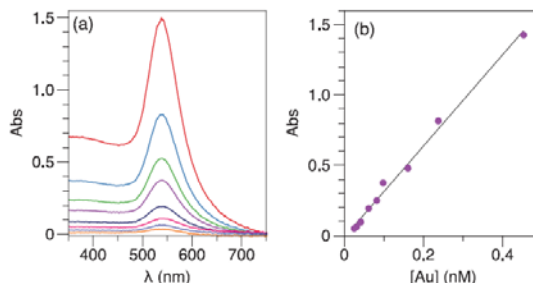


Figura 1: (a) Espectro UV-Vis obtenido para las AuNP ($d=52 \text{ nm}$) usando alícuotas de 5 μl mediante diluciones sistemáticas. (b) Gráfica correspondiente a 1 mm ABS Vs [Au] mostrando la linealidad a lo largo de amplio rango de concentraciones con una pendiente de $3 \times 10^8 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$.

Para varias muestras, los valores de absorbancia fueron medido por triplicado, con una desviación estándar típica de 0.002 A. Por lo tanto, los espectros producidos por el NanoDrop fueron altamente reproducibles, incluso con los pequeños volúmenes de muestra (5 μL). A Volúmenes inferiores como 2 μL los resultados también fueron consistentes.

Conclusión

El espectrofotómetro NanoDrop™ de Thermo Scientific resultó ser muy versátil en el análisis de las SPR correspondientes a las AuNP firmas. Dada la capacidad de medir la concentración de NP en grandes intervalos de concentración, así como en los pequeños volúmenes requeridos, el espectrofotómetro NanoDrop es un instrumento ideal para aplicaciones donde se producen cantidades muy pequeñas de partículas concentradas.

Referencias

- Richards, R.; Bönnemann, H. Nanofabrication Synthetic Approaches to Metallic Nanomaterials. In Towards Biomedical Applications; Kumar, C. S. S. R.; Hormes, J.; Leuschner, C. (Eds.); Wiley-VCH: Germany, 2005; p 3.
- Burda, C.; Chen, X.; Narayanan, R.; El-Sayed, M.A. "Chemistry and Properties of Nanocrystals of Different Shapes" Chem. Rev. 2005, 105, 1025–1102.
- Maye, M.M.; Nykpanchuk, D.; Van Der Lelie, D.; Gang, O.A. "Simple Method for Kinetic Control of DNA-Induced Nanoparticle Assembly" J. Am. Chem. Soc. 2006, 128, 14020–14021.
- Park, Y.K.; Park, S. "Directing Close-Packing of Midnanosized Gold Nanoparticles at a Water/Hexane Interface" Chem. Mater. 2008, 20, 2388–2393.
- Concurrent Analytical Inc.: Nanopartz <http://nanopartz.com> (accessed Sept. 26, 2011)

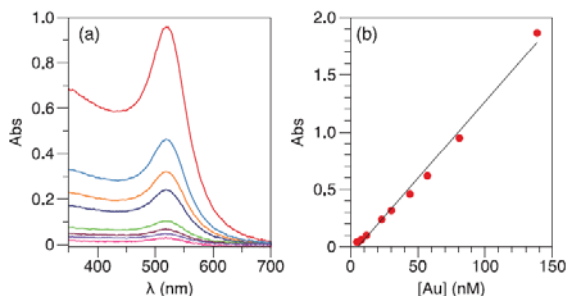


Figura 1: (a) Espectro UV-Vis obtenido para las AuNP ($d=13 \text{ nm}$) usando alícuotas de 5 μl mediante diluciones sistemáticas. (b) Gráfica correspondiente a 1 mm ABS Vs [Au] mostrando la linealidad a lo largo de amplio rango de concentraciones con una pendiente de $1 \times 10^8 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$.

