

使用Nicomp®系统的金纳米颗粒

介绍

金纳米颗粒,有时也被称为胶体金,具有独特的性质,可用于多种应用。它们通常是通过使用柠檬酸盐等还原剂在不同条件下对 HAuCl_4 水溶液进行控制还原而合成的。根据大小、形状和物理性质,金纳米颗粒有很多种类型,如图1所示。金纳米颗粒的应用包括药物递送,¹紫杉醇等药物的载体,²肿瘤检测,³生物传感器等。

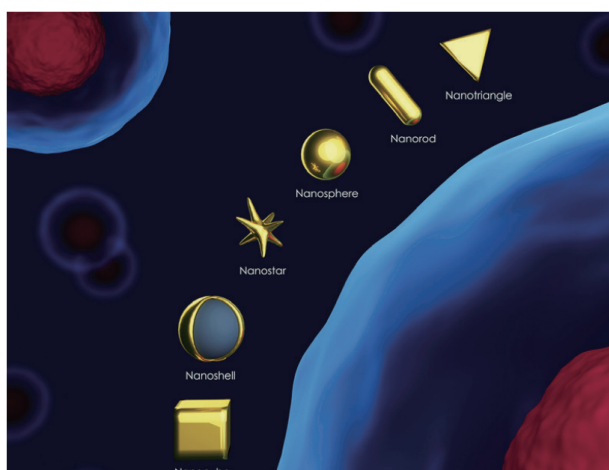


图1 金纳米颗粒的类型(形状分类)

金纳米颗粒的大小是一个关键的物理参数⁴,需要仔细测量。颗粒大小影响吸光度波长(尺寸增大=波长更长)、表面等离子体共振(SPR)峰值、细胞内摄取、血液半衰期和生物分布特征(尺寸减小=血液半衰期增加)等特性。颗粒的大小和分布宽窄可以作为悬浮稳定性的指标。表面电荷(zeta电位)测量也被用作悬浮稳定性的指示。

分析粒度和zeta电位最常用的技术是动态光散射(DLS)和电泳光散射(ELS)。Nicomp®Z3000系统(图2)可用于测定金纳米颗粒的大小和zeta电位。



图2 Nicomp DLS系统

材料

利用Nicomp DLS系统分析了几种金纳米颗粒样品的尺寸和Zeta电位。从Sigma Aldrich购买了三种不同的金纳米颗粒样品,标称尺寸分别为50nm,20nm和5nm。还分析了公称尺寸为30 nm的NIST标准材料8012。这些样品的参考物理性质如表1所示。DLS的尺寸分析结果为水动力直径的强度平均值。分布的宽度以多分散性指数(PDI)表示。NIST 8012调查报告提供了两个角度的平均水动力直径,173°和90°的后向散射。与从Sigma Aldrich购买的样品不同,还提供了NIST 8012的参考zeta电位值。

Sigma Aldrich part number	Polydispersity Index (PDI)	Core size	Mean hydrodynamic diameter (Z)
742007	≤0.2	47 – 53 nm	58 – 66 nm
741965	≤0.2	18 – 22 nm	28 – 36 nm
741949	≤0.2	4 – 7 nm	14 – 25 nm

NIST RM	Polydispersity Index (PDI)	DLS, 173°	DLS, 90°	Zeta potential
8012	N/A	28.6 ±0.9 nm	26.5 ±3.6 nm	-33.6 ±6.9 mV

表1 样品参考物理性质

方法

所有样品在Nicomp型号Z3000(图2)上进行粒度和zeta电位分析。在这些研究开始之前,对尺寸和zeta电位标准进行了分析,以验证系统性能。对742007样品进行浓度研究,以调查报告的颗粒大小是否随浓度而变化。本研究的结果表明,颗粒大小不受浓度的影响,所以所有的测量都是在原始样品浓度下进行的,没有稀释。对样本741949进行了时间分析研究,从而确定一个适当的测量持续时间,达到如图3所示的时间历史图所示的稳定性。本研究表明,5分钟的分析时间是明显的。

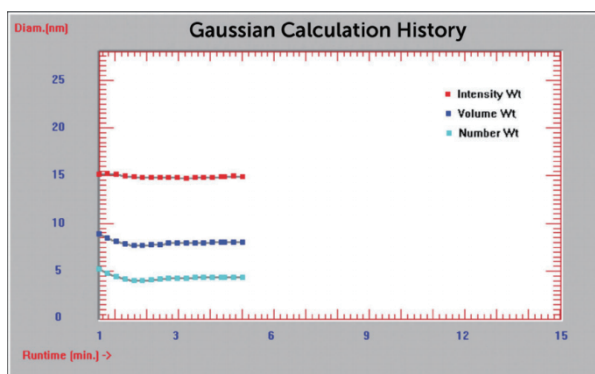


表1 样品参考物理性质

所有测量的Nicomp尺寸和zeta电位分析设置如图4和5所示。

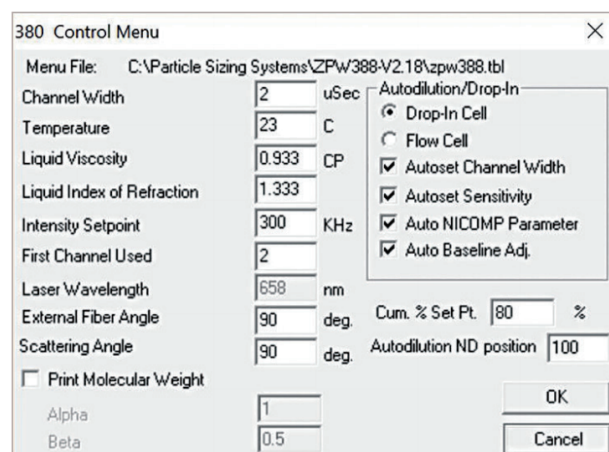


图4 Nicomp大小设置

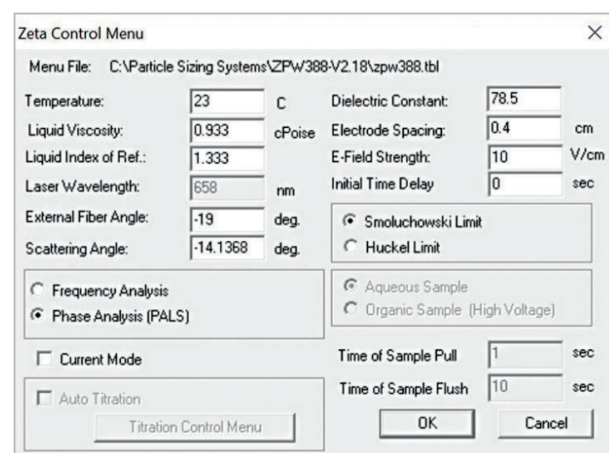


图5 Nicomp Zeta电位设置

结果-颗粒大小

每个样品的两次分析的典型图形结果如图6至10所示。

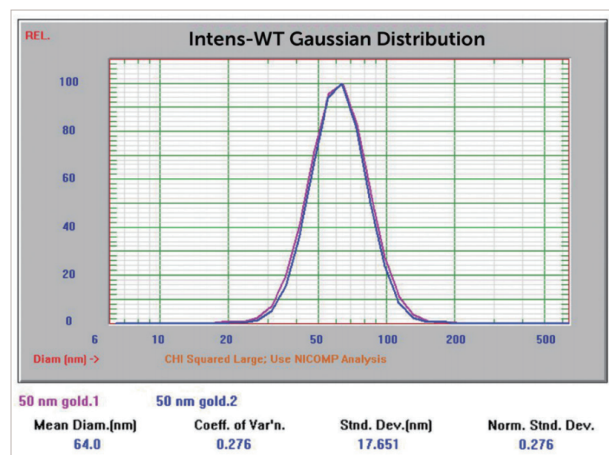


图6 50nm Au覆盖两种尺寸的结果

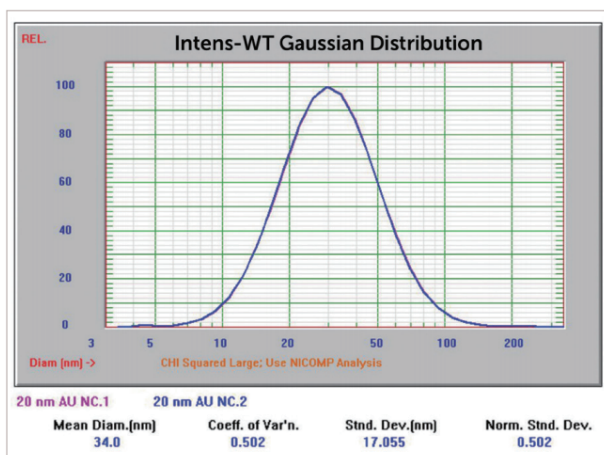


图7 20nm Au覆盖两种尺寸的结果

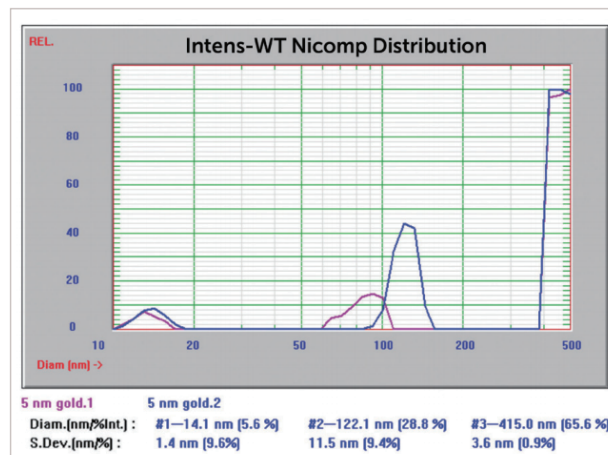


图9 5nm Au覆盖两种尺寸的Nicomp结果

样品741949(标称尺寸5 nm)与预期结果有偏差。图8显示了在不额外制备样品的情况下对样品进行分析的高斯结果。高斯计算迫使结果变成一个单峰。

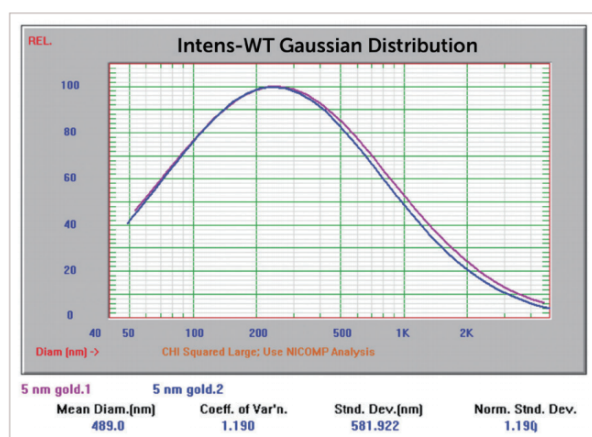


图8 5nm Au叠加两种尺寸的高斯结果

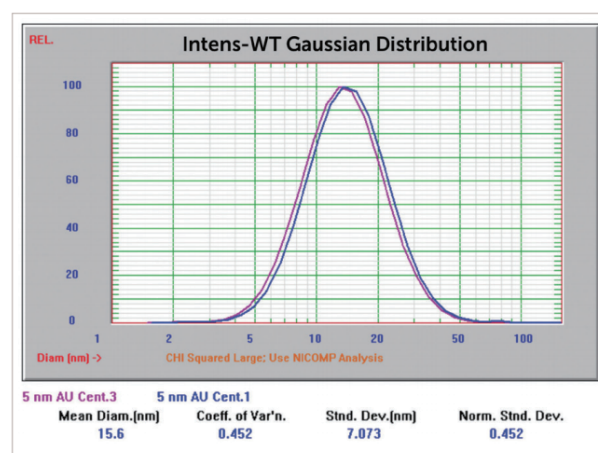


图10 5nm Au覆盖两种尺寸Nicomp结果, 离心

Nicomp Z3000系统还可以使用Nicomp算法生成多模态结果。使用Nicomp算法重新计算图8中的结果, 得到的多模态尺寸分布如图9所示。

NIST 8012样品在三个角度进行分析;后向散射 @ 170°(粉色), 90°(绿色), 前向角度15°(蓝色)。这三个结果如图11所示。

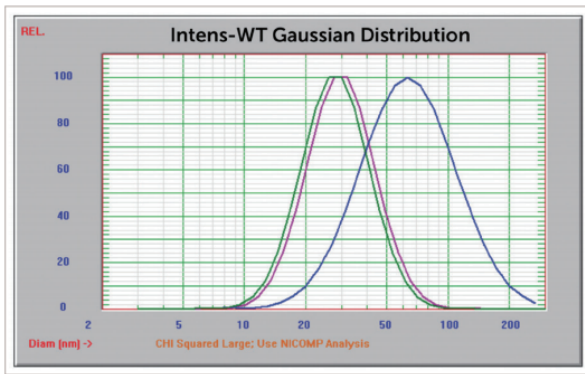


图11 NIST 8012 Au覆盖三种尺寸的结果, 170°, 90°和15°

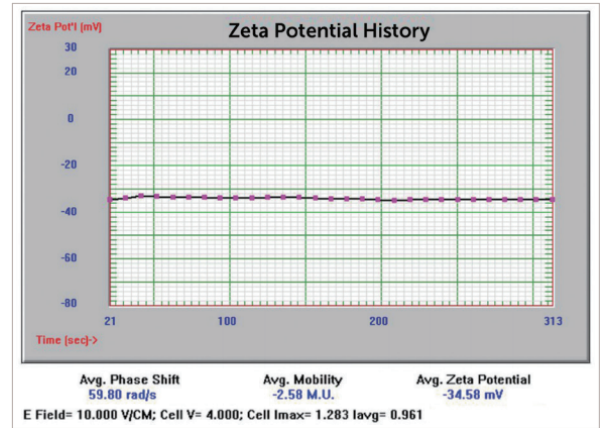


图12 50nm Au zeta电位结果

这些结果加上zeta势值汇总在表2中。

Sample	Expected result	Reported size	Zeta potential
742007	58 – 66 nm	64 nm	-34.58 mV
741965	28 – 36 nm	34 nm	-27.95 mV
741949	14 – 25 nm	15.6 nm	-42.43 mV
8012, 170°	28.6 ±0.9 nm	31.9 nm	—
8012, 90°	26.5 ±3.6 nm	30.8 nm	—
8012, 15°	—	66.6 nm	—
8012 zeta	-33.6 ±6.9 mV	—	-30.49 mV

表2 粒径大小和zeta电位结果

结果-Zeta电位

所有样品还使用相分析电泳光散射技术(PALS)分析zeta电位。zeta电位是用于配方和悬浮稳定性研究的表面电荷测量。这些样品的zeta电位如图12至15所示。

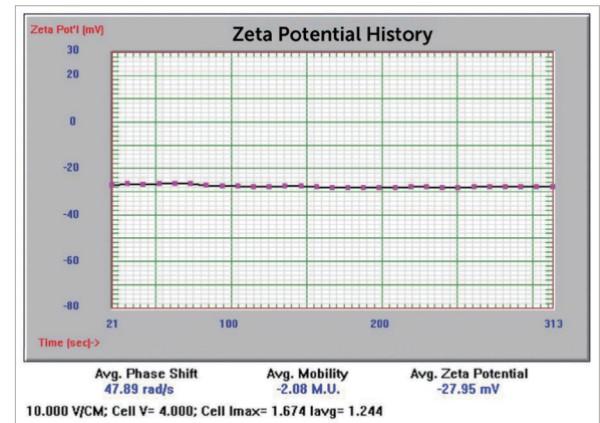


图13 20nm Au zeta电位结果

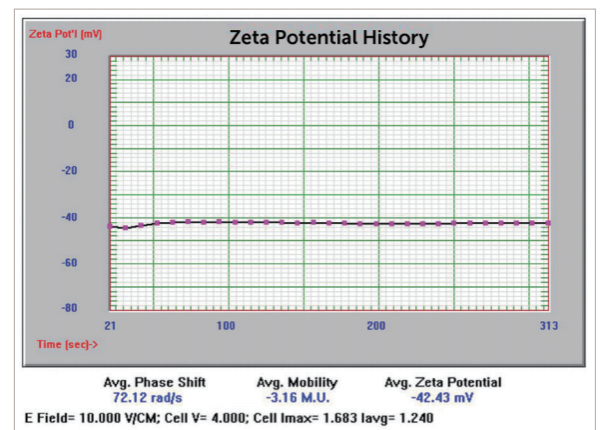


图14 5nm Au zeta电位结果

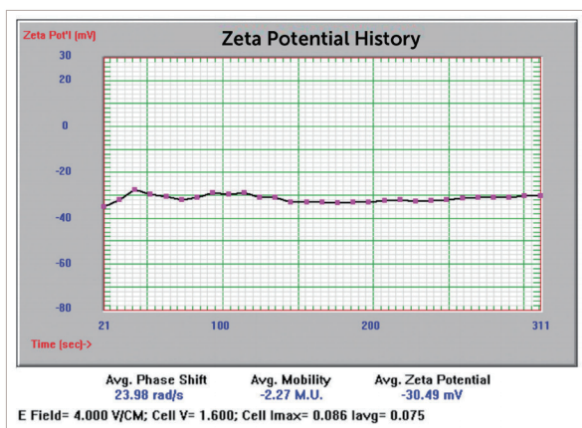


图15 NIST 8012 Au zeta电位结果

讨论

Sigma Aldrich 50 和 20 nm 标称尺寸样品的结果在预期值范围内。Sigma Aldrich 5 nm 标称尺寸结果最初报告的粒径明显高于预期——表明聚集。考虑到该样品的颜色(图 16 最左侧),这并不奇怪。更深、更蓝的颜色通常表示更大的粒度分布。离心前的结果(图 9)表明在 14 nm 附近存在初级粒子,在 122 和 417 nm 处存在聚集峰。此结果显示了 Nicomp 算法解决初级粒子和聚集体多峰的能力。离心后报告的平均大小在预期值内。



图 16 从左到右;5、20 和 50 nm Au 样品瓶

从三个不同的角度分析了 NIST 8012 样品;15°、90° 和 170°。与170°相比,90° 的结果偏差更小一点,表明 90° 是比反向散射更好的测量条件——与之前报告的其他结果一致。5°前向角方向 (15°) 的测量提高了对较大颗粒的灵敏度,如在图 11。这些结果表明多角度系统(标准且廉价的 Nicomp 选项)可能更适合某些特定应用。

使用 PALS 技术,zeta 电位结果都具有较高的可重复性。与一次性 zeta 电位样品池相比 Nicomp 样品池可以以更低的成本测量数千个样品。

稳定性研究

对 NIST 8012 样品进行了稳定性研究,以研究盐浓度对尺寸和外观的影响。原始尺寸结果如图 11 所示,报告的 90° 尺寸为 30.8 nm。首先将 200 μ L NIST 8102 移液到 200 mL 过滤去离子水中。接下来,将 3 M 的 KCl 以 500 μ L 的增量添加到稀释的 NIST 8012 悬浮液中,同时观察样品的颜色。



图 17 添加 KCL 之后,之前,原始瓶子

添加 KCL 后 NIST 8012 的粒度分布如图 18 所示。在 15 分钟的分析时间内,粒度随时间增加。二十四小时后,样品已完全聚集并沉降到比色杯底部,如图 19 所示。

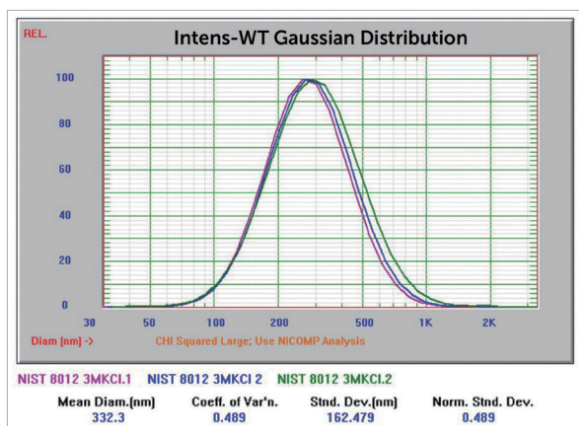


图18 添加 KCl 后三种尺寸的 NIST 8012 Au 叠加结果

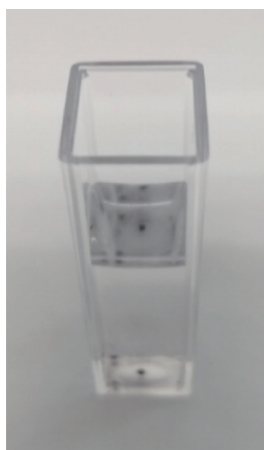


图19 NIST 8012 与稳定的聚集体

总结

动态光散射可用于金纳米颗粒粒径和 zeta 电位分析。上述实验证明, Nicomp Z3000 具有高分辨率和准确性, 可生成接近预期值的结果。Nicomp 算法检测了聚合样本的初级粒子和聚合粒子的多模式混合。

参考资料

- 1 Han, G., Ghosh, P., and Rotello, V.M., Functionalized gold nanoparticles for drug delivery, Nanomedicine, (February 2007), 2 (1): 113–23
- 2 Gibson, J.D., Khanal, B.P., and Zubarev, E.R., Paclitaxel-functionalized gold nanoparticles, Journal of the American Chemical Society, (September 2007), 129 (37): 11653–61
- 3 Sajjadi, A.Y., Suratkar, A.A., Mitra, K.K., and Grace, M.S., Short-Pulse Laser-Based System for Detection of Tumors: Administration of Gold Nanoparticles Enhances Contrast, J. Nanotechnol, Eng., (2012), Med. 3 (2): 021002
- 4 Dreaden, E.C., Austin, L.A., Mackey, M.A., and El-Sayed, M.A., Size matters: gold nanoparticles in targeted cancer drug delivery, Ther Deliv, 2012;3(4):457-78
- 5 PSS Technical Note 724 – Multiangle DLS Measurements

如需更多信息, 请致电客户服务中心, 了解奥法美嘉能为您做些什么。
访问 Alpharmaca.com 并选择“联系我们”链接, 以找到离您最近的客户服务中心。

销售条款和条件所有采购均服从奥法美嘉的销售条款和条件。



上海奥法美嘉科技有限公司

上海市 闵行区 浦江镇 浦江高科技园F区
新骏环路 588 号 23 幢 402 室

Customer Service
Tel: 400-829-3090
Email: info@Alpharmaca.com



官方公众号



官方服务号