



Síntesis Verde de Nanopartículas de Plata (AgNPs) Basadas en Macroalgas (*Padina spp*) Usando Ultrasonido y Metodología de Superficie de Respuesta

Green Synthesis of Silver Nanoparticles (AgNPs) Based on Macroalgae (*Padina spp*) Using Ultrasound and Response Surface Methodology

Antony POLO ¹, Gina ALVARADO ¹, Dary MENDOZA *¹

¹ Grupo de Productos Naturales y Bioquímica de Macromoléculas. Universidad del Atlántico, Barranquilla, Colombia. * darymendoza@mail.uniatlantico.edu.co

Presentación Póster No. 85

ABSTRACT

Nanotechnology offers extensive applications in diverse areas of knowledge, one of the most relevant being the engineering of nanostructured materials, which have diverse applications in fields such as pharmaceutical sciences and agriculture ^[1, 2]. The objective of this research was to determine the conditions that maximize the green synthesis of AgNPs based on macroalgae of the genus *Padina spp* and ultrasound. To achieve this objective, a response surface model (RSM) was implemented based on a Box-Behnken (BB) design with four factors and three levels (+1, 0, -1). The factors were selected based on published studies that identify the following critical parameters in the synthesis of metallic NPs: pH, reaction time, algal extract concentration, and ultrasound amplitude ^[3]. The conditions optimized by the RSM model were reproduced, and the AgNPs were characterized using UV spectroscopy, FT-IR-ATR, DLS, and SEM. The RSM design was fitted to a second-order linear factorial model, with a multiple R² = 92.63% and adjusted R² = 84.03%. ANOVA showed that pH was the factor with the greatest influence on AgNP synthesis (*p-value* = 0.0000), followed by reaction time (*p-value* = 0.033). In addition, a quadratic effect of pH (*p-value* = 0.0003) and the pH-algal extract concentration interaction (*p-value* = 0.019) were observed. The synthesis conditions maximized by the model were: pH = 9.0; time = 20 min; amplitude = 48%; and algal extract concentration = 5.0% v/v.

The AgNPs obtained under optimized conditions were reddish-brown in color. These particles were more stable than those obtained by chemical synthesis with trisodium citrate at 90 °C, which was attributed to the “capping” effect of the seaweed extract. FT-IR-ATR analysis demonstrated that the AgNPs were surrounded by sulfated polysaccharides such as carrageenan (bands between 1200-1260 cm⁻¹), and characteristic signals of other algal polysaccharides such as alginic acid were also identified (bands at 3200-3400 cm⁻¹, 2920-2960 cm⁻¹, 1550-1650



cm^{-1})^[4]. DLS revealed that the average size of the AgNPs was influenced by the seaweed extract concentration; the smallest particles (median = 146 nm) were obtained at a 1% extract concentration. The highest extract concentration (5% v/v) produced larger particles (median = 169 nm). Likewise, the highest concentration of AgNPs was obtained with the 5 % extract concentration (21.938 mM). SEM analysis revealed that AgNPs have a spherical shape and porous surface, which is useful for binding and/or immobilizing various molecules^[5].

These results demonstrate the feasibility of synthesizing AgNPs using aqueous extracts of *Padina spp.*, and the ultrasonic method. Future studies will evaluate the potential use of this new nanomaterial in the control of phytopathogenic microorganisms.

Key words:

Nanomaterials, silver nanoparticles, green synthesis, ultrasound, optimization methods.

RESUMEN

La nanotecnología ofrece aplicaciones extensas en diversas áreas del conocimiento, una de las más relevantes es la ingeniería de materiales nanoestructurados, los cuales tienen diversas aplicaciones en campos como las ciencias farmacéuticas y la agricultura^[1, 2]. El objetivo de la presente investigación fue determinar las condiciones que maximizan la síntesis verde de AgNPs basada en macroalgas del género *Padina spp* y ultrasonido. Para cumplir este objetivo, se llevó a cabo una metodología de superficie de respuesta (RSM) basada en un diseño Box-Behnken (BB) con cuatro factores y tres niveles (+1, 0, -1). Los factores se seleccionaron con base en estudios publicados que identifican los siguientes parámetros críticos en la síntesis de NPs metálicas, a saber: pH, tiempo de reacción, concentración del extracto de algas y amplitud del ultrasonido^[3]. Las condiciones optimizadas por el modelo RSM se reprodujeron y las AgNPs se caracterizaron usando espectroscopía UV, FT-IR-ATR, DLS y SEM.

El diseño RSM se ajustó a un modelo factorial lineal de segundo orden, con un R^2 múltiple = 92,63% y R^2 ajustado = 84,03 %. El ANOVA mostró que el pH fue el factor con mayor influencia en la síntesis de AgNPs (valor p = 0.0000), seguido del tiempo de reacción (valor p = 0.033). Además, se observó un efecto cuadrático del pH (valor- p = 0.0003) y de la interacción del pH - concentración del extracto del alga (valor- p = 0.019). Las condiciones de síntesis maximizadas por el modelo fueron: pH = 9,0; tiempo = 20 min; amplitud = 48% y concentración de extracto de alga = 5,0 % v/v.

Las AgNPs obtenidas bajo condiciones optimizadas, fueron de color marrón rojizo. Estas NPs fueron más estable que las obtenidas por síntesis química con citrato trisódico a 90 °C, lo cual se atribuyó al efecto “capping” del extracto del alga. El análisis FT-IR-ATR demostró que las AgNPs estaban rodeadas por polisacáridos sulfatados como la carragenina (bandas entre 1200-1260 cm^{-1}); también se identificaron señales características de otros polisacáridos de algas como el ácido alginico (bandas a 3200-3400 cm^{-1} , 2920-2960 cm^{-1} , 1550-1650 cm^{-1})^[4]. El análisis DLS reveló que el tamaño promedio de las AgNPs estuvo influenciado por la concentración del



extracto del alga; las partículas más pequeñas (mediana = 146 nm) se obtuvieron con una concentración de extracto del 1%. La máxima concentración del extracto (5 %v/v) produjo partículas de mayor tamaño (mediana = 169 nm). Asimismo, la mayor concentración de AgNPs se obtuvo con la concentración de extracto del 5 % (21,938 mM). El análisis SEM reveló que las AgNPs poseen forma esférica y superficie porosa, lo cual es útil para la unión y/o inmovilización de diversas moléculas ^[5].

Estos resultados demuestran la viabilidad de la síntesis de AgNPs usando extractos acuosos de *Padina spp* y método ultrasónico. Estudios futuros evaluarán el potencial uso de este nuevo nanomaterial en el control de microorganismos fitopatógenos.

Palabras clave:

Nanomateriales, nanopartículas de plata, síntesis verde, ultrasonido, métodos de optimización

Agradecimientos/Acknowledgements

Esta investigación fue financiada por la “Cuarta convocatoria interna para el fortalecimiento de la red institucional de semilleros de investigación (Redisia)-2022” de la Universidad del Atlántico

Referencias/References

- [1] BURDUŞEL, A. C., GHERASIM, O., GRUMEZESCU, A. M., MOGOANTĂ, L., FICAI, A., & ANDRONESCU, E. (2018). Biomedical applications of silver nanoparticles: An up-to-date overview. *Nanomaterials* (Basel), 8(9): 681. [[DOI](#)]
- [2] KHAN, S., ZAHOR, M., SHER KHAN, R., IKRAM, M., & ISLAM, N. U. (2023). The impact of silver nanoparticles on the growth of plants: The agriculture applications. *Heliyon*, 9(6): e16928. [[DOI](#)]
- [3] MIRANDA, A., AKPOBOLOKEMI, T., CHUNG, E., REN, G., & RAIMI-ABRAHAM, B. T. (2022). pH alteration in plant-mediated green synthesis and its resultant impact on antimicrobial properties of silver nanoparticles (AgNPs). *Antibiotics* (Basel), 11(11): 1592. [[DOI](#)]
- [4] VANDANJON, L., BURLOT, A.-S., ZAMANILEHA, E. F., DOUZENEL, P., RAVELONANDRO, P. H., BOURGOUGNON, N., & BEDOUX, G. (2023). The use of FTIR spectroscopy as a tool for the seasonal variation analysis and for the quality control of polysaccharides from seaweeds. *Marine Drugs*, 21(9): 482. [[DOI](#)]
- [5] YU, K., LU, F., LI, Q., et al. (2017). In situ assembly of Ag nanoparticles (AgNPs) on porous silkworm cocoon-based wound film: Enhanced antimicrobial and wound healing activity. *Scientific Reports*, 7: 2107. [[DOI](#)]