

Ảnh hưởng của nano bạc đến tính chất của màng PVA/D-glucose/Agar

Nguyễn Thị Thương*, Phạm Trần Bảo Trân

Viện Kỹ thuật Công nghệ cao NTT, Đại học Nguyễn Tất Thành.

*nthithuong@ntt.edu.vn

Tóm tắt

Nghiên cứu sử dụng nano bạc để cải thiện tính chất cơ lí, tính kỵ nước và hoạt tính kháng khuẩn của màng PVA/D-glucose/Agar. Màng hỗn hợp được tổng hợp bằng phương pháp đổ màng. Kết quả ATR-FTIR cho thấy không có sự tương tác hóa học giữa nano bạc với các thành phần polymer trong màng, vì vậy độ tan và độ trương của màng PVA/D-glucose/Agar không bị ảnh hưởng khi kết hợp với nano bạc. Đặc biệt, nhờ hoạt tính kháng khuẩn tăng, màng kết hợp nano bạc hứa hẹn tiềm năng ứng dụng lớn trong bảo quản thực phẩm.

Nhận 28.01.2021
Được duyệt 27.03.2021
Công bố 09.04.2021

Từ khóa

Poly (vinyl alcohol),
Agar, D-glucose, nano
bạc, màng kháng khuẩn

© 2021 Journal of Science and Technology - NTTU

1 Giới thiệu

Poly (vinyl alcohol) (PVA) là một hợp chất cao phân tử, được hình thành từ phản ứng polymer hóa các hợp chất vinyl. PVA có nhiều đặc tính nổi trội có khả năng phân hủy sinh học, tính tương hợp sinh học cao, không có độc tính và khi đã được khâu mạch màng mỏng thì có những tính chất cơ học ưu việt như có tính năng cơ - lí tốt, có độ thấm nước và khí oxi cao. Tuy nhiên, do có nhiều nhóm hydroxyl trong mạch phân tử nên PVA khá nhạy với các phân tử nước, làm giảm một số đặc tính của PVA, dẫn đến hạn chế việc sử dụng trong nhiều lĩnh vực [1,2]. Cho đến nay, có rất nhiều phương pháp biến tính khác nhau đã và đang được đề xuất, chẳng hạn, dùng các tác nhân vật lí hoặc hóa học để tiến hành khâu mạch PVA nhằm cải thiện những tính chất đặc biệt như khả năng kháng oxi hóa, kháng khuẩn và tính chất cơ lí của màng PVA. Trước đây, nhóm tác giả đã kết hợp thành công D-glucose và Agar vào màng PVA và ứng dụng trong loại bỏ màu thuốc nhuộm [3].

Hạt nano bạc (AgNPs) có dạng cầu, kích thước từ (1 ÷ 100) nm, có diện tích bề mặt riêng và hiệu ứng bề mặt rất lớn. AgNPs và các hợp chất của bạc thể hiện

tính độc đối với vi khuẩn, virus, tảo và nấm. Tuy nhiên, khác với các kim loại nặng khác (chì, thủy ngân,...), bạc không thể hiện tính độc đối với con người. AgNPs có khả năng phân tán ổn định trong các loại dung môi khác nhau (trong cả các dung môi phân cực và không phân cực). Ngoài ra, AgNPs có độ bền hóa học cao, không bị biến đổi dưới tác dụng của ánh sáng và các tác nhân oxi hóa khử thông thường. Chính vì vậy, gần đây AgNPs đã được các nhà nghiên cứu đặc biệt quan tâm và kết hợp vào các vật liệu cho ứng dụng băng bó vết thương bởi tính kháng khuẩn cũng như khả năng cải thiện tính chất cơ lí. Điển hình như kết hợp AgNPs vào màng PVA/bacterial nanocellulose biến tính giúp cải thiện độ đàn hồi và ức chế sự phát triển của vi khuẩn *E. coli* [4], tương tự khi kết hợp AgNPs vào PVA/CS giúp cải thiện độ bền kéo cũng như tăng khả năng kháng khuẩn *E. coli*, *S. aureus* [5,6], kết hợp AgNPs vào màng PVA cho các ứng dụng đóng gói thực phẩm kháng khuẩn, kết quả cho thấy vật liệu có khả năng ức chế các vi sinh vật trên trái cây trong 10 ngày ở nhiệt độ phòng [7]. Do đó, trong nghiên cứu này, chúng tôi kết hợp AgNPs vào màng PVA/D-glucose/Agar nhằm cải thiện khả

năng kháng khuẩn cũng như tính chất cơ lí của màng tạo thành.

2 Thực nghiệm

2.1 Hóa chất

Poly (vinyl alcohol) ($M = 160$ g/mol, độ thủy phân (86,5 ÷ 89,0) %), và D-(+)-Glucose monohydrate ($C_6H_{12}O_6 \cdot H_2O$) là sản phẩm thuộc Công ty HIMEDIA, Ấn Độ. Agarose power được cung cấp bởi Công ty VWR BHD Prolabo Chemicals, Singapore. Ethanol ($\geq 99,5$ % purity) được cung cấp từ Công ty VN-Chemsol, Việt Nam. Dung dịch bạc (1 000 ppm) được cung cấp từ Công ty DKSH, Việt Nam.

2.2 Phương pháp chế tạo màng

Màng PVA/D-glucose/Agar được tổng hợp theo quy trình được báo cáo trong nghiên cứu trước của nhóm chúng tôi [3]. Trong nghiên cứu hiện tại, chúng tôi phối trộn AgNPs ở các nồng độ khác nhau vào màng PVA/D-glucose/Agar theo tỉ lệ PVAD-glucose/agar đã tối ưu trong nghiên cứu trước để cung cấp hoạt tính kháng khuẩn cho màng thu được, phù hợp cho ứng dụng bao gói nông sản. Hỗn hợp của dung dịch PVA 3 % (w/v), Agar 1 % (w/v) và D-glucose 1 % (w/v) được khuấy liên tục trong vòng 1 giờ để thu được dung dịch polymer đồng nhất. Sau đó, 30 % glycerol (v/v) được thêm vào hỗn hợp tạo màng như một chất hóa dẻo và hỗn hợp được khuấy trong 1 giờ. Trong giai đoạn sau, dung dịch tạo màng (PDA) được li tâm để loại bỏ bọt khí và cặn bẩn. Dung dịch nano bạc, được thêm vào dung dịch tạo màng với tỉ lệ 0,2 % ÷ 0,6 % (w/w) so với khối lượng PVA, được viết tắt tương ứng là PDA-AgNPs-0,2, PDA-AgNPs-0,4, và PDA-AgNPs-0,6. Khuấy siêu âm hỗn hợp 30 phút ở 60 °C để dung dịch nano bạc được phân tán đều. Màng được đổ trong đĩa petri nhựa, đường kính 90 mm và sấy khô ở 45 °C trong 48 giờ. Sau khi sấy khô, màng được tách khỏi đĩa và bảo quản ở 25 °C trong bình hút ẩm.

2.3 Phương pháp đánh giá cấu trúc màng

Sự tương tác của nano bạc lên các nhóm chức trong thành phần màng được xác định bằng phổ hồng ngoại phản xạ toàn phần tắt dần (ATR - FT-IR) và được đo trong khoảng (500 ÷ 4 000) cm^{-1} trên máy FT/IR 4700 type A. Tính chất cơ lí gồm độ bền kéo và độ giãn dài tại điểm đứt của màng được kiểm tra theo tiêu chuẩn ASTM – D882 trên máy Universal Testing Machine – YMH 4202.

2.4 Phương pháp đánh giá độ tan, độ trương, tính ưa nước và kỵ nước của màng

Để đánh giá bản chất ưa nước/kỵ nước của màng, góc thấm ướt của giọt nước khi tiếp xúc với bề mặt màng được thực hiện trên máy đo quang kế Theta (thiết bị KSV, Mỹ). Việc xác định độ tan, độ trương của màng được thực hiện theo phương pháp được báo cáo bởi Mittal và cộng sự [8] với một số thay đổi nhỏ. Màng được cắt thành hình vuông có cạnh (2,5 × 2,5) cm, sau đó các mẫu màng được sấy khô ở 50 °C trong 24 giờ thu được khối lượng khô ban đầu (M_1). Tiếp theo ngâm các mẫu màng trong 30 mL nước trong vòng 24 giờ. Sau 24 giờ, lượng nước còn lại được loại bỏ, các mẫu màng được sấy khô (M_2). Màng được sấy khô trong tủ sấy ở 50 °C trong 24 giờ để xác định khối lượng khô cuối cùng (M_3).

$$\text{Độ tan (\%)} = \frac{(M_1 - M_3)}{M_1} \times 100 \quad (1)$$

$$\text{Độ trương (\%)} = \frac{(M_2 - M_1)}{M_1} \times 100 \quad (2)$$

2.5. Phương pháp đánh giá khả năng kháng khuẩn

Khả năng kháng khuẩn của màng được xác định bằng phương pháp khuếch tán đĩa thạch theo Bektas Tepe và cộng sự [9] với một số biến tính nhỏ. Các chủng vi sinh vật thử nghiệm (*Staphylococcus aureus* NRRL B-313, *Pseudomonas aeruginosa* NRRL B-14781, và *Escherichia coli* NRRL B-409) được chuẩn bị, môi trường thạch thường, đĩa petri khử trùng, cồn, các dụng cụ trải khuẩn. Màng được cắt thành hình vuông cạnh (1 x 1) cm, sau đó đặt lên bề mặt thạch đã trải khuẩn (sử dụng 100 μ L khuẩn 2×10^6 CFU/mL), sau đó ủ ở 37 °C trong 24 giờ. Cuối cùng, mẫu được lấy ra đo đường kính vòng kháng hình thành trên bề mặt thạch theo đơn vị mm. Tất cả mẫu được thực hiện 2 lần để lấy giá trị trung bình và sai số.

3 Kết quả và thảo luận

3.1 Ảnh màng

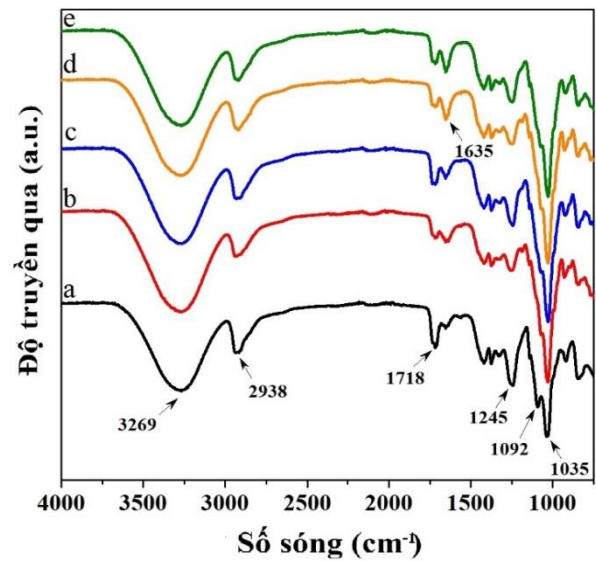
Hình ảnh của màng được trình bày qua Hình 1. Kết quả cho thấy màng PDA trong suốt, bóng loáng, phẳng và có độ truyền qua tốt khi thấy được những đoạn chữ bên dưới màng. Màng PDA kết hợp với nano bạc có màu vàng tăng dần đến đậm khi tăng hàm lượng nano bạc 0,2 %, 0,4 % và 0,6 % (w/v) trong màng hỗn hợp nhưng vẫn giữ được độ bóng so với mẫu PDA ban đầu.



Hình 1 Ảnh màng a) PDA, b) PDA-AgNPs-0,2, c) PDA-AgNPs-0,4 và d) PDA-AgNPs-0,6

3.2 Phân tích quang phổ hồng ngoại

Phương pháp ATR-FTIR được sử dụng để nhận diện các nhóm chức trên bề mặt và xác định tương tác có thể có giữa các thành phần trong màng hỗn hợp. Màng PVA thể hiện các đỉnh đặc trưng tại vùng số sóng $3\ 269\text{ cm}^{-1}$ đặc trưng cho nhóm -OH được hình thành bởi các nhóm hydroxyl và nước, $2\ 938\text{ cm}^{-1}$ đặc trưng cho sự dao động giữa C-H của nhóm $-\text{CH}_2$, $1\ 718\text{ cm}^{-1}$, $1\ 635\text{ cm}^{-1}$ đặc trưng cho dao động C=O của nhóm vinyl acetate của PVA, sự dao động của peak $1\ 245\text{ cm}^{-1}$ thể hiện đặc trưng của liên kết C-H trong phân tử, $1\ 035\text{ cm}^{-1}$ thể hiện sự dao động của C-O trong nhánh ancol. Khi kết hợp Agar và D-glucose vào PVA, chân của nhóm -OH mở rộng và cường độ của nhóm -OH tăng ($3\ 000 \div 3\ 500$) cm^{-1} . Ngoài ra, cường độ peak ở $1\ 718\text{ cm}^{-1}$ với dao động của C=O giảm đáng kể, điều này cho thấy tương tác hydrogen giữa PVA, Agar, D-glucose và Glycerol [10]. Sự dịch chuyển peak ở $1\ 100\text{ cm}^{-1}$ sang peak $1\ 035\text{ cm}^{-1}$ tương ứng với dao động C-O-O-H của nhóm cacboxyl, liên kết O-H của vòng phenol và liên kết C-O của mạch ancol [11]. So với màng PDA, phổ ATR-FTIR của màng PDA kết hợp với nano bạc không có sự thay đổi về cường độ và sự dịch chuyển peak so với phổ PDA và vì vậy có thể thấy không có sự tương tác giữa PDA với nano bạc trong cấu trúc màng. Kết quả tương ứng của Sarwar [12] và cộng sự chỉ ra rằng việc bổ sung AgNPs không có ảnh hưởng đến cấu trúc của màng PVA/nanocellulose.



Hình 2 Phổ ATR-FTIR của a) PVA, b) PDA, c) PDA-AgNPs-0,2, d) PDA-AgNPs-0,4 và e) PDA-AgNPs-0,6

3.3 Tính chất cơ lí của màng

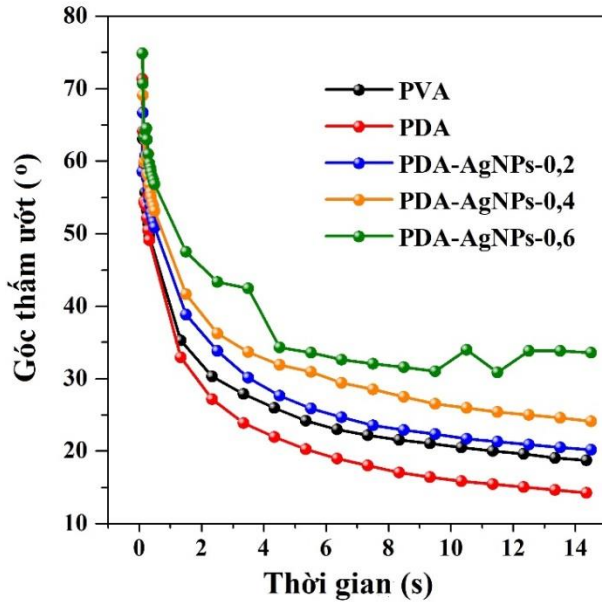
Tính chất cơ lí của màng được đánh giá thông qua độ bền kéo và độ giãn dài tại điểm đứt và được quan sát trong Bảng 1. Kết quả cho thấy độ bền kéo và độ giãn dài tại điểm đứt tương ứng của màng PDA là $(7,49 \pm 0,45)$ MPa và $(179,59 \pm 5,74)$ %. Khi kết hợp với nano bạc, độ bền kéo và độ giãn dài tại điểm đứt của màng tăng. Điều này có thể là do AgNPs đóng vai trò chất độn gia cường cho polymer nên độ bền kéo tăng, độ giãn dài tăng dẫn đến sự gia tăng độ sắp xếp có trật tự của PDA sau khi thêm nano bạc hoặc do sự hình thành liên kết hydro, tương tác giữa AgNPs và polymer. Sự gia tăng tương tự về giá trị độ bền kéo và giãn dài khi đứt cũng được tìm thấy trong nghiên cứu kết hợp AgNPs vào PVA/nano-cellulose của Sarwar và cộng sự [12].

Bảng 1 Tính chất cơ lí của màng PDA và PDA kết hợp với nano bạc

	Độ bền kéo (MPa)	Độ giãn dài tại điểm đứt (%)
PDA	$7,49 \pm 0,45$	$179,59 \pm 5,74$
PDA-AgNPs-0,2	$11,16 \pm 0,83$	$170,29 \pm 6,86$
PDA-AgNPs-0,4	$12,09 \pm 0,28$	$237,12 \pm 5,56$
PDA-AgNPs-0,6	$12,08 \pm 0,37$	$300,24 \pm 22,22$

3.4 Tính ưa nước/kị nước, độ tan, độ trương của màng
Góc thấm ướt là một thông số để xác định tính chất kị nước và ưa nước của bề mặt vật liệu. Góc thấm ướt

càng nhỏ thì tính ưa nước càng cao. Sự thay đổi góc thấm ướt theo thời gian được quan sát trong Hình 3. Khi thêm agar và D-glucose, góc thấm ướt của màng PDA giảm so với màng PVA.



Hình 3 Góc thấm ướt của màng

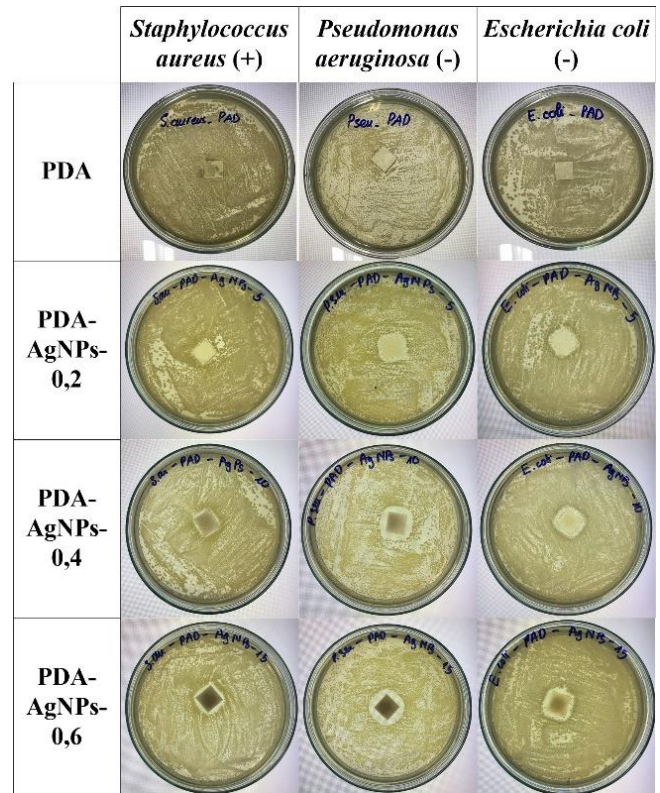
Khi thêm nano bạc vào màng, góc thấm ướt tăng dần theo nồng độ 0,2 % ÷ 0,6 % (w/v), điều này có thể do sự phân bố của nano bạc trên bề mặt màng làm cho bề mặt màng nhám và trở nên kỵ nước hơn. Như vậy, sự kết hợp của nano bạc đã cải thiện tính kỵ nước trên bề mặt màng PVA/D-glucose/Agar.

Độ trương của màng được cho là khả năng tương tác với phân tử nước và giữ nước trong cấu trúc của nền polymer, trong khi độ tan là tỉ lệ của các thành phần rắn trong màng sau khi ngâm màng trong nước. Từ kết quả Bảng 2 có thể thấy độ tan của màng hỗn hợp không thay đổi nhiều sau khi kết hợp nano bạc vào PDA. Trong khi độ trương tăng nhẹ khi kết hợp nano bạc vào màng hỗn hợp.

3.5 Hoạt tính kháng khuẩn của màng

Kết quả kháng khuẩn (Hình 4) cho thấy màng PDA không có khả năng kháng khuẩn. Khi thêm nano bạc, đường kính kháng khuẩn của màng tăng lên tương ứng với nồng độ (0,2 ÷ 0,6) % w/v và khả năng kháng mạnh nhất đối với chủng *Pseudomonas aeruginosa* sau đó là *Escherichia coli* và cuối cùng là *Staphylococcus aureus*, chứng tỏ khả năng kháng khuẩn của nano bạc với Gram âm tốt hơn với so với Gram dương. Cụ thể đường kính kháng khuẩn của màng PDA kết hợp với nano bạc nồng độ (0,2; 0,4 và

0,6) % w/v lần lượt là (13,0 ± 0,0) mm, (17,0 ± 0,0) mm và (18,0 ± 0,5) mm đối với *Pseudomonas aeruginosa*, và đối với khuẩn *Staphylococcus aureus* đường kính kháng khuẩn lần lượt là (0,0 ± 0,0) mm, (13,8 ± 0,4) mm và (15,3 ± 0,4 mm). Điều này được giải thích do vi khuẩn Gram âm có màng ngoài tích điện âm với lớp peptidoglycan mỏng dễ dàng cho nano bạc xâm nhập vào bên trong [13]. Trong khi với vi khuẩn Gram dương, nano bạc cho hoạt tính kháng khuẩn yếu hơn, điều này có thể là do thành tế bào của vi khuẩn Gram dương dày hơn thành tế bào của vi khuẩn Gram âm [12].



Hình 4 Hình ảnh kháng khuẩn của màng PDA, PDA-AgNPs-0,2, PDA-AgNPs-0,4 và PDA-AgNPs-0,6

4 Kết luận

Những kết quả thu được cho thấy màng PVA/D-glucose/Agar kết hợp với nano bạc đã được thử nghiệm thành công. Sự kết hợp nano bạc đã cải thiện được đáng kể tính chất cơ lí, tính kỵ nước và hoạt tính kháng khuẩn của màng PVA/D-glucose/Agar. Kết quả SEM cho thấy màng tạo thành có sự hiện diện của nano bạc trên bề mặt. Các kết quả ATR-FTIR cũng chỉ ra việc thêm nano bạc không làm ảnh hưởng đến liên kết giữa các thành phần PVA, Agar, D-glucose và

nano bạc. Vì vậy không làm thay đổi độ tan, độ trương của màng. Tuy nhiên, hoạt tính kháng khuẩn của màng PVA/D-glucose/Agar được cải thiện đáng kể với sự kết hợp của nano bạc, do đó màng tạo thành đáp ứng được những tính chất quan trọng của màng bao gói thực phẩm. Dựa vào khả năng kháng khuẩn và tính chất cơ lí tốt, màng PDA-AgNPs-0,2 được xem là

một ứng cử viên phù hợp cho ứng dụng bảo quản nông sản.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu được tài trợ bởi Quỹ Phát triển Khoa học và Công nghệ - Đại học Nguyễn Tất Thành, đề tài mã số 20210.01.18 /HĐ-NCKH.

Tài liệu tham khảo

1. Tomás J. Madera-Santana, Yolanda Freile-Pelegrin, Antonio Azamar, Physicochemical and morphological properties of plasticized poly(vinyl alcohol)-agar biodegradable films, *Int. J. Biol. Macromol.* 69 (2014), pp. 176–184.
2. Edwin Marin, John Rojas, Yhors Ciro, A review of polyvinyl alcohol derivatives Promising materials for pharmaceutical and biomedical applications, *African J. Pharm. Pharmacol.* 8 (2014), pp. 674–684.
3. T. Thi, T. Khoa, X. Bui, V. Doan, Journal of Water Process Engineering Removal of cationic dye using polyvinyl alcohol membrane functionalized by D-glucose and agar, *J. Water Process Eng.* 40 (2021) 101982. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.101982>.
4. W. Wang, Z. Yu, F.K. Alsammaraie, F. Kong, M. Lin, A. Mustapha, Properties and antimicrobial activity of polyvinyl alcohol-modified bacterial nanocellulose packaging films incorporated with silver nanoparticles, *Food Hydrocoll.* 100 (2020) 105411. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.105411>.
5. Mao Ye, Pravansu Mohanty, Gargi Ghosh, Morphology and properties of poly vinyl alcohol (PVA) scaffolds Impact of process variables, *Mater. Sci. Eng. C.* 42 (2014), pp. 289–294.
6. V.K.H. Bui, D. Park, Y.C. Lee, Chitosan combined with ZnO, TiO₂ and Ag nanoparticles for antimicrobialwound healing applications A mini review of the research trends, *Polymers (Basel)*. 9 (2017). <https://doi.org/10.3390/polym9010021>.
7. J.C.R. Kowsalya E, MosaChristas K, Balashanmugam P, Tamil Selvi A, Biocompatible silver nanoparticles/poly(vinyl alcohol) electrospun nanofibers for potential antimicrobial food packaging applications, *Food Packag. Shelf Life.* 21 (2019) 100379.
8. A. Mittal, S. Garg, D. Kohli, M. Maiti, A.K. Jana, S. Bajpai, Effect of cross linking of PVA/starch and reinforcement of modified barley husk on the properties of composite films, *Carbohydr. Polym.* 151 (2016), pp. 926–938. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.06.037>.
9. B. Tepe, D. Daferera, A. Sokmen, M. Sokmen, M. Polissiou, Antimicrobial and antioxidant activities of the essential oil and various extracts of *Salvia tomentosa* Miller (Lamiaceae), *Food Chem.* 90 (2005), pp. 333–340. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.09.013>.
10. D. Hu, L. Wang, Fabrication of antibacterial blend film from poly (vinyl alcohol) and quaternized chitosan for packaging, *Mater. Res. Bull.* 78 (2016) 46–52. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2016.02.025>.
11. Y. Liu, S. Wang, W. Lan, W. Qin, Development of ultrasound treated polyvinyl alcohol/tea polyphenol composite films and their physicochemical properties, *Ultrason. Sonochem.* 51 (2019), pp. 386–394. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.07.043>.
12. M.S. Sarwar, M.B.K. Niazi, Z. Jahan, T. Ahmad, A. Hussain, Preparation and characterization of PVA/nanocellulose/Ag nanocomposite films for antimicrobial food packaging, *Carbohydr. Polym.* 184 (2018), pp. 453–464. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.12.068>.
13. Ivan Sondi, Branka Salopek-Sondi, Silver nanoparticles as antimicrobial agent a case study on *E. coli* as a model for Gram-negative bacteria, *J. Colloid Interface Sci.* 275 (2004), pp. 177–182.

Effect of silver nanoparticles on the characteristic and properties of PVA/D-glucose/Agar film

Nguyen Thi Thuong*, Pham Tran Bao Tran
NTT Hi-Tech Institute, Nguyen Tat Thanh University
*nthithuong@ntt.edu.vn

Abstract In present work, we introduced silver nanoparticles (AgNPs) into PVA/D-glucose/Agar film for the purpose of enhancing mechanical behavior, hydrophobicity, and antibacterial activity of the resultant film. The PVA/D-glucose/Agar films loading AgNPs were prepared via facile casting method. The ATR-FTIR results demonstrated no chemical interaction between AgNPs and polymer component formulated in films and thus, the swelling degree and solubility of resulting film was not affected by the addition of AgNPs. More importantly, the antibacterial activity of film with loading AgNPs was significantly revitalized and therefore it is a potentially promising material ideally suitable for food packaging application.

Keywords Poly (vinyl alcohol), Agar, D-glucose, silver nanoparticles, and antibacterial film

Tẩy màu dịch chiết từ quả *Bồ hòn* (*Sapindus saponaria* L.) ứng dụng trong sản xuất các sản phẩm tẩy rửa

Phạm Hoàng Danh*, Nguyễn Đình Phúc, Nguyễn Từ Thục Huệ

Khoa Kỹ thuật Thực phẩm và Môi trường, Đại học Nguyễn Tất Thành

*phdanh@ntt.edu.vn

Tóm tắt

Quả bồ hòn từ xa xưa đã được sử dụng làm chất tẩy rửa và saponin trong quả bồ hòn đóng vai trò như một chất hoạt động bề mặt tự nhiên. Tuy nhiên, dịch chiết thường có màu vàng nâu đến nâu đen nên hạn chế khả năng ứng dụng của nó trong một số sản phẩm tẩy rửa. Nhằm cải thiện màu sắc của dịch chiết, hydrogen peroxide được sử dụng như một chất tẩy màu. Trong nghiên cứu này, quả bồ hòn tách hạt được sấy khô và giã nhỏ. Sau đó trích li trong ethanol-nước (1:1). Tỷ lệ nguyên liệu/dung môi là 110 (g/mL). Hỗn hợp được khuấy trộn ở nhiệt độ phòng trong 6 giờ. Ma trận trực giao $L_9(3^4)$ gồm 9 thí nghiệm được áp dụng để tối ưu hóa các yếu tố ảnh hưởng lên quá trình tẩy màu như nồng độ hydrogen peroxide, nhiệt độ, thời gian và pH. Kết quả thu được tỷ lệ tẩy màu đạt 91,73 % và hàm lượng saponin hao hụt là 6,47 % ở nồng độ hydrogen peroxide 6 %, nhiệt độ 80 °C, thời gian 80 phút và pH = 8.

Nhận 28.12.2020
Được duyệt 25.03.2021
Công bố 09.04.2021

Từ khóa
tẩy màu, bồ hòn,
sản phẩm tẩy rửa.

© 2021 Journal of Science and Technology - NTTU

1 Giới thiệu

Từ hàng trăm năm trước, ở Việt Nam bồ hòn đã được sử dụng để gội đầu, giặt quần áo,... Saponin có trong bồ hòn là một hợp chất có tính tạo bọt và có khả năng làm sạch như các sản phẩm tẩy rửa thông thường. Tuy nhiên, do có màu nâu sẫm tự nhiên, quả bồ hòn ít được ưa dùng. Việc tẩy màu dịch chiết giúp tăng giá trị cảm quan, phù hợp với thị hiếu của người tiêu dùng.

Các nghiên cứu về điều kiện chiết xuất saponin từ quả bồ hòn đã được thực hiện từ nhiều năm trước đây. Kết quả nghiên cứu của Kose và Bayraktar cho thấy độ phân cực của dung môi ảnh hưởng đến hiệu suất của quá trình chiết. Hiệu suất thu được khoảng (44 ÷ 78) % đối với các dung môi khác nhau. Ở tỷ lệ rắn/lỏng 110 (g/mL), hiệu suất cao nhất thu được là 78,1 % trong dung dịch ethanol-nước (50 % thể tích). Tỷ lệ rắn/lỏng 120 (g/mL) cho hiệu suất giảm rõ rệt [1].

Mondal cùng cộng sự cũng nghiên cứu một số hệ dung môi để chiết xuất saponin từ vỏ quả bồ hòn ở tỷ lệ rắn/lỏng 110 (g/mL). Sau khi lọc và li tâm để loại bỏ cặn rắn, dịch chiết được xử lý với vanilin và acid sulfuric để xác định hàm lượng saponin. Hiệu suất thu được khi trích li với nước, ethanol tuyệt đối, ethanol - nước (50 % thể tích), diethyl ete và methanol lần lượt là (69, 68, 77, 32 và 44) % [2].

Các nghiên cứu hóa thực vật của chi bồ hòn đã xác định được hơn 103 hợp chất, bao gồm flavonoid, triterpenoids, glycoside, carbohydrate, acid béo, phenol và saponin. Trong số các hợp chất này, saponin triterpenoid của oleanane, dammarane và tirucullane được coi là nhóm hợp chất có hoạt tính sinh học [3].

Để định lượng saponin có trong dịch chiết, có thể sử dụng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC), vanilin-sulfuric và antimon pentachlorua. Đặc điểm cấu trúc của saponin (peak chính trong sắc ký đồ

HPLC) được xác định bằng quang phổ LC/MS/MS, ^1H và ^{13}C NMR. Diện tích của peak chính trên sắc kí đồ HPLC và giá trị độ hấp thụ của hai phép so màu được ghi lại và so sánh với đường chuẩn được xây dựng bằng dung dịch saponin trong nước. Kết quả cho thấy phân tích HPLC cung cấp các giá trị chính xác hơn hai phép so màu còn lại [4].

Wang và cộng sự đã tối ưu hóa quá trình tẩy màu dịch chiết bồ hòn sử dụng hydrogen peroxide. Trong đó, nồng độ hydrogen peroxide, thời gian, nhiệt độ và pH được coi là những yếu tố quan trọng nhất. Tỷ lệ khử màu và hàm lượng saponin tổng được sử dụng làm chỉ số để đánh giá các thông số ảnh hưởng. Kết quả cho thấy để hàm lượng saponin giảm đến mức chấp nhận được ($\leq 20\%$) nên sử dụng nhiệt độ và nồng độ cao. Thời gian ít ảnh hưởng đến quá trình khử màu. Điều kiện tối ưu thu được là hydrogen peroxide 2,5 %, nhiệt độ $80\text{ }^\circ\text{C}$, thời gian 80 phút và pH = 6. Ở điều kiện này, tỷ lệ khử màu đạt 89,5 % và hàm lượng saponin tồn thất là 17,8 % [5].

Ngoài ra, than hoạt tính cũng được sử dụng để tẩy màu dịch chiết acid hydroxycitric (HCA), thu nhận bằng cách nấu nhừ nguyên liệu vỏ quả bứa khô với nước [6]. Công đoạn tẩy màu dịch chiết 1-HCA đạt hiệu quả cao khi tiến hành tách pectin từ dịch chiết 1-HCA ra trước. Quá trình tẩy màu yêu cầu trộn đều lượng than hoạt tính với khối lượng ($8 \div 12$) % dịch chiết - tương ứng ($24 \div 36$) % nguyên liệu ban đầu, duy trì nhiệt độ tẩy màu $70\text{ }^\circ\text{C}$, khuấy trộn trong thời gian 10 phút, để yên thêm 20 phút, lọc và thu nhận dịch chiết 2-HCA. Dịch chiết 2-HCA trong suốt, gần như không màu, được sử dụng để tạo ra các sản phẩm giảm béo. Sau công đoạn tẩy màu, thu hồi và tiến hành tái sinh than hoạt tính bằng nhiệt. Than hoạt tính sau quá trình tái sinh có chỉ số hấp phụ I_2 khoảng ($253 \div 275$) mg/g, đạt khoảng ($80 \div 87$) % chỉ số hấp phụ I_2 của than hoạt tính ngoài thị trường [6].

Mặc dù đã có nhiều công trình nghiên cứu về khử màu dịch chiết trên thế giới, nhưng tại Việt Nam khử màu dịch chiết từ quả bồ hòn vẫn còn khá mới mẻ. Vì vậy, mục tiêu của nghiên cứu là tạo ra dịch chiết bồ hòn không màu, hàm lượng saponin hao hụt không đáng kể. Nghiên cứu này góp phần tận dụng nguồn nguyên liệu bồ hòn dồi dào tại Việt Nam, nâng cao sức cạnh tranh cho các sản phẩm tẩy rửa từ bồ hòn và mang lại hiệu quả kinh tế cho người nông dân.

2 Nguyên liệu và phương pháp

2.1 Nguyên liệu

Quả bồ hòn khô đã tách hạt được mua ở thị trấn K'ba, huyện K'bang, tỉnh Gia Lai. Các hóa chất H_2SO_4 (95 \div 98) %, HCl (36 \div 38) %, NaOH (96 %), vanilin (98 %), H_2O_2 (30 %), cồn tuyệt đối (99,7 %) và acid oleanolic (97 %) có xuất xứ Trung Quốc.

2.2 quy trình tẩy màu dịch chiết bồ hòn

Quả bồ hòn (đã tách hạt và sấy khô) được đem đi giã nhỏ rồi trộn với hệ dung môi ethanol - nước (11) theo tỉ lệ 110 (g/mL). Hỗn hợp được khuấy trộn với tốc độ 200 vòng/phút liên tục trong 6 giờ ở nhiệt độ phòng. Sau trích li, hỗn hợp được lọc thô qua rây, rồi lọc tinh qua giấy lọc. 50 mL dịch chiết được trộn với 50 mL dung dịch H_2O_2 rồi tiến hành tẩy màu với các thông số thay đổi như nồng độ H_2O_2 , nhiệt độ, thời gian và pH. Nhiệt độ được duy trì trong bể điều nhiệt và pH được điều chỉnh bằng dung dịch NaOH và HCl 1M. Sau quá trình tẩy màu, cô quay chân không dịch chiết đến khối lượng không đổi (cô cạn) để loại bỏ hoàn toàn lượng H_2O_2 dư. Chất rắn thu được được hòa tan trở lại trong 50 mL hỗn hợp dung môi ban đầu để đảm bảo độ khô tương đương, rồi tiến hành xác định tỉ lệ tẩy màu và hàm lượng saponin hao hụt.

2.3 Phương pháp phân tích

2.3.1 Tỷ lệ tẩy màu

Tỷ lệ tẩy màu được đánh giá dựa trên việc đo độ hấp thụ của dịch chiết ở bước sóng hấp thụ cực đại (495 nm). Mẫu trắng là nước cất. Hiệu suất của quá trình tẩy màu (tỷ lệ tẩy màu) được biểu thị bằng phần trăm của độ giảm độ hấp thụ so với dịch chiết ban đầu.

$$\text{Tỷ lệ tẩy màu (\%)} = (A_o - A)/A_o \times 100\% \quad (1)$$

Trong đó, A_o và A lần lượt là độ hấp thụ của dịch chiết ban đầu và dịch chiết sau tẩy màu.

2.3.2 Hàm lượng saponin hao hụt

Hàm lượng saponin tổng được xác định theo phương pháp của S. Hai và cộng sự, 0,5 mL dịch chiết; 0,5 mL dung dịch vanilin 8 % và 5 mL H_2SO_4 72 % được trộn lẫn và làm lạnh trong nước đá. Sau đó, ngâm hỗn hợp trong bể điều nhiệt ở $60\text{ }^\circ\text{C}$ trong 10 phút rồi lấy ra làm lạnh nhanh. Nước cất (hoặc ethanol) là mẫu trắng với thuốc thử cho màu vàng đậm. Độ hấp thụ cực đại được ghi nhận ở bước sóng 527 nm [7]. Hàm lượng saponin tổng được xác định dựa trên đường chuẩn với chất chuẩn là acid oleanolic. Hàm lượng saponin mất đi được biểu thị bằng phần trăm của độ giảm hàm lượng saponin so với dịch chiết ban đầu.

Hàm lượng saponin hao hụt (%)

$$= (C_o - C)/C_o \times 100 \% \quad (2)$$

Trong đó, C_o và C lần lượt là hàm lượng saponin có trong dịch chiết ban đầu và dịch chiết sau tẩy màu.

2.3.3 Thể tích và độ ổn định bọt

Phương pháp xác định thể tích và độ ổn định bọt dựa trên TCVN 5817-1994, áp dụng cho nước gội đầu được sản xuất từ các chất hoạt động bề mặt dạng hoạt tính anion hoặc không ion hóa và một số phụ gia.

2.3.4 Sức căng bề mặt

Sức căng bề mặt được xác định bằng phương pháp đếm giọt cho một lượng chất lỏng chính xác vào ống nhỏ giọt và đếm số giọt chảy ra để xác định thể tích của một giọt. Khi giọt lỏng bám ở đầu ống nhỏ giọt là nhờ vào sức căng bề mặt của nó. Sức căng này lớn hơn trọng lượng của bản thân nó nên nó không rơi xuống. Khi giọt lỏng ngày càng lớn và đến khi nó bắt đầu rơi thì đó là thời điểm cân bằng giữa trọng lượng và lực của sức căng bề mặt. Do sức căng bề mặt của chất lỏng là cố định nên thể tích mỗi giọt là như nhau. Từ thể tích của lượng chất lỏng và số giọt chảy ra ta sẽ tính được thể tích của một giọt lỏng.

$$\sigma = \sigma_o \cdot (n_o/n) \cdot (D/D_o) \quad (3)$$

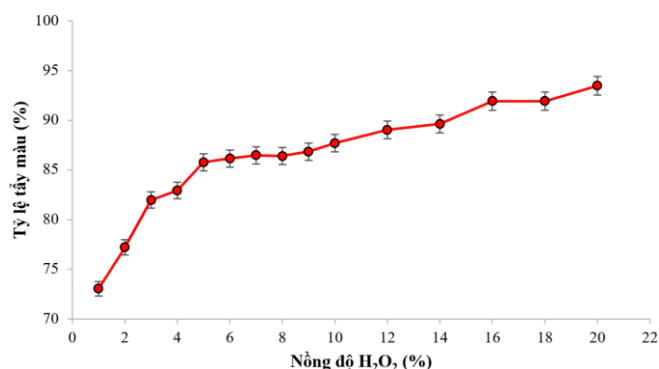
Trong đó, σ_o và σ lần lượt là sức căng bề mặt của nước cất và dung dịch cần đo.

n_o và n lần lượt là số giọt đếm được của nước cất và dung dịch cần đo.

D_o và D lần lượt là khối lượng riêng của nước cất và dung dịch cần đo ở cùng nhiệt độ.

3 Kết quả và bàn luận

3.1 Ảnh hưởng của nồng độ H₂O₂ lên tỉ lệ tẩy màu

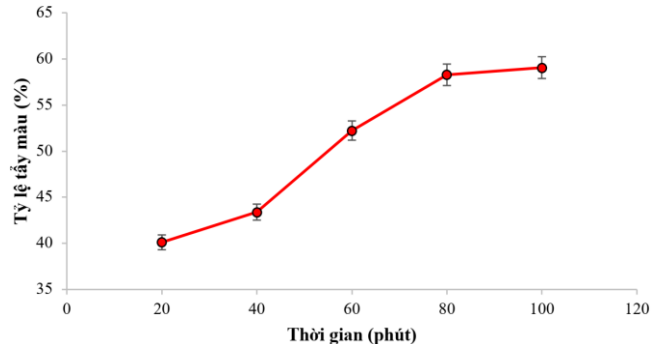


Hình 1 Ảnh hưởng của nồng độ H₂O₂ lên tỉ lệ tẩy màu

Hình 1 cho thấy nồng độ H₂O₂ ảnh hưởng rất lớn đến tỉ lệ tẩy màu. Nồng độ càng cao, tỉ lệ tẩy màu càng lớn. Ở nồng độ (1 ÷ 5) %, tỉ lệ tẩy màu có xu hướng tăng nhanh và chậm dần ở các nồng độ trên 6 %.

Chúng tôi chọn 5 % là nồng độ thích hợp vì nồng độ này đảm bảo tỉ lệ tẩy màu trên 85 % và hàm lượng saponin mất đi không nhiều. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ H₂O₂ lên quá trình tẩy màu của Wang và cộng sự cũng cho thấy tỉ lệ tẩy màu tỉ lệ thuận với nồng độ H₂O₂ [5].

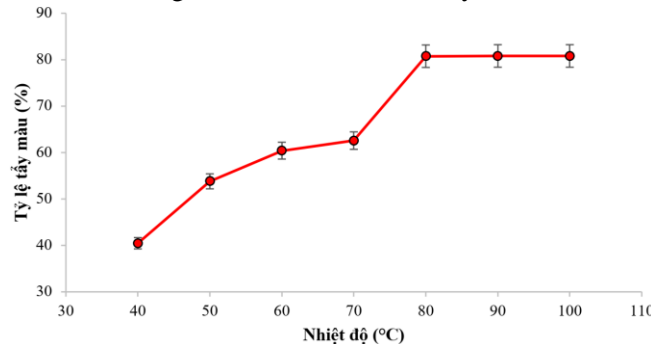
3.2 Ảnh hưởng của thời gian lên tỉ lệ tẩy màu



Hình 2 Ảnh hưởng của thời gian lên tỉ lệ tẩy màu

Thời gian cũng là một yếu tố quan trọng ảnh hưởng lên tỉ lệ tẩy màu. Hình 2 cho thấy thời gian càng dài, quá trình tẩy màu tiếp tục diễn ra đến khi tỉ lệ tẩy màu gần như không đổi. Ở (20 – 40) phút đầu, tỉ lệ tẩy màu còn thấp do lượng H₂O₂ chưa đủ thời gian để phản ứng với các chất màu trong dịch chiết. Từ (40 – 80) phút tỉ lệ này tăng lên khá nhanh và sau 80 phút thì thay đổi không đáng kể. Do đó, chúng tôi chọn thời gian thích hợp là 80 phút. Theo Wang và cộng sự, thời gian ít ảnh hưởng nhất trong 4 yếu tố khảo sát. Tỉ lệ tẩy màu không cao như mong muốn dù có kéo dài thời gian phản ứng [5].

3.3 Ảnh hưởng của nhiệt độ lên tỉ lệ tẩy màu



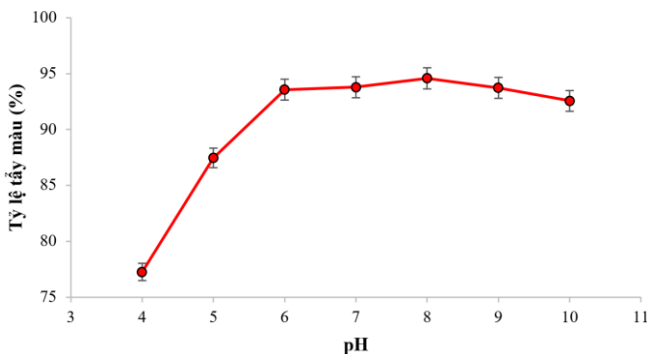
Hình 3 Ảnh hưởng của nhiệt độ lên tỉ lệ tẩy màu

Nhiệt độ góp phần thúc đẩy quá trình tẩy màu được nhanh hơn và cũng ảnh hưởng khá nhiều đến tỉ lệ tẩy màu. Nhiệt độ cao thúc đẩy phản ứng phân ứng oxi hóa khử xảy ra nhanh hơn. Trong quá trình này, hydrogen peroxide tạo ra các gốc hydroxyl tự do, một chất oxi hóa mạnh, có khả năng phá hủy chất tạo màu.

Hình 3 cho thấy ở nhiệt độ $(50 \div 70) ^\circ\text{C}$ tỉ lệ tẩy màu tăng chậm. Từ $(70 \div 80) ^\circ\text{C}$ tỉ lệ này tăng đột ngột và trên $80 ^\circ\text{C}$ thì gần như không có sự thay đổi. Đặc biệt, ở $100 ^\circ\text{C}$, dung dịch sôi làm hao lượng dịch chiết (giảm gần một nửa lượng dịch chiết ban đầu). Vì vậy, nhiệt độ được chọn thích hợp là $80 ^\circ\text{C}$. Kết quả này cũng tương đồng với khảo sát của Wang và cộng sự [5].

3.4 Ảnh hưởng của pH lên tỉ lệ tẩy màu

pH đóng một vai trò tích cực ở giá trị gần 8, nhưng sẽ giảm hiệu quả khi $\text{pH} > 8$. Nguyên nhân là khi đó, tốc độ phân hủy gốc tự do cao hơn tốc độ tạo gốc tự do của hydrogen peroxide. Kết quả là quá trình khử màu giảm. Biểu đồ Hình 4 cho thấy ở $\text{pH} = (4 \div 6)$, tỉ lệ tẩy màu tăng mạnh. Tuy nhiên, ở $\text{pH} = (6 \div 8)$ tỉ lệ này tăng chậm và $\text{pH} > 8$ có xu hướng giảm dần. Từ đó, chúng tôi chọn pH thích hợp ở điều kiện này là 8. Thí nghiệm khảo sát sự ảnh hưởng của pH do Wang và cộng sự thực hiện cũng đạt tỉ lệ tẩy màu cao nhất ở $\text{pH} = 8$ [5].



Hình 4 Ảnh hưởng của pH lên tỉ lệ tẩy màu

3.5 Tối ưu hóa quá trình tẩy màu bằng mảng trực giao L_9

Phân tích trực giao $L_9 (3^4)$ thể hiện sự ảnh hưởng đồng thời của 4 yếu tố khảo sát lên quá trình tẩy màu. Tối ưu hóa gồm 9 thí nghiệm, mỗi thí nghiệm được lặp lại 2 lần với các yếu tố được kí hiệu như trong Bảng 1. Trong đó, nồng độ (A) chọn 3 mức (4; 5 và 6) %. Nhiệt độ (B) chọn 3 mức (70; 80 và 90) $^\circ\text{C}$. Thời gian (C) chọn 3 mức (60; 80 và 100) phút. Độ pH (D) chọn 3 mức 7, 8 và 9.

Bảng 1 Phân tích kết quả thí nghiệm $L_9 (3^4)$

Mẫu	Các yếu tố				Tỉ lệ tẩy màu	Tổng saponin hao hụt
	A	B	C	D	(%)	(%)
1	A1	B1	C2	D3	83,243	33,317
2	A1	B2	C3	D1	90,108	41,457
3	A1	B3	C1	D2	96,000	43,461
4	A2	B1	C3	D2	84,108	6,955
5	A2	B2	C1	D3	90,973	22,535
6	A2	B3	C2	D1	96,865	51,722
7	A3	B1	C1	D1	86,973	19,893
8	A3	B2	C2	D2	91,730	6,469
9	A3	B3	C3	D3	97,568	51,722
Tỉ lệ tẩy màu						
K_1^a	269,351	254,324	273,946	284,541		
K_2^a	270,216	272,811	271,838	271,838		
K_3^a	271,081	290,432	271,784	271,784		
k_1^a	89,78	84,77	91,32	94,85		
k_2^a	90,07	90,94	90,61	90,61		
k_3^a	90,36	96,81	90,59	90,59		
R^a	0,58	12,04	0,72	4,25		
Hàm lượng saponin hao hụt						
K_1^b	118,235	60,165	85,889	113,072		
K_2^b	91,873	70,461	58,191	56,885		
K_3^b	72,951	146,905	100,134	107,574		
k_1^b	39,41	20,06	28,63	37,69		
k_2^b	30,62	23,49	19,4	18,96		
k_3^b	24,32	48,97	33,38	35,86		
R^b	15,09	28,91	13,98	18,73		

Trong đó

K_i^a tổng tỉ lệ tẩy màu ở mức i

K_i^b tổng hàm lượng saponin hao hụt ở mức i

$k_i^a = K_i^a/3$; $k_i^b = K_i^b/3$

$R^a = \max(k_i^a) - \min(k_i^a)$

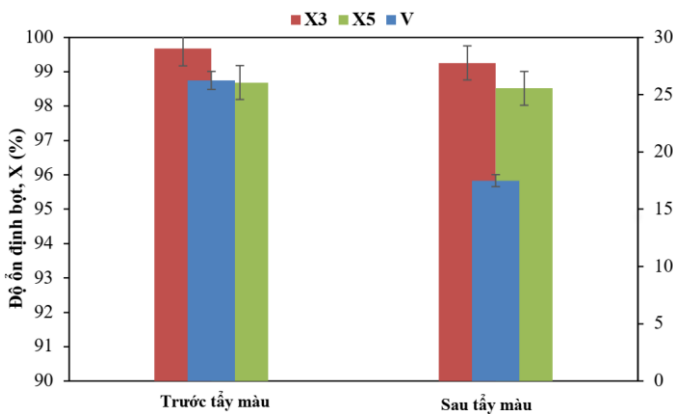
$R^b = \max(k_i^b) - \min(k_i^b)$

Giá trị R cho biết mức độ ảnh hưởng của các yếu tố lên các hàm mục tiêu. Bảng 1 cho thấy ảnh hưởng của tỉ lệ tẩy màu giảm dần theo thứ tự $B > D > C > A$ và hàm lượng saponin hao hụt là $B > D > A > C$.

Với cả 2 hàm mục tiêu, nhiệt độ (B) là yếu tố quyết định ảnh hưởng lên quá trình tẩy màu. Nhiệt độ càng cao sẽ làm tăng mức độ tẩy màu. Tuy nhiên, nhiệt độ quá cao sẽ bất lợi về khối lượng dịch chiết. Thời gian ít ảnh hưởng nhất đến hàm lượng saponin hao hụt và nồng độ H₂O₂ ít ảnh hưởng đến tỉ lệ tẩy màu. Các mẫu có tỉ lệ tẩy màu trên 90 % gồm mẫu 2, 3, 5, 6, 8 và 9. Trong đó, tỉ lệ cao nhất đạt được ở mẫu 9 với 97,568 %. Các mẫu có hàm lượng saponin hao hụt dưới 10 % là mẫu 4 và 8. Trong đó, mẫu 8 có hàm lượng saponin mất đi ít nhất với 6,469 %. Với tiêu chí tỉ lệ tẩy màu cao và hàm lượng saponin hao hụt thấp, chúng tôi chọn mẫu 8 (A3B2C2D2) là mẫu thích hợp nhất với các thông số nồng độ H₂O₂ 6 %, nhiệt độ 80 °C, thời gian 80 phút và pH = 8. Nhìn vào kết quả này, các giá trị về nhiệt độ và thời gian được lựa chọn giống với kết quả của Wang và cộng sự [5].

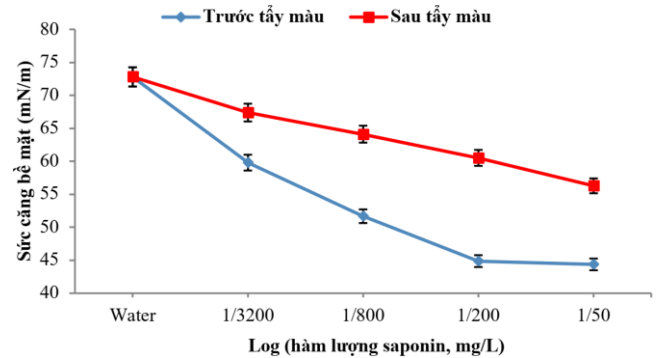
3.6 Đánh giá chất lượng mẫu tối ưu

Hình 5 cho thấy thể tích bọt sau quá trình tẩy màu giảm khoảng 30 % so với dịch chiết ban đầu. Điều này là do quá trình tẩy màu làm giảm hàm lượng saponin – chất tạo bọt tự nhiên. Nhưng độ ổn định bọt sau 3 phút và 5 phút giữa trước và sau tẩy màu không có sự khác biệt lớn. Điều đó cho thấy bọt tạo thành khó vỡ và khá ổn định. Kết quả của Wang và cộng sự đưa ra với thể tích bọt sau tẩy màu cao hơn so với trước tẩy màu, khiến họ cũng không thể giải thích được và cần nghiên cứu thêm [5].



Hình 5 Thể tích và độ ổn định bọt của dịch chiết trước và sau khi tẩy màu

Sức căng bề mặt của dịch chiết sau tẩy màu lớn hơn và giảm dần theo hàm lượng saponin trong dung dịch (Hình 6). Dịch chiết bở hờn chứa saponin sẽ khiến cho liên kết trong giọt lỏng trở nên yếu đi và nhanh rơi xuống hơn so với nước. Vì saponin có thể làm giảm sức căng bề mặt nên khi pha càng loãng sức căng bề mặt của dung dịch sẽ càng tăng. Dung dịch càng loãng thì sức căng bề mặt càng gần với sức căng bề mặt của nước. Kết quả này tương đồng với thí nghiệm của Wang và cộng sự [5].



Hình 6 Sức căng bề mặt của dịch chiết trước/sau tẩy màu

4 Kết luận

Trong nghiên cứu này, dịch chiết từ quả bở hờn được khử màu nhằm tăng giá trị cảm quan, giúp sản phẩm phù hợp hơn với thị hiếu của số đông người tiêu dùng. Nồng độ hydrogen peroxide, nhiệt độ, thời gian và pH được xem là những yếu tố quan trọng ảnh hưởng lên quá trình khử màu. Tối ưu hóa quá trình khử màu được thực hiện nhằm đạt tỉ lệ tẩy màu cao và hàm lượng saponin hao hụt tối thiểu. Kết quả thu được tỉ lệ tẩy màu 91,73 % và hàm lượng saponin hao hụt 6,47 % ở điều kiện nồng độ hydrogen peroxide 6 %, nhiệt độ 80 °C, thời gian 80 phút và pH = 8.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu được tài trợ bởi Quỹ Phát triển Khoa học và Công nghệ - Đại học Nguyễn Tất Thành, đề tài mã số 2020.01.060 /HĐ-NCKH.

Tài liệu tham khảo

1. M. D. Kose and O. Bayraktar, "Extraction of saponins from soapnut (*Sapindus Mukorossi*) and their antimicrobial properties," *World J. Res. Rev.*, vol. 2, no. 5, 2016.
2. M. H. Mondal, S. Malik, A. Garain, S. Mandal, and B. Saha, "Extraction of natural surfactant saponin from soapnut (*Sapindus mukorossi*) and its utilization in the remediation of hexavalent chromium from contaminated water," *Tenside Surfactants Deterg.*, vol. 54, no. 6, pp. 519–529, 2017.
3. S. Goyal, "Medicinal plants of the genus *Sapindus* (*Sapindaceae*)-A review of their botany, phytochemistry, biological activity and traditional uses," *J. Drug Deliv. Ther.*, vol. 4, no. 5, pp. 7–20, 2014.
4. L. Han Chien, B. Yang, K. Chun-Han, and Y. Murase, "Quantification for saponin from a soapberry (*Sapindus mukorossi* Gaertn) in cleaning products by a chromatographic and two colorimetric assays," *J Fac Agr Kyushu Univ*, vol. 54, pp. 215–221, 2009.
5. N. Wang et al., "Decolorization of *Sapindus* Pericarp Extract by Hydrogen Peroxide and a Comparison of Basic Characteristics Before and After Decolorization," *J. Surfactants Deterg.*, vol. 17, no. 5, pp. 1003–1011, 2014.
6. T. T. A. Lê, "Xác định chế độ tẩy màu dịch chiết acid hydroxycitric bằng than hoạt tính và tái sử dụng than hoạt tính," *Tạp chí Khoa học và Giáo dục*, vol. 19, no. 2, pp. 1–7, 2016.
7. S. Hiai, H. Oura, and T. Nakajima, "Color reaction of some sapogenins and saponins with vanillin and sulfuric acid," *Planta Med.*, vol. 29, no. 02, pp. 116–122, 1976.

Decolorization for extracts from fruit of *Sapindus saponaria* L. applied to the manufacture of cleaning products

Hoang Danh Pham*, Dinh Phuc Nguyen, Tu Thuc Hue Nguyen

Faculty of Environmental and Food Engineering, Nguyen Tat Thanh University

*phdanh@ntt.edu.vn

Abstract Soapberry has been used as a detergent for a long time, and saponins in soapberry act as a natural surfactant. However, the extract is usually yellow-brown or dark-brown, limiting its applicability in some cleaning products. Hydrogen peroxide was used as a decolorization agent to improve the color of the extract. In this study, the seedless soapberry was dried and crushed. The mixture of ethanol-water (1:1) was then added. The ratio of raw material and solvent was 1:10 (g/mL). The mixture was stirred at room temperature for 6 hours. The orthogonal matrix L_9 (3^4) consisted of 9 experiments to optimize the influence factors such as hydrogen peroxide concentration, temperature, time, and pH. The results obtained a decolorization rate is 91.73 % and a total saponin loss is 6.47 % at 6 % hydrogen peroxide concentration, temperature 80 °C, time 80 minutes, and pH = 8.

Keywords decolorization, soapberry, cleaning products.