



TỔNG HỢP XANH NANO BẠC TỪ DỊCH CHIẾT DƯỢC LIỆU (TRÀU KHÔNG, TRỨNG CÁ)

GREEN SYNTHESIS OF SILVER NANOPARTICLES USING HERBAL EXTRACT (*PIPER BETLE*, *MUNTINGIA CALABURA*)

Hoàng Đức Thuận, Ngô Văn Cường, Lê Thị Thu Hồng, Trần Thạch Thảo, Nguyễn Thị Như Quỳnh, Cao Văn Dư*

Khoa Dược, Đại học Lạc Hồng
*caovandulhu@gmail.com

TÓM TẮT. Hiện nay, việc sử dụng các dịch chiết từ dược liệu làm tác nhân khử hóa để tổng hợp nano tiểu phân bạc đang được chú ý và phát triển do tính thân thiện môi trường, độ an toàn cao và hiệu quả cao. Vì vậy, đề tài tiến hành tổng hợp nano bạc trong môi trường dịch chiết các dược liệu giàu polyphenol: dịch chiết nước lá Trứng cá, dịch chiết lá Trầu không. Tính chất quang học, hình thái kích thước của các hạt nano bạc sau quá trình tổng hợp được xác định bằng phương pháp quang phổ hấp thụ UV-Vis, kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM). Kết quả UV-Vis cho đỉnh hấp thụ cực đại nằm trong khoảng $400 \div 440$ nm, hình thái kích thước qua TEM cho thấy các hạt nano tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không và dịch chiết lá Trứng cá chủ yếu ở dạng tựa cầu với kích thước phân bố lần lượt là 20 ± 3 và 11 ± 5 nm.

ABSTRACT. Using herbal extracts as reducing agents to synthesize silver particle nanoparticles is being focused and developed due to its environmental friendliness, high safety and high efficiency. Therefore, the project conducted the synthesis of nano-silver in the environment of the extracts of medicinal herbs rich in polyphenols: extract of *Piper betle* and extract of *Muntingia calabura*. UV-visible spectroscopy, Transmission Electron Microscopy (TEM) were performed to ascertain the formation of Ag-NPs. The UV-Vis results showed the maximum absorption peak in the range of $400 \div 440$ nm, the morphology of the size through the TEM showed that the nanoparticles synthesized in the betel leaf extract were not and the fish eggs extract was mainly in the platelet form with dimensions of distribution of 20 ± 3 and 11 ± 5 nm, respectively.

TỪ KHOÁ: nano bạc, Trầu không, Trứng cá, polyphenol, UV-Vis, TEM

KEYWORDS: silver nanoparticle, *Piper betle*, *Muntingia calabura*, polyphenol, UV-Vis, TEM

1. GIỚI THIỆU

Nhờ vào hoạt tính kháng khuẩn hiệu quả, nano bạc được xem là giải pháp tiềm năng cho nhiều vấn đề về nhiễm khuẩn sinh học, bao gồm cả vi khuẩn đề kháng kháng sinh [1]. Nano tiểu phân bạc thể hiện tác dụng diệt khuẩn trên một lượng lớn các loài vi khuẩn, những loài được nghiên cứu nhiều nhất là tụ cầu vàng *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, liên cầu tan máu *Streptococcus*, trực khuẩn mủ xanh *Pseudomonas aeruginosa* và phẩy khuẩn tả *Vibrio cholerae*, nấm *Candida albican* và một số chủng virus cũng đã được nghiên cứu.

Hiện nay, điều chế nano bạc có thể sử dụng nhiều phương pháp khác nhau như phương pháp vật lý, hóa học hay hóa lý. Tuy nhiên, các phương pháp này khá tốn kém và sử dụng các chất khử như hydrazin, natri borohydride... gây ảnh hưởng không tốt tới môi trường [2]. Do đó việc tăng cường môi trường thân thiện đến môi trường, hướng tổng hợp xanh đang được các nhà khoa học quan tâm hơn. Trong số các phương pháp hóa học xanh, phương pháp điều chế nano bạc từ phản ứng giữa bạc nitrat với dịch chiết dược liệu đang ngày càng cho thấy nhiều tiềm năng và ưu thế vì giá thành thấp, hoạt tính sinh học cao, quy trình tổng hợp đơn giản và thân thiện với môi trường. Phương pháp tổng hợp xanh giúp giảm nồng độ bạc sử dụng và giúp ổn định các nano bạc bằng cách kết hợp các phân tử sinh học như protein, acid amin, polysaccharide, alkaloid, tannin, phenolic, saponin, terpenoid, vitamin, những hợp chất có sẵn trong dược liệu vừa đóng vai trò là

tác nhân đồng thời đã được chứng minh tác dụng trị liệu [3,4].

Trầu không, Trứng cá là các dược liệu được sử dụng trong các bài thuốc dân gian Việt Nam, với hoạt tính dược lý như kháng khuẩn, kháng viêm, chống oxy hóa mạnh [5-8]. Thành phần hóa học của các dược liệu trên chứa nhiều tanin, flavonoid, terpenoid, saponin [9-11], thích hợp để làm chất khử trong tổng hợp nano bạc, đồng thời cấu trúc của polyphenol cũng có khả năng dùng làm chất ổn định kích thước và bảo vệ các hạt nano bạc sau quá trình khử.

Hiện nay, hướng tổng hợp xanh nano bạc sử dụng dịch chiết dược liệu cũng đang được quan tâm và phát triển. Đã có công bố khoa học về tổng hợp nano bạc sử dụng dịch chiết của các dược liệu lá Bàng, quả Chanh, quả Tắc, lá Diếp cá [12],... Chưa có công bố trong nước về tổng hợp xanh nano bạc sử dụng dịch chiết lá Trứng cá, lá Trầu không. Trên thế giới đã có các công bố về tổng hợp nano bạc sử dụng dịch chiết lá Trầu không [13], lá Trứng cá [14]. Các nghiên cứu này đã tổng hợp thành công nano bạc với kích thước hạt 3 – 37 nm và thử hoạt tính kháng khuẩn, tuy nhiên các nghiên cứu chưa khảo sát các thông số tối ưu khi tổng hợp và sự ổn định của nano bạc tạo thành. Do vậy, trong nội dung nghiên

Received: December, 18th, 2020

Accepted: September 20th, 2021

*Corresponding Author

Email: caovandulhu@gmail.com

cứ này, chúng tôi sử dụng dịch chiết nước lá Trứng cá và lá Trầu không để tổng hợp nano bạc. Trong nghiên cứu này, đề tài khảo sát các thông số trong tổng hợp nano bạc và thành phần các chất bảo vệ nano bạc hình thành sau quá trình nhằm mục đích vừa tận dụng nguồn tài nguyên thực vật sẵn có, vừa tạo ra hệ chất tăng cường hoạt tính kháng khuẩn, thay thế cho các kháng sinh.

2. THỰC NGHIỆM

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Lá Trầu không được thu hái tại thị xã Tân Uyên, tỉnh Bình Dương, vào tháng 01 năm 2020. Lá Trứng cá được thu hái tại phường Bửu Long, Biên Hòa, Đồng Nai, vào tháng 01 năm 2020. Mẫu được liệu được định danh và lưu mẫu tại Bộ môn Dược liệu – Đại học Lạc Hồng.

Tên hóa chất	Công thức	Xuất xứ
Bạc Nitrat (99,8%)	AgNO ₃	Trung Quốc
Polyvinylpyrrolidone (PVP)	(C ₆ H ₉ O) _n	Ấn Độ
Acid ascorbic	C ₆ H ₈ O ₆	Trung Quốc

2.2 Chuẩn bị nguyên, vật liệu

Dược liệu tươi được thu hái, rửa sạch, sấy khô trong tủ sấy ở 70 °C đến khi đạt độ ẩm < 13% (TCCS), xay nhỏ. Cân dược liệu khô vào erlen 1000 ml, thêm nước cất một lần, đun trong 4 giờ trên bếp hồng ngoại ở 80°C. Dịch chiết thu được lọc qua giấy lọc với kích thước lọc 22µm. Cô dịch chiết được liệu thu được cao đặc dược liệu, bảo quản ở nhiệt độ 8 °C trong suốt quá trình nghiên cứu.

2.3 Tổng hợp nano bạc

Dịch chiết dược liệu và dung dịch AgNO₃ được cho vào cốc thủy tinh 100 ml, khuấy trên bếp khuấy từ với tốc độ 400 vòng/phút trong các thời gian khảo sát. Tối ưu hóa quá trình tổng hợp nano bạc qua các thông số khảo sát: nồng độ dịch chiết dược liệu, nồng độ dung dịch bạc nitrat, nồng độ các chất bảo vệ (PVP, acid ascorbic), nhiệt độ phản ứng và thời gian phản ứng.

2.4. Xác định cấu trúc các mẫu nano bạc tạo thành

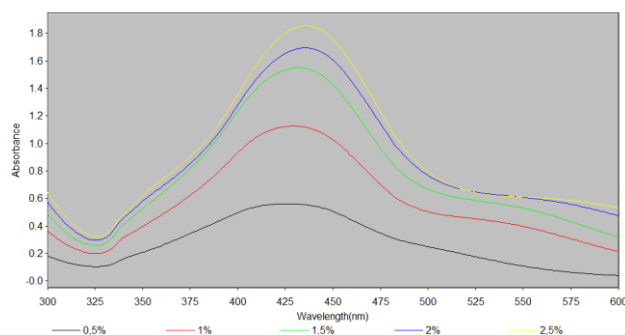
Tính chất quang học của nano bạc được xác định bằng Phổ UV-Vis trên máy UV Thermo EVO300 PC tại bộ môn Hóa phân tích-Kiểm nghiệm, Khoa Dược, Đại học Lạc Hồng.

Hình thái kích thước các hạt nano bạc được xác định từ ảnh TEM đo trên máy JEM-1400, Nhật Bản tại Trường Đại học Bách Khoa-TP. Hồ Chí Minh.

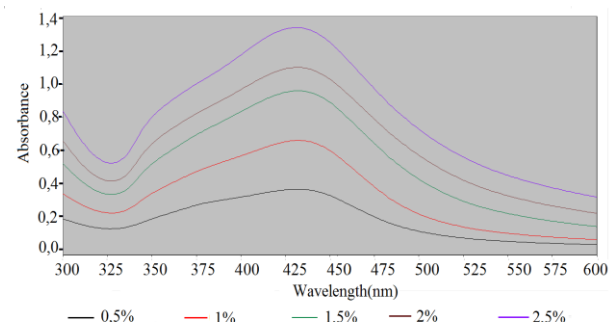
3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của nồng độ dịch chiết

Ảnh hưởng của nồng độ dịch chiết được khảo sát lần lượt ở các nồng độ 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5%. Dịch chiết dược liệu được trộn với 4 ml dung dịch AgNO₃ 0,01, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 30 °C trong thời gian 30 phút. Kết quả phổ UV-Vis của các mẫu nano bạc tạo thành thể hiện ở Hình 1 và Hình 2.



Hình 1. Phổ UV-Vis mẫu nano bạc tổng hợp được theo nồng độ dịch chiết Trầu không



Hình 2. Phổ UV-Vis mẫu nano bạc tổng hợp được theo nồng độ dịch chiết Trứng cá

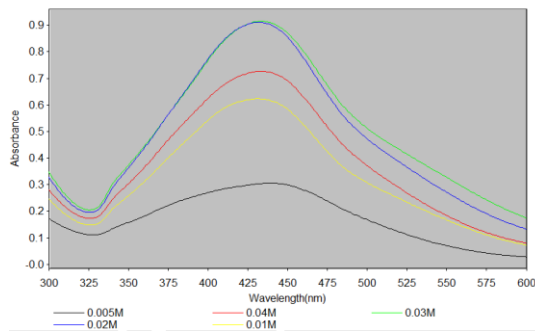
Kết quả phổ UV-Vis cho thấy, vị trí đỉnh hấp thụ cực đại xảy ra tại các giá trị là từ 420-440 nm, nằm trong vùng 400-450 nm đặc trưng của các nano bạc [15]. Khi tăng nồng độ dịch chiết lên thì độ hấp thụ tăng và đỉnh hấp thụ cực đại không thay đổi, do hàm lượng các hạt nano bạc tạo thành nhiều hơn. Tuy nhiên, trong thời gian bảo quản, dung dịch chuyển sang màu nâu đen, mờ đục ở các mẫu 1,5%, 2%, 2,5%, điều này cho thấy khi nồng độ nano bạc trong hỗn hợp phản ứng tăng lên, xác suất các hạt nano bạc tạo ra nhiều và kết tụ với nhau càng cao từ đó hình thành nên các hạt nano bạc có kích thước lớn hơn. Hai mẫu nano bạc tổng hợp với nồng độ dịch 0,5% và 1% ổn định trong quá trình bảo quản; mẫu nano bạc hình thành với nồng độ dịch chiết 1% cho độ hấp thụ lớn hơn, vì vậy nồng độ của dịch chiết lá Trầu không và dịch chiết lá Trứng cá để tổng hợp nano bạc là nồng độ 1%.

3.2. Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch bạc nitrat

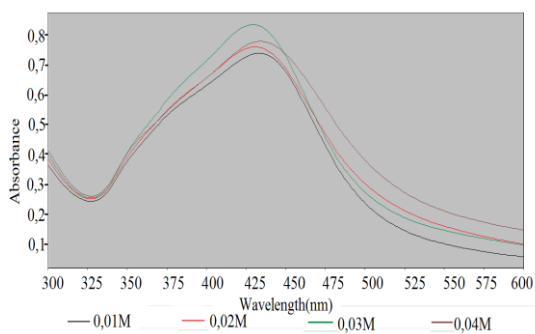
Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch được khảo sát lần lượt ở các nồng độ 0,005 M, 0,01 M, 0,02M, 0,03 M, 0,04 M. Dung dịch AgNO₃ được trộn với 1 ml dịch chiết dược liệu nồng độ 1%, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 30 °C trong thời gian 30 phút. Kết quả phổ UV-Vis của các mẫu nano bạc tạo thành thể hiện ở Hình 3 và Hình 4.

Kết quả phổ UV-Vis cho thấy, vị trí đỉnh hấp thụ cực đại xảy ra tại các giá trị là từ 420-440 nm, nằm trong vùng đỉnh đặc trưng của nano bạc. Khi tăng nồng độ dung dịch AgNO₃ từ 0,01 M đến 0,03 M thì độ hấp thụ tăng và đỉnh hấp thụ không thay đổi, chứng tỏ khi tăng nồng độ dung dịch bạc nitrat lượng nano bạc tạo ra nhiều hơn, kích thước hạt thay đổi không đáng kể. Ở nồng độ dung dịch AgNO₃ 0,04 M đỉnh hấp thụ giảm cho thấy khi nồng độ nano bạc trong hỗn hợp tạo ra càng nhiều, xác suất các hạt nano va chạm và kết tụ để tạo thành các hạt nano có kích thước lớn càng cao, dẫn

đến độ hấp thụ giảm. Vì vậy nồng độ AgNO_3 để tổng hợp nano bạc sử dụng dịch chiết dược liệu lá Trầu cá và Trầu không là 0,03 M.



Hình 3. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát nồng độ dung dịch bạc nitrat đối với dịch chiết Trầu không

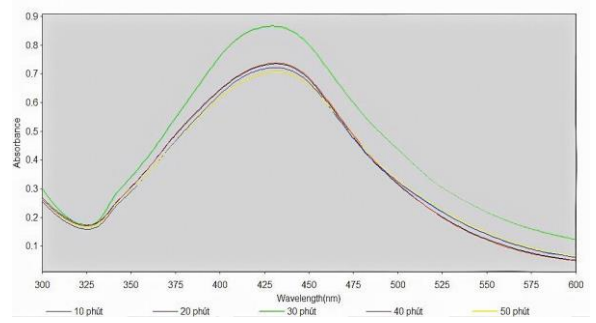


Hình 4. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát nồng độ dung dịch bạc nitrat đối với dịch chiết Trầu không

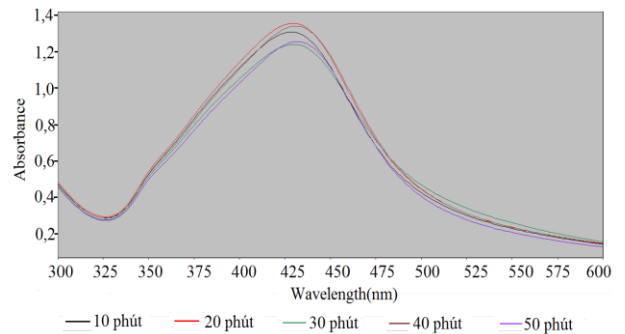
3.3. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng

Ảnh hưởng của thời gian phản ứng đến quá trình tổng hợp nano bạc được khảo sát với các khoảng thời gian thay đổi từ 10, 20, 30, 40 và 50 phút. 1 ml dịch chiết dược liệu 1% được trộn với 4 ml dung dịch AgNO_3 0,03 M, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 30 °C trong thời gian khảo sát. Kết quả phổ UV-Vis của các mẫu nano bạc tạo thành thể hiện ở Hình 5 và Hình 6.

Kết quả phổ UV-Vis cho thấy, vị trí đỉnh hấp thụ cực đại xảy ra tại các giá trị là từ 420-440 nm, nằm trong vùng đỉnh đặc trưng của nano bạc. Đối với mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không và dịch chiết lá Trầu cá, khi tăng thời gian phản ứng từ 10 đến 30 phút thì vị trí các đỉnh hấp thụ cực đại không có sự thay đổi, tuy nhiên có sự thay đổi về cường độ đỉnh hấp thụ, ở điều kiện thời gian 10 phút thì cho độ hấp thụ cực đại, tương ứng lượng nano bạc tạo ra nhiều hơn. Khi tăng thời gian đến 45 phút thì cường độ đỉnh hấp thụ lại giảm và vị trí đỉnh hấp thụ lại dịch chuyển về phía bước sóng lớn hơn. Vì vậy thời gian tối ưu để tổng hợp nano bạc trong cả 2 mẫu dịch chiết dược liệu là 30 phút.



Hình 5. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát thời gian tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu không

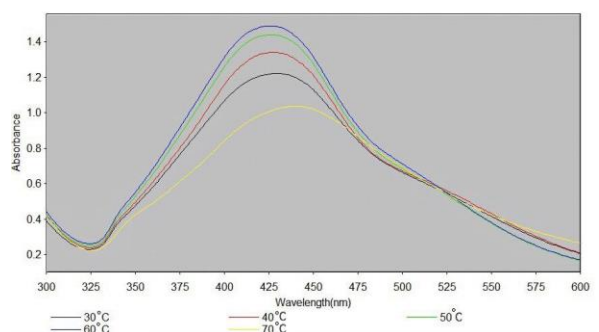


Hình 6. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát thời gian tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu cá

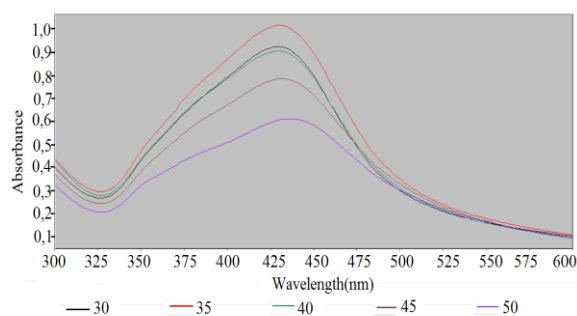
3.4. Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng

Ảnh hưởng của nhiệt độ lên quá trình hình thành hạt nano bạc được tiến hành ở các nhiệt độ khác nhau: đối với mẫu dịch chiết lá Trầu không là các nhiệt độ 30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C và 70 °C; đối với mẫu dịch chiết lá Trầu cá là 30 °C, 35 °C, 40 °C, 45 °C và 50 °C. Thực hiện phản ứng: 1 ml dịch chiết dược liệu 1% được trộn với 4 ml dung dịch AgNO_3 0,03 M, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút, trong thời gian 30 phút ở các nhiệt độ khảo sát. Kết quả phổ UV-Vis của các mẫu nano bạc tạo thành thể hiện ở Hình 7 và Hình 8.

Kết quả phân tích UV-Vis cho thấy các đỉnh hấp thụ cực đại nằm trong khoảng 420-440 nm và dịch chuyển về phía bước sóng lớn hơn khi tăng nhiệt độ. Đối với mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không, kết quả UV-Vis cho độ hấp thụ cực đại 426 nm ở điều kiện 60 °C. Đối với mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu cá, kết quả UV-Vis cho độ hấp thụ cực đại 427 nm ở điều kiện 35 °C. Vì vậy, nhiệt độ tối ưu để tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu không và dịch chiết lá Trầu cá lần lượt là 60 °C và 35 °C.



Hình 7. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát nhiệt độ tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu không



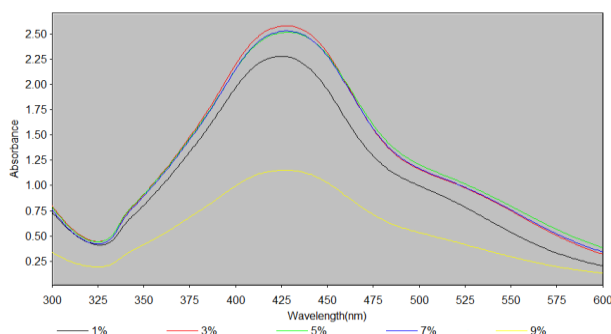
Hình 8. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát nhiệt độ tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trứng cá

3.5. Ảnh hưởng của các tác nhân bảo vệ

3.5.1. Ảnh hưởng của tác nhân bảo vệ đối với tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu không

* *Ảnh hưởng của tỷ lệ bạc nitrat và PVP 1%*

Ảnh hưởng của tỷ lệ bạc nitrat/PVP được khảo sát với tỷ lệ thể tích 1:10 (nồng độ 1%), 1:10 (nồng độ 3%), 3:10 (nồng độ 5%), 17:40 (nồng độ 7%), 11:20 (nồng độ 9%). Thực hiện phản ứng: 1 ml dịch chiết lá Trầu không 1% được trộn với 4 ml dung dịch $AgNO_3$ 0,03 M, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 60°C, thời gian 30 phút, lượng PVP 1% theo tỷ lệ khảo sát. Kết quả phổ UV-Vis của các mẫu nano bạc tạo thành thể hiện ở Hình 9.

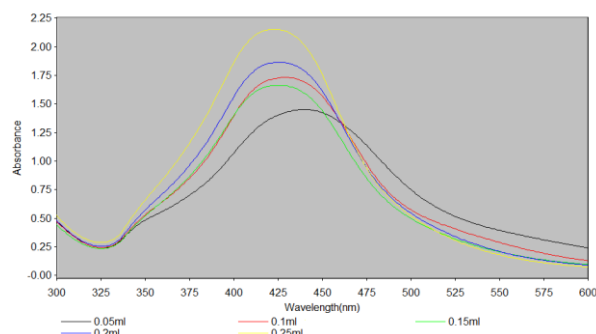


Hình 9. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát tỷ lệ bạc nitrat/PVP khác nhau

Kết quả phân tích UV-Vis cho thấy các đỉnh hấp thụ cực đại nằm trong khoảng 420-440 nm và thay đổi cường độ hấp thụ khi thay đổi tỷ lệ thể tích bạc nitrat/thể tích PVP 1%, độ hấp thụ đạt giá trị cao nhất ở mẫu 3% với tỷ lệ 1:5 ($A_{max}=2,58$) tại bước sóng 428 nm. Nếu tiếp tục tăng tỷ lệ lên 11:20 (mẫu 9%) thì bước sóng cùng với độ hấp thụ giảm ($A=1,52$). Tiếp tục quan sát trong 3 ngày, mẫu tỷ lệ 3:10-11:20 (mẫu 5-9%) có sự xuất hiện tủa đen, cho thấy mẫu nano bạc hình thành không bền. Vì vậy, tỷ lệ thể tích bạc nitrat/thể tích PVP 1% tối ưu là 1:5 tương đương là mẫu 3%.

* *Ảnh hưởng của acid ascorbic*

Ảnh hưởng của thể tích acid ascorbic lần lượt thay đổi là 0,05; 0,1; 0,15; 0,2 và 0,25 ml. Thực hiện phản ứng: 1 ml dịch chiết lá Trầu không 1% được trộn với 4 ml dung dịch $AgNO_3$ 0,03 M, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 60°C, thời gian 30 phút, lượng PVP 1% theo tỷ lệ 1:5, lượng acid ascorbic thêm vào theo thể tích khảo sát. Kết quả phổ UV-Vis của các mẫu nano bạc tạo thành thể hiện ở Hình 10



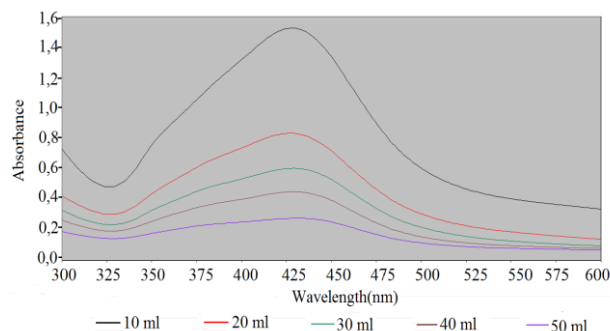
Hình 10. Phổ UV-Vis của mẫu khảo sát thể tích dung dịch thể tích acid ascorbic

Khi tăng thể tích acid ascorbic từ 0,05-0,01 ml thì bước sóng tăng, độ hấp thụ tăng. Nhưng khi tăng thể tích từ 0,15-0,25 ml thì bước sóng giảm và độ hấp thụ tăng, có giá trị cao nhất ở 0,25 ml ($A_{max}=2,51$) với bước sóng 423 nm. Vì vậy chọn thể tích acid ascorbic tối ưu là 0,25 ml để tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu không.

3.5.2. Ảnh hưởng của tác nhân bảo vệ đối với tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trứng cá

* *Ảnh hưởng của thể tích dung dịch PVP 1%*

Ảnh hưởng của thể tích dung dịch PVP 1% lần lượt thay đổi là 10, 20, 30, 40, 50 ml. Thực hiện phản ứng: 1 ml dịch chiết lá Trứng cá 1% được trộn với 4 ml dung dịch $AgNO_3$ 0,03 M, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 35 °C, thời gian 30 phút, lượng PVP 1% theo thể tích khảo sát. Kết quả phổ UV-Vis của các mẫu nano bạc tạo thành thể hiện ở Hình 11.



Hình 11. Phổ UV-Vis của mẫu nano bạc khảo sát ở các thể tích PVP 1% khác nhau

Kết quả phân tích UV-Vis cho thấy các đỉnh hấp thụ cực đại nằm trong khoảng 427-431 và cường độ hấp thụ của các mẫu nano bạc tạo thành giảm khi tăng thể tích dung dịch PVP 1%. Cường độ hấp thụ cực đại ở mẫu nano bạc tổng hợp với 10ml PVP 1%, tuy nhiên, mẫu nano bạc chuyển sang màu nâu đen, lắng tủa trong quá trình bảo quản. Vì vậy, thể tích dung dịch PVP 1% tối ưu trong quá trình tổng hợp nano bạc từ dịch chiết lá Trứng cá là 20 ml.

Như vậy, từ kết quả khảo sát các thông số tổng hợp nano bạc trong dịch chiết được liệu ta xác định được quy trình tổng hợp nano bạc trong dịch chiết được liệu như sau:

* *Quy trình tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu không*

Cho 1 ml dịch chiết lá Trầu không 1%, 4 ml dung dịch $AgNO_3$ 0,03 M, 20 ml PVP 1%, 0,25 ml dung dịch acid ascorbic vào 1 cốc 100 ml, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 60 °C trong thời

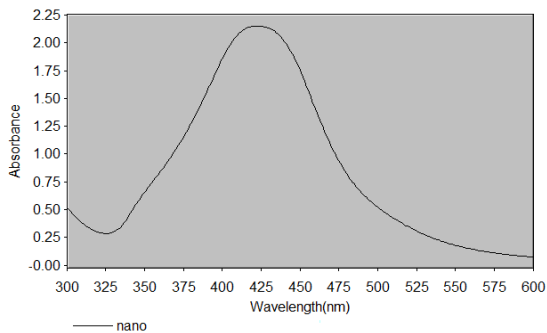
gian 30 phút. Sử dụng các phương pháp phổ UV-Vis và kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) để xác định tính chất hóa lý của nano bạc vừa tổng hợp.

*** Quy trình tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trứng cá**

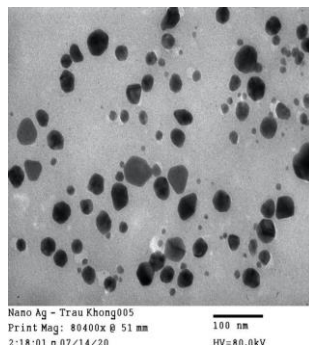
Cho 1 ml dịch chiết lá Trứng cá 1%, 4 ml dung dịch AgNO₃ 0,03 M, 20 ml PVP 1%, vào 1 cốc 100 ml, hỗn hợp được khuấy trên máy khuấy từ tốc độ 400 vòng/phút ở nhiệt độ 35 °C trong thời gian 30 phút. Sử dụng các phương pháp phổ UV-Vis và kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) để xác định tính chất hóa lý của nano bạc vừa tổng hợp.

3.6. Tính chất của nano bạc tạo thành

3.6.1. Tính chất của mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không



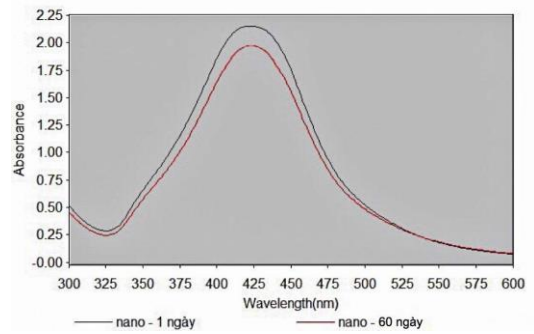
Hình 12. Phổ UV-Vis của mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không



Hình 13. Mẫu nano bạc và ảnh TEM của mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không

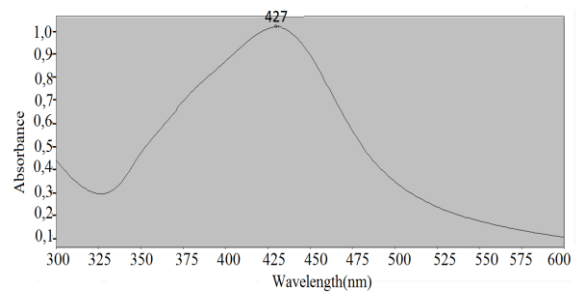
Mẫu nano bạc được tổng hợp từ dịch chiết lá Trầu không có màu vàng nâu. Phổ UV-Vis cho thấy mẫu có độ hấp thụ cực đại là 2,15 ở bước sóng 423 nm, đây là bước sóng cực đại nằm trong vùng đặc trưng của các hạt nano bạc. Kết quả phân tích ảnh TEM cho thấy mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không có kích thước trong khoảng từ 5-36 nm tập trung chủ yếu ở 20 nm, kích thước trung bình là 20 ± 3 nm. Mẫu nano bạc được bảo quản ở nhiệt độ phòng, sau thời gian bảo quản 60 ngày mẫu được tiến hành đo UV-Vis để xác định tính chất hóa lý sau thời gian bảo quản, kết quả thể hiện ở Hình 14.

Sau thời gian bảo quản mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không vẫn có màu vàng nâu, trong suốt. Kết quả phổ UV-Vis cho thấy không có sự thay đổi đáng kể sau thời gian bảo quản ở nhiệt độ thường, có độ hấp thụ cực đại là 1,99 tại bước sóng 423 nm cho thấy sự ổn định kích thước hạt của mẫu nano bạc tạo thành.

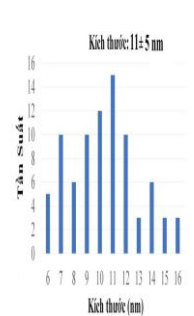
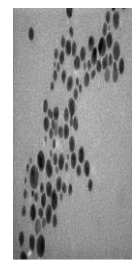


Hình 13. Phổ UV-Vis của mẫu nano bạc mới tổng hợp và mẫu nano bạc sau thời gian 60 ngày

3.6.2. Tính chất của mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trứng cá



Hình 14. Phổ UV-Vis của mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trứng cá

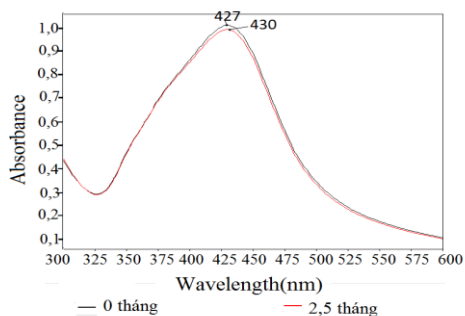


Hình 15. Mẫu nano bạc và ảnh TEM của mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trứng cá

Mẫu nano bạc được tổng hợp từ dịch chiết lá Trứng cá có màu vàng nâu. Phổ UV-Vis cho thấy mẫu có độ hấp thụ cực đại là 1,02 ở bước sóng 427 nm, đây là bước sóng cực đại nằm trong vùng đặc trưng của các hạt nano bạc. Kết quả phân tích ảnh TEM cho thấy mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trứng cá có kích thước trong khoảng từ 6-16 nm, kích thước trung bình là 11 ± 5 nm. Mẫu nano bạc được bảo quản ở nhiệt độ phòng, sau thời gian bảo quản 75 ngày mẫu được tiến hành đo UV-Vis để xác định tính chất hóa lý sau thời gian bảo quản, kết quả thể hiện ở Hình 16.

Sau thời gian bảo quản mẫu nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trứng cá vẫn có màu vàng nâu, trong suốt. Kết quả phổ UV-Vis cho thấy không có sự thay đổi đáng kể sau thời gian bảo quản ở nhiệt độ thường, mẫu nano bạc có độ hấp

thu cực đại tại bước sóng 430 nm cho thấy sự ổn định kích thước hạt của mẫu nano bạc tạo thành.



Hình 16. Phổ UV-Vis của mẫu nano bạc mới tổng hợp và mẫu nano bạc sau thời gian 75 ngày

Như vậy, đề tài đã tổng hợp thành công nano bạc theo hướng tổng hợp xanh trong dịch chiết lá Trầu không và dịch chiết lá Trứng cá. Các kết quả nghiên cứu về hình dạng, kích thước nano bạc tổng hợp trong dịch chiết được liệt kê tương đồng với các kết quả trên thế giới công bố trước đó. Zongtao Zhang (2014) đã tổng hợp nano bạc từ dịch chiết lá Trầu không, các hạt nano bạc tạo thành có cấu trúc hình cầu và kích thước hạt trong khoảng từ 10 đến 30 nm [7]. Inija Udhaya (2018) đã tổng hợp nano bạc trong dịch chiết nước lá Trầu không, các hạt nano bạc có kích thước hạt nano bạc trong khoảng 28-43 nm [8], lớn hơn kích thước đo được trong nghiên cứu này (6-16 nm). Tuy nhiên các đề tài này chưa công bố được độ ổn định của nano bạc sau tổng hợp, và không có các thành phần chất bảo vệ giúp ổn định nano bạc sau tổng hợp. Đề tài đã xác định được quy trình tối ưu để tổng hợp nano bạc trong dịch chiết lá Trầu không và Trứng cá, đồng thời xác định được các tác nhân bảo vệ PVP 1%, acid ascorbic thêm vào nhằm giúp ổn định nano trong quá trình bảo quản sau tổng hợp.

4. KẾT LUẬN

Nano bạc đã được tổng hợp thành công bằng phương pháp hóa học xanh với việc sử dụng polyphenol được chiết suất từ dịch chiết lá Trầu không và dịch chiết lá Trứng cá với vai trò vừa là chất khử và chất bảo vệ. Nano bạc tổng hợp trong dịch chiết lá Trầu không và dịch chiết lá Trứng cá có dạng tựa cầu và đa giác, được phân bố đồng đều với kích thước lần lượt là 20 ± 3 và 11 ± 5 nm.

5. LỜI CẢM ƠN

Chúng tôi xin trân thành cảm ơn Trường Đại học Lạc Hồng đã tạo điều kiện để chúng tôi đề tài nghiên cứu, kết quả đề tài là một phần của đề tài cơ sở với mã số LHU-RF-MP-18-02-06 và LHU-RF-MP-18-02-09.

6. TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1]. S. Ashokkumar, S. Ravi, V. Kathiravan, S. Velmurugan, Synthesis of silver nanoparticles using *A. indicum* leaf extract and their antibacterial activity, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*; **2015**, 134, 34-39.

[2]. Monalisha Rath et al, Synthesis of silver nano particles from plant extract and its application in cancer treatment: a review, *International journal of plant, animal and environmental sciences*, **2014**; 4(3): 137-145.

[3]. Mujeeb Khan et al, Antibacterial properties of silver nanoparticles synthesized using *Pulicaria glutinosa* plant extract as a green bioreductant, *Int J Nanomedicine*, **2014**; 9, 3551-3565.

[4]. Shahid Ullah Khan et al, Nanosilver: new ageless and versatile biomedical therapeutic scaffold, *Int J Nanomedicine*, **2018**; 13, 733-762.

[5]. Ayesha Siddiqua, Premakumari K. B. , Vithya, Savitha, Roukiya Sultana, Antioxidant activity and estimation of total phenolic content of *Muntingia calabura* by colorimetry, *International Journal of ChemTech Research*, **2010**; 2(1), 205-208.

[6]. Ya Yen Chen et al, A Study of the antioxydative and antimutagenic effects of *Houttuynia cordata* Thunb. Using an Oxydized Frying Oil-Fed Model, *Journal of Nutritional Science and Vitaminology*, **2003**, 49, 327-333.

[7]. Zakaria Z. A., Hasan M. H., Aqmar, Effects of various nonopioid receptor antagonist on the antinociceptive activity of *Muntingia calabura* extracts in mice”, *Methods Find Exp Clin Pharmacol*, **2010**, 29, 515-520.

[8]. Srinivasan Ramanathan, et al, *Piper betle* and its bioactive metabolite phyto mitogates quorum sensing mediated virulence factors and biofilm of nosocomial pathogen *Serratia marcescens* in vitro, *Journal of Ethnopharmacology*, **2016**; 193, 592-603.

[9]. K. Periyayagam, et al, Pharmacognostical and Phyto-physicochemical profile of the leaves of *Piper betle* L. var *Pachaikodi* (Piperaceae)-Valuable assessment of its quality, *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, **2012**; 2(2), 506-510.

[10]. Trần Nguyễn Minh Ân, Tổng hợp xanh nano bạc từ $AgNO_3$ và dịch chiết lá Diếp cá, *Tạp chí Khoa học ĐHQGHN: Khoa học Tự nhiên và Công nghệ*, **2016**; 32(3), 188-192.

[11]. K. Periyayagam et al, Pharmacognostical and Phyto-physicochemical profile of the leaves of *Piper betle* L. var *Pachaikodi* (Piperaceae)-Valuable assessment of its quality, *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, **2012**; 2(2), 506-510.

[12]. Mahmood N., Nasir N.L.M., Rofiee M.S, Tohid S.F, Ching S.M, *Muntingia calabura*: A review of its traditional uses, chemical properties and pharmacological observations, *Pharmaceutical Biology*; **2014**, 52(12), 1598-1623.

[13]. Shanmuga Praba, J. Jeyasundari, Y. Brightson Arul Jacob, Synthesis of silver nano particles using *Piper betle* and its antibacterial activity, *Eur. Chem. Bull.*, **2014**; 3(10), 1014-1016.

[14]. Iniya Udhaya C., Biosynthesis of Silver Nanoparticles using Aqueous Leaf Extract of *Muntingia calabura* Linn., *International Journal of Nanobiotechnology*, **2018**; 4(1): 1-7.

[15]. Mulvaney P, Surface plasmon spectroscopy of nanosized metal particles, *Langmuir*, **1996**; 12(3),788-800.