

# XXXII Encuentro Nacional y 1<sup>er</sup> Congreso Internacional AMIDIQ

3 al 6 de Mayo de 2011, Riviera Maya, Quintana Roo

---

## SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA EMPLEANDO EXTRACTOS DE PLANTAS

## SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SILVER NANOPARTICLES USING PLANT EXTRACTS

E. Ronquillo-De Jesús\*, M. A. Aguilar-Méndez, J. Guzmán-Mendoza, E. San Martín-Martínez,  
*Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional  
Legaria 694, Colonia Irrigación, C.P. 11500 México D. F.*

\* e-mail: [elba\\_ronquillo@hotmail.com](mailto:elba_ronquillo@hotmail.com).

### Resumen

El presente trabajo presenta los resultados de la síntesis de nanopartículas de plata empleando extracto acuoso de tejocote (*Crataegus gracilior Phipps*). Los nanomateriales sintetizados fueron caracterizados mediante técnicas como espectroscopia UV-vis, espectroscopia de infrarrojo (FTIR) y microscopía electrónica de transmisión (MET). Con los resultados obtenidos de UV-vis, se confirmó la formación de nanopartículas de plata al término de la reacción. La forma y posición de los picos de absorción máxima hizo suponer la presencia de partículas de morfología preferentemente esférica y tamaños relativamente pequeños. Lo anterior se corroboró mediante MET, ya que se observaron formas esféricas y una distribución de tamaños de 20-50nm. Mediante FTIR se pudo determinar las interacciones entre las nanopartículas de plata y los agentes pasivantes.

### Abstract

This document presents results of the synthesis of silver nanoparticles through the utilization of aqueous extract of tejocote (*Crataegus gracilior Phipps*). The synthesized nanomaterials were characterized using techniques such as UV-vis spectroscopy, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), and Transmission Electron Microscopy (TEM). The formation of silver nanoparticles at the end of the reaction was confirmed with the obtained UV-vis spectroscopy results. The shape and position of the maximum absorption peaks prompted us to suspect the presence of particles of mostly spherical morphology and relatively small size. This was confirmed using TEM, since spherical forms were observed. Nanoparticle size distribution varied between 20 and 50 nm. Interactions between silver nanoparticles and capping agents were determined using FTIR.

### INTRODUCCIÓN

Los nanomateriales pueden ser producidos de diferentes materiales y de formas diversas (esferas, tubos, alambres, entre otras). A su vez, estos pueden ser clasificados en base al tipo de material en: metálicos, semiconductores y poliméricos [Liu, 2006]. Los metales a nivel nanométrico poseen propiedades ópticas, electrónicas, catalíticas, magnéticas, etc. que difieren significativamente de aquellas presentes a mayor escala [Luo y col., 2005; Sun y Luo, 2005]. Dichas propiedades están fuertemente relacionadas con el tamaño, forma, composición, cristalinidad y estructura de la partícula [Panigrahi y col., 2006]. Las nanopartículas metálicas pueden ser sintetizadas mediante una gran variedad de métodos, sin embargo la reducción química ha sido y es uno de los métodos más ampliamente utilizados.

La síntesis biológica ha surgido como una opción para la obtención de materiales a escala nanométrica, debido principalmente a la creciente necesidad por utilizar métodos de síntesis más amigables con el medio ambiente. La biosíntesis involucra el empleo de microorganismos (bacterias, levaduras y hongos) o extractos de plantas para lograr la reducción de varios tipos de iones metálicos [Sastry y col., 2003].

Los organismos vivos pueden producir nanopartículas ya sea intra- o extracelularmente, siendo ésta última la técnica más utilizada por los investigadores debido a que es más adaptable y menos costosa [Basavaraja y col.,

# XXXII Encuentro Nacional y 1<sup>er</sup> Congreso Internacional AMIDIQ

3 al 6 de Mayo de 2011, Riviera Maya, Quintana Roo

---

2008]. Vigneshwaran y col., [2007] sintetizaron nanopartículas de plata de alrededor de 10nm, empleando el hongo *Aspergillus flavus*. Por su parte He y col., [2007], utilizaron la bacteria *Rhodopseudomonas capsulata* para producir nanopartículas de oro de diferentes formas y tamaños. Los tiempos de reacción empleando microorganismos son bastante largos, con variaciones de 24 hasta 120 horas [Saifuddin y col., 2009].

En comparación con los microorganismos, el empleo de extractos de plantas como agentes reductores puede ser una vía más rápida para la preparación de nanopartículas. De acuerdo con Narayanan y Sakthivel [2008], es posible obtener nanopartículas de oro en un tiempo de 12h, empleando extractos de hojas de cilantro. A pesar de ser una técnica totalmente ecológica, la síntesis biológica presenta todavía desventajas importantes tales como largos tiempos de reacción y bajas escalas de producción [Saifuddin y col., 2009]. Por tal motivo es necesario buscar alternativas ecológicas con la finalidad de optimizar los procesos de síntesis.

El objetivo del presente trabajo fue sintetizar y caracterizar nanopartículas de plata obtenidas a partir del extracto acuoso de plantas de tejocote.

## METODOLOGÍA

### Materiales

Las nanopartículas de plata fueron preparadas utilizando nitrato de plata (>99.8%, Sigma-Aldrich, USA) como precursor. Para el ajuste de pH se utilizó hidróxido de sodio (NaOH) de la marca JTBaker (Mallinckrodt Baker, S. A. de C. V., México). En todos los experimentos se empleó agua desionizada como disolvente ( $18\text{M}\Omega\text{ cm}^{-1}$ , Easypure, EU). La recolección de las plantas de tejocote se llevó a cabo en el municipio de Texcoco, Estado de México.

### Preparación de los extractos acuosos de tejocote

Las plantas fueron lavadas y sanitizadas utilizando una solución acuosa de hipoclorito de sodio al 5%. Posteriormente estas plantas fueron secadas bajo sombra por dos semanas aproximadamente. Al término de este período se llevó a cabo la trituración de las plantas en un molino de martillos hasta obtener un tamaño de partícula de 80 mesh. El producto tamizado se utilizó para realizar la extracción acuosa mediante el método de maceración. Una cantidad de 20 g del material fue agitado durante una hora en 200 ml de agua desionizada. Al finalizar la extracción, se filtró y este extracto se utilizó en la síntesis de nanopartículas.

### Biosíntesis de nanopartículas de plata

Las nanopartículas de plata fueron elaboradas de acuerdo con la siguiente metodología: se tomaron 100mL de del extracto acuoso de tejocote y se colocaron en un matraz de tres vías, ajustando el pH a 10, con una solución de NaOH 1M. Cuando el extracto acuoso alcanzó una temperatura de  $75^{\circ}\text{C}$ , se procedió a agregar, gota a gota, 10mL de una solución  $0.8 \times 10^{-3}\text{M}$  de  $\text{AgNO}_3$ . Esta solución se mantuvo durante 30 minutos a la misma temperatura y agitación empleando una parrilla de calentamiento (Barnsted-Thermolyne, USA).

### Espectroscopia UV-Vis

Los espectros de absorción óptica de las soluciones coloidales de nanopartículas de plata fueron obtenidos en un rango de longitud de onda de 300-800nm, empleando un espectrofotómetro Cary 50 (Varian, USA). La línea base fue obtenida empleando agua desionizada como referencia. Las soluciones coloidales fueron diluidas 1:5 con agua desionizada previo al análisis.

### Microscopía electrónica de transmisión (MET)

El tamaño y la morfología de las nanopartículas de plata fueron examinados empleando un microscopio electrónico de transmisión JEOL-JEM1010 (JEOL, Japón). Las muestras fueron preparadas colocando una gota de las soluciones coloidales de nanopartículas sobre una rejilla de cobre con recubrimiento de carbono de 200 mesh. Las micrografías se obtuvieron utilizando una potencia de 60kV. El tamaño promedio y la distribución de

# XXXII Encuentro Nacional y 1<sup>er</sup> Congreso Internacional AMIDIQ

3 al 6 de Mayo de 2011, Riviera Maya, Quintana Roo

tamaño se obtuvieron al analizar 150 partículas aproximadamente, empleando el software Photo Impact 11 (Ulead Systems, EE.UU.).

## Evaluación mediante espectroscopia de infrarrojo

Los espectros de infrarrojo fueron obtenidos en un equipo Spectrum One (Perkin Elmer, EUA). Previo al análisis, las nanopartículas de plata fueron separadas por centrifugación a 13,000 rpm (Sigma 2-16, Sigma Laborzentrifugen GMBH, Alemania) y secadas. Pequeñas muestras de  $\text{AgNO}_3$ , extracto de tejocote y nanopartículas de plata fueron mezcladas por separado con KBr para formar una pastilla compacta y transparente. Los espectros de IR fueron registrados en un rango de frecuencia de  $4000\text{-}400\text{cm}^{-1}$ .

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Espectroscopia UV-Vis

Cuando una molécula determinada absorbe radiación UV-Vis, la energía absorbida excita electrones de orbitales de más baja energía a orbitales de más alta energía en la molécula. La máxima absorción UV-Vis ocurre en una longitud de onda característica de la estructura molecular y se puede determinar a partir de una gráfica de intensidad de absorción (absorbancia) contra longitud de onda de la radiación absorbida (Moore et al., 2000). La Figura 1 muestra el espectro de absorción UV-Vis obtenido para sistemas coloidales de nanopartículas de plata empleando extracto acuoso de tejocote. Es posible observar que la máxima absorbancia UV-Vis se ubicó en una longitud de onda de 500nm. De acuerdo con Slistan-Grijalva y col., [2008], la posición y forma de la banda del plásmón superficial dependen del tamaño y forma de las partículas, ya que si éstas incrementan su tamaño, la banda de absorción tiende a desplazarse hacia longitudes de onda mayores. Con esto, se podría asumir que las nanopartículas obtenidas con el extracto de tejocote tenderían a presentar tamaños mayores a 30nm en promedio, esto debido a su ubicación en el espectro. Esto se podrá confirmar con la técnica de MET.

### Microscopia Electrónica de Transmisión

De acuerdo al contraste por transmisión que se observa en la Figura 2 podemos suponer que las zonas oscuras que se revelan en las micrografías corresponden a las nanopartículas de plata y las zonas más claras corresponden a los diferentes compuestos presentes en el extracto de tejocote. El tamaño promedio de estas partículas es de aproximadamente 30nm, presentando formas esferoidales.

De la misma manera en la Figura 2, es posible observar la interacción que existe entre las nanopartículas de plata sintetizadas y los azúcares presentes en el extracto acuoso de tejocote el cual actúa como agente pasivante.

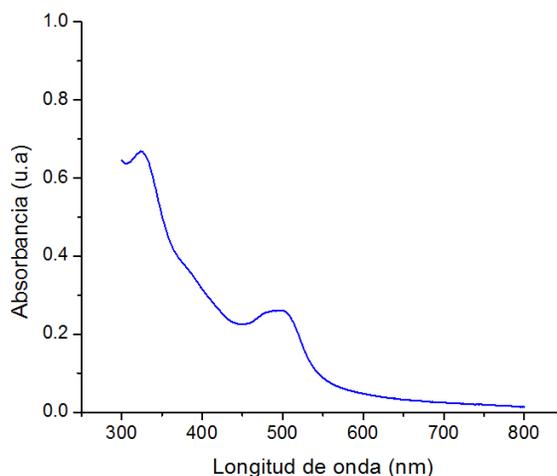


Figura 1. Espectros UV-Vis de nanopartículas de plata sintetizadas a varias concentraciones de extracto de tejocote

# XXXII Encuentro Nacional y 1<sup>er</sup> Congreso Internacional AMIDIQ

3 al 6 de Mayo de 2011, Riviera Maya, Quintana Roo

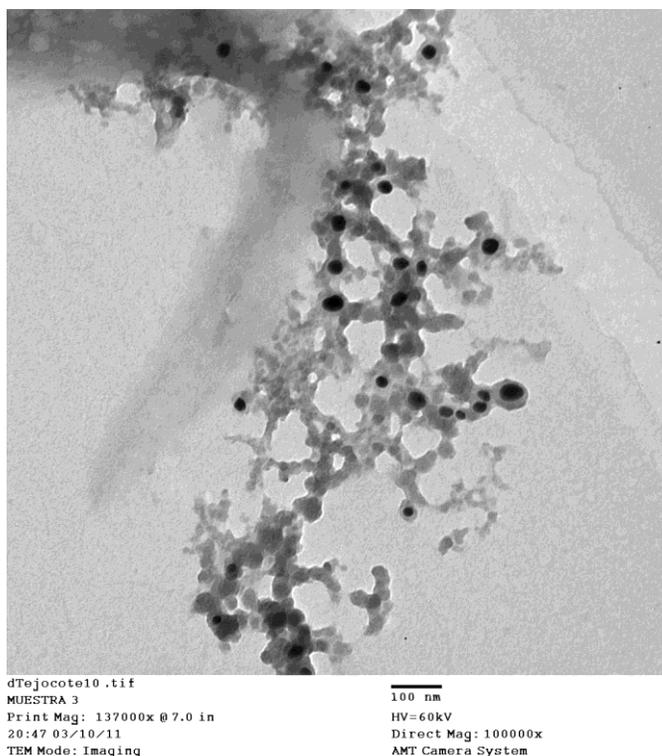


Figura 2. Imagen de TEM de las nanopartículas de plata obtenidas con extracto de tejocote

## Espectroscopia FTIR

La principal utilidad de la espectroscopia FTIR en la caracterización de nanopartículas metálicas es para detectar especies químicas que interactúan con la superficie de las partículas (Baker et al., 2004). Esta técnica es esencialmente sensible a la presencia de grupos polares tales como O-H, C=O, C-O y N-H (Ma y Phillips, 2002). La Figura 3 muestra los espectros FTIR de los precursores empleados ( $\text{AgNO}_3$  y extracto de tejocote) y de las nanopartículas de plata sintetizadas en esta investigación. El espectro del extracto de tejocote reveló bandas de absorción características a  $1045\text{cm}^{-1}$  y  $1115\text{cm}^{-1}$ , correspondientes a la vibración del enlace C-O,  $3417\text{cm}^{-1}$ , correspondiente a la Amida A (vibraciones de tensión del enlace N-H),  $1619\text{cm}^{-1}$  perteneciente a la amida I (vibraciones de tensión del enlace C=O),  $1520\text{cm}^{-1}$  correspondiente a la amida II (vibraciones de flexión del enlace N-H y de tensión del enlace C-N) y finalmente a  $1254\text{cm}^{-1}$ , la cual es característica de la amida III (vibraciones de flexión del enlace N-H) (Hayashi y Mukamel, 2008). La aparición de estas bandas características hace suponer la presencia de carbohidratos y proteínas en el extracto de tejocote. El espectro del  $\text{AgNO}_3$  muestra una banda de absorción muy intensa a  $1376\text{cm}^{-1}$ , la cual es propia del par ión  $\text{Ag}^+ \text{NO}_3^-$ . Por otro lado, al analizar el espectro de las nanopartículas de plata, se pueden observar ligeros corrimientos y disminución de las distintas bandas de absorción anteriormente descritas. El caso más notorio es la banda correspondiente al par ión  $\text{Ag}^+ \text{NO}_3^-$ , la cual prácticamente desaparece del espectro de absorción. Con estos resultados se puede deducir que las nanopartículas de plata se encuentran interactuando con los distintos grupos funcionales de proteínas y carbohidratos que se encuentran presentes en el extracto de tejocote. Se puede asumir que estas interacciones son las responsables en gran medida, de la estabilidad presentada por las soluciones coloidales de nanopartículas.

# XXXII Encuentro Nacional y 1<sup>er</sup> Congreso Internacional AMIDIQ

3 al 6 de Mayo de 2011, Riviera Maya, Quintana Roo

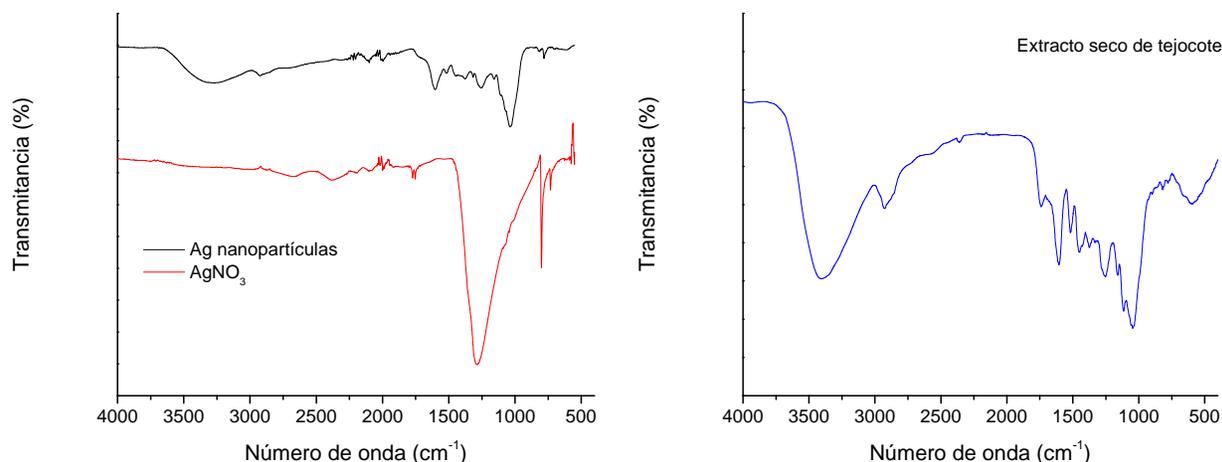


Figura 3. Espectros FTIR de los precursores empleados ( $\text{AgNO}_3$  y extracto de tejocote) y de las nanopartículas de plata sintetizadas

## CONCLUSIONES

En esta investigación fue posible sintetizar nanopartículas de plata empleando  $\text{AgNO}_3$  y un extracto acuoso de la planta *Crataegus gracilior Phipps*. Las nanopartículas sintetizadas presentaron una morfología preferentemente esférica y tamaños promedio de 30nm. Los resultados de FTIR indicaron que las nanopartículas fueron estabilizadas mediante interacciones con los componentes del extracto, carbohidratos y proteínas principalmente. La síntesis biológica puede ser una alternativa eficaz, barata y ecológica, en la producción de nanopartículas metálicas.

## REFERENCIAS

1. Baker, C. C.; Pradhan, A. and Shah, S. I. (2004). Metal nanoparticles, Encyclopedia of nanoscience and nanotechnology. American Scientific Publishers, USA. 449-473.
2. Basavaraja, S.; Balaji, S. D.; Lagashetty, A.; Rajasab, A. H. y Venkataraman. (2008). A. Extracellular biosíntesis of silver nanoparticles using the fungus *Fusarium semitectum*. *Mater. Res. Bull.*, (43), 1164-1170.
3. Hayashi, T. and Mukamel, S. (2008). Two-dimensional vibrational lineshapes of amide III, II, I and A bands in a helical peptide. *J. Molecular Liquids*, (141), 149-154
4. He, S.; Guo, Z.; Zhang, Y.; Zhang, S.; Wang, J. y Gu, N. (2007). Biosynthesis of gold nanoparticles using the bacteria *Rhodospseudomonas capsulata*. *Mater. Lett.*, (61), 3984-3987
5. Liu, W. (2006). Nanoparticles and their biological and environmental applications. *J. Biosci. Bioeng.*, (102), 1-7
6. Luo, C.; Zhang, Y.; Zeng, X.; Zeng, Y. and Wang, Y. (2005). The role of poly(ethylene glycol) in the formation of silver nanoparticles. *J. Colloid Interf. Sci.*, (288), 444-448.
7. Ma, C. Y. y Phillips, D. L. (2002). FT-Raman spectroscopy and its applications in cereal science. *Cereal Chem.*, (79), 171-177
8. Moore, J. W.; Stanitski, C. L.; Wood, J. L. and Kotz, J. C. (2000). El mundo de la química. Editorial Addison Wesley Longman de México, 2<sup>a</sup> Edición. México D. F.
9. Narayanan, K. B. y Sakthivel, N. (2008). Coriander leaf mediated biosynthesis of gold nanoparticles. *Mater. Lett.*, (62), 4588-4590.

# XXXII Encuentro Nacional y 1<sup>er</sup> Congreso Internacional AMIDIQ

3 al 6 de Mayo de 2011, Riviera Maya, Quintana Roo

---

10. Panigrahi, S.; Praharaj, S.; Basu, S.; Ghosh, S. K.; Jana, S.; Pande, S.; Vo-Dinh, T.; Jiang, H. and Pal, T. (2006). Self-assembly of silver nanoparticles: synthesis, stabilization, optical properties and application in surface-enhanced Raman scattering. *J. Phys. Chem.* (110), 13436-13444.
11. Saifuddin, N.; Wong, C. W. y Nur-Yasumira, A. A. (2009). Rapid biosynthesis of silver nanoparticles using culture supernatant of bacteria with microwave irradiation. *J. Chem.* (6), 61-70.
12. Sastry, M.; Ahmad, A.; Khan, M. I. y Kumar, R. (2003). Biosynthesis of metal nanoparticles using fungi and actinomycete. *Current Sci.* (85), 162-170.
13. Slistan-Grijalva, A.; Herrera-Urbina, R.; Rivas-Silva, J. F.; Ávalos-Borja, M.; Castellón-Barraza, F. F. y Posada-Amarillas, A. (2008). Synthesis of silver nanoparticles in a polyvinylpyrrolidone (PVP) paste, and their optical properties in a film and in ethylene glycol. *Mater. Res. Bull.*, (43), 90-96
14. Sun, X. y Luo, Y. (2005). Preparation and size control of silver nanoparticles by a thermal method. *Mater. Lett.*, (59), 3847-3850
15. Vigneshwaran, N.; Ashtaputre, N. M.; Varadarajan, P. V.; Nachane, R. P.; Paralikar, K. M. y Balasubramanya, R. H. (2007). Biological synthesis of silver nanoparticles using the fungus *Aspergillus flavus*. *Mate. Lett.*, (61), 1413-1418.

## [Índice](#)