

Accepted Manuscript / Manuscrito Aceptado

Titlle Paper/Título del artículo:

Síntesis de nanopartículas de oro y plata ancladas en óxido de grafeno

Synthesis of gold and silver nanoparticles anchored in graphene oxide

Authors/Autores: Del Real-Quiñonez, W.A., Lomelí-Rosales, D.A, Ramírez-González, D., Guevara-Martínez, S.J., Escutia-Gutiérrez, R., Del Río-Chávez, A. A., Zamudio-Ojeda A.

ID: e1878

DOI: <https://doi.org/10.15741/revbio.12.e1878>

Received/Fecha de recepción: January 15th 2024

Accepted /Fecha de aceptación: July 15th 2025

Available online/Fecha de publicación: August 11th 2025

Please cite this article as/Como citar este artículo: Del Real-Quiñonez, W.A., Lomelí-Rosales, D.A, Ramírez-González, D., Guevara-Martínez, S.J., Escutia-Gutiérrez, R., Del Río-Chávez, A. A., Zamudio-Ojeda A. (2025). Synthesis of gold and silver nanoparticles anchored in graphene oxide. *Revista Bio Ciencias*, 12, e1878. <https://doi.org/10.15741/revbio.12.e1878>

This is a PDF file of an unedited manuscript that has been accepted for publication. As a service to our customers we are providing this early version of the manuscript. The manuscript will undergo copyediting, typesetting, and review of the resulting proof before it is published in its final form. Please note that during the production process errors may be discovered which could affect the content, and all legal disclaimers that apply to the journal pertain.

Este archivo PDF es un manuscrito no editado que ha sido aceptado para publicación. Esto es parte de un servicio de Revista Bio Ciencias para proveer a los autores de una versión rápida del manuscrito. Sin embargo, el manuscrito ingresará a proceso de edición y corrección de estilo antes de publicar la versión final. Por favor note que la versión actual puede contener errores de forma.

Artículo original

Síntesis de nanopartículas de oro y plata ancladas en óxido de grafeno

Synthesis of gold and silver nanoparticles anchored in graphene oxide

Síntesis de NPs_{Au} y NPs_{Ag} ancladas en GO/

Synthesis of GO-anchored AuNPs and AgNPs

Del Real-Quiñonez, W.A. ¹, Lomelí-Rosales, D.A. ² (<https://orcid.org/0000-0002-9949-5829>), Ramírez-González, D. ³ (<https://orcid.org/0000-0002-4445-3381>), Guevara-Martínez, S.J. ⁴ (<https://orcid.org/0000-0001-5629-2864>), Escutia-Gutiérrez, R. ⁵ (<https://orcid.org/0000-0002-6615-4251>), Del Río-Chávez, A. A. ⁶ (<https://orcid.org/0000-0001-7840-2091>), Zamudio-Ojeda A. * ¹ (<https://orcid.org/0000-0002-8684-193X>).

¹ Departamento de Física, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Universidad de Guadalajara, Guadalajara, 44430, México.

² Departamento de Química, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Universidad de Guadalajara, Blvd. Marcelino García Barragán 1421, Guadalajara 44430, Jalisco, México.

³ Posgrado Fis. Mat. CU Valles, Universidad de Guadalajara, 44430, México.

⁴ Departamento de Farmacobiología, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Universidad de Guadalajara, Guadalajara, 44430, México.

⁵ Departamento de Biología Molecular y Genómica, Centro Universitario de Ciencias de la Salud, Universidad de Guadalajara, Guadalajara, 44340, Jalisco, México.

⁶ Laboratorio de Bromatología, Facultad de Agrobiología "Presidente Juárez", Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Uruapan, 60170, Michoacán, México.

*Corresponding Author:

[Adalberto Zamudio-Ojeda](mailto:adalberto.zojeda@academicos.udg.mx), Departamento de Física, Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías, Universidad de Guadalajara, Guadalajara, 44430, México. Teléfono: 52 (33) 1378 5900. ext. 27529. E-mail: adalberto.zojeda@academicos.udg.mx

RESUMEN

Este trabajo presenta una serie de experimentos destinados al anclaje de nanopartículas de plata (AgNPs) y oro (AuNPs) sobre óxido de grafeno (GO). En una primera etapa, se realizó la síntesis de nanopartículas coloidales utilizando el método de Turkevich, empleando citrato de sodio como agente reductor y estabilizador. Posteriormente, se implementó el anclaje de las nanopartículas al GO, el cual fue sintetizado mediante el método modificado de Hummers, que involucra la oxidación de grafito utilizando permanganato de potasio (KMnO₄), nitrato de sodio (NaNO₃) y ácido sulfúrico (H₂SO₄). Para el anclaje, se desarrollaron dos metodologías: (1) mezcla de una solución de nanopartículas de Au o Ag con GO, y (2) síntesis *in-situ* de las nanopartículas en una solución de GO. Las muestras obtenidas fueron caracterizadas mediante espectroscopia ultravioleta-visible (UV-Vis), microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM), dispersión dinámica de luz (DLS) y difracción de rayos X de polvos (XRD). Los resultados indican que ambos métodos son efectivos para el anclaje de nanopartículas, mostrando distribuciones

homogéneas y buenas propiedades estructurales. Este estudio proporciona una base para el desarrollo de materiales funcionales basados en grafeno y MNPs, con potencial en aplicaciones catalíticas y tecnológicas.

PALABRAS CLAVE:

Nanopartículas de plata, nanopartículas de oro, óxido de grafeno, síntesis verde.

ABSTRACT

This work presents a series of experiments aimed at anchoring silver (AgNPs) and gold (AuNPs) nanoparticles on graphene oxide (GO). In a first stage, the synthesis of colloidal nanoparticles was carried out using the Turkevich method, employing sodium citrate as reducing and stabilizing agent. Subsequently, the anchoring of the nanoparticles to the GO was implemented, which was synthesized using Hummers' method, involving the oxidation of graphite using potassium permanganate (KMnO_4), sodium nitrate (NaNO_3) and sulfuric acid (H_2SO_4). For anchoring, two methodologies were developed: (1) mixing of a solution of Au or Ag nanoparticles with graphene oxide, and (2) *in-situ* synthesis of the nanoparticles in an GO solution. The obtained samples were characterized by ultraviolet-visible spectroscopy (UV-Vis), scanning electron microscopy (SEM), high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM), dynamic light scattering (DLS) and powder X-ray diffraction (XRD). The results indicate that both methods are effective for nanoparticle anchoring, showing homogeneous distributions and good structural properties. This study provides a basis for the development of functional materials based on graphene and metal nanoparticles, with potential in catalytic and technological applications.

KEY WORDS:

Silver nanoparticles, gold nanoparticles, graphene oxide, green synthesis.

Introducción

A finales del siglo XX, surgió una disciplina científica revolucionaria conocida como Nanociencia, centrada en el estudio de las propiedades únicas que emergen cuando los materiales tienen al menos una de sus dimensiones en la escala nanométrica (mil millonésimas de metro). Estas dimensiones reducidas confieren a los materiales comportamientos atípicos en comparación con sus contrapartes macroscópicas, incluyendo propiedades ópticas, eléctricas y mecánicas excepcionales que los posicionan como herramientas clave para la innovación tecnológica (Xia *et al.*, 2003). Aunque los nanomateriales han existido de manera intrínseca en la naturaleza, por ejemplo, en la doble hélice del ADN, la cual cuenta con un diámetro de 2.5 nm (Zhao *et al.*, 2014), en las nanoestructuras que recubren las escamas de las alas de mariposas del género Morpho (Zhang *et al.*, 2015), y en las formaciones de carbono en mantos petroleros (Galiakhmetova *et al.*, 2024). Curiosamente, el uso de nanopartículas se remonta a la antigüedad, como lo demuestran ejemplos como la Copa de Licurgo, famosa por sus propiedades ópticas derivadas de AuNPs y AgNPs, las espadas de Damasco con nanoestructuras de carbono que les conferían resistencia y flexibilidad, y los vitrales medievales, donde se utilizaban nanopartículas metálicas (MNPs) para generar colores vibrantes. El concepto moderno de la Nanociencia fue anticipado por Richard Feynman en su icónica conferencia de 1959 titulada "Plenty of Room at the Bottom", donde vislumbró la posibilidad de manipular átomos y moléculas individuales para diseñar materiales con propiedades innovadoras (Feynman

et al., 1960). Feynman destacó que, a escalas tan pequeñas, las leyes de la mecánica cuántica predominan, abriendo la puerta a nuevos fenómenos físicos y aplicaciones tecnológicas. Sin embargo, no fue sino hasta los años 80 que la Nanociencia despegó como campo práctico, impulsada por el desarrollo de microscopios electrónicos con la capacidad de visualizar, manipular y caracterizar estructuras a nivel atómico.

Hoy en día, la Nanociencia es una disciplina interdisciplinaria que involucra a científicos e ingenieros de campos como física, química, biología y electrónica (Adams *et al.*, 2016). Su aplicación abarca desde la energía y la medicina hasta el desarrollo de dispositivos electrónicos y sistemas autoevolutivos (Bensaude-Vincent *et al.*, 2016). La capacidad de manipular átomos y moléculas permite el diseño de materiales con propiedades macroscópicas mejoradas o completamente nuevas. Un ejemplo representativo de estas innovaciones es el grafeno, un alótropo del carbono sintetizado y estabilizado por primera vez en 2004 (Karthik *et al.*, 2014). Este material posee propiedades excepcionales como alta elasticidad, conductividad térmica y eléctrica, lo que lo convierte en un candidato ideal para aplicaciones en sensores de gas, electrónica de alta frecuencia, celdas de combustible y supercapacitores (Zhen *et al.*, 2018). Además, el óxido de GO, derivado de la oxidación del grafito, ofrece una plataforma funcionalizada para el anclaje de MNPs, mejorando las propiedades de los materiales híbridos resultantes (Smith *et al.*, 2019).

Las nanopartículas metálicas (MNPs), particularmente las de plata y oro, también han revolucionado la ciencia y la tecnología debido a sus propiedades únicas a escala nanométrica, como cambios en el punto de fusión, alta área superficial y resonancia de plasmón de superficie, en comparación con estructuras de los mismos materiales pero que cuenten con dimensiones macroscópicas (Ghosh *et al.*, 2007). Estas nanopartículas encuentran aplicaciones en catálisis, medicina, biotecnología, energía y dispositivos electrónicos, posicionándose como herramientas clave en la ciencia moderna (Coviello *et al.*, 2022). Este estudio explora la síntesis y anclaje de nanopartículas de plata y oro en GO, evaluando sus propiedades estructurales y funcionales para aplicaciones potenciales en la industria y la investigación. Es importante resaltar que el contexto mediante el cual se define el anclaje de las nanopartículas sobre la superficie de grafeno se refiere al proceso de unión o inmovilización de las MNPs en su superficie debido a interacciones físicas, como fuerzas electrostáticas, o químicas, a través de la formación de uniones covalentes entre los grupos funcionales del GO y las MNPs (Goncalves *et al.*, 2009).

En años recientes la Nanociencia ha desarrollado diversos métodos para la síntesis de las nanopartículas. Éstos, los podemos dividir en métodos químicos y físicos. Los primeros regularmente se basan en la reducción de sales metálicas y los segundos en la evaporación de ciertos materiales macroscópicos. Uno de los métodos físicos comúnmente utilizados es el de ablación láser, que consiste en incidir un haz láser para remover material de una superficie sólida (Lin *et al.*, 2015). Otro método es la descarga de arco eléctrico, en la cual se vaporiza material de un cátodo (Tsai *et al.*, 2013). Aunque con los métodos físicos como ablación láser y deposición mediante arco catódico, se pueden obtener nanoestructuras de alta pureza, el inconveniente de estas técnicas es el empleo de equipo especializado cuyo costo puede oscilar desde decenas de miles, hasta millones de dólares. Por el contrario, los métodos químicos se basan en el uso de sales metálicas, donde se parte de átomos metálicos con un estado de oxidación diferente de cero, los cuales deben ser reducidos en un medio, para ello se emplean diversos solventes y agentes reductores (por ejemplo, hidruros o hidrazinas), así como un estabilizador (Li *et al.*, 2021). Este método es conocido como bottom-up, ya que se parte de átomos individuales que se van agregando controladamente para generar la nanoestructura. La ventaja de este método de generación

de partículas es que no se requiere de equipos costosos, lo cual es muy conveniente para su implementación en laboratorios.

Las MNPs, conocidas por su alta conductividad eléctrica y térmica, estabilidad química y resonancia del plasmón de superficie, ofrecen un amplio espectro de aplicaciones, desde sensores y catálisis hasta sistemas de liberación controlada y terapias antimicrobianas (Shnoudeh *et al.*, 2019). Por otro lado, el GO, derivado del grafeno mediante procesos de oxidación, proporciona una plataforma funcionalizada ideal gracias a su alta área superficial, flexibilidad mecánica y grupos funcionales oxigenados. La combinación de AuNPs o AgNPs con GO genera materiales híbridos que maximizan las propiedades individuales de cada componente, creando sinergias que potencian su aplicabilidad (Majumder *et al.*, 2022). Este anclaje puede realizarse mediante interacciones físicas, como enlaces electrostáticos, o químicas, como uniones covalentes entre los grupos funcionales del GO y las MNPs (Narayan *et al.*, 2024). Además, la síntesis *in-situ*, donde las nanopartículas se generan directamente en presencia de GO, permite un control preciso sobre la distribución y el tamaño de las nanopartículas, optimizando las propiedades del material resultante (Badoni *et al.*, 2024).

Los materiales híbridos AuNPs/AgNPs- GO han demostrado un gran potencial en diversos campos, incluyendo el sector energético impactando directamente en el desarrollo de celdas solares y supercapacitores; la catálisis, al facilitar reacciones químicas con alta eficiencia; la medicina, con aplicaciones en terapias antimicrobianas e imagen biomédica (Ray *et al.*, 2024); y la electrónica, mediante el desarrollo de sensores avanzados y dispositivos flexibles (Darabdhara *et al.*, 2019). Estas aplicaciones subrayan la relevancia científica y tecnológica de los nanomateriales híbridos, así como su papel en el diseño de soluciones sostenibles y altamente funcionales (Yin *et al.*, 2015). El presente trabajo explora la síntesis y caracterización de AuNPs y AgNPs ancladas en GO, destacando los métodos de anclaje y las propiedades obtenidas en función de su aplicabilidad en la industria y la investigación (Yuan *et al.*, 2018). Este enfoque contribuye significativamente al avance del conocimiento en Nanociencia y materiales funcionales (Pang *et al.*, 2023).

Material y Métodos

Material

Las reacciones se llevaron a cabo empleando reactivos y disolventes de alta pureza, los cuales fueron adquiridos de Sigma-Aldrich y Merk. El agua utilizada para la síntesis de nanopartículas fue bidestilada y desionizada. Los reactivos utilizados Ácido tetracloroaurico ($\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) y Nitrato de plata (AgNO_3) se mantuvieron bajo atmósfera inerte en una caja de guantes para evitar su hidratación.

Técnicas de Caracterización

Las muestras obtenidas fueron caracterizadas mediante espectroscopia UV-Vis en un equipo Thermo Scientific modelo Génesis 10S UV - Vis. Se obtuvieron imágenes en microscopia electrónica de barrido (SEM), con un equipo marca TESCAN Modelo MIRA 3MLU, utilizando 20 Kv. Las imágenes de alta resolución de microscopia electrónica de transmisión (HRTEM), con un equipo FEI TECNAlF30 STWIN G2, utilizando 300 Kv, para la preparación de las muestras se utilizaron rejillas de cobre de 200 mesh, a la cual se le dejó caer una gota diluida del material a analizar. Para la espectroscopia de difracción de rayos X se empleó un equipo marca Difracción de Rayos X (XRD) Emyream con

radiación Cu-K α ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), con una intensidad de corriente de 20 mA y un voltaje de 30KV a una velocidad de 0.02 grados/segundo. La técnica de dispersión dinámica de luz (DLS), se utilizó para obtener el tamaño promedio de las partículas en el equipo Zetasizer Nano S90 Malvern.

Síntesis del óxido de grafeno (GO)

Para la síntesis del GO se utilizó el método de Hummer modificado, el cual consiste en agregar obleas de grafito y sumergirlas en ácido, al cual se le agrega posteriormente KMnO_4 . Una vez que todos los materiales están mezclados, se obtiene una coloración café turbio, se comienza a diluir la sustancia agregando cuidadosamente agua hasta obtener un color ámbar. Se agrega peróxido de hidrógeno H_2O_2 para terminar la reacción y por último se somete a sonicación para separar las láminas de GO.

Síntesis de las nanopartículas Metálicas (MNPs)

La síntesis de las AuNPs y AgNPs se llevó a cabo siguiendo la metodología desarrollada por Turkevich, adicionando un sistema de reflujo que permitió evitar la evaporación del solvente, durante el proceso de síntesis. A continuación, se describe la metodología empleada en cada proceso.

Síntesis de nanopartículas de plata (AgNPs)

Se empleó AgNO_3 como fuente de átomos de plata y citrato de sodio como agente reductor y estabilizador. Mediante un sistema de reflujo instalado, se añadieron 50 mL agua destilada al matraz y 15 mL de una solución previamente preparada con una concentración de 1.108 milimolar de citrato de sodio en agua en calentamiento a $100 \text{ }^\circ\text{C} / 1000 \text{ rpm}$, adicionando 9.6 mg de nitrato de plata. Se mantuvo en agitación y temperatura constante por 45 minutos hasta viraje de color en la solución, de transparente a color amarillo.

Síntesis de nanopartículas de oro (AuNPs)

La síntesis se llevó a cabo utilizando $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ como fuente de átomos de oro y citrato de sodio como agente reductor y estabilizador. Se utilizó el mismo montaje experimental que se usó en la síntesis de las NPs Ag. Mediante un sistema de reflujo instalado, se agregaron 20 mL agua destilada al matraz y 1 mL de solución con una concentración 1.108 mmolar de citrato de sodio. Se programó calentamiento del sistema a $100 \text{ }^\circ\text{C} / 1000 \text{ rpm}$. Al alcanzar esta temperatura, se agregaron 0.45 mL de una solución con una concentración 0.218 mmolar de $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ en agua. Se dejó agitando en las mismas condiciones de temperatura y velocidad durante 40 minutos, hasta que se observó un viraje de color en la solución de transparente a rojo cereza.

Método en dos pasos para el anclaje de MNPs en GO

Para esta metodología, se sintetizan las nanopartículas coloidales de Ag y Au como ya se describió anteriormente, por separado se les añadieron 1 mL de GO (con una concentración de 0.2 mg/mL) y se colocaron en una parrilla de agitación a 1000 rpm y a temperatura ambiente ($25 \text{ }^\circ\text{C}$) durante 15 minutos. Al completar el proceso, se tomaron muestras para

ser caracterizadas.

Método *in situ* (en un solo paso) de anclaje de MNPs en GO

Se emplearon dos sistemas de reflujo (uno para plata y otro para oro) y las mismas concentraciones de sales metálicas y citrato que en la síntesis de las MNPs. El orden de adición de los reactivos fue: a) 20 mL de agua, b) la cantidad correspondiente de cada sal metálica (9.6 mg AgNO_3 o 0.45 mL de una solución 0.218 mmolar de HAuCl_4), c) 1mL GO con una concentración de 0.2 mg/mL. Posteriormente se ajustaron los parámetros de calentamiento del sistema a 100 °C y 1000 rpm. Una vez estabilizados los parámetros de síntesis, a cada matraz se añadió la cantidad correspondiente de la solución de citrato (15 mL de solución para Ag y 1 mL de solución con una concentración 1.108 mmolar de citrato de sodio). Ambas reacciones permanecen a estas condiciones por 40 minutos (al igual que sus correspondientes nanopartículas coloidales). Al completar el proceso, se tomaron muestras para ser caracterizadas.

Resultados y Discusión

Caracterización de Grafito mediante SEM y DRX

Para la síntesis del GO se utilizó polvo de hojuelas de grafito las cuales fueron analizadas en SEM. La preparación de la muestra consiste en pegar una cinta de doble capa en un pin de aluminio, en donde a la capa superior de la cinta se le colocó polvo de hojuelas de grafito. Una vez preparada la muestra se ingresó en SEM. El voltaje utilizado para analizar la muestra fue de 30 KV. Los resultados obtenidos mostraron estructuras con dimensiones promedio de 1 mm² (Figura 1a) y un espesor de 20 μm (Figura 1b). Este grosor equivale a unas 60,000 capas de grafeno apiladas. El cálculo se realizó al considerar el tamaño de un átomo de carbono es de 0.070 nm y la separación entre las capas y al dividir este resultado entre el grosor de la hojuela de grafito. En la Figura 1a se puede observar una gran concentración de placas de grafito las cuales cuentan con formas irregulares y superficies rugosas.

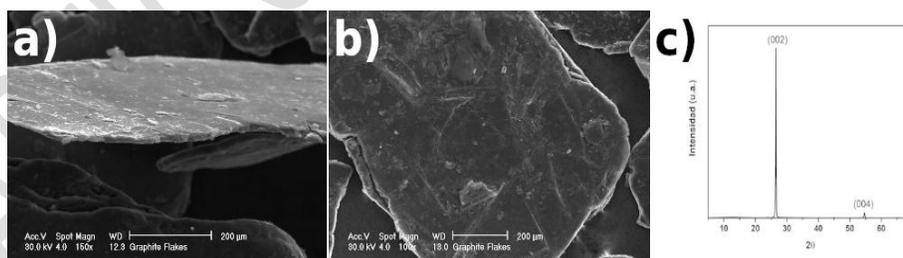


Figura 1. Imágenes SEM obtenida a un voltaje de 30 Kv. a) Hojuelas de grafito a 35 ampliaciones con un área promedio de 1 mm², b) Grosor de una hojuela de grafito (20 μm) a 500 ampliaciones; c) Difractograma de rayos x de una hojuela de grafito.

En el difractograma de rayos x (Figura 1c) se observa que el grafito es cristalino y cuenta con un pico máximo en $2\theta = 26.1^\circ$, el cual corresponde a una dirección del plano

cristalino en [002], Con una distancia interplanar de 0.34 nm calculada con la ley de Bragg (Ramírez-Gonzalez *et al.*, 2020).

Caracterización del GO mediante SEM, HRTEM y DRX

Se realizó la caracterización por SEM de una muestra de GO. el voltaje utilizado para el análisis fue de 20 KV, en la Figura 2a se muestra que la superficie del GO no es uniforme, esta presenta una morfología rugosa.

Las imágenes de caracterización mediante HRTEM se presentan en la Figura 2b, donde se observa la presencia de láminas de óxido de grafeno (GO). Se descarta la presencia de óxido de grafito, ya que la transmitancia del haz de electrones es similar a la reportada por Marcelo M. Viana y colaboradores (Viana *et al.*, 2015). En este se puede observar que las láminas cuentan con una superficie rugosa y se puede ver un cambio de coloración en la superficie del material, lo cual nos indica que la parte más oscura cuenta con un mayor número de capas que la parte más clara, esto debido a que en las zonas de mayor densidad de material se incrementa la adsorción de electrones. La Figura 2c, muestra el XRD del GO, se observa que es cristalino y tiene con un pico máximo en $2\theta = 13^\circ$, el cual corresponde a una dirección del plano cristalino en [002], con una distancia interplanar de 0.72 nm calculada utilizando la ley de Bragg (Ramírez-Gonzalez *et al.*, 2020). También se encuentra un corrimiento con respecto a los resultados del grafito el cual muestra un pico máximo en $2\theta = 26.1^\circ$, lo cual nos indica un cambio en la estructura cristalina.

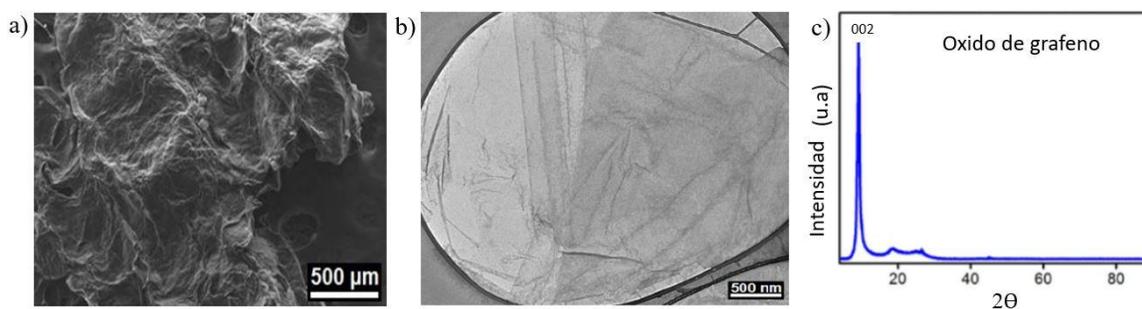


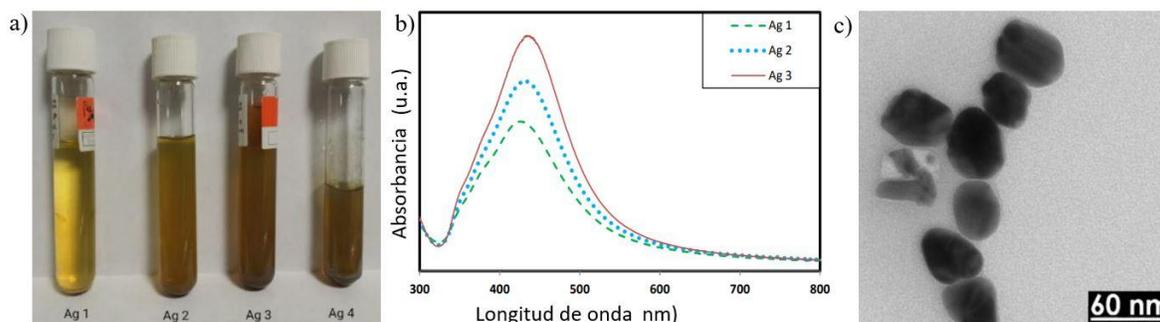
Figura 2. a) Imagen SEM obtenida a 20 kV, lámina GO; b) HRTEM obtenida a 49000 ampliificaciones a 100 KV, láminas GO; c) Difractograma de rayos X para láminas GO.

Síntesis de NPsAg

Las NPsAg resultantes presentan un color amarillo ámbar, el cual va cambiando a un ámbar turbio dependiendo de la cantidad y/o tamaño de las partículas contenidas en el sistema, como se puede ver en la Figura 3a. Esto se debe al tiempo de exposición de la mezcla a una temperatura dada, dependiendo del envejecimiento del sistema las partículas crecen de tamaño y se aglomeran. Las muestras etiquetadas como Ag1, Ag2 y Ag3, fueron sintetizadas a diferentes tiempos de reacción a 30, 33 y 35 minutos respectivamente. Al analizar las muestras por UV-Vis se obtuvieron los espectros de la Figura 3b, donde se muestran los picos máximos de absorción para las muestras de Ag 1, Ag 2 y Ag 3 con longitudes de onda de 425, 431 y 433 nm respectivamente. La Figura 3c, muestra la caracterización por HRTEM, analizada en una rejilla de cobre de 200 mesh, a un voltaje de 100 KeV. Las imágenes obtenidas muestran la presencia de NPsAg, las cuales presentan

diferentes estructuras geométricas no definidas concentradas en un pequeño cúmulo, mostrando tamaños promedio de entre 30-50 nm. Utilizando la técnica de DLS se encontró un tamaño promedio de las partículas de 31.39 nm.

Figura 3. a) Muestras de AgNPs, las cuales muestra un color amarillo a ámbar. La



diferencia de la coloración depende de la concentración y tamaño de las partículas; b) Gráficas de UV-Vis para las muestras extraídas de AgNPs; c) HRTEM a 100 KV de cúmulos de AgNPs en donde las partículas muestran diámetros de 30 a 80 nm a 623,000 ampliificaciones.

Síntesis de NPs Au

Las NPs Au presentaron una coloración rosa cereza, el cual permaneció invariable en las diversas muestras que se extrajeron (Figura 4a). Las muestras denominadas Au1, Au2 y Au3 corresponden a tiempos de extracción de 30, 35 y 40 minutos, respectivamente. Las muestras obtenidas se analizaron mediante espectroscopia de UV-Vis, los resultados se pueden ver en la Figura 4b, en donde se muestra un pico máximo en 537 nm para la muestra Au 1, 535 nm para la muestra Au 2 y 536 nm para la muestra Au 3. Para caracterizar por HRTEM, la muestra fue preparada utilizando una rejilla de 200 mesh, a un voltaje de 100 KeV. La Figura 4c, muestra la formación de coloides de oro en nuestras síntesis. Las partículas presentes en nuestras muestras cuentan con diámetros de 15 a 25 nm con morfologías irregulares. Utilizando la técnica de DLS se encontró un tamaño promedio de las partículas de 18.8 nm.

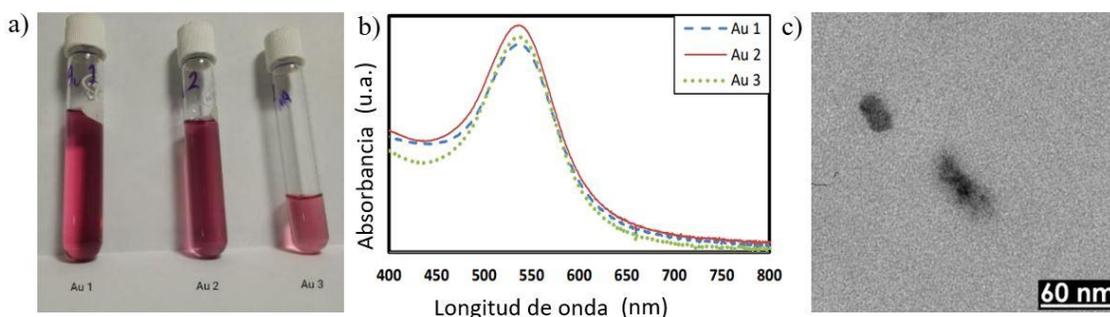


Figura 4. a) NPs Au presentan coloración cereza a diferentes tiempos de reacción; b) UV-Vis de las NPs Au; c) HRTEM a 100 KV y 623,000 ampliificaciones muestra la formación de NPs Au con diámetros de 20 a 25 nm.

Anclaje por método *in situ* con NPsAg

Se caracterizó la muestra con SEM para observar la distribución de las partículas metálicas en las láminas de GO, Figura 5a. Empleando el detector de electrones retrodispersados (BSE), se obtuvo un contraste por peso atómico, donde los átomos ligeros como el carbono se observan grises u oscuros, en tanto los materiales más pesados (en este caso la plata) se verán más brillantes. Debido al contraste de los elementos, se puede ver que las NPsAg cuentan con una distribución casi homogénea a lo largo de la superficie del GO, con algunas zonas de mayor iluminación, donde se pueden encontrar partículas de mayor tamaño o con una concentración superior de ellas. Los cambios en las tonalidades de grises muestran que la superficie del GO no es uniforme y cuenta con rugosidades a lo largo de la misma. En estas imágenes se pueden ver los cambios significativos que ocurren al sintetizar MNPs en presencia de GO (método *in situ*) comparadas con las morfologías que adoptan las nanopartículas en ausencia del GO y que se muestran en la Figura 3c. Mientras que en presencia de GO las morfologías que se pueden apreciar son esferas, varillas, alambres, cilindros, triángulos, rectángulos regulares e irregulares, pentágonos, hexágonos, heptágonos octágonos, etc. Además de la forma, también se encuentran una gran variedad de tamaños, partículas de 5-100 nm de diámetro, nanobarras con longitudes de 50-800 nm y diámetros de 18-45 nm, (Figuras 5b y 5c).

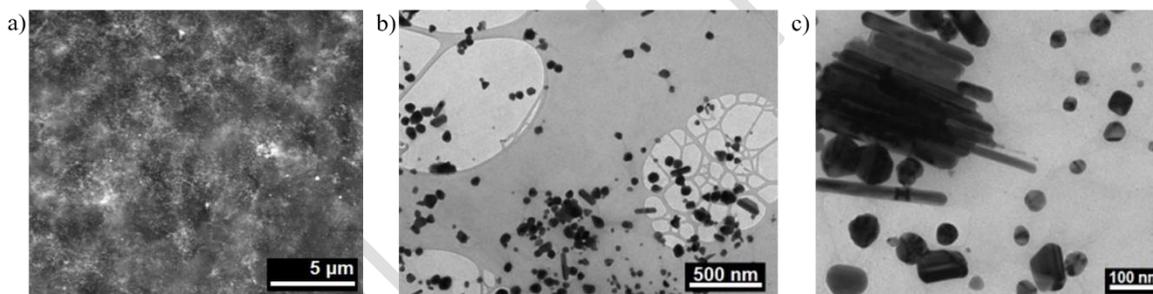


Figura 5. a) SEM a 5,000 ampliaciones y 20 KV, dispersión de las NPsAg (puntos blancos) en la superficie del GO (superficie oscura); b) HRTEM a 156,000 ampliaciones y 105 KV. Aglomerado de Cilindros de plata, junto con otras figuras geométricas; c) HRTEM a 117,000 ampliaciones y 105 KV, muestran una mayor diferencia de diámetros entre ellos, además de otros romboides.

Anclaje por método de dos pasos con NPsAg

La Figura 6a de HRTEM a un voltaje de 100 KeV, muestra la lámina de GO con las NPsAg, esta cuenta con diferentes contrastes de gris, lo que indica la presencia de zonas con un mayor número de capas, además de rugosidad. Las nanopartículas no se encuentran distribuidas uniformemente. Estas cuentan con mayor presencia en las orillas de la lámina de GO y en la Figura 6b, se muestran cúmulos de partículas en el centro de la lámina de GO con gran variedad de tamaños que van desde los 5 nm a los 35 nm, tomando formas esféricas en su mayoría y figuras amorfas.

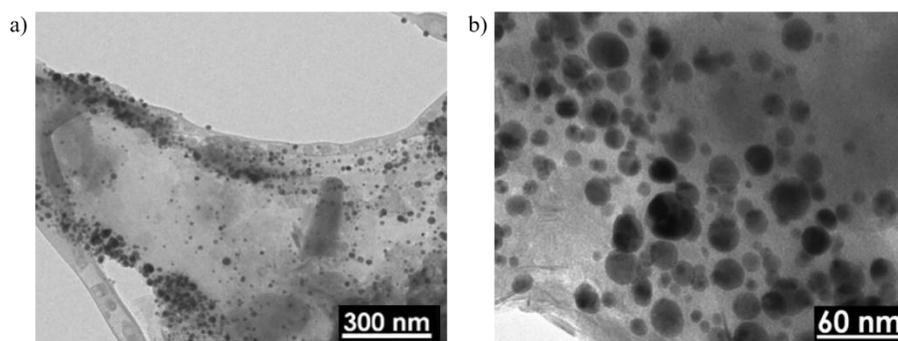


Figura 6. a) HRTEM a 94,200 ampliificaciones y 100 KV se puede observar la formación de esferas metálicas de plata en la superficie del GO con diámetros de 5-35 nm; b) Ampliación a 623,000 ampliificaciones puede ver con mayor claridad las partículas de plata en el GO.

Anclaje por método *in situ* con NPsAu

La caracterización por SEM muestra la dispersión de las partículas en el GO, la Figura 7a empleando el BSE se obtuvo un contraste por peso atómico en donde la tonalidad de negro a blanco está definida por el peso de la partícula, siendo blanco las más pesadas y negro las más ligeras. En este caso, el oro es más pesado que el carbono, por lo que se puede ver una distribución casi homogénea de puntos blancos a lo largo del carbono. Los grandes puntos blancos pueden ser partículas de mayor tamaño o aglomeración de moléculas de tamaño promedio. Las variaciones en la escala de grises pueden presentarse por irregularidades a lo largo de la superficie del GO. Al caracterizar por HRTEM, en una rejilla de cobre de 200 mesh, a un voltaje de 100 KeV, se puede apreciar en la Figura 7b en su mayoría presencia de esferas muy bien definidas con diámetros de 10-30 nm, utilizando la técnica de DLS se encontró un tamaño promedio de las partículas de 31.39 nm. Podemos encontrar otro tipo de formas irregulares como triángulos y cuadrados con las mismas dimensiones que las esferas, y algunos cúmulos mayores de oro con morfologías amorfas los cuales cuentan con dimensiones de 50 a 100 nm. En estos casos las láminas de grafeno presentes son casi transparentes, lo que nos indica cuentan con muy pocas imperfecciones, como rugosidad en la superficie y una densidad casi uniforme.

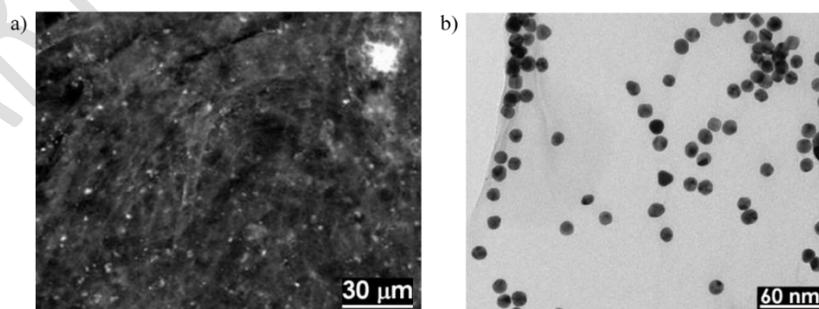


Figura 7. a) SEM a 1,000 ampliificaciones y 20 KV, se puede observar la distribución homogénea de partículas metálicas en la superficie del GO; b) HRTEM a 467,000 ampliificaciones y 105 KV partículas esféricas y formación de triángulos y cuadrados.

Anclaje por método de dos pasos con NPsAu

Al caracterizar por HRTEM, las Figuras 8a, muestran el anclaje de NPsAu en la superficie del GO. En éste caso se observa una gran cantidad de partículas semiesféricas de varios tamaños, estructuras amorfas las cuales parecen ser el resultado de la unión de esferas y algunos cúmulos masivos de oro, los cuales superan los 150 nm de diámetro. Las esferas y figuras amorfas cuentan con tamaños des de 5 nm hasta 50 nm (Figura 8b). Al observar la lámina de GO en la cual están depositadas las nanopartículas se pueden ver una gran cantidad defectos en la superficie, pero a diferencia de otras muestras, la laminas cuenta con un contraste gris casi homogéneo, el cual nos indica que ésta cuenta con un grosor constante en éste caso.

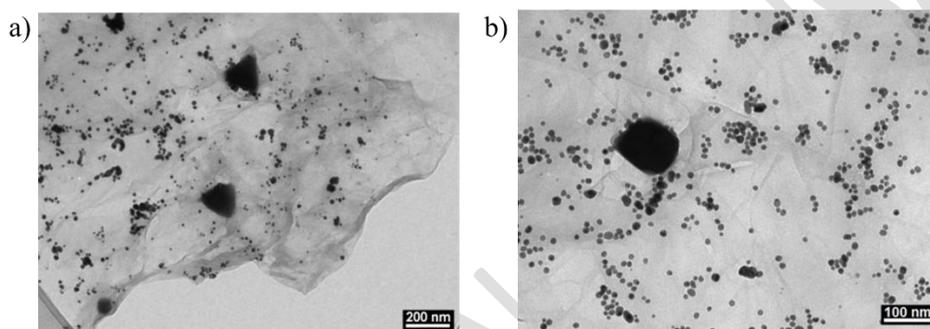


Figura 8. a) HRTEM a 93,400 ampliificaciones y 100 KV se pueden observar las partículas de oro ancladas en la superficie del grafeno; b) ampliificación a 195,000 y 105 KV se pueden observar tamaños y formas que pueden variar desde 5 a 150 nm.

Conclusiones

La síntesis de nanopartículas metálicas (MNPs) se llevó a cabo con éxito, obteniendo partículas esferoidales con propiedades estructurales distintivas. Las nanopartículas de plata (AgNPs) mostraron ser metaestables, con tamaños promedio entre 30 y 50 nm, lo que garantiza su dispersión en medios coloidales. Por otro lado, las nanopartículas de oro (AuNPs) alcanzaron una notable estabilidad post-síntesis, manteniendo tamaños uniformes de 15 a 25 nm sin variaciones significativas. El óxido de grafeno (GO) desempeñó un papel esencial como sustrato, controlando la estabilidad y distribución de las nanopartículas, comportamiento similar al reportado por D. Ramírez y colaboradores, quienes utilizaron láminas de grafeno dopadas con nitrógeno para anclar AgNPs (Ramírez-Gonzalez *et al.*, 2020).

Los resultados evidenciaron que la incorporación de GO antes de la síntesis (método *in situ*) permitió una nucleación más eficiente, reduciendo significativamente los tiempos de reacción y asegurando un anclaje uniforme en la estructura del grafeno. Este comportamiento sugiere que los grupos oxigenados del GO favorecen la formación de nanopartículas al actuar como sitios de nucleación, lo que concuerda con estudios previos. Además, la morfología de las nanopartículas obtenidas fue variable, lo que podría atribuirse a la influencia del proceso de nucleación y crecimiento heterogéneo. Resultados obtenidos por Xiu-Zhi Tang y colaboradores en la síntesis de AgNPs en GO, comparadas con aquellas sintetizadas en presencia de grafeno reducido, mostraron que en el primer caso las nanopartículas tienden a recubrir mejor las superficies de GO debido a la interacción polar de la plata con los sitios polares (Tang *et al.*, 2013). Este hallazgo coincide con lo reportado

por G. Gonçalves y colaboradores, quienes mencionan que la presencia de sitios de oxígeno funciona como puntos de nucleación para el crecimiento de las nanopartículas (Darabdhara *et al.*, 2019).

Es relevante mencionar que la morfología de las nanopartículas puede controlarse mediante el uso de diferentes agentes estabilizadores o mediante el uso de plantillas (Restrepo *et al.*, 2021); sin embargo, nuestros resultados evidencian diversas morfologías, posiblemente debido a que, durante el proceso de nucleación, las partículas crecen a partir de una semilla, permitiendo un crecimiento heterogéneo de la nanoestructura. En conjunto, estos hallazgos subrayan la importancia del GO como un soporte funcional versátil que no solo estabiliza las MNPs, sino que también contribuye a mantener sus propiedades fisicoquímicas, ampliando así sus posibles aplicaciones en el ámbito biomédico y ambiental.

Contribución de los autores

Conceptualización del trabajo, W.A.R-Q., D.R-G., R.E-G., S.J.G-M., D.A.L-R., A.A.R-C., A.Z-O; escritura y preparación del manuscrito, S.J.G-M., D.A.L-R., R.E-G. and A.Z-O; redacción, revisión y edición, W.A.R-Q., D.R-G., R.E-G., S.J.G-M., D.A.L-R; Visualización, A.Z-O. and S.J.G-M.; Administración de proyecto, S.J.G-M. and A.Z-O; Supervisión, W.A.R-Q., D.R-G., R.E-G., S.J.G-M., D.A.L-R., A.A.R-C., A.Z-O. Todos los autores de este manuscrito han leído y aceptado la versión publicada del mismo.

Financiamiento

Esta investigación no cuenta con financiamiento.

Declaraciones éticas

No aplica.

Declaración de consentimiento informado

No aplica.

Agradecimientos

Agradecimientos especiales al Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías de la Universidad de Guadalajara (UdG), por el apoyo con las técnicas de caracterización del presente proyecto.

Conflicto de interés

Los autores declaran no tener conflicto de interés.

Referencias

Adams, F. C., & Barbante, C. (2013). Nanoscience, nanotechnology and spectrometry. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 86, 3-13. <https://doi.org/10.1016/j.sab.2013.04.008>

- Badoni, A., & Prakash, J. (2024). Noble metal nanoparticles and graphene oxide based hybrid nanostructures for antibacterial applications: Recent advances, synergistic antibacterial activities, and mechanistic approaches. *Micro and Nano Engineering*, 22, 100239. <https://doi.org/10.1016/j.mne.2024.100239>
- Bensaude-Vincent, B. (2016). Building multidisciplinary research fields: The cases of materials science, nanotechnology and synthetic biology. In *The Local Configuration of New Research Fields: On Regional and National Diversity* (pp. 45-60). Cham: Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-22683-5_3
- Coviello, V., Forrer, D., & Amendola, V. (2022). Recent developments in plasmonic alloy nanoparticles: synthesis, modelling, properties and applications. *ChemPhysChem*, 23(21), e202200136. <https://doi.org/10.1002/cphc.202200136>
- Darabdhara, G., Das, M. R., Singh, S. P., Rengan, A. K., Szunerits, S., & Boukherroub, R. (2019). Ag and Au nanoparticles/reduced graphene oxide composite materials: synthesis and application in diagnostics and therapeutics. *Advances in colloid and interface science*, 271, 101991. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2019.101991>
- Feynmann, R. P. (1960). There's plenty of room at the bottom. *Eng. Sci*, 23(5), 22-36. <http://www.zyvex.com/nanotech/feynman.html>
- Galiakhmetova, L. K., Kayumov, A. A., Katnov, V. E., Khelkhal, M. A., Mukhamatdinova, R. E., Trubitsina, S. A., ... & Vakhin, A. V. (2024). Thermal steam treatment effect of metallic sodium nanoparticles for high-carbon, low permeability Domanic rocks. *Geoenergy Science and Engineering*, 240, 213038. <https://doi.org/10.1016/j.geoen.2024.213038>
- Ghosh, S. K., & Pal, T. (2007). Interparticle coupling effect on the surface plasmon resonance of gold nanoparticles: from theory to applications. *Chemical reviews*, 107(11), 4797-4862. <https://doi.org/10.1021/cr0680282>
- Goncalves, G., Marques, P. A., Granadeiro, C. M., Nogueira, H. I., Singh, M. K., & Gracio, J. (2009). Surface modification of graphene nanosheets with gold nanoparticles: the role of oxygen moieties at graphene surface on gold nucleation and growth. *Chemistry of Materials*, 21(20), 4796-4802. <https://doi.org/10.1021/cm901052s>
- Karthik, P. S., Himaja, A. L., & Singh, S. P. (2014). Carbon-allotropes: synthesis methods, applications and future perspectives. *Carbon letters*, 15(4), 219-237. <https://doi.org/10.5714/CL.2014.15.4.219>
- Lin, T. N., Chih, K. H., Yuan, C. T., Shen, J. L., Lin, C. A. J., & Liu, W. R. (2015). Laser-ablation production of graphene oxide nanostructures: from ribbons to quantum dots. *Nanoscale*, 7(6), 2708-2715. <https://doi.org/10.1039/C4NR05737F>
- Li, X., & Binnemans, K. (2021). Oxidative dissolution of metals in organic solvents. *Chemical Reviews*, 121(8), 4506-4530. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.0c00917>
- Majumder, P., & Gangopadhyay, R. (2022). Evolution of graphene oxide (GO)-based nanohybrid materials with diverse compositions: an overview. *RSC advances*, 12(9), 5686-5719. <https://doi.org/10.1039/D1RA06731A>
- Narayan, J., & Bezborah, K. (2024). Recent advances in the functionalization, substitutional doping and applications of graphene/graphene composite nanomaterials. *RSC advances*, 14(19), 13413-13444. <https://doi.org/10.1039/D3RA07072G>
- Pang, J., Peng, S., Hou, C., Zhao, H., Fan, Y., Ye, C., ... & Cuniberti, G. (2023). Applications of graphene in five senses, nervous system, and artificial muscles. *ACS sensors*, 8(2), 482-514. <https://doi.org/10.1021/acssensors.2c02790>
- Ramírez-Gonzalez, D., Cruz-Rivera, J. de J., Tiznado, H., Rodriguez, A. G., Guillen-Escamilla, I., & Zamudio-Ojeda, A. (2020). Caffeine as a source for nitrogen doped graphene, and its functionalization with silver nanowires *in-situ*. *Advances in Nano Research*, 9(1), 25–32. <https://doi.org/10.12989/ANR.2020.9.1.025>

- Ray, S. C., Mishra, D. K., & Pong, W. F. (2024). Optimization of Magnetic Behaviors of Au-NP-Decorated MWCNTs and Reduced Graphene Oxide for Biomedical Applications. *ACS omega*, 9(38), 40067-40074. <https://doi.org/10.1021/acsomega.4c05962>
- Restrepo, C. V., & Villa, C. C. (2021). Synthesis of silver nanoparticles, influence of capping agents, and dependence on size and shape: A review. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 15, 100428. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2021.100428>
- Shnoudeh, A. J., Hamad, I., Abdo, R. W., Qadumii, L., Jaber, A. Y., Surchi, H. S., & Alkelany, S. Z. (2019). Synthesis, characterization, and applications of metal nanoparticles. In *Biomaterials and bionanotechnology* (pp. 527-612). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814427-5.00015-9>
- Smith, A. T., LaChance, A. M., Zeng, S., Liu, B., & Sun, L. (2019). Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites. *Nano Materials Science*, 1(1), 31-47. <https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2019.02.004>
- Tang, X. Z., Li, X., Cao, Z., Yang, J., Wang, H., Pu, X., & Yu, Z. Z. (2013). Synthesis of graphene decorated with silver nanoparticles by simultaneous reduction of graphene oxide and silver ions with glucose. *Carbon*, 59, 93-99. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.02.058>
- Tsai, W. Y., Lin, R., Murali, S., Zhang, L. L., McDonough, J. K., Ruoff, R. S., ... & Simon, P. (2013). Outstanding performance of activated graphene based supercapacitors in ionic liquid electrolyte from -50 to 80 °C. *Nano Energy*, 2(3), 403-411. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2012.11.006>
- Viana, M. M., Lima, M. C., Forsythe, J. C., Gangoli, V. S., Cho, M., Cheng, Y., ... & Caliman, V. (2015). Facile graphene oxide preparation by microwave-assisted acid method. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 26(5), 978-984. <https://doi.org/10.5935/0103-5053.20150061>
- Xia, Y., Yang, P., Sun, Y., Wu, Y., Mayers, B., Gates, B., ... & Yan, H. (2003). One-dimensional nanostructures: synthesis, characterization, and applications. *Advanced materials*, 15(5), 353-389. <https://doi.org/10.1002/adma.200390087>
- Yin, P. T., Shah, S., Chowalla, M., & Lee, K. B. (2015). Design, synthesis, and characterization of graphene-nanoparticle hybrid materials for bioapplications. *Chemical reviews*, 115(7), 2483-2531. <https://doi.org/10.1021/cr500537t>
- Yuan, Z., Xiao, X., Li, J., Zhao, Z., Yu, D., & Li, Q. (2018). Self-assembled graphene-based architectures and their applications. *Advanced Science*, 5(2), 1700626. <https://doi.org/10.1002/advs.201700626>
- Zhao, M. Q., Zhang, Q., Tian, G. L., & Wei, F. (2014). Emerging double helical nanostructures. *Nanoscale*, 6(16), 9339-9354. <https://doi.org/10.1039/C4NR00271G>
- Zhang, D., Zhang, W., Gu, J., Fan, T., Liu, Q., Su, H., & Zhu, S. (2015). Inspiration from butterfly and moth wing scales: Characterization, modeling, and fabrication. *Progress in Materials Science*, 68, 67-96. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2014.10.003>
- Zhen, Z., & Zhu, H. (2018). Structure and properties of graphene. In *Graphene* (pp. 1-12). Academic Press. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812651-6.00001-X>