

# Práctica 3. Síntesis de nanopartículas de plata mediante química verde

---

El principal objetivo de esta práctica se centra en la obtención de nanopartículas de plata respetando los principios que rigen la química verde.

## 3.1 Introducción

Con la revolución de la nanotecnología se ha desarrollado una nueva generación de dispositivos mucho más eficientes desde conversores de energía solar a sistemas de purificación de aguas, pasando por sensores para la detección de contaminantes. De hecho muchos sistemas para la eliminación de contaminantes se han hecho realidad gracias al desarrollo de nuevos materiales basados en nanopartículas. Siguiendo con estos principios, si el objetivo es producir un dispositivo o material que reduzca la contaminación, sería una total inconsistencia que en la obtención de ese diseño se incentive la producción de contaminantes y/o productos tóxicos. Es por ello que en los últimos años muchos grupos de investigación han integrado los principios de química verde en sus métodos de producción, tratando de minimizar el impacto ambiental ya desde los primeros pasos del desarrollo del *nanosistema*.

*¿Qué es la química verde?* Es la aplicación de la ciencia, la tecnología y la ingeniería química de forma sostenible, segura, no contaminante y que consuma cantidades mínimas de materiales y energía mientras se produce poco o ningún

material de desecho. Hay varios aspectos que definen la química verde como sostenible: económico, los materiales y los residuos.

La práctica de la química verde se basa en los “*doce principios*” siguientes:

- 1.** Es mejor prevenir la formación de residuos que tratar de limpiarlo una vez que se haya formado.
- 2.** Los métodos de síntesis deben diseñarse para conseguir la máxima incorporación en el producto final de todas las materias usadas en el proceso.
- 3.** Siempre que sea posible, los métodos de síntesis deberán diseñarse para utilizar y generar sustancias que tengan poca o ninguna toxicidad, tanto para las personas como para el medio ambiente.
- 4.** Los productos químicos deben ser diseñados de manera que mantengan su eficacia a la vez que reducen su toxicidad.
- 5.** Se evitará, en lo posible, el uso de sustancias auxiliares (disolventes, reactivos de separación, etc.) y en el caso de que se utilicen que sean lo más inocuo posible.
- 6.** Las necesidades energéticas deben ser consideradas en relación a sus impactos ambientales y económicos, reduciéndolas todo lo posible. Los métodos de síntesis deben aplicarse a temperatura y presión ambiente.
- 7.** La materia prima ha de ser preferiblemente renovable en vez de agotable, siempre que sea técnica y económicamente viable.
- 8.** Se evitará en lo posible la formación de derivados (grupos de bloqueo, de protección/desprotección,..).
- 9.** Se emplearán catalizadores (lo más selectivos posible).
- 10.** Los productos químicos se diseñaran de tal manera que al finalizar su función no persistan en el medio ambiente sino que se transformen en productos de degradación inocuos.
- 11.** Las metodologías analíticas serán desarrolladas de tal manera que permitan una monitorización y control en tiempo real del proceso, previo a la formación de sustancias peligrosas.

12. Se elegirán sustancias y las formas de su uso en los procesos químicos de forma que se minimice el potencial de accidentes químicos, incluidas las emanaciones, explosiones e incendios.

En esta práctica, se plantea como principal objetivo el análisis de los procesos de producción de nanopartículas de plata. Emplearán procedimientos y métodos más verdes en la síntesis y compararán los resultados con los obtenidos mediante química tradicional.

### 3.1 Reactivos

AgNO<sub>3</sub>, hojas de té verde, miel, cabeza de ajos, anís estrellado, pétalos de rosa y agua destilada.

### 3.2 Materiales

- Disoluciones de nitrato de plata: vidrio de reloj(2), matraz aforado de 1000 ml (1), matraz aforado de 250 ml (1), vaso de precipitados de 250 ml (2), placa calefactora (2) y agitador magnético (2).
- Té: vidrio de reloj(1), vaso de precipitados de 50 ml (2), vaso de precipitados de 250 ml (1), probeta (1), pipetas Pasteur (2), embudo Büchner (1), matraz kitasato (1), placa calefactora (1) y agitador magnético (1).
- Miel: vaso de precipitados de 50 ml (2), vaso de precipitados de 100 ml (1), vaso de precipitados de 250 ml (1), probeta (1), pipetas Pasteur (2), embudo Büchner (1), matraz kitasato (1), placa calefactora (1) y agitador magnético (1).
- Ajo: vaso de precipitados de 50 ml (1), vaso de precipitados de 100 ml (2), probeta (1), pipetas Pasteur (2), placa calefactora (1) y agitador magnético (1).
- Anís estrellado: vaso de precipitados de 50 ml (2), probeta (1), pipetas Pasteur (2), placa calefactora (1) y agitador magnético (1).
- Rosa: vaso de precipitados de 50 ml (2), probeta (1), pipetas Pasteur (2), placa calefactora (1) y agitador magnético (1).

### 3.3 Procedimiento

#### Disoluciones de partida:

Disolución 1.0 mM de  $\text{AgNO}_3$ : Disolver 0.1699 g del sólido en la mínima cantidad de agua destilada y en un matraz aforado enrasar a 1000 ml.

Disolución 0.1 M de  $\text{AgNO}_3$ : Disolver 4.25 g del sólido en la mínima cantidad de agua destilada y en un matraz aforado enrasar a 250 ml.

#### Preparación de extractos naturales:

Extracto de té verde: Disolver 0.840 g de té en 50 ml de agua destilada en un vaso de 250 ml. Se mantiene con agitación a temperatura ambiente durante 15 minutos. Filtrar para retirar el resto sólido.

Extracto de miel: Disolver 38 g de miel en 150 ml de agua destilada. Calentar ligeramente para favorecer la disolución de la miel. Filtrar para retirar el posible resto sólido.

Extracto de ajo (preparado): Pesa 6 g de dientes de ajo pelados y lávalos con agua destilada. A continuación córtalos en trozos pequeños y añádelos a 50 ml de agua destilada. La mezcla se asienta a temperatura ambiente durante 24 horas. La solución resultante se decanta, obteniendo una disolución de tono blanquecino.

Extracto de anís estrellado: Se limpian unos 25 – 30 anises con agua destilada, se secan y se muelen en un mortero. Se pesan 20 g de anises estrellados y se adicionan a 100 ml de agua destilada. La mezcla se hierve durante 15 minutos con agitación vigorosa (hay que controlar la evaporación del disolvente, por lo que será necesario añadir agua destilada a lo largo del proceso de calentamiento). La disolución se deja enfriar y se filtra a fin de eliminar los residuos sólidos.

Extracto etanólico de rosa (preparado): Se limpian unos pétalos de rosa con agua destilada y se secan durante 3 – 4 días a 37 °C. Tras el proceso de secado, se muelen hasta formar un polvo fino, que se disuelve en etanol al 70 %. Esta disolución se mantiene a oscuras durante 3 días a temperatura ambiente. Una vez transcurridos los 3 días se filtra la mezcla. Se pesan 20 g de anises estrellados y se adicionan a 100 ml de agua destilada.

***Apartado A*** *Preparación de nanopartículas de plata empleando té verde como agente reductor.*

- \_1. Mediante una pipeta Pasteur, se añade 1 ml de extracto de té sobre 20 ml de la disolución de nitrato de plata 1 mM.
- \_2. Se mantiene la mezcla en agitación y sin calentar. Tras unos 30 minutos la disolución se oscurecerá siendo este hecho indicativo de la aparición de las nanopartículas.
- \_3. Anota los cambios de color que observes a lo largo de la reacción.
- \_4. Registrar el espectro UV/visible **cada 5 nm entre 300 y 700 nm** de la disolución de nanopartículas obtenida a los 30, 60, 90 y 120 minutos. Para ello, tomar 6 ml de la disolución y diluirlos en 20 ml de agua destilada.
- \_5. Deja reposar la disolución durante 24 h y registra de nuevo el espectro UV/visible. Una vez transcurridas 48 h desde el inicio del experimento, registrar un último espectro.

***Apartado B*** *Preparación de nanopartículas de plata empleando miel como agente reductor.*

- \_1. En un vaso de precipitados de 100 ml se vierten 20 ml de la disolución de nitrato de plata de concentración 1 mM y se le añaden 15 ml del extracto de miel. Se introduce el imán y se pone en agitación magnética creando un vórtex moderado.
- \_2. Calentar la disolución hasta 80 °C durante unos 10 minutos.
- \_3. Anota los cambios de color que observes a lo largo de la reacción.
- \_4. Registra espectros de UV/visible **cada 5 nm entre 300 y 700 nm** a los 30, 60, 90 y 120 minutos. Para ello diluye 6 ml de la disolución en 20 ml de agua destilada.
- \_5. Deja reposar la disolución durante 24 h y registra de nuevo el espectro UV/visible. Una vez transcurridas 48 h desde el inicio del experimento, registrar un último espectro.

***Apartado C Preparación de nanopartículas de plata empleando ajo (*Allium sativum*) como agente reductor.***

- \_1. En un vaso de precipitados de 100 ml se vierten 50 ml de la disolución de nitrato de plata de concentración 1 mM y se le añaden 2 ml del extracto de ajo.
- \_2. Se introduce el imán y se pone en agitación magnética creando un vórtex moderado.
- \_3. Anota los cambios de color que observes a lo largo de la reacción.
- \_4. Registra espectros de UV/visible **cada 5 nm entre 300 y 700 nm** a los 30, 60, 90 y 120 minutos. Para ello diluye 6 ml de la disolución en 20 ml de agua destilada.
- \_5. Deja reposar la disolución durante 24 h y registra de nuevo el espectro UV/visible. Una vez transcurridas 48 h desde el inicio del experimento, registrar un último espectro.

***Apartado D Preparación de nanopartículas de plata empleando anís estrellado como agente reductor.***

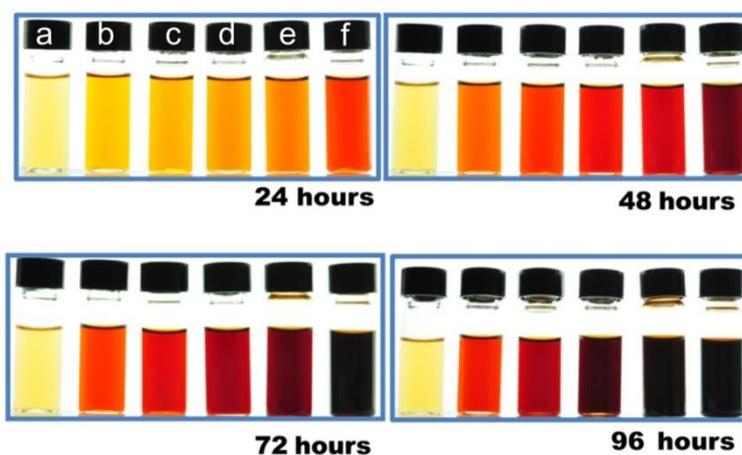
- \_1. En un vaso de precipitados de 50 ml se vierten 10 ml de la disolución de nitrato de plata de concentración 0,1 M y se le añaden 10 ml del extracto de anís estrellado.
- \_2. Se introduce el imán y se pone en agitación magnética creando un vórtex moderado.
- \_3. Anota los cambios de color que observes a lo largo de la reacción.
- \_4. Registra espectros de UV/visible **cada 5 nm entre 300 y 700 nm** a los 30, 60, 90 y 120 minutos. Para ello diluye 6 ml de la disolución en 20 ml de agua destilada.
- \_5. Deja reposar la disolución durante 24 h y registra de nuevo el espectro UV/visible. Una vez transcurridas 48 h desde el inicio del experimento, registrar un último espectro.

***Apartado E Preparación de nanopartículas de plata empleando pétalos de rosa como agente reductor.***

- \_1. En un vaso de precipitados de 250 ml se vierten 95 ml de la disolución de nitrato de plata de concentración 1 mM y se le añaden 5 ml del extracto de rosa.
- \_2. Se introduce el imán y se pone en agitación magnética creando un vórtex moderado.
- \_3. Anota los cambios de color que observes a lo largo de la reacción.
- \_4. Registra espectros de UV/visible **cada 5 nm entre 300 y 700 nm** a los 30, 60, 90 y 120 minutos. Para ello diluye 6 ml de la disolución en 20 ml de agua destilada.
- \_5. Deja reposar la disolución durante 48 h y registra de nuevo el espectro UV/visible.

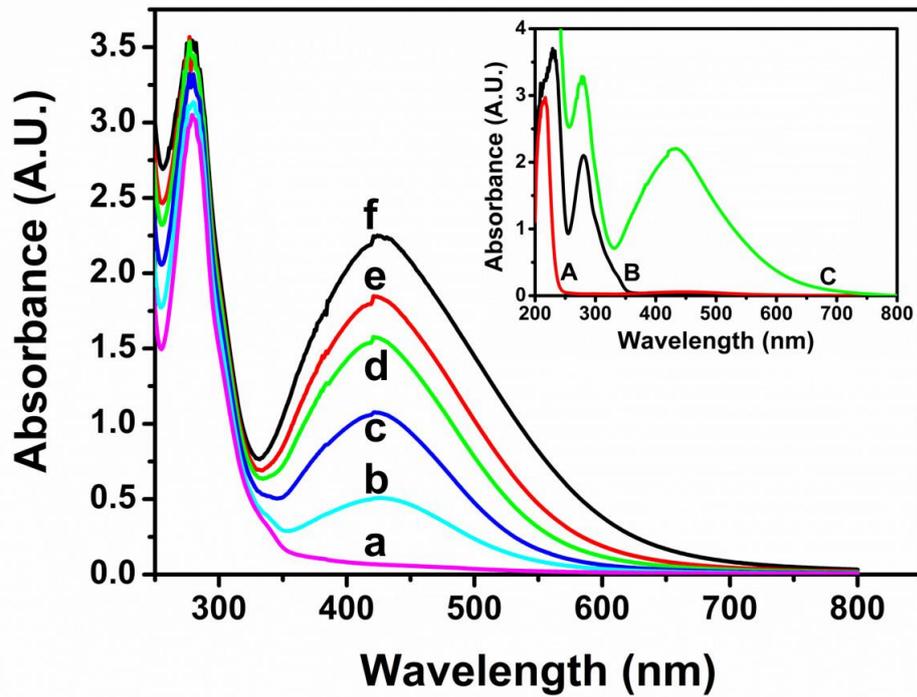
### 3.4 Cuestiones

1. De los 12 principios de la química verde, ¿Cuáles son los que se siguen a lo largo de esta práctica?
2. Dibuja los espectros de UV/visible obtenidos en cada experimento. ¿Qué conclusiones puedes extraer de ellos?
3. Compara los espectros UV/visible obtenidos para cada agente reductor. ¿Qué conclusiones puedes extraer de ellos?
4. Si comparas los espectros UV/visible de las nanopartículas preparadas por química tradicional con las de química verde, ¿qué conclusiones puedes extraer?
5. ¿Qué especie elegirías como mejor agente reductor verde?
6. Un grupo de investigadores ha estudiado el efecto de la concentración de plata en las disoluciones y del tiempo de reacción sobre el crecimiento de nanopartículas de plata. En la siguiente figura se presenta la evolución con el tiempo de una serie de viales en los que se ha añadido a una disolución de nitrato de plata un agente reductor.



La concentración de nitrato de plata es diferente en cada vial: (a) agente reductor puro, (b) 2.5 mM, (c) 5 mM, (d) 7.5 mM, (e) 10 mM, and (f) 15 mM.

Los espectros registrados tras 96 horas para dichas concentraciones se presentan en la siguiente figura:



Comenta los resultados obtenidos por dichos investigadores y extrae una serie de conclusiones a su trabajo.

*Ref.- E. Rodríguez-León y col., "Synthesis of silver nanoparticles using reducing agents obtained from natural sources (Rumex hymenosepalus extracts)" Nanoscale Research Letters 8 (2013) 318.*

