

Síntesis verde de nanopartículas de ZnO con actividad antibacteriana para funcionalizar textiles de algodón

Green synthesis of ZnO nanoparticles with antibacterial activity for cotton textile functionalization

Laura Muñoz-Echeverri¹
 Daniel Campo-Avenidaño²
 Manuela Hoyos-García³
 Maica Obregón-Velázquez⁴
 Juan Muñoz-Vergara⁵
 German Giraldo-Correa⁶

¹ Servicio Nacional de Aprendizaje SENA (Colombia). Correo electrónico: lmunoz729@misena.edu.co
 orcid: <https://orcid.org/0000-0002-3796-4140>

² Servicio Nacional de Aprendizaje SENA (Colombia). Correo electrónico: dfcampo@misena.edu.co
 orcid: <https://orcid.org/0000-0003-4587-9138>

³ Servicio Nacional de Aprendizaje SENA (Colombia). Correo electrónico: manuellagarziia@gmail.com

⁴ Servicio Nacional de Aprendizaje SENA (Colombia). Correo electrónico: isabella30obre@gmail.com

⁵ Servicio Nacional de Aprendizaje SENA (Colombia). Correo electrónico: juanstevanmv17@gmail.com

⁶ Servicio Nacional de Aprendizaje SENA (Colombia). Correo electrónico: gdgiraldoc@sena.edu.co

Recibido: 31-03-2021 Aceptado: 17-08-2021

Cómo citar: Muñoz-Echeverri, Laura; Campo-Avenidaño, Daniel; Hoyos-García, Manuela; Obregón-Velázquez, Maica; Muñoz-Vergara, Juan; Giraldo-Correa, German (2021). Síntesis verde de nanopartículas de ZnO con actividad antibacteriana para funcionalizar textiles de algodón. *Informador Técnico*, 85(2), 126-145. <https://doi.org/10.23850/22565035.3645>

Resumen

En la presente investigación se evaluó la síntesis verde de nanopartículas de óxido de zinc (ZnO) y su aplicación como agente antibacteriano para sustratos textiles. El proceso de síntesis implicó el uso de extractos de *Azadirachta indica*, *Aloe vera*, y acetato de zinc como precursor metálico. La síntesis de nanopartículas se confirmó mediante espectrofotometría UV-Vis, espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido. La eficiencia de las nanopartículas como agentes antibacterianos en textiles se probó en uno de 100 % algodón funcionalizado por impregnación. Este fue sometido a cinco y diez ciclos de lavado doméstico para analizar la durabilidad de las nanopartículas. La actividad antibacteriana del textil funcionalizado, con y sin ciclos de lavado, se determinó mediante la norma ISO 20743:2007 contra la bacteria *Staphylococcus aureus* ATCC 6538. Se encontró que las nanopartículas confieren una actividad antibacteriana fuerte al textil y, aunque hay una pérdida importante del nanomaterial con los ciclos de lavado, la concentración remanente es suficiente para mantener una actividad antibacteriana significativa hasta los diez ciclos de lavado. Se concluye que las nanopartículas de ZnO son candidatas promisorias para ser empleadas como agentes antibacterianos en la industria textil, pues presentan actividad antibacteriana y son relativamente fáciles de obtener por síntesis verde con extractos de *A. indica* y *A. vera*, material vegetal de fácil acceso en el departamento de Antioquia.

Palabras clave: *Aloe vera*; *Azadirachta indica*; durabilidad; nanomateriales; textiles antibacterianos; óxido de zinc; ISO 20743:2007.

Abstract

In the present investigation, we evaluated the green synthesis of ZnO nanoparticles and their application as an antibacterial agent for textile substrates. The synthesis process involved the use of *Azadirachta indica* and *Aloe vera* extracts, and zinc acetate dihydrate as a metallic precursor. The synthesis of the nanoparticles was confirmed by UV-Vis spectrophotometry, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-Ray Diffraction (DRX), and Scanning Electron Microscopy (SEM). The efficiency of nanoparticles as a textile antibacterial agent was tested in a 100 % cotton textile functionalized by exhaustion. The textile was subjected to five and ten domestic washing cycles to analyze the durability of the nanoparticles. The antibacterial activity of the functionalized textile, with and without washing cycles, was determined by the ISO 20743:2007 standard against *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 bacteria. We found that nanoparticles conferred strong antibacterial activity to the textile, and while there is a significant loss of nanoparticles with wash cycles, the remaining concentration is sufficient to maintain significant antibacterial activity up to ten cycles. We concluded that ZnO nanoparticles are promising candidates to be used as antibacterial agents in the textile industry, presenting antibacterial activity and being relatively easy to obtain by green synthesis using vegetal substrates available in Antioquia.

Keywords: *Aloe vera*; *Azadirachta indica*; durability; nanomaterials; antimicrobial textile; zinc oxide; ISO 20743:2007.

1. Introducción

La nanotecnología es actualmente una de las áreas de investigación más activas, enfocada en el desarrollo de nuevos materiales a escalas nanométricas, con aplicación en diferentes áreas de la ciencia y/o sectores industriales (Dulta; Koşarsoy-Ağçeli; Chauhan; Jasrotia; Chauhan; 2021; Gómez-Garzón, 2018; Jayachandran; Aswathy; Nair, 2021). Los nanomateriales, comparados con los materiales tradicionales de la misma composición, tienen propiedades únicas como su distribución, morfología y una alta relación superficie/volumen, esto último los hace más reactivos (Jayachandran *et al.*, 2021; Zayed; Othman; Ghazal; Hassabo, 2021).

En el sector textil, la nanotecnología tiene como principal objetivo la producción de nanomateriales que aporten funcionalidades sin alterar el confort los tejidos (Yetisen *et al.*, 2016). El algodón, una fibra líder a nivel mundial, única por su suavidad, confort y biodegradabilidad (Jayachandran *et al.*, 2021; Tania; Ali, 2020), es también propenso al crecimiento de bacterias, lo que conduce, a su vez, al deterioro del tejido, desgaste de colores, malos olores y posibles infecciones (Muñoz, 2019; Tania; Ali, 2020). Por lo anterior, una de las funcionalidades más estudiadas, y con importantes avances en los últimos años, corresponde a la actividad antibacteriana (Ibrahim; Abd El-Ghany; Eid; Mabrouk, 2018; Muthu, 2017; Saha; Mondal, 2021; Song; Padrão; Ribeiro; Zille, 2021; Verbič; Gorjanc; Simončič, 2019).

Entre los nanomateriales que llaman la atención para el desarrollo de textiles antibacterianos, se encuentran las nanopartículas de ZnO (Agarwal; Menon; Kumar; Shanmugam, 2018; Mishra; Militky, 2019; Salat *et al.*, 2018; Tania; Ali, 2020). Estas corresponden a óxidos metálicos con características únicas como estabilidad química, biocompatibilidad y bioseguridad (no tóxicas), tienen una alta actividad fotocatalítica, son de los semiconductores metálicos más importantes, y además de actividad antibacteriana brindan protección contra la luz UV (Dulta *et al.*, 2021; Tania; Ali, 2020; Zayed *et al.*, 2021).

Las nanopartículas de ZnO pueden ser obtenidas mediante diferentes rutas como procesos físicos, síntesis química o biosíntesis (Bandeira; Giovanela; Roesch-Ely; Devine; da Silva Crespo, 2020; Basnet; Chanu; Samanta; Chatterjee, 2018). De estas, la biosíntesis o síntesis verde es catalogada como la ruta más amigable con el ambiente y menos costosa, e implica el uso de microorganismos o plantas que actúan como agentes reductores o estabilizantes (Bandeira *et al.*, 2020; Dulta *et al.*, 2021; Zayed *et al.*, 2021).

Extractos de plantas como *Azadirachta indica* o *Aloe vera* han sido evaluados con éxito en la síntesis verde de nanopartículas de ZnO (Ali *et al.*, 2016; Handago; Zereffa; Gonfa, 2019; Rasli; Basri; Harun, 2020; Sharma; Kumar; Thakur; Chauhan; Chauhan, 2020; Sohail *et al.*, 2020; Suganya; Vivekanandhan, 2019). Ambas plantas se caracterizan por su contenido de fitoquímicos, que incluyen polifenoles, polisacáridos y ácidos orgánicos (Bhuyan; Mishra; Khanuja; Prasad; Varma, 2015; Rasli *et al.*, 2020). El uso de estos extractos con diversidad de fitoquímicos provee ventajas como la producción de nanopartículas de variadas formas y tamaños (Singh; Neelam; Kaushik, 2019).

Si bien la síntesis verde de nanopartículas de ZnO ha sido ampliamente documentada, así como su uso en la funcionalización de textiles, a la fecha son escasos los reportes donde nanopartículas de ZnO producidas por síntesis verde con *A. indica* o *A. vera* han sido empleadas en la obtención de textiles antibacterianos. En este sentido, con una amplia disponibilidad de las dos plantas en la región, se realizó esta investigación aplicada, en la cual se sintetizaron nanopartículas de ZnO con extractos de *A. indica* y *A. vera*. Las nanopartículas obtenidas fueron impregnadas en un textil de algodón para evaluar su capacidad de conferir actividad antimicrobiana a un tejido y durabilidad bajo diferentes ciclos de lavado, luego de un proceso de funcionalización convencional.

2. Metodología

2.1. Preparación y caracterización fitoquímica de los extractos naturales

Para la síntesis verde de nanopartículas de ZnO, se evaluaron dos extractos naturales, el primero obtenido a partir de hojas *Azadirachta indica* (*A. indica*) y el segundo desde hojas de *Aloe vera* (*A. vera*). Las hojas de *A. indica* fueron colectadas desde arbustos ubicados en zonas residenciales aledañas al Centro Textil y de Gestión Industrial del SENA; las hojas de *A. vera*, desde una huerta familiar en el municipio de Bello, Antioquia.

Durante la preparación del extracto de *A. indica*, las hojas fueron lavadas con agua corriente hasta eliminar todo resto de impurezas, se pasaron por agua desionizada y se picaron finamente 100 g de hojas fueron mezclados con 400 mL de agua desionizada estéril y se mantuvieron por 20 min a 60 °C con agitación intermitente (Handago *et al.*, 2019). Para el extracto de *A. vera*, se lavaron las hojas con abundante agua, se pasaron por agua desionizada, se extrajo el cristal y se picó finamente la piel, donde 100 g fueron mezclados con 400 mL de agua desionizada estéril; la mezcla se mantuvo en agitación constante por 10 min a 60 °C (Ali *et al.*, 2016). Ambas mezclas se dejaron enfriar hasta temperatura ambiente, se removió el material vegetal y se filtraron las fases líquidas a través de papel Whatman No. 1 y membrana de acetato de celulosa de 0,45 µm. Luego de medir el pH, cada extracto fue almacenado a 4 °C hasta su uso.

Se realizó una caracterización fitoquímica de los extractos, en la que se cuantificó espectro fotométricamente el contenido de azúcares reductores, fenoles totales y actividad antioxidante. La concentración de azúcares reductores fue determinada mediante el método del ácido dinitrosalicílico (DNS), según el procedimiento de Bello, Carrera y Díaz (2006); para la construcción de la curva de calibración se usó D-glucosa y la concentración de azúcares se reportó como gramos de azúcares/L de extracto. La actividad antioxidante se cuantificó por los métodos de los radicales ABTS+ y DPPH, y la concentración de fenoles totales por el método de Folin Ciocalteu. Los últimos tres análisis fueron llevados a cabo según los procedimientos descritos por Quiceno *et al.* (2017), quienes reportaron la actividad antioxidante en términos de mmol Trolox/L de extracto o TEAC (actividad antioxidante equivalente a Trolox) y el contenido de fenoles totales como mg ácido gálico/L extracto o EAC (Equivalentes a Ácido Gálico). Todos los análisis fueron realizados por triplicado.

2.2. Síntesis de nanopartículas de ZnO

La síntesis de nanopartículas de ZnO se realizó empleando de manera independiente cada extracto natural. Algunas condiciones de síntesis fueron seleccionadas con base en los resultados de un diseño experimental preliminar, donde se evaluó la concentración de extracto (10-50 %) y tiempo de síntesis (1-3 h). Así mismo, se consideraron y modificaron procedimientos reportados en trabajos previos sobre síntesis verde de nanopartículas de ZnO (Bhuyan *et al.*, 2015; Handago *et al.*, 2019; Lalithambika; Thayumanavan; Ravichandran; Subramanian, 2017; Singh *et al.*, 2018; Singh *et al.*, 2011).

De manera breve, se mezclaron 300 mL de extracto (*A. indica* o *A. vera*) y 700 mL de acetato de zinc dihidratado al 0,5 M. Las soluciones se mantuvieron en agitación constante a 60 °C por 2 h. Transcurrido el tiempo de reacción, se dejaron enfriar y se ajustó el pH alrededor de 7,0 con hidróxido de sodio (0,5 M), lo que condujo a la formación de precipitados. Las mezclas fueron centrifugadas a 5000 rpm por 15 min, se descartó el sobrenadante y las partículas sedimentadas se lavaron con agua destilada y etanol al 96 %, respectivamente. Las muestras obtenidas se secaron a 75 °C durante la noche y se calcinaron a 600 °C por 2 h. Finalizada la síntesis con cada extracto, se obtuvo un material sólido particulado que fue almacenado en recipientes herméticos hasta su caracterización y uso. En la presentación de los resultados se utilizó la nomenclatura NPsZnO *A. indica* como referencia a las nanopartículas de ZnO obtenidas con extracto de *A. indica* y NPs-ZnO *A. vera* para las nanopartículas de ZnO sintetizadas con extracto de *A. vera*.

2.3. Caracterización de las nanopartículas

Para confirmar la formación de nanopartículas de ZnO y determinar diferentes características físicas y químicas, las muestras obtenidas fueron sometidas a diferentes análisis. Las propiedades ópticas se evaluaron mediante espectrofotometría UV-Vis en un rango de longitudes de onda de 300 nm a 700 nm (UV Vis GENESYS 10S; Thermo Scientific). Se detectaron grupos funcionales por FTIR (Fourier-transform infrared spectroscopy) bajo la técnica de Reflexión Total Atenuada entre los números de onda 650 cm⁻¹ y 4000 cm⁻¹, empleando un dispositivo Nicolet iS10 FTIR Thermo Scientific. El tamaño y la morfología de las nanopartículas fueron examinadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM por sus siglas en inglés, Scanning Electron Microscope) en un equipo ZEISS EVO • MA y LS Serie. Para determinar las fases cristalinas y confirmar la síntesis de ZnO, las nanopartículas se analizaron en un difractómetro de rayos X (DRX) Malvern-PANalytical Modelo Empyrean 2012, con detector Píxel 3D y fuente de Cu, bajo el modo paso a paso y un ángulo de barrido (2θ) entre 5 y 80°. El tamaño de los cristallitos submicroscópicos presentes en las nanopartículas fue determinado a través de la ecuación de Debye Scherrer (Ecuación 1), donde D corresponde al tamaño del cristallito, λ a la longitud de onda de los rayos X (1.541 Å), β ancho medio del pico de difracción (FWHM o Full-width-at-half-maximum) y θ al ángulo de difracción (β y θ se expresan en radianes) (Bhuyan *et al.*, 2015; Jayachandran *et al.*, 2021; Malik; Mitra, 2021).

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

2.4. Funcionalización de un textil de algodón con las nanopartículas de ZnO

La capacidad de las nanopartículas de conferir actividad antibacteriana a textiles se evaluó en uno compuesto en un 100 % de algodón, tejido punto, apto para teñir y sin blanqueamiento óptico. Para facilitar el análisis, el textil fue dividido en tres muestras de 30 x 30 cm. Posteriormente, con el objetivo de eliminar impurezas que pudiesen interferir en la adhesión homogénea de las nanopartículas, las muestras fueron sometidas a un proceso de lavado en discontinuo, el cual involucró la aplicación de un humectante (2 g/L) y suavizante (1 g/L) a 85 °C durante 30 min en agitación constante, se bajó la temperatura a 80 °C y se aplicó detergente (1g/L). Uno

de los textiles fue usado como control negativo, y los dos restantes para funcionalizar con las nanopartículas de ZnO provenientes de las síntesis con los dos extractos naturales.

La funcionalización de los textiles se realizó por método de impregnación, donde fue necesario determinar del porcentaje de arrastre o “pick up”, que arrojó un valor del 80 % (Ecuación 2). Para la impregnación se prepararon soluciones de nanopartículas a una concentración de 50 g/L, y se empleó isopropanol como solvente. Una vez impregnados los textiles en las soluciones de nanopartículas, se pasaron por un Fourland, que se ajustó a una presión de 12,5 bar y velocidad de 10 m/min. Cada textil fue sometido a un proceso de termofijación a 120 °C por 3 min. La superficie de los textiles funcionalizados fue analizada mediante microscopía electrónica de barrido. Algunas condiciones del proceso de funcionalización fueron seleccionadas con base en trabajos previamente reportados (Belay; Mekuria; Adam, 2020; Salas; Guerreo; Rosas, 2016; Uribe *et al.*, 2016).

$$\text{Porcentaje de arrastre} = \frac{\text{Peso textil humedo} - \text{Peso textil seco}}{\text{Peso textil seco}} \times 100 \quad (2)$$

2.5. Evaluación durabilidad al lavado de las nanopartículas en el textil

Para determinar la durabilidad de las nanopartículas en el textil, se adaptó la norma técnica NTC 1155-3 (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación [Icontec], 2017), la cual fue concebida para realizar ensayos de solidez al color, y describe el proceso para simular cinco ciclos de lavado doméstico. En el caso particular de esta investigación, se empleó el ensayo 1A, donde se cambiaron las esferas de acero por esferas de vidrio y se usaron muestras textiles de 15 x 5 cm, cada muestra por triplicado. En total se simularon cinco y diez ciclos de lavado doméstico.

Luego de los procesos de lavado, se determinó por absorción atómica la cantidad de Zn remanente en los textiles de algodón, la cual se reporta en mg de Zn por kg de tela (mg/kg). Este análisis fue realizado en un equipo Thermo iCE 3000 Series, bajo el método de absorción con llama. Previo al análisis, las muestras textiles fueron sometidas a una digestión con HCl y HNO₃, empleando una relación 3:1.

2.6. Evaluación de la actividad antimicrobiana

Finalmente, se evaluó la actividad antimicrobiana de los textiles funcionalizados mediante la norma ISO 20743:2007, adaptada por Colombia como la NTC 6174 (Icontec, 2016; Standard International, 2007). Entre los ensayos descritos por la norma, se seleccionó el de absorción contra la cepa bacteriana *Staphylococcus aureus* ATCC 6538. Se analizaron los textiles funcionalizados sin lavar, con cinco y diez ciclos de lavado; como control se empleó el textil sin funcionalizar. La actividad antimicrobiana fue calculada a partir de la Ecuación 3, que incluye los conteos de Unidades Formadoras de Colonias (UFC) en el tiempo inicial y a las 20 h de incubación de los textiles con el microorganismo. En la Ecuación 3, A corresponde al valor de la actividad antibacteriana; F es el valor de crecimiento en las muestras control ($F = \lg C_t - \lg C_o$); G es el valor de crecimiento en las muestras textiles con agente antimicrobiano ($G = \lg T_t - \lg T_o$); $\lg T_t$ es el promedio del logaritmo común de bacterias vivas en tres muestras del textil funcionalizado a las 20 h de incubación; $\lg T_o$ el promedio del logaritmo común de bacterias vivas en las tres muestras del textil funcionalizado inmediatamente después de la inoculación; $\lg C_t$ es el promedio del logaritmo común de bacterias vivas en tres muestras del textil control a las 20 h de la incubación; y $\lg C_o$ el promedio del logaritmo común de bacterias vivas en las tres muestras del textil control inmediatamente después de la inoculación. El resultado de eficiencia de la propiedad antibacteriana se determinó con base en la Tabla 1.

$$A = F - G = (\lg C_t - \lg C_o) - (\lg T_t - \lg T_o) \quad (3)$$

Tabla 1. Eficiencia de la propiedad antibacteriana.

Eficiencia de la propiedad antibacteriana	Valor para la actividad antibacteriana (A)
Insuficiente	$A \leq 2$
Significante	$2 \leq A \leq 3$
Fuerte	$A \geq 3$

Fuente: Icontec (2016).

3. Resultados y discusión

3.1. Caracterización fitoquímica de los extractos naturales

La primera parte de este trabajo consistió en determinar características fitoquímicas como capacidad antioxidante, contenido de polifenoles y azúcares reductores para cada extracto natural (*A. vera* y *A. indica*). En ambos casos se encontró presencia de los fitoquímicos cuantificados y capacidad antioxidante (Tabla 2), donde el extracto de *A. indica* presentó concentraciones o valores significativamente más altos. Adicionalmente, se obtuvieron valores de pH de $5,98 \pm 0,006$ y $5,09 \pm 0,06$ para los extractos de *A. indica* y *A. vera*, respectivamente.

Tabla 2. Resultados caracterización fitoquímica de los extractos naturales.

Tipo de extracto	Actividad antioxidante		Fitoquímicos	
	ABTS (mmol trolox/L)	DPPH (mmol trolox/L)	Polifenoles (mg ac. gálico/L)	Azúcares reductores (g/L)
<i>Azadirachta indica</i> (<i>A. indica</i>)	$647,40 \pm 3,30$	$365,03 \pm 14,73$	$969,69 \pm 29,81$	$3,83 \pm 0,03$
<i>Aloe vera</i> (<i>A. vera</i>)	$87,50 \pm 1,28$	$27,03 \pm 4,73$	$70,99 \pm 3,22$	$1,96 \pm 0,02$

Fuente: elaboración propia.

Según datos reportados por Dharmasivam *et al.* (2017), quienes sintetizaron nanopartículas de ZnO a partir de extractos de *Aloe vera* e *Hibiscus sabdariffa*, la cantidad de cada fitoquímico entre los sustratos vegetales evaluados también difiere, donde, en su caso, el *A. vera* es el que presenta las concentraciones más altas. Sin embargo, estos datos no parecieron influir de manera significativa en la síntesis de nanopartículas, lo que sugiere que es el tipo de fitoquímicos más que su concentración lo que toma relevancia en el proceso. Dharmasivam *et al.* (2017) y Singh *et al.* (2018) proponen, además, que la formación de nanopartículas de ZnO usando extractos naturales puede deberse principalmente a la presencia de compuestos fenólicos y flavonoides.

3.2. Obtención y caracterización de las nanopartículas de ZnO

En la Figura 1 se presentan fotografías tomadas durante el proceso de síntesis de las NPsZnO *A. Indica* y NPsZnO *A. vera*. En dichas fotografías se aprecia un precipitado de color amarillo en el proceso con *A. indica*, y rojizo con extracto de *A. vera*, algo similar a lo reportado en otras investigaciones (Ali *et al.*, 2016; Dulta *et al.*, 2021; Jayachandran *et al.*, 2021). Los cambios de coloración en las soluciones y precipitado estarían asociados al tipo y composición química de los extractos naturales. Luego de la calcinación, las partículas adquirieron un color grisáceo, también reportado por Jayachandran *et al.* (2021).

Adicionalmente, antes del ajuste del pH con hidróxido de sodio (NaOH), la solución con *A. indica* presentó un pH de $5,94 \pm 0,03$, y con *A. vera* de $5,96 \pm 0,04$. De acuerdo con Arya *et al.* (2021) y Bandeira *et al.* (2020), el pH de las soluciones de síntesis, además de influir en la morfología de las nanopartículas, puede conducir a una variación en el número de núcleos de ZnO y el crecimiento de las unidades, por lo que se opta por su ajuste. En el caso de la síntesis verde de nanopartículas de ZnO, se ha reportado el pH neutro como adecuado (Singh *et al.*, 2018).

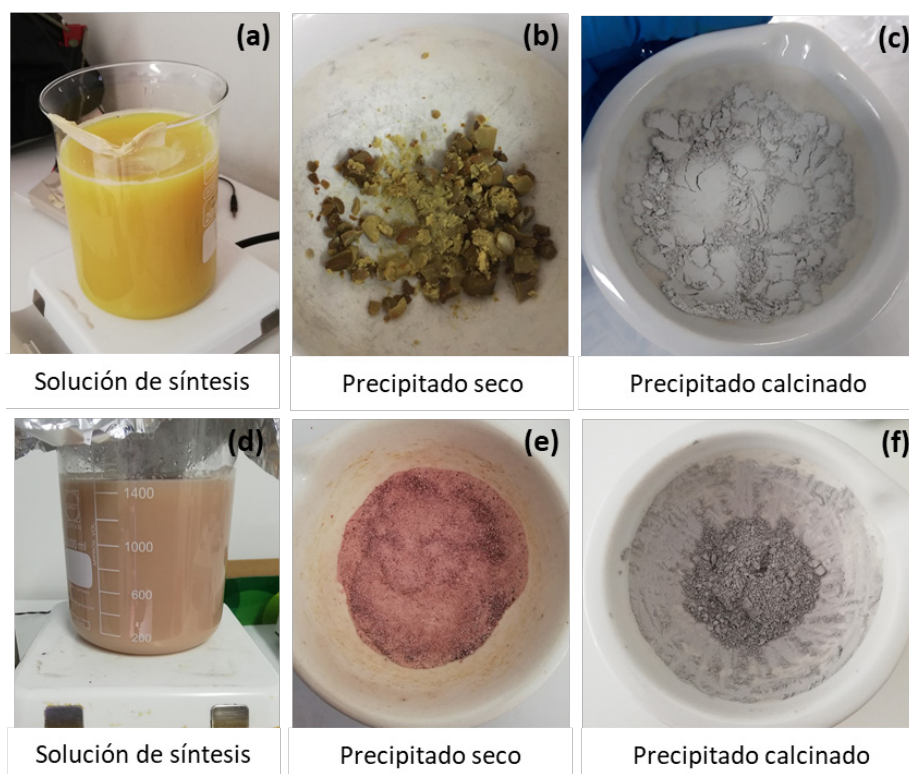


Figura 1. Proceso de síntesis de nanopartículas de ZnO con extractos de *A. indica* (a, b y c) y *A. vera* (d, e y f). De izquierda a derecha se presentan soluciones de síntesis, precipitados secados en horno de convección forzada y precipitados calcinados (nanopartículas).

Fuente: elaboración propia.

Aunque el mecanismo de síntesis de nanopartículas de ZnO a partir de extractos naturales aún está en investigación, existen algunos acercamientos que lo tratan de explicar. El primero de ellos considera que el proceso comienza con la reducción de zinc a su estado cero valente, y termina con su calcinación, operación en la que se oxida (Basnet *et al.*, 2018; Singh *et al.*, 2018). Otra propuesta, más cercana, quizás, al mecanismo de síntesis acaecido en este trabajo, indica que los iones de zinc se acomplejan con los polifenoles (u otro fitoquímico) adquiriendo su forma Zn^{+2} . El Zn^{+2} se convierte en hidróxido de zinc ($Zn(OH)_2$), en este caso con ayuda adicional del NaOH (coprecipitación); y finalmente la calcinación descompone el $Zn(OH)_2$ en nanopartículas de ZnO (Basnet *et al.*, 2018; Bhuyan *et al.*, 2015; Dharmasivam *et al.*, 2017; Zayed *et al.*, 2021).

Independientemente del mecanismo de síntesis, los diferentes fitoquímicos presentes en los extractos naturales participan como agentes reductores y estabilizantes (Basnet *et al.*, 2018; Jayachandran *et al.*, 2021; Dharmasivam *et al.*, 2017; Zayed *et al.*, 2021). Reportes sobre la síntesis de nanopartículas de ZnO por los métodos químicos de precipitación o sol-gel resaltan la importancia de utilizar agentes estabilizantes, los cuales ayudan a controlar y direccionar el crecimiento de las nanopartículas y, en algunos casos, modifican su superficie para evitar aglomeraciones (Arya *et al.*, 2021; Malik; Mitra, 2021).

Una vez terminadas las síntesis, se cuantificaron los rendimientos volumétricos de los procesos (g nanopartículas/L de solución de síntesis), que arrojaron valores de 8,27 g/L con *A. indica* y 7,67 g/L con *A. vera*. Se considera que las diferencias en los resultados se deben a pérdidas en el proceso de recuperación, más que al tipo de extracto. Cada muestra de nanopartículas fue caracterizada con las técnicas que se reportan en literatura para este tipo de materiales. A continuación, se describen los resultados obtenidos.

3.2.1. Espectros UV-Vis

En la Figura 2 se presentan los espectros UV-Vis de las suspensiones de nanopartículas sintetizadas con los dos extractos. Aunque los picos de absorción no se observan lo suficientemente definidos como en otras investigaciones (Ali *et al.*, 2016; Elumalai; Velmurugan, 2015; Liu *et al.*, 2020; Dharmasivam *et al.*, 2017; Singh *et al.*, 2019), sí se aprecian pequeñas bandas alrededor de los 382 nm para las NP-ZnO *A. vera* y 389 nm para las NP-ZnO *A. indica*. De acuerdo con Dharmasivam *et al.* (2017) y Liu *et al.* (2020), la absorción a estas longitudes de onda estaría asociada a la transición de electrones en el ZnO desde la banda de valencia a la banda de conducción.

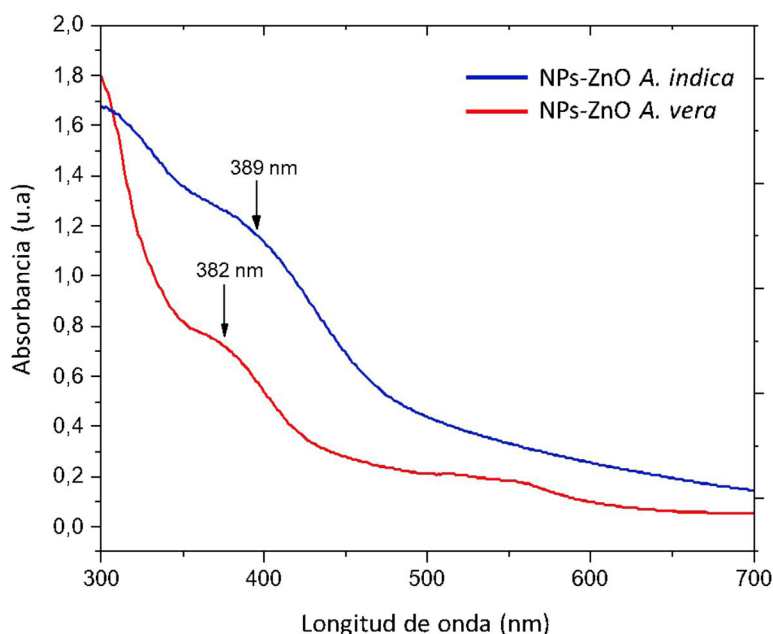


Figura 2. Espectros UV-Vis asociados a las nanopartículas de ZnO sintetizadas con extractos de *A. indica* (línea azul) y *A. vera* (línea roja).

Fuente: elaboración propia.

Los resultados del UV-Vis corroboran, entonces, la síntesis de nanopartículas con ambos extractos. Adicionalmente, debido a la poca definición de los picos de absorción, se puede inferir aglomeración de las partículas (Malik; Mitra, 2021).

3.2.2. Análisis FTIR

En la Figura 3 están representados los espectros FTIR para las nanopartículas de ZnO obtenidas. En ellos se pueden observar bandas de absorción en 2339 y 2347 cm^{-1} , 1429 y 1433 cm^{-1} , 1157 y 1152 cm^{-1} , 880 cm^{-1} , 694 y

660 cm^{-1} , donde las bandas 2339 y 2347 cm^{-1} corresponderían al estiramiento del doble enlace C = C de grupos aromáticos. Las bandas 1429 y 1433 cm^{-1} están relacionadas a grupos carbonilos asociados a amidas secundarias. Entre 1157 y 1152 cm^{-1} se obtienen bandas características de un estiramiento del enlace CN. De manera general, las bandas anteriores junto a la que se presenta en 880 cm^{-1} indican la presencia y participación de fitoquímicos (aminas, cetonas, alcoholes, ácido carboxílico, polioles y terpenoides) en la formación de ZnO (Elumalai; Velmurugan, 2015; Singh *et al.*, 2019). Por otro lado, considerando lo descrito por Liu *et al.*, (2020) y Ramesh, Anbuvaran y Viruthagiri, (2015), las bandas de absorción entre los números de onda 694-660 cm^{-1} podrían corresponder a frecuencias en los enlaces ZnO, lo que sugiere, una vez más, la síntesis de ZnO.

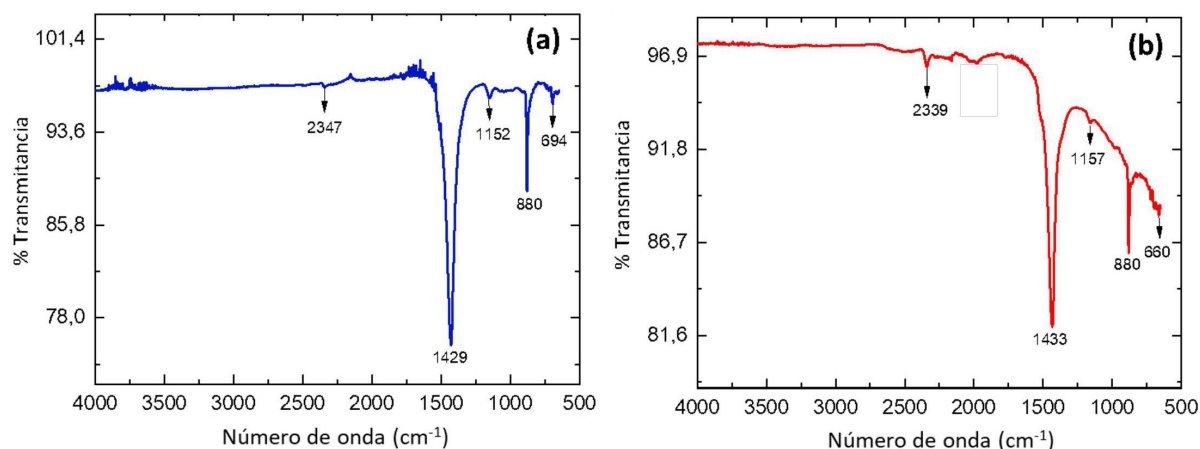


Figura 3. Espectros FTIR de nanopartículas de ZnO obtenidas con extractos de *A. indica* (a) y *A. vera* (b).
Fuente: elaboración propia.

En general, no se observaron diferencias significativamente grandes entre los espectros FTIR de las nanopartículas de ZnO obtenidas con cada extracto (NPs-ZnO *A. Indica* y NPs-ZnO *A. vera*), lo que confirma lo sugerido previamente: en estos procesos de síntesis y características finales de las nanopartículas, parecen primar otros factores (tiempo de síntesis, tipo y concentración del precursor, temperatura y tipo de agentes reductores, entre otros) sobre la concentración de fitoquímicos de cada extracto.

3.2.3. Análisis DRX

El análisis de difracción de rayos X (Figura 5) arrojó patrones similares para las dos muestras de nanopartículas, con picos característicos alrededor de las posiciones (2θ): 31,88°, 34,54°, 36,37°, 47,7°, 56,7°, 62,96°, 66,5°, 68°, 69,2°, 72,7° y 77,1°. Estos difractogramas fueron comparados con el patrón de DRX para el ZnO (JCPDS n. 5-664) (Malik; Mitra, 2021) y con patrones reportados por otros autores (Bhuyan *et al.*, 2015; Dulta *et al.*, 2021; Jayachandran *et al.*, 2021; Selim; Azb; Ragab; Abd El-Azim, 2020; Sharma *et al.*, 2020; Singh *et al.*, 2018; Singh *et al.*, 2019), donde se encontró una alta correspondencia entre los planos cristalinos y/o posiciones de los picos característicos. A partir de este análisis se puede afirmar que las nanopartículas sintetizadas están compuestas por ZnO como única fase identificada, y se corrobora su naturaleza cristalina, la cual no varía significativamente con el tipo de extracto natural.

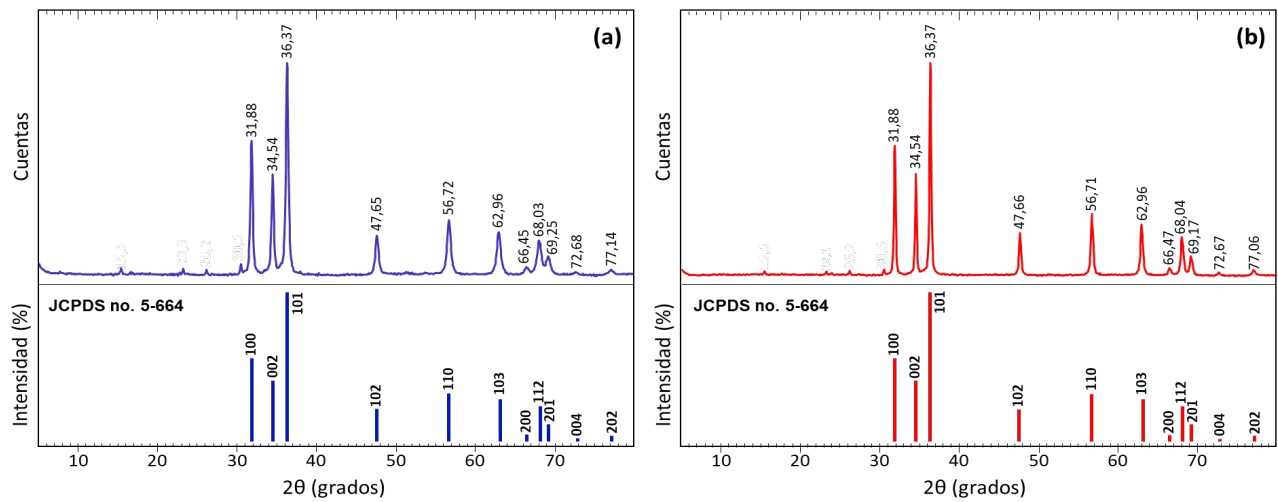


Figura 4. Difractogramas asociados a las nanopartículas de ZnO sintetizadas con extractos de *A. indica* (a) y *A. vera* (b). Debajo de cada difractograma se presenta el patrón de difracción con los planos cristalinos característicos del ZnO según JCPDS no. 5-664. Fuente: difractogramas, elaboración propia; JCPDS no. 5-664, tomado de Malik y Mitra (2021).

A partir de los difractogramas y la ecuación de Debye-Scherrer (Ecuación 1) se determinó el tamaño de los cristalitas asociados a las nanopartículas. El tamaño del cristallito se puede considerar como el tamaño límite inferior de las partículas obtenidas (Cullity; Stock, 2014). En este caso, para la cuantificación de este parámetro se consideraron los picos de mayor intensidad en cada espectro (Tabla 3). En promedio, se obtuvo un tamaño de cristallito de $24,86 \pm 3,31$ nm para las NPsZnO *A. Indica* y de $29,61 \pm 3,43$ nm para las NPs-ZnO *A. vera*.

Tabla 3. Resultados análisis de difracción para varios planos cristalinos asociados a las nanopartículas de ZnO y determinación del tamaño de los cristalitas.

No	NPsZnO <i>A. Indica</i>				NPs-ZnO <i>A. vera</i>			
	2θ (grados)	FWHM (rad)	Índice de Miller	Tamaño del cristallito (nm)	2θ (grados)	FWHM (rad)	Índice de Miller	Tamaño del cristallito (nm)
1	31,88	0,00456	100	31,66	31,88	0,00456	100	31,66
2	34,54	0,00546	002	26,59	34,54	0,00456	002	31,88
3	36,37	0,00546	101	26,72	36,37	0,00456	101	32,05
4	47,65	0,00637	102	23,80	47,66	0,00456	102	33,28
5	56,72	0,00728	110	21,65	56,71	0,00546	110	28,85
6	62,96	0,00728	103	22,34	62,96	0,00546	103	29,77
7	68,03	0,00728	112	22,99	68,04	0,00637	112	26,27
8	69,25	0,00728	201	23,16	69,17	0,00728	201	23,15

Fuente: elaboración propia.

3.2.4. Análisis en SEM

Se llevó a cabo un análisis topográfico por microscopía electrónica de barrido para determinar la morfología y tamaño de las nanopartículas de ZnO obtenidas por síntesis verde. En la Figura 4 se observa que la morfología es predominantemente esférica con formación de agregados, tal como lo sugería el análisis de UV-Vis.

Agregados similares fueron observados por Belay *et al.* (2020) y Dulta *et al.* (2021) durante una síntesis química por precipitación y en una síntesis verde con extractos de *Bergenia ciliata*, respectivamente. Ambos trabajos denominan a los agregados o clústeres como nanopartículas en forma de manojos de flores, las cuales consisten en varias partículas individuales alineadas en forma radial desde un centro. La formación de agregados, según Elumalai y Velmurugan (2015), se debe a la alta energía superficial de las nanopartículas y de la síntesis en medio acuoso. Entre tanto, Dhandapani, Siddarth, Kamalasekaran, Maruthamuthu y Rajagopal (2014) reportan que un aumento en el tiempo de síntesis, de 30 a 90 min, puede incrementar la formación de aglomerados y el crecimiento de las nanopartículas.

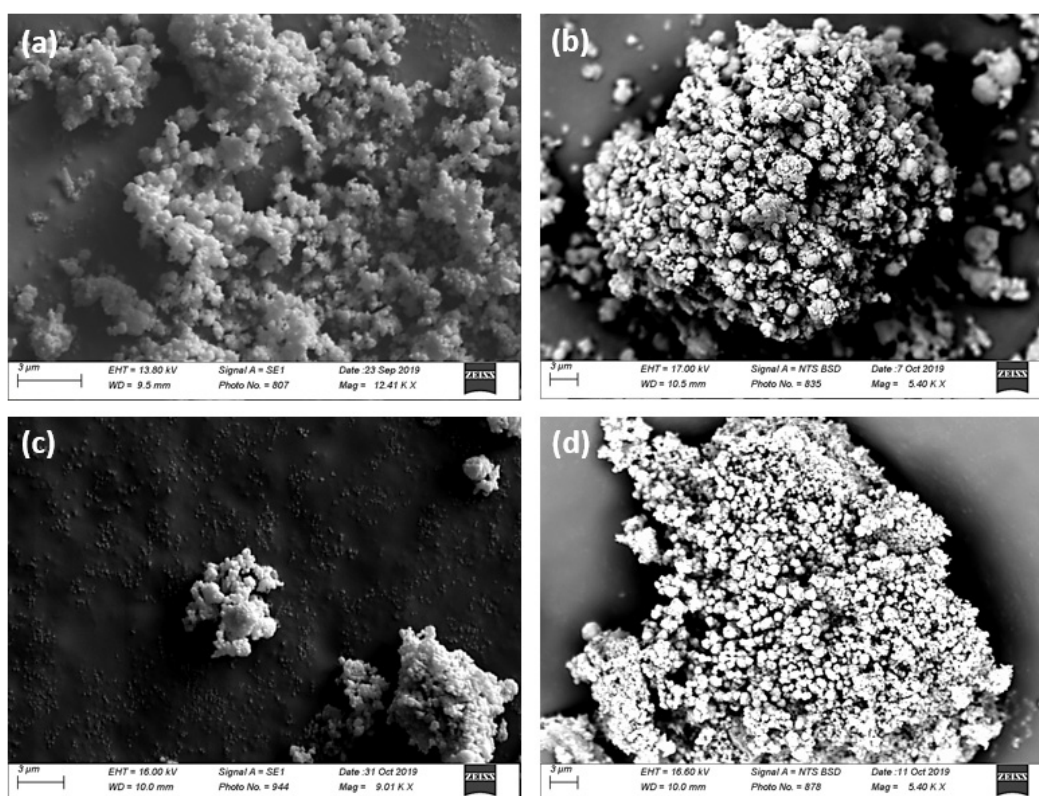


Figura 5. Micrografías SEM de las nanopartículas de ZnO sintetizadas con extractos de *A. indica* (a y b) y *A. vera* (c y d).

Fuente: elaboración propia.

Respecto al tamaño de las partículas, se lograron establecer de manera aproximada, mediante SEM, diámetros entre los 200 nm y 300 nm para los dos grupos de nanopartículas sintetizadas (NPsZnO *A. Indica* y NPs-ZnO *A. vera*). Estos diámetros, a su vez, se encuentran dentro del rango reportado por Samat y Nor (2013), con valores entre los 150 y 350 nm, y con morfologías igualmente esféricas. De otro lado, Dobrucka y Długaszewska (2016), Sharma *et al.* (2020) y Suganya y Vivekanandhan (2019) obtuvieron nanopartículas de ZnO de tamaños más reducidos, que variaron ente 100 y 190 nm, 65 y 180 nm, y 30 y 110 nm, respectivamente; en el caso de Dobrucka y Długaszewska (2016), además de morfologías esféricas, generaron nanopartículas hexagonales.

Es importante destacar que, aunque en los casos reportados se empleó síntesis verde, las condiciones de los procesos fueron diferentes a las utilizadas en el presente estudio, por lo que variaron, entre otros aspectos, el tiempo y la temperatura de síntesis (3-4 h, 70-90 °C), el tipo y la concentración del precursor de zinc, la concentración de extracto, y las condiciones de secado o calcinación final (Dobrucka; Długaszewska, 2016; Samat; Nor, 2013; Sharma *et al.*, 2020; Suganya; Vivekanandhan, 2019). Cada una de estas variaciones, como se mencionó previamente, tiene relevancia e influyen en las características morfológicas y tamaños de las nanopartículas (Agarwal; Kumar; Shanmugam, 2017; Jayachandran *et al.*, 2021; Rasli; Basri; Harun, 2020).

3.3. Funcionalización textil de algodón con nanopartículas de ZnO

Luego de aplicar las nanopartículas sobre las muestras textiles, se analizó la superficie de las fibras empleando microscopía electrónica de barrido (Figura 6), esto con el fin de verificar la adhesión del nanomaterial en el sustrato textil y su durabilidad después de varios ciclos de lavado. En la Figura 6a se presenta el textil sin funcionalizar, donde las superficies de las fibras se observan lisas, libres de partículas. Entre tanto, las micrografías de las Figuras 6b y 6c muestran que, luego de la funcionalización, las fibras del textil quedaron impregnadas con NPsZnO *A. indica* y NPs-ZnO *A. vera* respectivamente, que se observaron dispersas en algunas zonas (flechas amarillas) y aglomeradas en otras (flechas rojas). Además, se apreció una distribución ligeramente heterogénea con zonas un poco más enriquecidas en nanopartículas, de apariencia y/o textura rugosa.

La apariencia rugosa del textil es una característica también reportada por Zayed *et al.* (2021), quienes sugieren el uso de biopolímeros durante la funcionalización para contrarrestar este efecto. De acuerdo con estos autores, compuestos como el alginato, carboximetil celulosa y quitosano, además de generar una distribución homogénea y penetración de las nanopartículas en la superficie del textil, conducen a una superficie más suave.

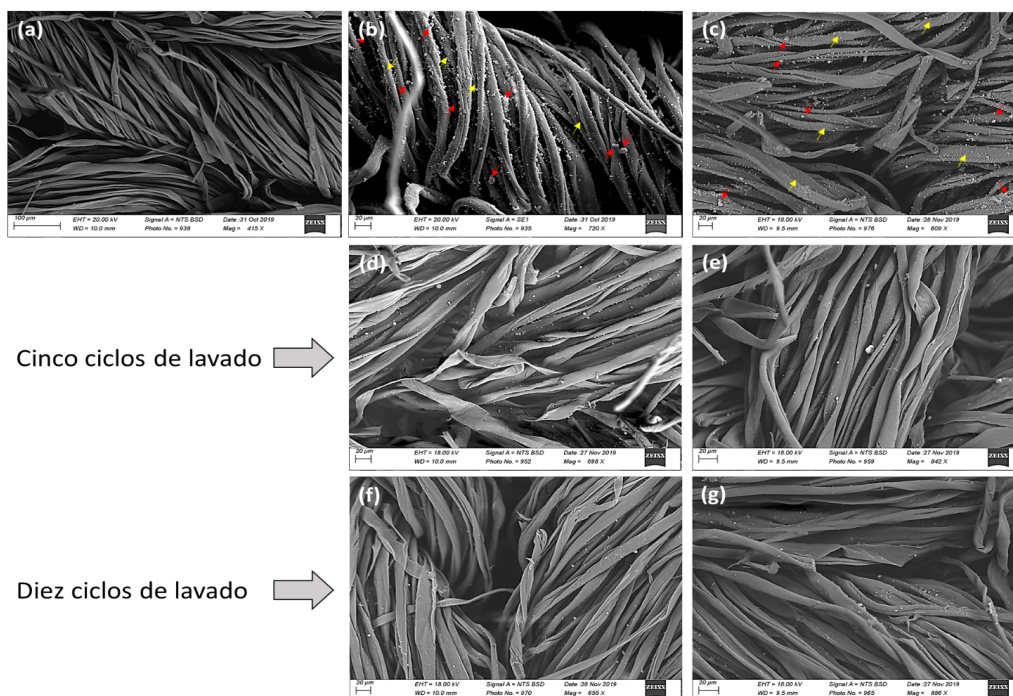


Figura 6. Micrografías de muestras textiles sin funcionalizar, funcionalizadas sin y con cinco y diez ciclos de lavado (prueba de durabilidad): (a) textil sin funcionalizar-control; (b) textil funcionalizado con NPsZnO *A. indica* sin lavar; (c) textil funcionalizado con NPs-ZnO *A. vera* sin lavar; (d) textil funcionalizado con NPs-ZnO *A. indica* cinco ciclos de lavado; (e) textil funcionalizado con NPs-ZnO *A. vera* cinco ciclos de lavado; (f) textil funcionalizado con NPs-ZnO *A. indica* diez ciclos de lavado; (g) textil funcionalizado con NPs-ZnO *A. vera* diez ciclos de lavado.

Fuente: elaboración propia.

3.3.1. Durabilidad de las nanopartículas

Las Figuras 6d-6g presentan micrografías de los textiles sometidos a la prueba de durabilidad, con cinco y diez ciclos de lavado doméstico (textil con NPsZnO *A. indica*, Figuras 6d y 6f; textil con NPsZnO *A. vera*, Figuras 6e y 6g). Comparado con las Figuras 6b y 6c (muestras textiles sin lavar), en estas se aprecia que después de los ciclos de lavado, la cantidad de nanopartículas es cada vez menor, aunque no llegan a eliminarse por completo. Becheri, Dürr, Lo Nostro y Baglioni (2008) sugieren que el tamaño de la nanopartícula juega un papel importante en la adhesión a las fibras. Mientras partículas grandes, y que tienden a aglomerarse, pueden ser removidas fácilmente de la superficie, las partículas pequeñas pueden penetrar con mayor facilidad y adherirse fuertemente al textil. Sumado a lo anterior, se reporta que los materiales inorgánicos y las fibras generalmente no generan interacciones fuertes, lo que conduce a la pérdida de los compuestos inorgánicos en los procesos de lavado (Hu *et al.*, 2020; Noorian; Hemmatinejad; Navarro, 2020). En resumen, conociendo que las partículas sintetizadas presentan diámetros relativamente grandes y forman aglomerados, aunado a que muy posiblemente tampoco se formaron uniones fuertes o covalentes entre las fibras y las nanopartículas (Becheri *et al.*, 2008; Salas *et al.*, 2016), se explica su pérdida en los ensayos de durabilidad.

3.3.2. Concentración de Zinc en las muestras textiles

Como método de confirmación de los resultados anteriores, se determinó por absorción atómica la concentración de Zn en cada muestra textil: sin funcionalizar, funcionalizadas y funcionalizadas con cinco y diez ciclos de lavado (prueba de durabilidad). Se asumió que la cantidad de Zn era proporcional a la de nanopartículas de ZnO adheridas. En la Figura 7 se resumen los resultados obtenidos.

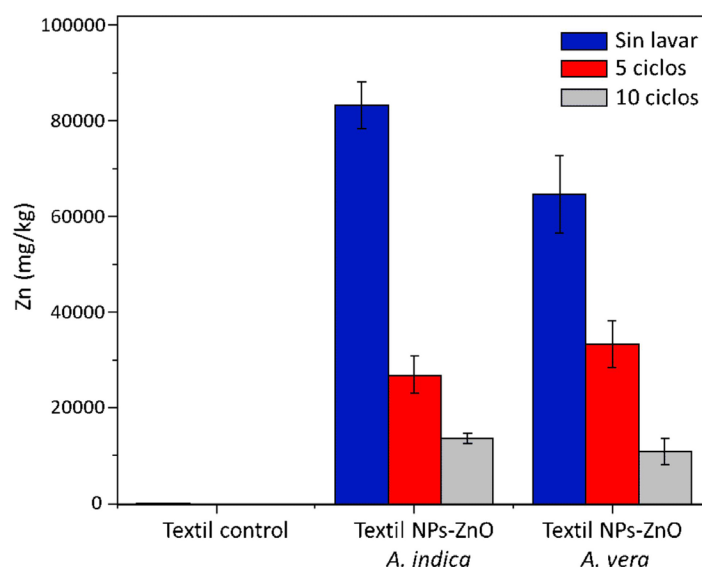


Figura 7. Concentración de Zn en las diferentes muestras textiles: sin funcionalizar (textil control), funcionalizadas sin lavar, con cinco y diez ciclos de lavado doméstico (textil NPs-ZnO *A. indica* y Textil NPs-ZnO *A. vera*).

Fuente: elaboración propia.

Como se observa en la Figura 7, el textil sin funcionalizar (textil control) no presentaba concentraciones importantes del metal (78,05 mg/kg), lo que constata que el zinc presente en los textiles funcionalizados solo podría corresponder al de las nanopartículas de ZnO impregnadas. Adicionalmente, la baja cantidad del metal en el textil sin funcionalizar lo confirma como buen control para la prueba antibacteriana. Por otro lado, para los textiles funcionalizados sin lavar, se encontró una cantidad importante de Zn (83270,98 ± 4726,30 mg/kg textil con NPsZnO *A. indica* y 64661,19 ± 7988,85 mg/kg textil con NPs-ZnO *A. vera*), lo que corrobora los resultados obtenidos por microscopia electrónica de barrido, donde se aprecia presencia abundante de nanopartículas de ZnO en las fibras.

Respecto a los textiles sometidos a diferentes ciclos de lavado, la cuantificación del Zn permitió estimar los porcentajes de reducción del metal y, por tanto, de nanopartículas en los textiles, que presentaron decrecimientos del 67,6 y 83,6 % para el textil con NPsZnO *A. Indica* bajo cinco y diez ciclos de lavado, respectivamente; y del 48,5 y 83,0 % en el caso del textil con NPs-ZnO *A. vera*.

Estos resultados hacen pensar en la necesidad de evaluar nuevas condiciones de síntesis que conlleven a tamaños más reducidos, u otros métodos o parámetros de funcionalización que garanticen uniones más fuertes entre las fibras y el nanomaterial; esto teniendo en cuenta que en la práctica el número de lavados de un textil durante su vida útil supera los diez ciclos. Una alternativa que se infiere de los resultados de Uribe *et al.* (2016) es la formulación de un baño con una concentración menor de nanopartículas, que garantice una distribución más homogénea y evite su aglomeración. A la fecha se han publicado diversos trabajos sobre funcionalización de textiles con nanopartículas de ZnO, en los que el uso de aglutinantes, polímeros o la modificación de la superficie del textil mediante adición de ligandos incrementan la durabilidad del nanomaterial en el textil, y consecuentemente mantienen las propiedades conferidas (Noorian *et al.*, 2020; Tania; Ali, 2020; Verbič *et al.*, 2019; Zayed *et al.*, 2021).

3.3.3. Evaluación de la actividad antibacteriana de los textiles funcionalizados

Teniendo en cuenta que el propósito de las nanopartículas es conferir actividad antibacteriana al textil de algodón, como última prueba se evaluó su actividad antibacteriana de acuerdo con la norma ISO 20743:2007 (NTC 6174), que presenta tres pruebas cuantitativas a partir de las cuales es posible estimar un valor. En este caso se aplicó la prueba de absorción tanto a los textiles funcionalizados sin lavar como aquellos sometidos a la prueba de durabilidad, mediante cinco y diez ciclos de lavados domésticos. En la Tabla 4 se presentan los valores determinados para la actividad antibacteriana (A), aplicando la Ecuación 3.

Tabla 4. Actividad antibacteriana (A) de los textiles funcionalizados sin y con diferentes ciclos de lavado.

Tratamiento aplicado	Sin lavar	5 ciclos	10 ciclos
Textil NP ZnO. <i>A. indica</i>	4,28 ± 0,74*	3,62 ± 0,49*	2,54 ± 0,71
Textil NP ZnO. <i>A. vera</i>	6,08 ± 0,15*	2,33 ± 0,47	2,83 ± 0,63

*Textiles con actividad antibacteriana fuerte

Fuente: elaboración propia.

De acuerdo con los valores de A (Tabla 4) y los criterios de eficiencia que se describen en la Tabla 1, se puede decir que las nanopartículas de ZnO sintetizadas con extractos de *A. indica* y *A. vera* presentan actividad antibacteriana contra *S. aureus*, tal como ha sido reportado por diversos autores (Christy *et al.*, 2019; Elumalai; Velmurugan, 2015; Handago *et al.*, 2019; Dharmasivam *et al.*, 2017; Sharma *et al.*, 2020).

Al analizar de manera particular los resultados de la Tabla 3, sobresalen las actividades antibacterianas de los textiles sin lavar funcionalizados con ambos tipos de nanopartículas, y el textil con cinco ciclos de lavado impregnado con NPsZnO *A. indica*, que presenta una eficiencia fuerte. Entre tanto, los textiles sometidos a diez ciclos de lavado y el impregnado con NPsZnO *A. vera* con cinco ciclos de lavado exhiben una eficiencia significativa menor a los demás, pero sin pérdida de funcionalidad.

Al comparar los valores de A entre el textil sin lavar y los sometidos a la prueba de durabilidad con NPsZnO *A. indica*, se observa que el valor de la actividad antibacteriana va reduciendo conforme aumentan ciclos de lavado, lo que estaría asociado a la pérdida de agente antibacteriano de la superficie del textil. No obstante, los resultados de actividad antibacteriana también muestran que, aunque la cantidad de nanopartículas disminuye drásticamente con los lavados, las concentraciones remanentes son suficientes para limitar el crecimiento de *S. aureus* en el textil.

Los resultados anteriores concuerdan con lo presentado por Rajendra *et al.* (2010), quienes evalúan, mediante el ensayo de líneas paralelas (norma AATCC 147), la actividad antibacteriana de un textil de algodón impregnado con nanopartículas de ZnO obtenidas por síntesis química. Rajendra *et al.* (2010) reportan que el textil, además de inhibir el crecimiento de *S. aureus*, también presenta actividad antibacteriana contra la bacteria Gram negativa *Escherichia coli*. Esta actividad de amplio espectro perduró, en su caso, hasta los 20 ciclos de lavado, aunque con cada ciclo disminuyó su porcentaje de eficiencia. Así mismo, Noorian *et al.* (2020), tras realizar una síntesis sonoquímica “*in situ*”, encontraron que el porcentaje de reducción de *E. coli* y *S. aureus* después de lavar el textil, decreció desde un 95,7 hasta un 25,3 % y del 94,8 al 25,1 %, respectivamente. Con el fin de evitar la pérdida de nanopartículas, y por ende de actividad antibacteriana, en esta investigación se realizó una modificación preliminar del textil adicionando ácido 4-aminobenzoico (PABA).

Respecto a la síntesis verde, Zayed *et al.* (2021) evalúan la actividad antimicrobiana de un textil de algodón impregnado con nanopartículas sintetizadas con extractos de *Psidium guajava*. Si bien estos autores obtienen un textil con actividad contra *S. aureus*, *E. coli* y la levadura *Candida albicans*, ésta igualmente se va perdiendo con los ciclos de lavado (5, 10, 15 y 20 ciclos). En su caso, lograron reducir esta pérdida de actividad mezclando las nanopartículas en distintos polímeros antes de la funcionalización. Uno de ellos fue el quitosano, que además de aumentar la durabilidad de las nanopartículas, ayudó a incrementar la actividad antibacteriana.

Aunque los mecanismos de acción de las nanopartículas de ZnO sobre los microorganismos no están bien dilucidados, se ha propuesto que su actividad antibacteriana estaría relacionada con la generación de especies reactivas de oxígeno o ROS (por sus siglas en inglés, *Reactive Oxygen Species*), la inhibición enzimática, la interrupción en los procesos de generación de *biofilms*, la desnaturalización de proteínas, la disrupción de la integridad de la membrana celular, la generación de interacciones electrostáticas y la solubilización de iones Zn^{+2} desde la bacteria al medio (Agarwal *et al.*, 2017; Ali *et al.*, 2016; Noorian *et al.*, 2020; Sirelkhatim *et al.*, 2015). En este caso, los datos obtenidos no son suficientes para proponer un mecanismo de acción.

4. Conclusiones

A partir de este estudio, se logró la síntesis de nanopartículas de ZnO a partir de extractos naturales obtenidos de plantas presentes en Antioquia como *Azadirachta indica* y *Aloe vera*, con co-precipitación. Se observó que, aunque los extractos presentan una concentración de fitoquímicos diferente, que es mayor para *A. indica*, esto no influyó significativamente en los rendimientos del proceso (masa de nanopartículas/volumen de síntesis), composición del nanomaterial, ni en la actividad antimicrobiana, lo que sugiere que es el tipo de fitoquímico (polifenoles posiblemente), mas no su concentración, lo que toma relevancia durante la síntesis, por lo que es posible que los fitoquímicos también afecten el tamaño de los cristallitos.

Entre las características más relevantes de las nanopartículas que determinan su funcionalidad o eficiencia, está el tamaño, el cual, en este, caso varió entre 200 nm y 300 nm. Esta característica, sumada a que se presentó aglomeración de partículas, pareció influir en el proceso de funcionalización del textil de algodón, e impidió una fijación estable y duradera. Se sugiere revisar las condiciones de síntesis, la concentración de nanopartículas en el baño y, en general, el proceso de impregnación en el textil, considerando la adición de aglutinantes o ligandos, con el fin optimizar la adherencia de las nanopartículas a las fibras, de modo que su concentración permanezca lo más estable posible durante un mayor número de ciclos de lavado; y que se incremente la actividad conferida.

Los textiles de algodón funcionalizados con nanopartículas de ZnO sintetizadas a partir de extractos de *A. indica* y *A. vera* presentaron actividad antibacteriana contra *Staphylococcus aureus*. Pese a que la prueba de durabilidad condujo a la pérdida importante de nanopartículas, aun con una menor concentración de nanomaterial, los textiles continuaron presentando actividad antibacteriana significativa, lo que muestra el potencial de las nanopartículas de ZnO sintetizadas con extractos de *A. vera* y *A. indica*, como agentes

antibacterianos para la industria textil. Es importante mencionar que solo se evaluaron diez ciclos de lavado, por lo que es posible que la actividad se mantenga con un número mayor de ciclos.

En caso de considerar el uso de nanopartículas de ZnO para la funcionalización de textiles a nivel comercial, es importante, además de durabilidad y actividad antibacteriana, garantizar inocuidad, es decir, que las nanopartículas no comprometan la salud del consumidor final. Para ello se deben realizar otras pruebas de calidad como citotoxicidad, irritación e influencia sobre la microbiota de la piel (Hilgenberg; Prange; Vossebein, 2016).

Agradecimientos

Los investigadores asociados a esta investigación agradecen al Sistema de Investigación e Innovación del SENA-SENNOVA por la financiación del proyecto y al Líder SENNOVA-CTGI 2019, Carlos Mario Chaparro Salas, por la gestión de recursos.

Referencias

- Agarwal, Happy; Kumar, Venkat; Shanmugam, Rajeshkumar (2017). A review on green synthesis of zinc oxide nanoparticles-An eco-friendly approach. *Resource-Efficient Technologies*, 3(4), 406-413. <https://doi.org/10.1016/j.reffit.2017.03.002>
- Agarwal, Happy; Menon, Soumya; Kumar, Venkat; Shanmugam, Rajeshkumar (2018). Mechanistic study on antibacterial action of zinc oxide nanoparticles synthesized using green route. *Chemico-Biological Interactions*, 286(4), 60-70. <https://doi.org/10.1016/j.cbi.2018.03.008>
- Ali, Khursheed; Dwivedi, Sourabh; Azam, Ameer; Saquib, Quaiser; Al-Said, Mansour; Alkhedhairi, Abdulaziz; Musarrat, Javed (2016). *Aloe vera* extract functionalized zinc oxide nanoparticles as nanoantibiotics against multi-drug resistant clinical bacterial isolates. *Journal of Colloid and Interface Science*, 472, 145-156. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2016.03.021>
- Arya, Sandeep; Mahajan, Prena; Mahajan, Sarika; Khosla, Ajit; Datt, Ram; Gupta, Vinay; ... Oruganti, Sai (2021). Review—Influence of Processing Parameters to Control Morphology and Optical Properties of Sol-Gel Synthesized ZnO Nanoparticles. *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, 10(2), 023002. <https://doi.org/10.1149/2162-8777/abe095>
- Bandeira, Marina; Giovanela, Marcelo; Roesch-Ely, Mariana; Devine, Declan; da Silva Crespo, Janaina (2020). Green synthesis of zinc oxide nanoparticles: A review of the synthesis methodology and mechanism of formation. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 15(enero), 100223. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2020.100223>
- Basnet, Parita; Chanu, Ina; Samanta, Dhruvajyoti; Chatterjee, Somenath (2018). A review on bio-synthesized zinc oxide nanoparticles using plant extracts as reductants and stabilizing agents. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 183, 201-221. <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2018.04.036>
- Becheri, Alessio; Dürr, Maximilian; Lo Nostro, Pierandrea; Baglioni, Piero (2008). Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles: Application to textiles as UV-absorbers. *Journal of Nanoparticle Research*, 10(4), 679-689. <https://doi.org/10.1007/s11051-007-9318-3>

- Belay, Abebe; Mekuria, Melaku; Adam, Getachew (2020). Incorporation of zinc oxide nanoparticles in cotton textiles for ultraviolet light protection and antibacterial activities. *Nanomaterials and Nanotechnology*, 10, 1-8. <https://doi.org/10.1177/1847980420970052>
- Bello, Daniel; Carrera, Emilia; Díaz, Yuset (2006). Determinacion de azúcares reductores totales en jugos mezclados de caña de azúcar utilizando el método del acido 3,5 dinitrosalicílico. *Sobre Los Derivados de La Caña de Azúcar*, 40(2), 45-50.
- Bhuyan, Tamanna; Mishra, Kavita; Khanuja, Manika; Prasad, Ram; Varma, Ajit (2015). Biosynthesis of zinc oxide nanoparticles from *Azadirachta indica* for antibacterial and photocatalytic applications. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 32, 55-61. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2014.12.053>
- Christy, Rosy; Lakshminarayanan, Srimathi; Durka, M.; Dinesh, A.; Babitha, N.; Arunadevi, S. (2019). Simple Combustion Synthesis, Structural, Morphological, Optical and Catalytic Properties of ZnO Nanoparticles. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 19(6), 3564-3570. <https://doi.org/10.1166/jnn.2019.16141>
- Cullity, Bernard; Stock, Stuart (2014). *Elements of X-ray diffraction* (3era ed.). Edinburgh Gate: Pearson Education Limited.
- Dhandapani, Perumal; Siddarth, Arun; Kamalasekaran, S.; Maruthamuthu, Saravana; Rajagopal, G. (2014). Bio-approach: Ureolytic bacteria mediated synthesis of ZnO nanocrystals on cotton fabric and evaluation of their antibacterial properties. *Carbohydrate Polymers*, 103(1), 448-455. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.12.074>
- Dharmasivam, Mahendiran; Subash, G.; Selvan, Arumai; Rehana, Dilaveez; Senthil-Kumar, Raju; Rahiman, Kalilur (2017). Biosynthesis of Zinc Oxide Nanoparticles Using Plant Extracts of *Aloe vera* and *Hibiscus sabdariffa*: Phytochemical, Antibacterial, Antioxidant and Anti-proliferative Studies. *BioNanoScience*, 7(3), 530-545. <https://doi.org/10.1007/s12668-017-0418-y>
- Dobrucka, Renata; Długaszewska, Jolanta (2016). Biosynthesis and antibacterial activity of ZnO nanoparticles using *Trifolium pratense* flower extract. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 23(4), 517-523. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2015.05.016>
- Dulta, Kanika; Koşarsoy-Ağçeli, Gozde; Chauhan, Parveen; Jasrotia, Rohit; Chauhan, P. K. (2021). A Novel Approach of Synthesis Zinc Oxide Nanoparticles by *Bergenia ciliata* Rhizome Extract: Antibacterial and Anticancer Potential. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 31(1), 180-190. <https://doi.org/10.1007/s10904-020-01684-6>
- Elumalai, K.; Velmurugan, Sivasangari (2015). Green synthesis, characterization and antimicrobial activities of zinc oxide nanoparticles from the leaf extract of *Azadirachta indica* (L.). *Applied Surface Science*, 345, 329-336. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.03.176>
- Gómez-Garzón, Martha (2018). Nanomateriales, Nanopartículas y Síntesis verde. *Revista Repertorio de Medicina y Cirugía*, 27(2), 75-80. <https://doi.org/10.31260/repertmedcir.v27.n2.2018.191>
- Handago, Dawit; Zereffa, E. A.; Gonfa, Bedasa (2019). Effects of *Azadirachta Indica* Leaf Extract, Capping Agents, on the Synthesis of Pure and Cu Doped ZnO-Nanoparticles: A Green Approach and Microbial Activity. *Open Chemistry*, 17(1), 246-253. <https://doi.org/10.1515/chem-2019-0018>
- Hilgenberg, B.; Prange, Alexander; Vossebein, L. (2016). Testing and regulation of antimicrobial textiles. En A. Sun (Ed.), *Antimicrobial Textiles* (pp. 226-245). Cambridge: Elsevier.

- Hu, Rujui; Li, Jing; Zhao, Yuezhen; Lin, Hua; Liang, Liu; Wang, Mimi; ... Yang, Mingming (2020). Exploiting bacterial outer membrane vesicles as a cross-protective vaccine candidate against avian pathogenic *Escherichia coli* (APEC). *Microbial Cell Factories*, 19(1), 1-17.
<https://doi.org/10.1186/s12934-020-01372-7>
- Ibrahim, Nabil; Abd El-Ghany, Nahed; Eid, Basma; Mabrouk, Eman (2018). Green options for imparting antibacterial functionality to cotton fabrics. *International Journal of Biological Macromolecules*, 111, 526-533. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.01.013>
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación [Icontec] (2016). NTC 6174:2016. *Textiles. Determinación de la actividad antibacteriana de productos textiles*. Bogotá: Icontec.
- Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación [Icontec] (2017). NTC 1155-3:2017. *Textiles. Ensayos de solidez del color. Parte 3: solidez del color al lavado. Método acelerado*. Bogotá: Icontec.
- Jayachandran, Ashwini; Ashwaty, T. R.; Nair, Achuthsankar (2021). Green synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles using *Cayratia pedata* leaf extract. *Biochemistry and Biophysics Reports*, 26, 100995.
<https://doi.org/10.1016/j.bbrep.2021.100995>
- Lalithambika, K. C.; Thayumanavan, A.; Ravichandran, K.; Subramanian, Sriram (2017). Photocatalytic and antibacterial activities of eco-friendly green synthesized ZnO and NiO nanoparticles. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 28(2), 2062-2068.
<https://doi.org/10.1007/s10854-016-5767-8>
- Liu, Ying; Li, JinFeng; Ahn, JongChan; Pu, JianYu; Rupa, Esrat; Huo, Yue; Yang, Deok (2020). Biosynthesis of zinc oxide nanoparticles by one-pot green synthesis using fruit extract of *Amomum longiligulare* and its activity as a photocatalyst. *Optik*, 218, 165245.
<https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2020.165245>
- Malik, Gulshan; Mitra, Jayeeta (2021). Zinc Oxide Nanoparticle Synthesis, Characterization, and Their Effect on Mechanical, Barrier, and Optical Properties of HPMC-Based Edible Film. *Food and Bioprocess Technology*, 14(3), 441-456. <https://doi.org/10.1007/s11947-020-02566-y>
- Mishra, Rajesh; Militky, Jiri (2019). *Nanotechnology in textiles: Theory and application*. Cambridge, MA: Woodhead Publishing.
- Muñoz, Laura (2019). Acabados Antimicrobianos en Textiles: Tendencias y Aplicaciones. *Encuentro SENNOVA del Oriente Antioqueño*, 5, 17-33.
- Muthu, Subramanian (2017). *Textiles and Clothing Sustainability*. Singapur: Springer.
<https://doi.org/10.1007/978-981-10-2188-6>
- Noorian, Seyyed; Hemmatinejad, Nahid; Navarro, Jorge (2020). Ligand modified cellulose fabrics as support of zinc oxide nanoparticles for UV protection and antimicrobial activities. *International Journal of Biological Macromolecules*, 154, 1215-1226.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.10.276>
- Quiceno, Juan; Ospina, Leopoldo; Gómez, Dorely; Román, Melissa; Betancur, María; Cadavid, Natalia; ... Pássaro, Catarina (2017). *Manual para el análisis de biocompuestos en frutas. Aplicaciones en el Estudio de la Gulupa*. Rionegro: Servicio Nacional de Aprendizaje.
- Rajendra, Radhai; Balakumar, C.; Ahammed, Hasabo; Jayakumar, S.; Vaideki, K.; Rajesh, E. (2010). Use of zinc oxide nano particles for production of antimicrobial textiles. *International Journal of Engineering, Science and Technology*, 2(1), 202-208.
<https://doi.org/10.4314/ijest.v2i1.59113>

- Ramesh, M.; Anbuvaran, M.; Viruthagiri, G. (2015). Green synthesis of ZnO nanoparticles using *Solanum nigrum* leaf extract and their antibacterial activity. *Spectrochimica Acta, Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 136(PB), 864-870.
<https://doi.org/10.1016/j.saa.2014.09.105>
- Rasli, Wanie; Basri, Hatijah; Harun, Zawati (2020). Zinc oxide from aloe vera extract: two-level factorial screening of biosynthesis parameters. *Heliyon*, 6(1), e03156.
<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03156>
- Saha, Joykrisna; Mondal, Ibrahim (2021). Antimicrobial textiles from natural resources: types, properties and processing. En I. Mondal (Ed.), *Antimicrobial Textiles from Natural Resources* (pp. 1-43). Cambridge, MA: Woodhead Publishing.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821485-5.00016-0>
- Salas, Gabriel; Guerrero, Victor; Rosas, Nelly (2016). Uso de Nanopartículas de ZnO en Tejidos de Algodón para Mejorar sus Propiedades de Protección Ultravioleta. *X Congreso de Ciencia y Tecnología*, 10, 16-21.
- Salat, Marc; Petkova, Petya; Hoyo, Javier; Perelshtein, Ilana; Gedanken, Aharon; Tzanov, Tzanko (2018). Durable antimicrobial cotton textiles coated sonochemically with ZnO nanoparticles embedded in an in-situ enzymatically generated bioadhesive. *Carbohydrate Polymers*, 189, 198-203.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.02.033>
- Samat, Nurulain; Nor, Roslan (2013). Sol-gel synthesis of zinc oxide nanoparticles using *Citrus aurantifolia* extracts. *Ceramics International*, 39(Sup. 1), S545-S548.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.10.132>
- Selim, Yasser; Azb, Maha; Ragab, Islam; Abd El-Azim, Mohamed (2020). Green Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles Using Aqueous Extract of *Deverra tortuosa* and their Cytotoxic Activities. *Scientific Reports*, 10(1), 1-9. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-60541-1>
- Sharma, Saurabh; Kumar, Kuldeep; Thakur, Naveen; Chauhan, S.; Chauhan, M. S. (2020). The effect of shape and size of ZnO nanoparticles on their antimicrobial and photocatalytic activities: a green approach. *Bulletin of Materials Science*, 43(1), 20.
<https://doi.org/10.1007/s12034-019-1986-y>
- Singh, Akhilesh; Pal, Priti; Gupta, Vinay; Yadav, Thakur; Gupta, Vishu; Singh, Satarudra (2018). Green synthesis, characterization and antimicrobial activity of zinc oxide quantum dots using *Eclipta alba*. *Materials Chemistry and Physics*, 203, 40-48.
<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.09.049>
- Singh, Amit; Neelam; Kaushik, Mahima (2019). Physicochemical investigations of zinc oxide nanoparticles synthesized from *Azadirachta Indica* (Neem) leaf extract and their interaction with Calf-Thymus DNA. *Results in Physics*, 13, 102168.
<https://doi.org/10.1016/j.rinp.2019.102168>
- Singh, Ravindra; Shukla, Vineet; Yadav, Raghvendra; Sharma, Prashant; Singh, Prashant; Pandey, Avinash (2011). Biological approach of zinc oxide nanoparticles formation and its characterization. *Advanced Materials Letters*, 2(4), 313-317.
<https://doi.org/10.5185/amlett.indias.204>
- Sirelkhathim, Amna; Mahmud, Shahrom; Seeni, Azman; Kaus, Noor; Ann, Ling; Bakhori, Khadijah; ... Mohamad, Dasmawati (2015). Review on zinc oxide nanoparticles: Antibacterial activity and toxicity mechanism. *Nano-Micro Letters*, 7(3), 219-242.
<https://doi.org/10.1007/s40820-015-0040-x>

- Sohail, Muhammad; Rehman, Mubashar; Hussain, Syed; Huma, Zil-E; Shahnaz, Gul; Qureshi, Omer; ... Webster, Thomas (2020). Green synthesis of zinc oxide nanoparticles by Neem extract as multi-facet therapeutic agents. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 59, 101911.
<https://doi.org/10.1016/j.jddst.2020.101911>
- Song, Xinyu; Padrão, Jorge; Ribeiro, Ana; Zille, Andrea (2021). Testing, characterization and regulations of antimicrobial textiles. En I. Mondal (Ed.), *Antimicrobial Textiles from Natural Resources* (pp. 485-511). Cambridge, MA: Woodhead Publishing.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821485-5.00012-3>
- Standard International (2007). ISO 20743:2007. *Textiles. Determination of antibacterial activity of textile products*. Recuperado de: <https://www.iso.org/standard/34261.html>
- Suganya, S.; Vivekanandhan, Singaravelu (2019). Neem (*Azadirachta indica*) gum assisted sol-gel synthesis and characterization of ZnO nanoparticles for photocatalytic application. *Journal of the Australian Ceramic Society*, 55(2), 433-442.
<https://doi.org/10.1007/s41779-018-0251-y>
- Tania, Imana; Ali, Mohammad (2020). Effect of the coating of zinc oxide (ZnO) nanoparticles with binder on the functional and mechanical properties of cotton fabric. *Materials Today: Proceedings*, 38(3-4), 2607-2611.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.08.171>
- Uribe, Carmen; Meneses, Elsa; Brañez, Marco; Álvarez, Jessica; Román, Esmeralda; Maurtua, Dora; ... Gómez, Mónica (2016). Funcionalización de textiles de algodón con nanopartículas de ZnO₂. *Revista Sociedad Química Perú*, 82(2), 216-231. Recuperado de
<http://www.scielo.org.pe/pdf/rsqp/v82n2/a12v82n2.pdf>
- Verbič, Anja; Gorjanc, Marija; Simončič, Barbara (2019). Zinc oxide for functional textile coatings: Recent advances. *Coatings*, 9(9), 17-23.
<https://doi.org/10.3390/coatings9090550>
- Yetisen, Ali; Qu, Hang; Manbachi, Ammir; Butt, Haider; Dokmeci, Mehmet; Hinestroza, Juan; ... Yun, Seok (2016). Nanotechnology in Textiles. *ACS Nano*, 10(3), 3042-3068.
<https://doi.org/10.1021/acsnano.5b08176>
- Zayed, Menna; Othman, Hanan; Ghazal, Heba; Hassabo, Ahmed (2021). *Psidium Guajava* leave extract as reducing agent for synthesis of zinc oxide nanoparticles and its application to impart multifunctional properties for cellulosic fabrics. *Biointerface Research in Applied Chemistry*, 11(5), 13535-13556.
<https://doi.org/10.33263/BRIAC115.1353513556>