



# “Nghiên cứu tổng hợp keo nano bạc sử dụng tác nhân khử là dịch chiết nước lá sả và ứng dụng làm chất kháng khuẩn”

□ **LUƠNG THỊ TÚ UYÊN, LÊ THỊ LÀNH, VÕ TRIỀU KHÀI,**  
□ **PHẠM QUÝ, ĐẶNG THỊ THANH TRANG**

Nghiên cứu này đề cập đến một phương pháp tổng hợp xanh để tổng hợp keo nano bạc sử dụng tác nhân khử là dịch chiết nước lá sả chanh. Hạt nano bạc được tổng hợp bằng dung dịch  $\text{AgNO}_3$  (1mM) và dịch chiết lá sả sau thời gian 24 giờ trong lò vi sóng. Tính chất, hình thái và cấu trúc của nano bạc được đánh giá thông qua các kỹ thuật UV-Vis, FESEM, TEM, EDX và XRD. Kết quả cho thấy, nano bạc có cực đại hấp thụ tại bước sóng 430 nm và có đường kính hạt là khoảng 20 đến 30nm. Ngoài ra, nano bạc được ứng dụng làm chất kháng khuẩn và kháng nấm tại các cơ sở y tế Quảng Nam.

## 1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Hiện nay, để tổng hợp hạt nano bạc người ta có thể sử dụng nhiều phương pháp như phương pháp vật lý, phương pháp hóa học và phương pháp sinh học. Trong đó phương pháp khử hóa học sử dụng tác nhân khử là các hoạt chất sinh học có trong thực vật là phương pháp mới áp dụng để tổng hợp hạt nano bạc có độ sạch khá cao, không độc hại, thân thiện với môi trường. Việc tổng hợp hạt nano bạc từ dịch chiết nước lá sả và dung dịch  $\text{AgNO}_3$  (1mM) cần phải khảo sát để tìm ra điều kiện tối ưu cho hiệu suất tổng hợp lượng nano bạc cao nhất và ổn định nhất. Dung dịch keo nano bạc tổng hợp được ứng dụng làm chất kháng khuẩn. Đặc biệt, trong nghiên cứu này, chúng tôi đã tổng hợp được nano bạc sử dụng tác nhân khử là dịch chiết nước lá sả và ứng dụng chúng để kháng khuẩn *E.coli*; *S.aureus*; *S.Typhi*, kháng nấm *Albicans*; *A.Niger* tại 3 cơ sở y tế ở tỉnh Quảng Nam.

## 2. THỰC NGHIỆM

### 2.1. Hóa chất (Chemicals):

Bảng 1. Hóa chất

TT	Tên hóa chất
01	$\text{AgNO}_3$ (1mM), [Daejung - HQ]
02	$\text{NaOH}$ (0,1N), [Daejung - HQ]
03	Nước cất 2 lần [Việt Nam]

### 2.2. Máy móc, thiết bị (Aparatus)

- Phổ Uv-Vis được xác định trên máy quang phổ Uv-Vis, Shimadzu, Nhật Bản.

- Ảnh TEM được chụp trên máy JEOL-JEM 1010, Japan.

### 2.3. Phương pháp

#### 2.3.1. Tổng hợp keo nano bạc

##### a. Chuẩn bị dịch chiết lá sả

Lá sả tươi được rửa kỹ bằng nước cất. Tiếp theo, cắt lá sả ra thành miếng nhỏ. Cân khoảng 200(g) lá sả đã được cắt nhỏ cho vào cốc thủy tinh, thêm vào cốc thủy tinh  $V = 800(\text{ml})$  nước cất. Sau đó, trộn hỗn hợp trên và đun sôi ở  $90^\circ\text{C}$  khoảng 60 (phút). Dịch chiết lá sả thu được bằng cách lọc hỗn hợp đã được đun sôi qua giấy lọc.

##### b. Tổng hợp keo nano bạc

Dịch chiết lá sả được trộn với dung dịch  $\text{AgNO}_3$  1mM ( $\text{AgNO}_3$  99,9%) theo tỉ lệ 1:4 trong bình nón ở điều kiện vô trùng. Sau đó, điều chỉnh  $\text{pH} = 7$  của dung dịch bằng dung dịch  $\text{NaOH}$  0,1N. Bình nón chứa dung dịch trên được ủ ở nhiệt độ  $t^\circ = 40^\circ\text{C}$  khoảng 24 giờ. Quan sát sự thay đổi màu của dung dịch.

#### 2.3.2. Đánh giá độ ổn định của nano bạc

Sản phẩm nano bạc được lưu trữ trong những

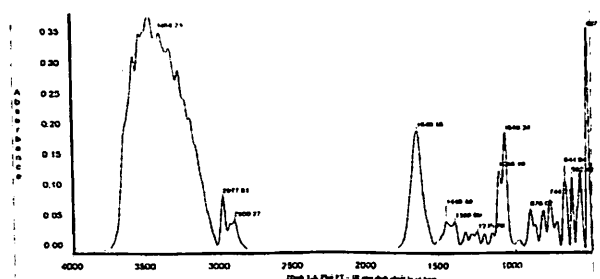
khoảng thời gian nhất định là 1; 2; 3, 4, 5 tháng dựa vào kết quả UV - Vis để đánh giá độ bền của keo nano bạc.

### 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

#### 3.1. Kết quả phân tích UV-Vis của dung dịch nano bạc

##### 3.1.1. Kết quả đo phổ IR của dịch chiết nước lá sả tươi

Tiến hành thu dịch chiết nước lá sả trong thiết bị chiết. Lấy dịch chiết nước lá sả tươi đem đo phổ hồng ngoại chuyển hóa Fourier tại Viện Hóa học – Viện công nghệ Việt Nam. Kết quả đo phổ FT-IR ở hình 1.3.



**Nhận xét:** Dựa vào kết quả phổ FT- IR của dịch chiết nước lá sả tươi i có chứa các nhóm chức hydroxy (-OH), nhóm cacbonyl (C = O). Sau khi xác định các nhóm chức có trong dịch chiết nước sả chanh. Chúng tôi đã nghiên cứu ảnh hưởng các thông số như thời gian chiết, tỉ lệ lá sả/nước, để tìm điều kiện tối ưu tạo dịch chiết lá sả.

##### 3.1.2. Ảnh hưởng của thời gian chiết

Chúng tôi đã tiến hành thí nghiệm với các thông số như sau:

Tỉ lệ khối lượng sả/nước: 200g/800ml

Điều chỉnh pH môi trường: pH = 7

Nồng độ dung dịch AgNO<sub>3</sub>: 1mM

Nhiệt độ tạo nano bạc: t°C = 60°C

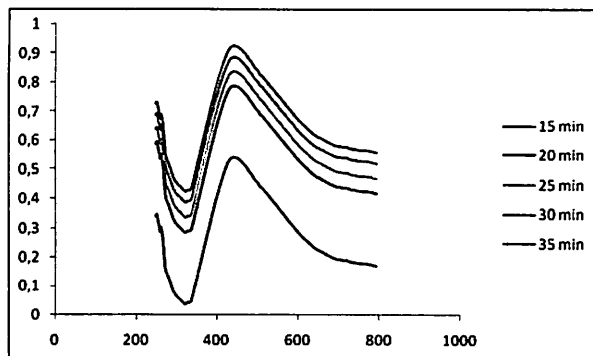
Tỉ lệ dịch chiết/dung dịch AgNO<sub>3</sub>: 1:4

Thời gian tạo nano bạc: 24 giờ

Đối với thông số thời gian chiết, các giá trị biến thiên: t = 15 phút, 20phút, 25 phút, 30 phút, 35 phút. Kết quả được biểu diễn ở bảng 2, hình 2

Bảng 2. Kết quả khảo sát thời gian chiết

Thời gian chiết	Mật độ quang (Abs)	Thời gian chiết	Mật độ quang (Abs)
15 phút	0.5270	30 phút	0.9117
20 phút	0.7730	35 phút	0.8730
25 phút	0.8240		



Hình 2. Phổ UV-Vis

**Nhận xét:** Từ kết quả của hình 2 và bảng 2 của các mẫu nano bạc cho thấy khi tăng thời gian chiết từ 15 ÷ 35 phút thì mật độ quang tăng lên và đạt giá trị mật độ quang cao nhất ( $A_{max} = 0.9117$ ) ở 30 phút. Nếu tiếp tục tăng thời gian chưng ninh thì mật độ quang giảm. Vì vậy, chúng tôi chọn thời gian chiết tối ưu 30 phút.

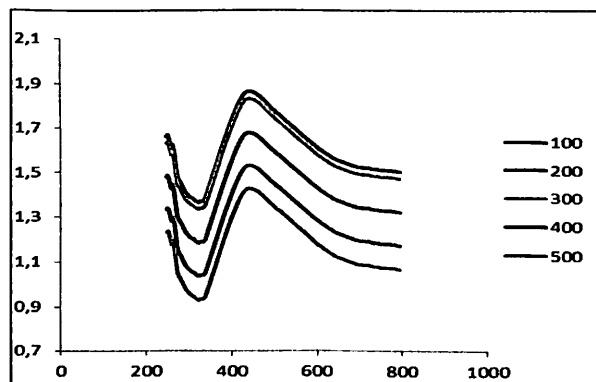
##### 3.1.3. Ảnh hưởng của tỉ lệ rắn/lỏng

Chúng tôi đã tiến hành thí nghiệm với các thông số sau:

- Đối với thông số tỉ lệ rắn/lỏng, cố định thể tích nước V= 800ml, các giá trị khối lượng lá sả biến thiên như sau: m = 100 gam, 200 gam, 300 gam, 400 gam, 500 gam.

- Các thông số khác cố định như mục 3.1.2. Kết quả được biểu diễn ở bảng 3, hình 3

Bảng 3. Kết quả khảo sát tỉ lệ rắn –lỏng



Khối lượng sả/nước	Mật độ quang (Abs)	Khối lượng sả/nước	Mật độ quang (Abs)
100g/800ml	3,1008	400g/800ml	2,1027
200g/800ml	3,8641	500g/800ml	1,2792
300g/800ml	2,8746		

Hình 3. Phổ UV-Vis mẫu nano bạc khảo sát tỉ lệ rắn/lỏng

**Nhận xét:** Hình 3 và bảng 3 cho thấy tỉ lệ rắn - lỏng là 200g/800ml thì mật độ quang đo được là cao nhất ở bước sóng 430nm, nghĩa là lượng nano bạc tạo thành là lớn nhất và nếu tiếp tục tăng khối lượng mẫu lá sả thì giá trị mật độ quang giảm dần. Vì vậy, chúng tôi chọn tỉ lệ rắn- lỏng tối ưu là 200g/800ml.

### 3.1.4. Ảnh hưởng của tỉ lệ dịch chiết/dung dịch $AgNO_3$

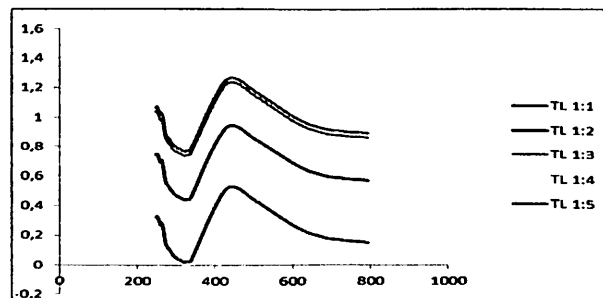
Chúng tôi đã tiến hành thí nghiệm với các thông số như sau:

- Đối với thông số tỉ lệ dịch chiết/dd  $AgNO_3$ , cố định thể tích dịch chiết  $V = 200ml$ ,

- Các thông số khác cố định như mục 3.1.3. Kết quả được biểu diễn ở bảng 4, hình 4.

**Bảng 4. Kết quả khảo sát tỉ lệ dịch chiết/dung dịch  $AgNO_3$**

Tỉ lệ dịch chiết/ dd $AgNO_3$	Mật độ quang (Abs)	Tỉ lệ dịch chiết/ dd $AgNO_3$	Mật độ quang (Abs)
1:1 (200ml/ 200ml)	0,5070	1:4 (200ml/800ml)	1,3584
1:2 (200ml/400ml)	0,9230	1:5 (200ml/1000ml)	1,2470
1:3 (200ml/600ml)	1,217		



**Hình 4. Phổ UV-Vis**

**Nhận xét:** Từ kết quả ở hình 4 và bảng 4 cho thấy khi thay đổi tỉ lệ dịch chiết lá sả/dd $AgNO_3$  (từ tỉ lệ 1:1 đến 1:5). Trong khoảng tỉ lệ 1:1 đến 1:4 nhận thấy giá trị mật độ quang đo được tăng dần và có giá trị cao nhất ( $A_{max} = 1,3584$ ) 430nm ở tỉ lệ 1:4 nghĩa là lượng nano bạc tổng hợp được nhiều nhất. Như vậy, chúng tôi chọn tỉ lệ dịch chiết/ dd $AgNO_3$  tối ưu là tỉ lệ 1:4

### 3.1.5. Ảnh hưởng của pH môi trường tạo nano bạc

Chúng tôi tiến hành thí nghiệm với các thông số như sau:

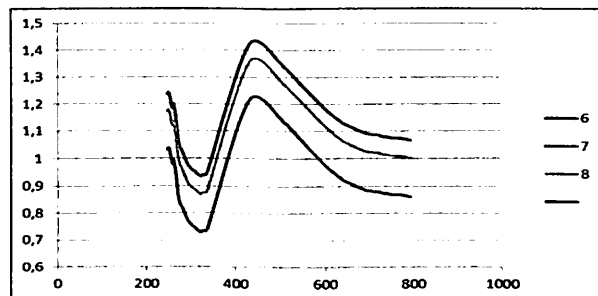
- Đối với thông số pH môi trường biến thiên như sau: pH = 6, pH = 7, pH = 8, pH = 9.

- Tỉ lệ dịch chiết/ dd  $AgNO_3$  1mM = 1 : 4

- Các thông số khác cố định như mục 3.1.4. Kết quả trình bày ở bảng 5; hình 5

**Bảng 5. Kết quả khảo sát giá trị pH môi trường**

Điều chỉnh pH môi trường	Mật độ quang (Abs)
pH= 6	1,217
pH = 7	1,438
pH = 8	1,358



**Hình 5. Phổ UV-Vis**

**Nhận xét:** Từ kết quả ở hình 5 và bảng 5 cho thấy pH môi trường tăng dần từ 6 đến 7 thì giá trị mật độ quang đo được tăng dần và đạt giá trị cao nhất khi pH = 7, nghĩa là lượng nano bạc tổng hợp được tốt nhất. Như vậy, chúng tôi chọn giá trị pH môi trường pH = 7.

### 3.1.6. Ảnh hưởng của nhiệt độ tạo nano bạc

Chúng tôi đã tiến hành thí nghiệm với các thông số sau:

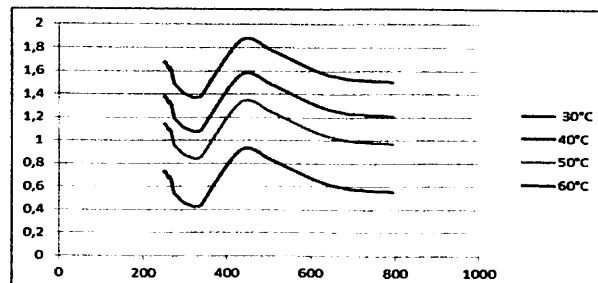
- Đối với thông số nhiệt độ tạo nano bạc biến thiên như sau:

$t^{\circ}C = 30^{\circ}C, 40^{\circ}C, 50^{\circ}C, 60^{\circ}C, 70^{\circ}C$

- Các thông số khác cố định như mục 3.1.5. Kết quả được biểu diễn ở bảng 6, hình 6

**Bảng 6. Khảo sát nhiệt độ tạo nano bạc**

Mẫu	Nhiệt độ tạo nano bạc	Mật độ quang (Abs)
	30 $^{\circ}C$	1,5640
	40 $^{\circ}C$	1,8593
	50 $^{\circ}C$	1,3280
	60 $^{\circ}C$	0,9130



**Hình 6. Phổ UV-Vis**

**Nhận xét:** Từ kết quả hình 6 và bảng 6 cho thấy khi nhiệt độ tăng dần từ 30°C đến 60°C thì giá trị mật độ quang đo được giảm dần. Như vậy, chúng tôi chọn giá trị nhiệt độ 40°C, đảm bảo giá trị mật độ quang cao, dung dịch chứa hạt nano tổng hợp được bền, không bị keo tụ.

### 3.1.7. Ảnh hưởng của thời gian tạo keo nano bạc

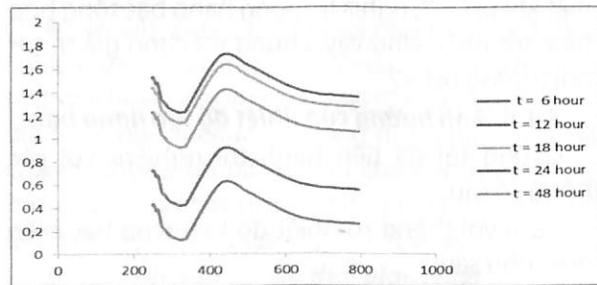
Chúng tôi đã tiến hành thí nghiệm với các thông số như sau:

- Đối với thông số biến thiên như sau : t = 1 h, 6 h, 12h, 18h, 24 h, 48h

- Các thông số khác cố định như mục 3.1.6 .Kết quả được biểu diễn ở bảng 7, hình 7

Bảng 7. Kết quả khảo sát thời gian tạo nano bạc

Nhiệt độ tạo nano bạc	Mật độ quang	Nhiệt độ tạo nano bạc	Mật độ quang
6 giờ	0,614	24 giờ	1,7139
12 giờ	0,908	48 giờ	1,413
18 giờ	1,625		



Hình 7. Phổ UV-Vis

**Nhận xét:** Từ kết quả hình 7 và bảng 7 cho thấy khi thời gian tạo nano bạc tăng dần thì giá trị mật độ quang đo được tăng dần. Khi tăng thời gian từ 1h đến 24h thì giá trị mật độ quang tăng dần, sau đó giảm dần. Như vậy, chúng tôi chọn giá trị thời gian tạo nano bạc tối ưu là 24 giờ.

### 3.2. Đánh giá độ bền của keo nano bạc

Trong nghiên cứu này, chúng tôi tiến hành đánh giá độ bền của keo nano bạc (trường hợp không có chất bảo vệ và có chất bảo vệ) theo các khoảng thời gian nhất định. Để đánh giá độ ổn định của keo nano bạc, chúng tôi tiến hành lưu mẫu ở điều kiện thường. Sau những khoảng thời gian nhất định, chúng tôi lấy mẫu, quan sát trực quan và đo UV-Vis.

Kết quả được trình bày ở bảng 8

Bảng 8. Giá trị cực đại hấp thụ ( $A_{max}$ ) của các mẫu sau các thời gian lưu trữ

Mẫu	$A_{max}$					
	Ban đầu	1 tháng	2 tháng	3 tháng	4 tháng	5 tháng
	1,423	1,267	Keo tụ	Keo tụ	Keo tụ	Keo tụ

**Nhận xét:** Kết quả bảng 8 và phổ UV-Vis hình 17 cho thấy, bước sóng hấp thụ cực đại của các dung dịch sau thời gian lưu trữ không chênh lệch nhau, nhưng cực đại hấp thụ ( $A_{max}$ ) lại giảm. Đặc biệt đối với mẫu không có chất bảo vệ (SNP) thì cực đại hấp thụ sau 1 tháng lưu trữ giảm nhiều so với ban đầu và sau 1 tháng thì mẫu bị keo tụ.

(Xem tiếp trang 23)

### Kết quả xác định cấu trúc hạt nano bạc

