

P-ISSN 1859-4794 * E-ISSN 2615-9929

TẬP 65, SỐ 1, THÁNG 1 NĂM 2023
VOLUME 65, NUMBER 1, JANUARY 2023

TẠP CHÍ & KHOA HỌC CÔNG NGHỆ

Vietnam Journal of Science and Technology - MOST VIỆT NAM

TẠP CHÍ KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM

Tập 65 - Số 1 - Tháng 1 năm 2023



HỘI ĐỒNG BIÊN TẬP

Chủ tịch

Châu Văn Minh - Viện Hàn lâm KH&CN Việt Nam, Việt Nam

Thành viên

Nguyễn Việt Anh - Trường Đại học Xây dựng, Việt Nam

Bùi Chí Bửu - Viện Khoa học Kỹ thuật Nông nghiệp miền Nam, Việt Nam

Vũ Dũng - Hội Tâm lý học Việt Nam, Việt Nam

Trần Thọ Đạt - Trường Đại học Kinh tế Quốc dân, Việt Nam

Nguyễn Đình Đức - Trường Đại học Công nghệ, Đại học Quốc gia Hà Nội, Việt Nam

Vũ Minh Giang - Đại học Quốc gia Hà Nội, Việt Nam

Trương Nam Hải - Viện Công nghệ Sinh học, Viện Hàn lâm KH&CN Việt Nam, Việt Nam

Trần Thanh Hải - Trường Đại học Mở - Địa chất, Việt Nam

Phạm Huy Khang - Trường Đại học Giao thông Vận tải, Việt Nam

Phạm Gia Khánh - Hội Ghép tạng Việt Nam, Việt Nam

Hồ Đắc Lộc - Trường Đại học Công nghệ TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Nguyễn Thị Mỹ Lộc - Trường Đại học Giáo dục, Đại học Quốc gia Hà Nội, Việt Nam

Bành Tiến Long - Đại học Bách khoa Hà Nội, Việt Nam

Lê Quan Nghiệm - Đại học Y Dược TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Mai Trọng Nhuận - Đại học Quốc gia Hà Nội, Việt Nam

Trần Hữu Phúc - Hội đồng Giáo sư Nhà nước, Việt Nam

Nguyễn Thanh Phương - Trường Đại học Cần Thơ, Việt Nam

Nguyễn Thanh Thủy - Trường Đại học Công nghệ, Đại học Quốc gia Hà Nội, Việt Nam

Phạm Hùng Việt - Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội, Việt Nam

Tổng biên tập

Nguyễn Thị Hương Giang - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Ban biên tập

Phạm Thị Minh Nguyệt - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Phí Công Thường - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Vũ Văn Hưng - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Ninh Văn Diện - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Lê Thị Bắc - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Tăng Xuân Bình - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Đoàn Đức Khải - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

Trương Thị Thảo Dương - Bộ Khoa học và Công nghệ, Việt Nam

EDITORIAL BOARD

Chairman

Chau Van Minh - Vietnam Academy of Science and Technology, Vietnam

Members

Nguyen Viet Anh - National University of Civil Engineering, Vietnam

Bui Chi Bui - Institute of Agricultural Science for Southern Vietnam, Vietnam

Vu Dung - Vietnam Association of Social Psychology, Vietnam

Tran Tho Dat - National Economics University, Vietnam

Nguyen Dinh Duc - University of Engineering and Technology, VNU, Hanoi, Vietnam

Vu Minh Giang - VNU, Hanoi, Vietnam

Truong Nam Hai - Institute of Biotechnology, Vietnam Academy of Science and Technology, Vietnam

Tran Thanh Hai - Hanoi University of Mining and Geology, Vietnam

Pham Huy Khang - University of Transport and Communications, Vietnam

Pham Gia Khanh - Vietnam Society of Organ Transplantation, Vietnam

Ho Duc Loc - Ho Chi Minh City University of Technology, Vietnam

Nguyen Thi My Loc - University of Education, VNU, Hanoi, Vietnam

Banh Tien Long - Hanoi University of Science and Technology, Vietnam

Le Quan Nghiem - University of Medicine and Pharmacy at Ho Chi Minh City, Vietnam

Mai Trong Nham - VNU, Hanoi, Vietnam

Tran Huu Phuc - The State Council for Professorship, Vietnam

Nguyen Thanh Phuong - Can Tho University, Vietnam

Nguyen Thanh Thuy - University of Engineering and Technology, VNU, Hanoi, Vietnam

Pham Hung Viet - University of Science, VNU, Hanoi, Vietnam

Editor-in-Chief

Nguyen Thi Huong Giang - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Managing Editors

Pham Thi Minh Nguyet - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Phi Cong Thuong - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Vu Van Hung - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Ninh Van Dien - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Le Thi Bac - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Tang Xuan Binh - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Doan Duc Khai - Ministry of Science and Technology, Vietnam

Truong Thi Thao Duong - Ministry of Science and Technology, Vietnam

TÒA SOẠN

113 Trần Duy Hưng - Cầu Giấy - Hà Nội - Việt Nam

Tel: (84.24) 39436793; Fax: (84.24) 39436794

Email: khoahocvacongnghevietnam@most.gov.vn

Tạp chí điện tử: b.vjst.vn

GIẤY PHÉP XUẤT BẢN

Số 459/GP-BTTTT ngày 20/7/2021

Số 50/GP-BTTTT ngày 01/02/2023

Giá: 18000^d

EDITORIAL OFFICE

113 Tran Duy Hung Str. - Cau Giay Dist. - Hanoi - Vietnam

Tel: (84.24) 39436793; Fax: (84.24) 39436794

Email: khoahocvacongnghevietnam@most.gov.vn

E-journal: b.vjst.vn

PUBLICATION LICENCE

No. 459/GP-BTTTT 20th July 2021

No. 50/GP-BTTTT 1st February 2023

Tính năng mới của phần mềm BIOKEYS: Hiển thị hình ảnh đặc điểm trong hộp thoại định loại

Nguyễn Văn Sinh*, Nguyễn Thị Thanh Hương, Nguyễn Hùng Mạnh

Viện Sinh thái và Tài nguyên Sinh vật, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam, 18 Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 3/10/2022; ngày chuyển phản biện 6/10/2022; ngày nhận phản biện 27/10/2022; ngày chấp nhận đăng 2/11/2022

Tóm tắt:

BIOKEYS là phần mềm được xây dựng trong môi trường phát triển DELPHI với ngôn ngữ lập trình cơ sở PASCAL. BIOKEYS cho phép tạo và làm việc với cơ sở dữ liệu sinh vật, tạo và làm việc với khóa số đa truy và lưỡng phân. Nghiên cứu này đã bổ sung tính năng hiển thị hình ảnh đặc điểm trong hộp thoại định loại. Mục đích của việc hiển thị hình ảnh đặc điểm trong hộp thoại định loại là giúp người dùng dễ dàng chọn đúng đặc điểm của mẫu vật. Trong phần mềm BIOKEYS, việc hiển thị đặc điểm trong hộp thoại định loại được triển khai bằng việc tạo ra một tệp thông tin chứa tên đặc điểm và tên của tệp hình ảnh của đặc điểm. Bằng việc sử dụng thông tin ở tệp này, mỗi khi người dùng kích chuột chọn một đặc điểm, BIOKEYS mở tệp hình ảnh của đặc điểm đó và hiển thị trong hộp thoại định loại. Điều đó giúp cho người dùng kiểm tra xem đặc điểm mình quan sát ở mẫu đã đúng chưa và giúp cho quá trình định loại có được kết quả chính xác hơn.

Từ khóa: khóa số đa truy, khóa số lưỡng phân, minh họa đặc điểm, phần mềm BIOKEYS.

Chỉ số phân loại: 1.2

New functionality of BIOKEYS software: Displaying character pictures in identification dialogboxes

Van Sinh Nguyen*, Thi Thanh Huong Nguyen, Hung Manh Nguyen

*Institute of Ecology and Biological Resources, Vietnam Academy of Science and Technology,
18 Hoang Quoc Viet Street, Nghia Do Ward, Cau Giay District, Hanoi, Vietnam*

Received 3 October 2022; revised 27 October; accepted 2 November 2022

Abstract:

BIOKEYS is software built in DELPHI development environment with PASCAL as the base programming language. BIOKEYS allows creating and working with biological databases, creating and working with polyclave and dichotomous keys. This study has added the feature of displaying character image in the identification dialog. The purpose of displaying character images in the identification dialog is to make it easy for the user to select the correct specimen character. In the BIOKEYS software, displaying the character images in the identification dialog is implemented by creating an information file containing the character names and the names of the corresponding image files. By using the information in this file, every time the user clicks on a character, BIOKEYS opens its image file and displays it in the identification dialog. That helps the user to check if the characteristics he read in the sample are correct and helps the classification process to get more accurate results.

Keywords: BIOKEYS software, character illustration, digital dichotomous identification key, digital polyclave identification key.

Classification number: 1.2

1. Mở đầu

BIOKEYS cho phép tạo và làm việc với cơ sở dữ liệu sinh vật; tạo và làm việc với khóa số đa truy và lưỡng phân [1-3]. BIOKEYS còn cho phép đánh giá khóa lưỡng phân trên cơ sở chỉ số E_{dicho} [4]. Tuy nhiên, việc sử dụng các khóa định loại nói chung và khóa số định loại nói riêng không đơn giản do các đặc điểm phân loại trong các khóa thường có tính chuyên môn sâu, không quen thuộc với những người không chuyên về phân loại học. Sẽ là một hỗ trợ rất tốt cho người dùng nếu kèm theo các đặc điểm định loại là các hình ảnh minh họa. Trên thực tế đã có nhiều nỗ lực theo hướng này với kết quả là các khóa định loại hay sổ tay thực địa kèm hình ảnh [5]. Các sổ tay thực địa ban đầu thường tuân theo cấu trúc 3 phần: khóa định loại, phần mô tả loài và một bảng tra cứu theo thứ tự abc [6]. Các sổ tay thực địa hiện đại thường có thêm phần giới thiệu và có thể cả phần giải thích từ ngữ với hình ảnh được đề ở phần mở đầu [7]. Các sổ tay thực địa đã được xây dựng cho nhiều nhóm sinh vật khác nhau như thực vật [8], thú [9], bò sát [10]. Ban đầu, số lượng hình ảnh được sử dụng hạn chế do liên quan đến vấn đề in ấn. Các tiến bộ công nghệ trong xuất bản và công nghệ máy tính đã làm cho các hướng dẫn có tính minh họa cao trở nên phổ biến hơn. Nhiều khóa hiện đại, cả khóa viết và khóa dùng cho máy tính, bao gồm nhiều hình hoặc ảnh minh họa chất lượng cao. Những hình ảnh này được sử dụng cùng với các mô tả bằng văn bản để giảm sự mơ hồ trong nhận dạng [11]. Gần đây, một số tác giả còn tạo khóa tương tác kèm ảnh trên mạng internet phục vụ công tác đào tạo [12]. Như vậy, việc hiển thị hình ảnh đặc điểm là một nhu cầu thiết yếu và đáp ứng ngày càng đầy đủ hơn cùng với sự tiến bộ về kỹ thuật và công nghệ.

Nghiên cứu này bổ sung tính năng hiển thị hình ảnh đặc điểm trong hộp thoại định loại. Mục đích của việc hiển thị hình ảnh đặc

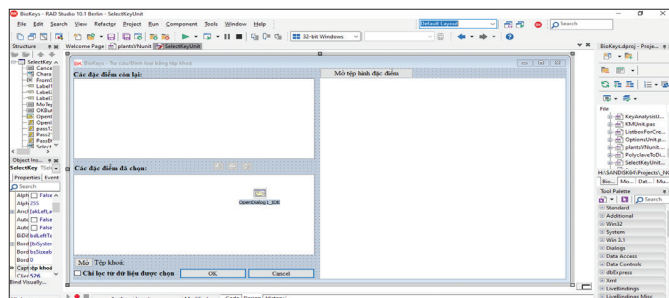
*Tác giả liên hệ: Email: vansinh.nguyen@iebr.ac.vn

điểm trong hộp thoại định loại là giúp người dùng dễ dàng chọn đúng đặc điểm của mẫu vật. Trong phần mềm BIOKEYS, việc hiển thị đặc điểm trong hộp thoại định loại được triển khai bằng việc tạo ra một tệp thông tin chứa tên đặc điểm và tên của tệp hình ảnh của đặc điểm. Bằng việc sử dụng thông tin ở tệp này, mỗi khi người dùng kích chuột chọn một đặc điểm, BIOKEYS mở tệp hình ảnh của đặc điểm đó và hiển thị trong hộp thoại định loại. Điều đó giúp cho người dùng kiểm tra xem đặc điểm mình đọc ở mẫu đã đúng chưa và giúp cho quá trình định loại có được kết quả chính xác hơn.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

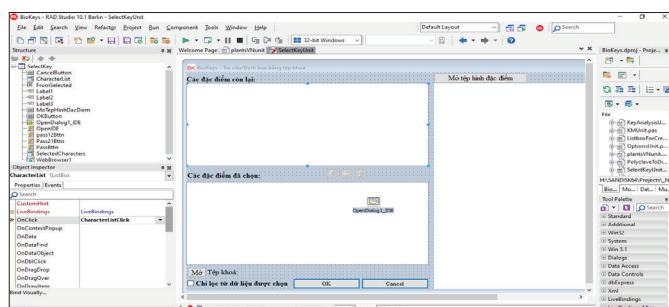
Phần mềm BIOKEYS đã được phát triển trong môi trường phát triển phần mềm DELPHI với ngôn ngữ lập trình cơ sở là PASCAL [13, 14]. Mã nguồn của BIOKEYS được sử dụng cùng với phiên bản có bản quyền DELPHI 10.1 Berlin Professional của Công ty Embarcadero để lập trình bổ sung tính năng hiển thị hình ảnh các đặc điểm trong các hộp thoại định loại.

Bản thân hộp thoại và các đối tượng trên hộp thoại (trình đơn, hộp danh sách, nút bấm...) là các đối tượng có sẵn trong thư viện các đối tượng nhìn thấy được (VCL - Visual component library) của DELPHI (hình 1). Việc thiết kế hộp thoại trong DELPHI thực chất là việc sắp đặt các đối tượng này trên hộp thoại.



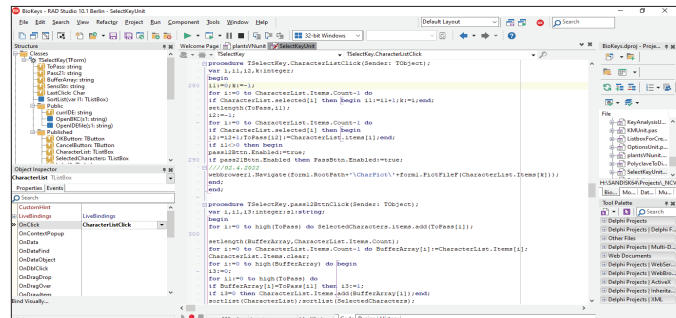
Hình 1. Thiết kế lại hộp thoại định loại bằng khóa đa truy trong môi trường DELPHI.

Hoạt động của các đối tượng được lập trình bằng ngôn ngữ PASCAL là ngôn ngữ cơ sở của môi trường phát triển phần mềm DELPHI. Bằng việc lựa chọn sự kiện (event) cho mỗi đối tượng, DELPHI cho phép lập trình cho hoạt động của đối tượng. Trong hình 2 thể hiện việc chọn đối tượng “Danh sách” và chọn sự kiện “Kích chuột lên danh sách”.



Hình 2. Chọn đối tượng danh sách và sự kiện của đối tượng này.

Để lập trình cho hoạt động của sự kiện, chỉ cần kích đúp chuột lên sự kiện và một cửa sổ được mở ra cho phép viết đoạn mã bằng PASCAL. Hình 3 là kết quả của việc kích đúp chuột lên sự kiện CharacterListClick (kích chuột lên danh sách đặc điểm) và viết mã PASCAL cho hoạt động của danh sách trong tình huống này ở cửa sổ soạn thảo lập trình.



Hình 3. Cửa sổ viết mã PASCAL cho sự kiện khi có chuột kích lên danh sách.

Các hình ảnh minh họa đặc điểm, khóa số đa truy và lưỡng phân định chi họ Ericaceae được đưa vào gói cài đặt phần mềm BIOKEYS [15] sau khi cài đặt được lưu trong thư mục con CharPict nằm trên cùng thư mục với tệp phần mềm BIOKEYS.exe. Hình ảnh và khóa lưỡng phân định loại các chi trong họ Đỗ quyên (Ericaceae Juss.) được lấy từ tài liệu của tác giả N.T.T. Hương (2012) [16]. Khóa số đa truy định loại các chi trong họ Đỗ quyên trong BIOKEYS được xây dựng như ở bảng 1.

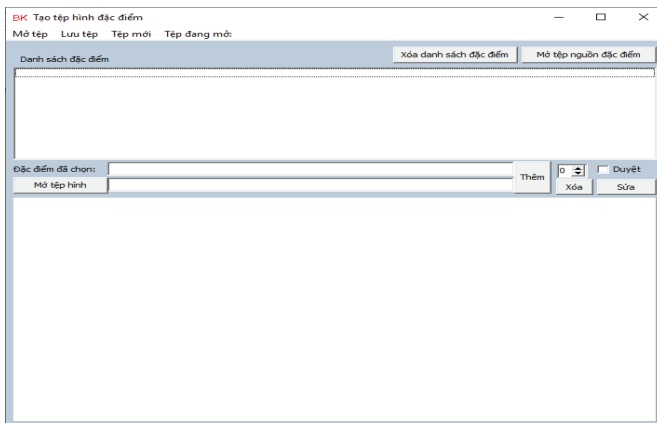
Bảng 1. Dạng văn bản của khóa số đa truy định loại các chi trong họ Đỗ quyên (Ericaceae Juss.).

[GENUS]of[Ericaceae]
Enkianthus=\\Bao phần 2 ô\\Quả nang\\
Monotrostrum=\\Bao phần 2 ô\\Quả mọng\\
Agapetes=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu hạ; quả mọng\\Bầu 10 ô; tràng dài hơn 1,5 cm\\
Arbutus=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài phát triển\\
Craibiodendron=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu thượng; quả nang\\Chỉ nhị hình chữ S\\Bao phần không có phần phụ\\Tràng hình chuông ngắn; quả nang dẹt, đường kính lớn hơn 10 mm\\
Diplycosia=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu thượng; quả nang\\Chỉ nhị thẳng\\Bao phần không có phần phụ\\
Gaultheria=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu thượng; quả nang\\Chỉ nhị thẳng\\Bao phần có phần phụ\\Quả có đài tồn tại nạc\\
Leucothoe=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu thượng; quả nang\\Chỉ nhị thẳng\\Bao phần có phần phụ\\Quả có đài tồn tại khô\\
Lyonia=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu thượng; quả nang\\Chỉ nhị hình chữ S\\Bao phần không có phần phụ\\Tràng hình ống hoặc hình bình; quả nang tròn, đường kính nhỏ hơn 5mm\\
Pieris=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu thượng; quả nang\\Chỉ nhị hình chữ S\\Bao phần có phần phụ\\Rhododendron=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở vách\\
Vaccinium=\\Bao phần 4 ô\\Quả có vỏ quả ngoài không phát triển\\Quả nang mở lưng hay quả mọng\\Bầu hạ; quả mọng\\Bầu 5-8 ô; tràng ngắn hơn 1,5 cm\\

3. Kết quả

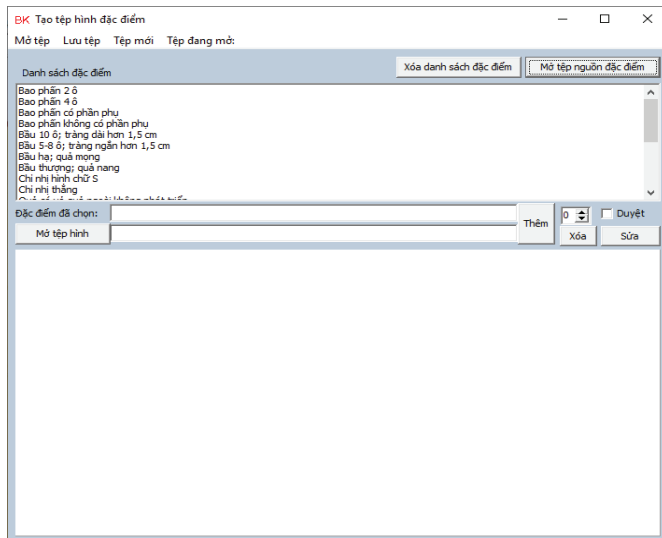
3.1. Kết quả thiết kế hộp thoại để tạo tệp thông tin về tệp hình của từng đặc điểm

Hình 4 là hộp thoại “Tạo tệp hình đặc điểm” được dùng để tạo tệp thông tin về tệp hình của từng đặc điểm - “Tệp hình đặc điểm”. “Tệp hình đặc điểm” bao gồm thông tin về các cặp đặc điểm và tên tệp hình minh họa cho đặc điểm đó (cặp “Đặc điểm - Tên tệp hình”).



Hình 4. Hộp thoại tạo tệp hình đặc điểm.

Đặc điểm có thể gõ mới nhưng cũng có thể lấy từ một khóa phân loại. Nút “Mở tệp nguồn đặc điểm” được dùng để mở tệp khóa, kích chuột lên nút này và chọn một tệp khóa, các đặc điểm của khóa sẽ được cập nhật vào hộp “Danh sách đặc điểm” (hình 5).

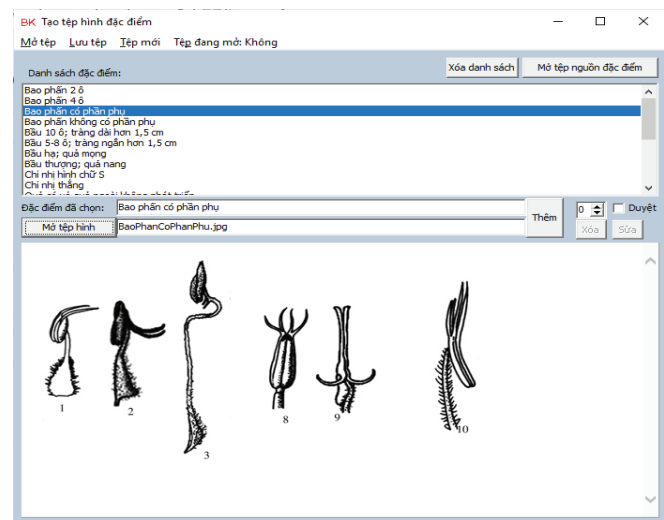


Hình 5. Hộp thoại tạo tệp hình đặc điểm sau khi đã mở tệp ericaceae.bki.

Nút “Xóa” được sử dụng cho việc xóa danh sách đặc điểm khi ta không cần dùng nữa. Hai nút “Mở tệp nguồn đặc điểm” và “Xóa” có cùng đối tượng tác động là hộp “Danh sách đặc điểm” và được để gần nhau bên trên hộp “Danh sách đặc điểm”. Khi kích chuột vào nút “Mở tệp nguồn đặc điểm” có thể mở 2 loại tệp là

khóa số đa truy (có phần mở rộng trong BIOKEYS là ‘.bki’) và lưỡng phân (có phần mở rộng trong BIOKEYS là ‘.bkt’). Đặc điểm còn có trong một dạng tệp khác là tệp dữ liệu lưỡng phân (‘.bk0’). Việc chỉ lấy đặc điểm từ hai dạng tệp khóa (‘.bki’ và ‘.bkt’) là do các đặc điểm trong các khóa này đã được lựa chọn cẩn thận khi xây dựng khóa thường và khóa số.

Khung hình phía dưới hộp thoại được dùng để ghép đặc điểm và tệp hình ảnh cho chính xác. Việc ghép một tệp hình với một đặc điểm được thực hiện qua việc gõ hoặc chọn một đặc điểm từ danh sách (trong hộp “Danh sách đặc điểm”) vào hộp văn bản “Đặc điểm đã chọn” rồi mở tệp hình vào khung hình và hiển thị tên tệp hình vào hộp văn bản thứ hai (cạnh nút “Mở tệp ảnh”). Ở đây có một nút lệnh để chốt các cặp “Đặc điểm - Tên tệp hình” là nút “Thêm”. Với việc kích chuột lên nút “Thêm”, thông tin về cặp “Đặc điểm - Tên tệp hình” được chuyển vào “Tệp hình đặc điểm” (hình 6).



Hình 6. Hộp thoại tạo tệp hình đặc điểm sau khi mở tệp hình (BaoPhanCoPhanPhu.jpg).

Để làm việc với “Tệp hình đặc điểm” trong hộp thoại có các trình đơn “Mở tệp, Lưu tệp, Tệp mới”. Để làm việc với một “Tệp hình đặc điểm” đã được lưu vào tệp (khuôn thức ‘.bkp’) ta kích chuột vào trình đơn “Mở tệp” và chọn tệp để mở. Kích chuột vào trình đơn “Tệp mới” sẽ xóa hết thông tin trong bộ nhớ làm việc của “Tệp hình đặc điểm” hiện hành. Kích chuột vào trình đơn “Lưu tệp” ta có thể lưu “Tệp hình đặc điểm” hiện hành vào tệp khuôn thức ‘.bkp’.

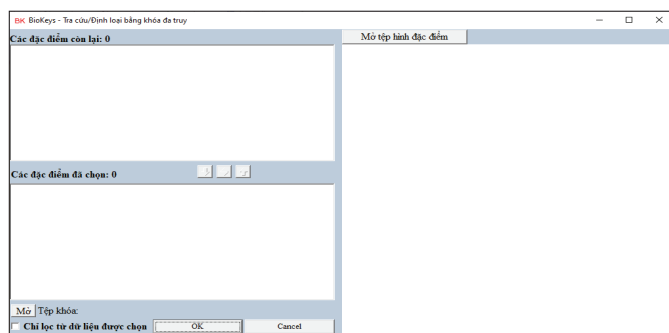
Khi làm việc với một “Tệp hình đặc điểm”, ta tích chọn nút “Duyệt” để vào chế độ chỉnh sửa các cặp “Đặc điểm - Tên tệp hình” đã có. Ở chế độ này ta dùng nút tăng giảm để duyệt danh sách các cặp “Đặc điểm - Tên tệp hình”. Trong khi duyệt ta có thể xóa cặp “Đặc điểm - Tên tệp hình” hiện hành có số thứ tự là số trên nút tăng giảm bằng việc kích chuột vào nút “Xóa”. Ta cũng có thể sửa đặc điểm hoặc mở tệp hình mới cho cặp “Đặc điểm - Tên tệp hình” hiện hành, sau đó kích chuột vào nút “Sửa” để cập nhật. Để lưu những thay đổi của tệp hiện hành ta kích chuột lên trình đơn “Lưu tệp”.

Để thêm cặp “Đặc điểm - Tên tập hình” mới vào “Tập hình đặc điểm” hiện hành ta bỏ tích nút chọn “Duyệt”, khi đó nút lệnh “Thêm” có hiệu lực. Khi đó ta có thể gõ hoặc kích chọn một đặc điểm từ hộp “Danh sách đặc điểm” và mở chọn một tập hình rồi kích chuột lên nút lệnh “Thêm” để nạp cặp “Đặc điểm - Tên tập hình” vừa tạo vào “Tập hình đặc điểm” hiện hành.

Ngoài ra, để tiện cho người dùng, tên tập đang mở sẽ được hiển thị trong một trình đơn “Tập đang mở”.

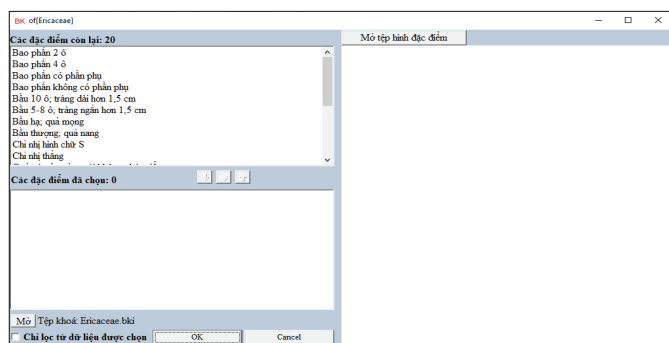
3.2. Kết quả bổ sung tính năng hiển thị hình ảnh các đặc điểm trong hộp thoại định loại bằng khóa số đa truy

Hình 7 là hộp thoại định loại bằng khóa số đa truy đã được thiết kế lại để hiển thị hình ảnh minh họa đặc điểm. Môi trường hiển thị hình ảnh là đối tượng trình duyệt web (webbrowser) được đặt trong khung hình ảnh ở bên phải hộp thoại.

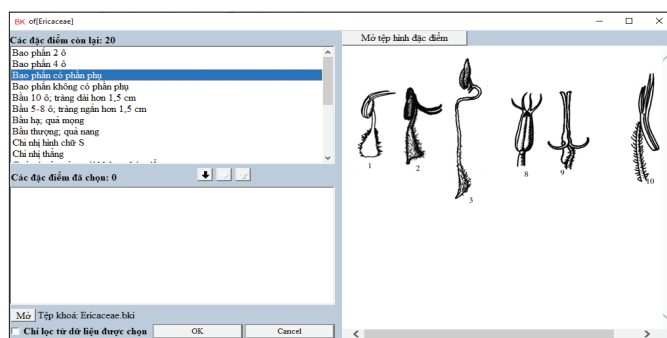


Hình 7. Hộp thoại định loại bằng khóa số đa truy của BIOKEYS sau khi thiết kế lại.

Trước khi tra cứu, định loại cần kích chuột vào nút “Mở” ở góc dưới bên trái để mở tệp khóa số đa truy (tệp có phần mở rộng ‘.bki’), phần mềm BIOKEYS sẽ hiển thị toàn bộ các đặc điểm của khóa vào hộp danh sách “Các đặc điểm còn lại” (hình 8). Đồng thời cũng cần kích chuột vào nút “Mở tập hình đặc điểm” bên trên khung hình ảnh để mở “Tập hình đặc điểm”. Khi người dùng kích chuột chọn một đặc điểm ở hộp “Các đặc điểm còn lại” hoặc ở hộp “Các đặc điểm đã chọn” BIOKEYS dựa vào thông tin trong “Tập hình đặc điểm” để mở tập hình của đặc điểm và hiển thị hình đó lên khung hình bên phải (hình 9).



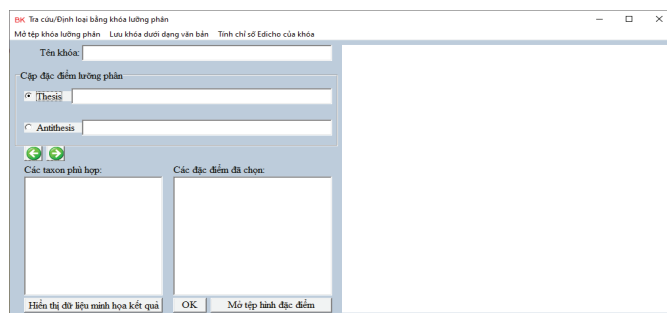
Hình 8. Hộp thoại định loại bằng khóa số đa truy của BIOKEYS sau khi mở tệp khóa.



Hình 9. Hộp thoại định loại bằng khóa số đa truy của BIOKEYS sau khi chọn đặc điểm.

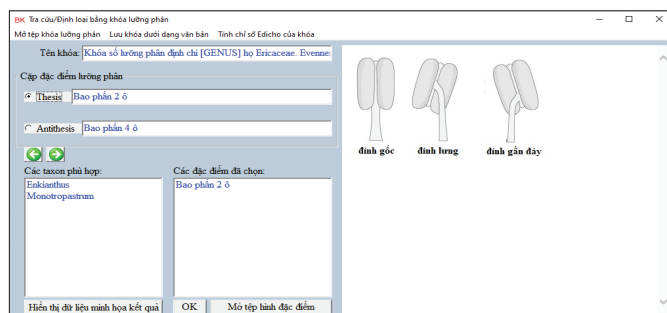
3.3. Kết quả bổ sung tính năng hiển thị hình ảnh các đặc điểm trong hộp thoại định loại bằng khóa số lưỡng phân

Hình 10 là hộp thoại định loại bằng khóa số lưỡng phân đã được thiết kế lại để hiển thị hình ảnh minh họa đặc điểm. Môi trường hiển thị hình ảnh là đối tượng trình duyệt web (webbrowser) được đặt trong khung hình ảnh ở bên phải hộp thoại.



Hình 10. Hộp thoại định loại bằng khóa số lưỡng phân của BIOKEYS sau khi thiết kế lại.

Khi tra cứu, trước hết cần kích chuột vào nút “Mở tập hình đặc điểm” ở phía dưới hộp thoại để mở “Tập hình đặc điểm” (ericaceae.bkp). Sau đó kích chuột vào trình đơn “Mở tập khóa lưỡng phân” để mở tệp khóa số lưỡng phân (ericaceae.bkt), phần mềm BIOKEYS sẽ hiển thị cặp đặc điểm đầu tiên (bao gồm tất cả các taxon) của khóa vào các hộp “Thesis” và “Antithesis”. Đồng thời phần mềm cũng hiển thị hình của đặc điểm được chọn tự động (hình 11).



Hình 11. Hộp thoại định loại bằng khóa số lưỡng phân sau khi mở tệp khóa và tập hình đặc điểm.

Khi người dùng kích chuột chọn đặc điểm “Thesis” hoặc “Antithesis” BIOKEYS cũng hiển thị hình ảnh minh họa đặc điểm đó như trên.

4. Bàn luận

Như vậy, việc bổ sung tính năng hiển thị hình ảnh đặc điểm trong hộp thoại được thực hiện thông qua việc bổ sung đối tượng hiển thị hình ảnh trong các hộp thoại định loại và tạo tệp thông tin về tệp hình ảnh của từng đặc điểm phân loại (“Tệp hình đặc điểm”). Việc tạo “Tệp hình đặc điểm” được thực hiện thông qua hộp thoại “Tạo tệp hình đặc điểm”. Việc thiết kế các đối tượng trên các hộp thoại thực chất là việc chọn và sắp xếp các đối tượng có sẵn trong thư viện các đối tượng nhìn thấy được của DELPHI. Việc lập trình cho hoạt động của các đối tượng trên các hộp thoại là viết mã Pascal cho các sự kiện của chúng.

Do các đặc điểm phân loại mang tính chuyên môn sâu, việc tạo ra “Tệp hình đặc điểm” cần đến sự đóng góp của chuyên gia phân loại để đảm bảo hình ảnh thể hiện chuẩn xác đặc điểm phân loại tương ứng. Để sử dụng tính năng mới, trước khi thực hiện định loại cần mở “Tệp hình đặc điểm” của khóa phân loại được sử dụng.

Khi BIOKEYS đọc một “Tệp hình đặc điểm”, thông tin về các đặc điểm và các “Tệp hình đặc điểm” tương ứng được lưu trong bộ nhớ làm việc dưới dạng mảng các bản ghi, mỗi bản ghi gồm 2 trường kiểu chuỗi ký tự là tên tệp hình ảnh và đặc điểm phân loại tương ứng. Mỗi khi người dùng kích chuột lên một đặc điểm khóa số đa truy hoặc mỗi khi một đặc điểm khóa số lưỡng phân được lựa chọn (khi làm việc với khóa số lưỡng phân), BIOKEYS tra thông tin trong “Tệp hình đặc điểm” và mở tệp hình ảnh tương ứng trong hộp thoại. Như vậy, một “Tệp hình đặc điểm” có thể phục vụ nhiều khóa số phân loại, cả khóa số đa truy và lưỡng phân, nếu nó chứa thông tin về tệp hình ảnh của tất cả các đặc điểm trong các khóa phân loại đó.

Khi sử dụng các “Tệp hình đặc điểm” do người dùng tự tạo ra, tệp này và các tệp hình ảnh đã được đưa tên vào tệp này cần được tập hợp vào thư mục con CharPict của thư mục cài đặt BIOKEYS.

Tính năng mới này của BIOKEYS có thể được ứng dụng trong công tác đào tạo. Với tính năng này các giáo viên, giảng viên có thể sử dụng BIOKEYS như một công cụ giảng dạy hữu hiệu: giáo viên, giảng viên chuẩn bị các tệp hình ảnh và tạo “Tệp hình đặc điểm” cho học sinh sử dụng các khóa phân loại hiện có để học tập, tra cứu.

5. Kết luận

Tính năng hiển thị hình ảnh các đặc điểm trong các hộp thoại định loại bằng khóa đa truy và hộp thoại định loại bằng khóa số lưỡng phân đã được bổ sung.

“Tệp hình đặc điểm” sử dụng cho tính năng này có thể được tạo ra trong hộp thoại “Tạo tệp hình đặc điểm”.

Với việc bổ sung tính năng này, người dùng BIOKEYS có thể được hỗ trợ trong việc xác định đặc điểm của mẫu cần định loại nếu dùng khóa số định loại đã có “Tệp hình đặc điểm”, góp phần tạo điều kiện thuận lợi trong việc xác định tên khoa học của các loài sinh vật.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] N.V. Sinh (2015), “BIOKEYS - An integrated system for working with database and polyclave identification keys of various taxonomic levels”, *Vietnam Journal of Science and Technology*, **53**(2), pp.127-138, DOI: 10.15625/0866-708X/53/2/3684.
- [2] N.V. Sinh (2019a), “BIOKEYS software: An introduction for dichotomous keys use”, *Botanica Pacifica*, **8**(2), pp.107-110, DOI: 10.17581/bp.2019.08203.
- [3] N.V. Sinh (2017), *Final Report on The Topic at The Vietnam Academy of Science and Technology Level, Code VAST04.06/16-17*, Vietnam Academy of Science and Technology, 50pp (in Vietnamese).
- [4] N.V. Sinh, M. Wiemers, J. Settele (2017), “Proposal for an index to evaluate dichotomous keys”, *Zookeys*, **685**, pp.83-89, DOI: 10.3897/zookeys.685.13625.
- [5] R. Leggett, B.K. Kirchoff (2011), “Image use in field guides and identification keys: Review and recommendations”, *AoB Plants*, **2011**, DOI: 10.1093/aobpla/plr004.
- [6] S. Scharf (2009), “Identification keys, the ‘natural method’ and the development of plant identification manuals”, *Journal of The History of Biology*, **42**, pp.73-117.
- [7] B. Baldwin (2002), *The Jepson Desert Manual*, University of California Press, 577pp.
- [8] R.L. Dressler (1993), *Field Guide to The Orchids of Costa Rica and Panama*, Cornell University Press, 375pp.
- [9] J.R. John, O. Whitaker (1996), *Field Guide to North American Mammals*, National Audubon Society, 745pp.
- [10] R.C. Stebbins (1985), *A Field Guide to Western Reptiles and Amphibians*, Houghton Mifflin, 542pp.
- [11] W. Hawthorne (2006), *Plant Characters Suitable for Field Guides, Plant Identification: Creating User-Friendly Guides for Biodiversity Management*, UK Earthscan, pp.121-149.
- [12] H. Silva, R. Pinho, L. Lopes, et al. (2011), “Illustrated plant identification keys: An interactive tool to learn botany”, *Computers & Education*, **56**(4), pp.969-973, DOI: 10.1016/j.compedu.2010.11.011.
- [13] N.V. Sinh (2014), *BIOKEYS - Software to Create and Use Multiple Retrieval Keys to Look Up/Identify Flora and Fauna at Different Taxonomic Levels and Illustrate Results Using a Database*, Vietnam Academy of Science and Technology (in Vietnamese).
- [14] MARCOCANTU (2021) *Object Pascal Handbook Delphi 10.4 Sydney Edition*, <https://www.marcocantu.com/objectpascal>, accessed 28 September 2022.
- [15] N.V. Sinh (2019b), *BIOKEYS Software Creates and Uses Multiple Access Keys and Dichotomous Keys, Creates Databases and Illustrates Search and Classification Results*, Institute of Ecology and Biological Resources (in Vietnamese).
- [16] N.T.T. Huong (2012), *Classification Study of The Rhododendron Family (Ericaceae Juss.) in Vietnam*, Doctoral Thesis in Biology, Institute of Ecology and Biological Resources (in Vietnamese).

Nghiên cứu quá trình trích ly siêu âm hàm lượng tổng phenolic, flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa từ lá cây dây thìa canh (*Gymnema sylvestre*)

Nguyễn Tân Thành^{1*}, Nguyễn Thị Uyển Nhi¹, Đinh Thị Trường Giang², Trương Chiến Thắng³, Bùi Xuân Hưng²

¹Viện Công nghệ Hóa sinh - Môi trường, Trường Đại học Vinh, 182 Lê Duẩn, phường Trường Thi, TP Vinh, tỉnh Nghệ An, Việt Nam

²Khoa Hóa học, Trường Sư phạm, Trường Đại học Vinh, 182 Lê Duẩn, phường Trường Thi, TP Vinh, tỉnh Nghệ An, Việt Nam

³Khoa Dược, Trường Đại học Y khoa Vinh, 161 Nguyễn Phong Sắc, phường Hưng Dũng, TP Vinh, tỉnh Nghệ An, Việt Nam

Ngày nhận bài 20/9/2021; ngày chuyển phản biện 22/9/2021; ngày nhận phản biện 11/10/2021; ngày chấp nhận đăng 18/10/2021

Tóm tắt:

Nghiên cứu thực hiện nhằm nâng cao hiệu suất thu hồi hàm lượng tổng phenolic (TPC), flavonoid (TFC) và hoạt tính chống oxy hóa từ lá cây dây thìa canh (*Gymnema sylvestre*) bằng phương pháp đáp ứng bề mặt (response surface methodology - RSM). Thí nghiệm được bố trí theo phương pháp Box - Behnken; xây dựng điều kiện trích ly tối ưu hàm lượng TPC (Y_1 , %), TFC (Y_2 , %) và hoạt tính chống oxy hóa (Y_3 , %) với 4 yếu tố là nhiệt độ trích ly (X_1), thời gian siêu âm (X_2), nồng độ dung môi ethanol (X_3) và công suất siêu âm (X_4). Kết quả cho thấy, điều kiện tối ưu hóa quá trình trích ly siêu âm để thu được hàm lượng các hợp chất có hoạt tính sinh học cao nhất là ở 62°C, thời gian siêu âm 50 phút, nồng độ dung môi 55% và công suất siêu âm là 300 W. Với điều kiện này, hàm lượng TPC đạt 21,2±0,5 mg GAE/g, TFC 8,2±0,15 mg CE/g và hoạt tính chống oxy hóa đạt 72,5±0,5%.

Từ khóa: flavonoid, *Gymnema sylvestre*, hoạt tính chống oxy hóa, phenolic, phương pháp đáp ứng bề mặt, trích ly siêu âm.

Chỉ số phân loại: 1.4

1. Đặt vấn đề

Dây thìa canh thuộc chi Lỗ ti (*Gymnema*) họ Trúc đào (Apocynaceae), còn được gọi là Lỗ ti rừng. Hiện nay, chi *Gymnema* được trồng phổ biến trên thế giới với mục đích chính là chữa bệnh tiểu đường. Trên thế giới, dây thìa canh còn được gọi với các tên gọi khác nhau như: Diabeticin (Ấn Độ), Sugarest (Mỹ) hay Glucos care (Singapore)... Loại cây này được tìm thấy đầu tiên ở Ấn Độ và phát triển nhiều nhất ở thung lũng Paltacot miền trung nam nước này. Ngoài ra, chúng còn được phân bố nhiều ở Trung Quốc, Indonesia và Việt Nam [1, 2]. Các bộ phận trên mặt đất của dây thìa canh đều có thể dùng làm thuốc [3]. Dây thìa canh gồm có 2 loại là lá to và nhỏ, trong đó loại lá to có tác dụng dược lý tốt hơn loại lá nhỏ. Theo dân gian, dây thìa canh là loại cây có giá trị dược liệu cao và được dùng để chữa bệnh tiểu đường, tăng huyết áp, rối loạn chuyển hóa lipid..., vì vậy loài cây này được trồng nhiều ở nước ta.

Hiện nay, có nhiều công trình trên thế giới công bố về hoạt tính sinh học của dây thìa canh như: khả năng hạ đường huyết, chống viêm loét, kháng khuẩn cùng khả năng chống oxy hóa, dị ứng... Nhiều nhà khoa học trên thế giới đã công bố về thành phần hóa học trong cây dây thìa canh gồm các chất như flavone, alkaloid, acid formic, chlorophylls, anthraquinone, hentriacontane, pentatriacontane, resins, phytin, d-quercitol, acid tartaric, acid butyric, lupeol, saponin [4-8]. Ở Việt Nam, các nhà khoa học cũng tập trung nghiên cứu nhiều về thành phần hóa học và hoạt tính sinh

học từ cây dây thìa canh, tuy nhiên nghiên cứu sâu về quá trình tách chiết các hoạt chất chống oxy hóa từ loài cây này còn nhiều hạn chế. Nghiên cứu này tập trung vào việc xác định thông số trích ly tối ưu có sự hỗ trợ của sóng siêu âm nhằm nâng cao hàm lượng các hợp chất có hoạt tính chống oxy hóa từ lá cây dây thìa canh.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng

Lá cây dây thìa canh được thu tại vùng đệm Vườn quốc gia Pù Mát (tỉnh Nghệ An). Mẫu được định danh bởi Viện Sinh thái và Tài nguyên Sinh vật, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam. Mẫu nguyên liệu sau khi sấy được nghiền nhỏ và bảo quản ở -20°C trước khi tiến hành các nghiên cứu tiếp theo.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Trích ly siêu âm: Mỗi thí nghiệm cân 10 g mẫu cho vào bình tam giác thể tích 500 ml, thêm dung môi với tỷ lệ cho trước theo phương pháp bố trí thí nghiệm tối ưu. Cho bình vào thiết bị siêu âm CYF-TES600N-4S (Đài Loan), điều chỉnh công suất sóng siêu âm theo các điều kiện thí nghiệm. Tiến hành trích ly theo thời gian định trước. Sau khi kết thúc quá trình trích ly, dịch được lọc qua giấy lọc và đưa đi phân tích.

Xác định hàm lượng TPC: Hàm lượng TPC từ dịch chiết lá cây dây thìa canh được xác định theo phương pháp Folin-

*Tác giả liên hệ: Email: nguyentanthanh@vinhuni.edu.vn

Ultrasonic extraction of total phenolics, total flavonoids, and antioxidant activities from *Gymnema sylvestre*

Tan Thanh Nguyen^{1*}, Thi Uyen Nhi Nguyen¹,
Thi Truong Giang Dinh²,
Chien Thang Truong³, Xuan Hung Bui²

¹School of Chemistry, Biology and Environment, Vinh University,
182 Le Duan Street, Truong Thi Ward, Vinh City, Nghe An Province, Vietnam

²Faculty of Chemistry, School of Education, Vinh University,
182 Le Duan Street, Truong Thi Ward, Vinh City, Nghe An Province, Vietnam

³Pharmacy Faculty, Vinh Medical University,
161 Nguyen Phong Sac Street, Hung Dung Ward, Vinh City, Nghe An Province, Vietnam

Received 20 September 2021; revised 11 October 2021; accepted 18 October 2021

Abstract:

The study on ultrasonic extraction conditions aims to improve the yield of total phenolic content, total flavonoid content, and antioxidant activity from the leaves of *Gymnema sylvestre* by response surface methodology (RSM). The experimental arrangement according to the Box - Benhken method, the optimal extraction conditions were established for total phenolic content (Y_1 , %), total flavonoid content (Y_2 , %), and antioxidant activity (Y_3 , %), with four factors, are extraction temperature (X_1), ultrasonic time (X_2), concentration of ethanol solvent (X_3), and ultrasonic power (X_4). According to the model, the optimal conditions for ultrasonic extraction to obtain the highest content of biologically active compounds are extraction temperature of 62°C, ultrasonic time of 50 minutes, solvent concentration of 55%, and ultrasonic power is 300 W. Under this condition, the total phenolic content was 21.2±0.5 mg GAE/g, the total flavonoid content was 8.2±0.15 mg CE/g, and the highest antioxidant activity was 72.5±0.5%.

Keywords: antioxidant activity, flavonoid, *Gymnema sylvestre*, phenolic, response surface methodology, ultrasonic extraction.

Classification number: 1.4

Ciocalteu [9]. Hút 1 ml dịch mẫu pha loãng, thêm 5 ml thuốc thử Folin-Ciocalteu 10% và lắc đều, sau 3 phút tiếp tục thêm 4 ml dung dịch Na_2CO_3 7,5%, lắc đều và để yên 1h trong bóng tối, sau đó tiến hành so màu ở bước sóng 765 nm bằng máy đo quang phổ Agilent 8453.

Xác định hàm lượng TFC: Hàm lượng TFC từ dịch chiết lá cây dây thìa canh được xác định theo phương pháp Al-flavonoid [10]. Đo độ hấp thụ ở bước sóng 510 nm, dùng chất chuẩn là catechin. Một phần dịch chiết (1 ml) hoặc dung dịch catechin chuẩn được thêm vào bình định mức 10 ml chứa 4 ml H_2O . Sau đó, thêm 0,3 ml NaNO_2 5%, 5 phút sau thêm 0,3 ml dung dịch AlCl_3 10%; sau 6 phút, cho thêm 2 ml NaOH 1 M và định mức đến thể tích 10 ml bằng nước cất. Dung dịch được trộn đều và độ hấp thụ được đo ở bước sóng 510 nm bằng máy đo quang phổ Agilent 8453.

Xác định hoạt tính chống oxy hóa theo khả năng khử gốc tự do DPPH: Dịch chiết lá cây dây thìa canh được đánh giá hoạt tính chống oxy hóa thông qua xác định khả năng khử gốc tự do DPPH theo phương pháp của H. Y. Fu và cs (2002) [11]. Lấy khoảng 20 đến 140 μl dịch chiết pha với nước cất để hỗn hợp dịch đạt thể tích 3 ml. Sau đó, thêm 1 ml dung dịch DPPH 0,2 mM, lắc đều và để yên trong bóng tối 30 phút. Độ hấp thụ quang học được đo ở bước sóng 517 nm bằng máy Agilent 8453.

Khả năng khử gốc tự do DPPH được xác định theo công thức sau:

$$\text{DPPH (\%)} = 100 \times (\text{Abs}_s - \text{Abs}_c) / \text{Abs}_s$$

trong đó Abs_s : độ hấp thụ quang học của mẫu trắng không chứa dịch chiết; Abs_c : độ hấp thụ quang học của mẫu có chứa dịch chiết.

Bố trí thí nghiệm và tối ưu hóa điều kiện sấy: Lựa chọn RSM để tối ưu hóa điều kiện trích ly siêu âm hàm lượng TPC, TFC và hoạt tính chống oxy hóa từ lá cây dây thìa canh. Bốn thông số được nghiên cứu trong quá trình trích ly bao gồm: nhiệt độ (X_1), thời gian siêu âm (X_2), nồng độ dung môi ethanol (X_3) và công suất siêu âm (X_4). Các thí nghiệm được bố trí theo phương pháp Box - Benhken, gồm 27 thí nghiệm với 3 thí nghiệm ở tâm. Mỗi thí nghiệm được tiến hành 3 lần và lấy kết quả trung bình. Mô hình toán học mô tả ảnh hưởng của các biến độc lập đối với biến phụ thuộc có dạng hàm đa thức bậc hai tổng quát như sau:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j$$

trong đó Y: biến phụ thuộc (hàm mục tiêu); X_i, X_j : biến mã hóa (biến độc lập) ảnh hưởng đến Y; $\beta_0, \beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$: các hệ số hồi quy.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Thiết lập mô hình

Sử dụng phần mềm Design-Expert®, phiên bản 7.0 để đánh giá ảnh hưởng của các thông số quan trọng của quá

trình trích ly đến hàm lượng TPC, TFC và hoạt tính chống oxy hóa từ lá cây dây thìa canh. Các thông số được mã hóa theo các mức như ở bảng 1.

Bảng 1. Bảng mã hóa của các biến độc lập.

Các biến độc lập	Đơn vị	Ký hiệu	Các mức mã hóa		
			-1	0	+1
Nhiệt độ trích ly	°C	X ₁	50	60	70
Thời gian siêu âm	phút	X ₂	30	45	60
Nồng độ dung môi ethanol	%	X ₃	40	55	70
Công suất siêu âm	W	X ₄	200	300	400

Các thí nghiệm được thực hiện với thông số tỷ lệ nguyên liệu/dung môi trích ly là 1/30 g/ml. Phương án bố trí và kết quả thí nghiệm được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 2. Thiết kế thí nghiệm và kết quả.

Thí nghiệm	X ₁ (°C)	X ₂ (phút)	X ₃ (%)	X ₄ (W)	Hàm lượng TPC Y ₁ (mg GAE/g)	Hàm lượng TFC Y ₂ (mg CE/g)	Hoạt tính chống oxy hóa Y ₃ (%)
1	-1	1	0	0	18,26	6,34	73,29
2	1	0	0	1	23,17	7,64	71,77
3	0	0	-1	1	22,55	7,67	70,04
4	1	0	1	0	16,79	5,42	73,43
5	0	-1	1	0	16,21	5,22	71,70
6	0	1	1	0	17,98	5,21	74,08
7	0	-1	0	-1	15,86	4,71	73,38
8	0	-1	0	1	20,18	6,93	70,98
9	0	0	-1	-1	21,29	6,34	70,53
10	1	0	0	-1	15,49	5,51	74,08
11	-1	0	1	0	15,71	4,68	73,21
12	0	0	1	1	19,48	6,92	70,37
13	0	1	0	-1	19,53	6,54	73,70
14	0	0	1	-1	15,54	4,06	74,41
15	0	0	0	0	22,76	7,94	74,1
16	1	-1	0	0	17,13	6,17	73,39
17	1	1	0	0	18,50	7,17	73,64
18	0	0	0	0	24,31	8,43	74,21
19	1	0	-1	0	22,08	7,48	72,79
20	-1	0	0	-1	16,26	5,22	73,40
21	-1	0	-1	0	16,75	5,12	71,67
22	0	0	0	0	21,58	8,16	74,48
23	-1	-1	0	0	15,16	4,48	70,29
24	0	1	-1	0	22,94	7,74	70,16
25	0	-1	-1	0	17,51	5,19	70,41
26	0	1	0	1	21,73	7,88	73,31
27	-1	0	0	1	17,22	5,68	70,49

Từ các phân tích hồi quy tuyến tính của 27 thí nghiệm đã xây dựng được phương trình hồi quy bậc hai của hàm lượng TPC, TFC và hoạt tính chống oxy hóa như sau:

$$Y_1 = 22,88 + 1,15X_1 + 1,41X_2 - 1,78X_3 + 1,70X_4 - 0,43X_1X_2 - 1,06X_1X_3 + 1,68X_1X_4 - 0,92X_2X_3 - 0,53X_2X_4 + 0,67X_3X_4 - 3,35X_1^2 - 2,29X_2^2 - 1,81X_3^2 - 1,38X_4^2$$

$$Y_2 = 8,18 + 0,66X_1 + 0,68X_2 - 0,67X_3 + 0,86X_4 - 0,22X_1X_2 - 0,40X_1X_3 + 0,42X_1X_4 - 0,64X_2X_3 - 0,22X_2X_4 + 0,38X_3X_4 - 1,28X_1^2 - 0,95X_2^2 - 1,26X_3^2 - 0,76X_4^2$$

$$Y_3 = 74,26 + 0,56X_1 + 0,67X_2 + 0,97X_3 - 1,04X_4 - 0,69X_1X_2 - 0,22X_1X_3 + 0,15X_1X_4 + 0,66X_2X_3 + 0,5X_2X_4 - 0,89X_3X_4 - 0,47X_1^2 - 0,86X_2^2 - 1,55X_3^2 - 1,10X_4^2$$

Kết quả phân tích ANOVA mô hình bậc 2 của Y₁, Y₂ và Y₃ được đánh giá bằng các giá trị F, p và R² tương ứng (bảng 3). Giá trị F của Y₁, Y₂, Y₃ lần lượt là 17,76, 45,08 và 7,81 đều thỏa mãn điều kiện p<0,05, điều này cho thấy các mô hình hoàn toàn có ý nghĩa thống kê với độ tin cậy cao (p<0,0005).

Bảng 3. Kết quả phân tích hồi quy hàm lượng TPC, TFC và hoạt tính chống oxy hóa.

Nguồn	Y ₁ (TPC)		Y ₂ (TFC)		Y ₃ (Yield)	
	Giá trị F	Giá trị p	Giá trị F	Giá trị p	Giá trị F	Giá trị p
Mô hình	17,76	<0,0001	45,08	<0,0001	7,81	0,0005
X ₁	19,31	0,0009	76,59	<0,0001	7,28	0,0194
X ₂	28,93	0,0002	82,74	<0,0001	10,30	0,0075
X ₃	46,48	<0,0001	79,73	<0,0001	21,50	0,0006
X ₄	42,03	<0,0001	132,21	<0,0001	25,12	0,0003
X ₁ X ₂	0,91	0,3588	2,74	0,1235	3,62	0,0812
X ₁ X ₃	5,49	0,0371	9,74	0,0089	0,39	0,5449
X ₁ X ₄	13,74	0,0030	10,35	0,0074	0,17	0,6852
X ₂ X ₃	4,08	0,0664	24,31	0,0003	3,31	0,0937
X ₂ X ₄	1,37	0,2650	2,87	0,1159	1,94	0,1893
X ₃ X ₄	2,18	0,1651	8,68	0,0122	6,04	0,0302
X ₁ ²	72,76	<0,0001	129,58	<0,0001	2,28	0,1571
X ₂ ²	34,02	<0,0001	70,80	<0,0001	7,60	0,0174
X ₃ ²	21,25	0,0006	126,06	<0,0001	24,67	0,0003
X ₄ ²	12,28	0,0043	45,21	<0,0001	12,28	0,0044
Lack of fit	0,33	0,9085 ^{NS}	1,14	0,5536 ^{NS}	16,17	0,0596 ^{NS}
R ²	0,9540		0,9813		0,9011	

NS: không có ý nghĩa.

3.2. Phân tích các bề mặt đáp ứng

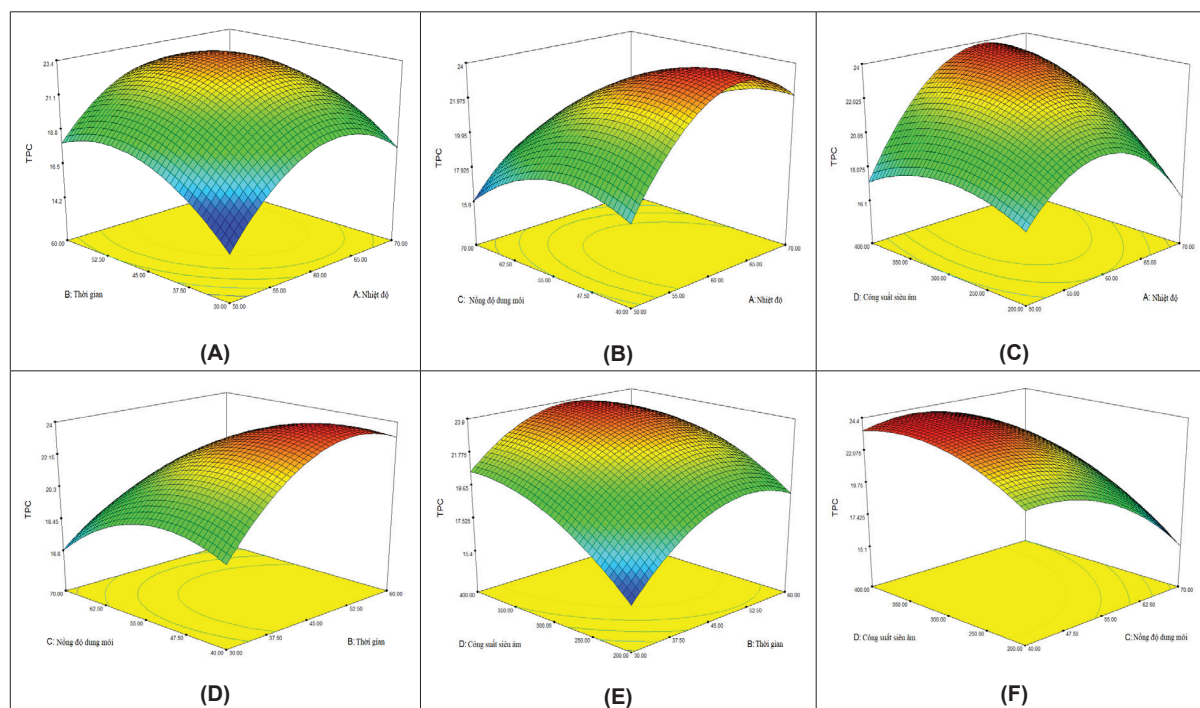
Dựa vào mô hình đa thức bậc 2 thực nghiệm, dữ liệu nghiên cứu được phân tích bằng RSM bằng phần mềm Design-Expert 7.0. Các trục X và Y của bề mặt đáp ứng ba chiều đại diện cho hai yếu tố, trục Z là một trong các chỉ số đánh giá là hàm lượng TPC, TFC và hoạt tính chống oxy hóa.

Phân tích bề mặt đáp ứng của hàm lượng TPC: Ảnh hưởng của các yếu tố đến quá trình trích ly siêu âm hàm lượng TPC từ lá cây dây thìa canh được thể hiện ở hình 1

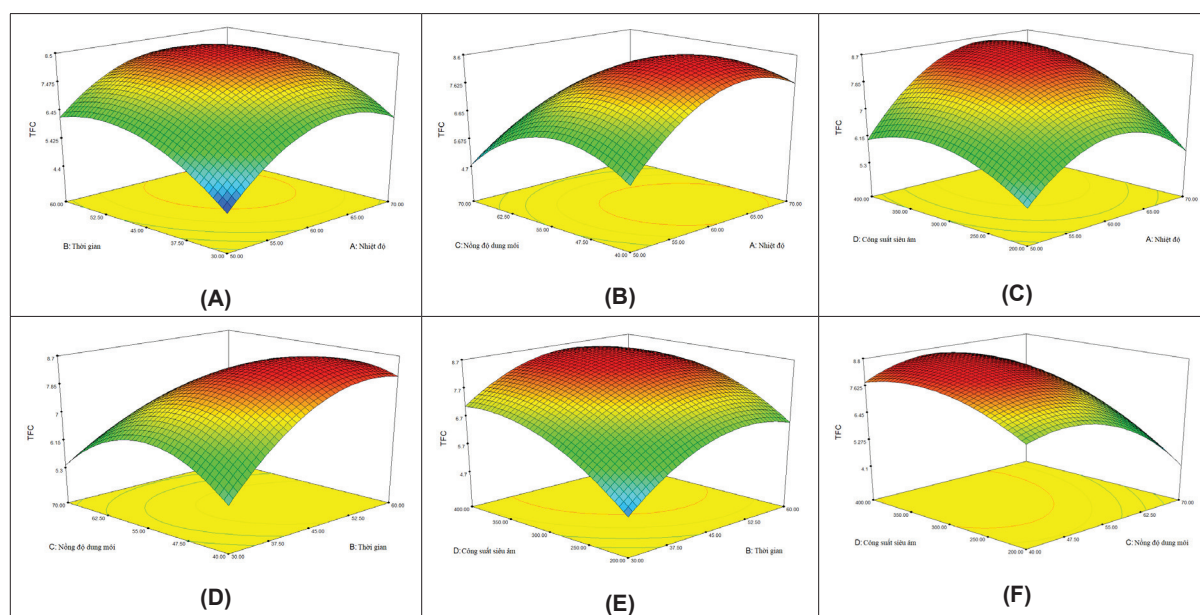
và bảng 3. Kết quả hình 1A và bảng 3 cho thấy, ảnh hưởng tương tác của nhiệt độ và thời gian siêu âm đến quá trình trích ly hàm lượng TPC khi nồng độ ethanol và công suất siêu âm được giữ ổn định tại tâm (nồng độ ethanol 55% và công suất siêu âm 300 W). Hai yếu tố này ảnh hưởng có ý nghĩa đến hàm lượng TPC thu được ($p < 0,05$). Tương tác của yếu tố nhiệt độ và thời gian siêu âm là xấp xỉ như nhau đến quá trình trích ly. Hàm lượng TPC tăng dần khi nhiệt độ tăng từ 50 đến 63°C, khi nhiệt độ tiếp tục tăng thì hàm lượng TPC có xu hướng giảm dần, hàm lượng TPC đạt cao nhất

khi nhiệt độ trích ly nằm trong khoảng 60 đến 65°C. Tương tự như vậy, khi thời gian siêu âm tăng từ 30 đến 52 phút thì hàm lượng TPC tăng, khi thời gian siêu âm tiếp tục tăng từ 52 đến 60 phút thì hàm lượng TPC giảm. Xu hướng này cũng giống như trong nghiên cứu của H.Z. Li và cs (2016) [12].

Kết quả hình 1F và bảng 3 cho thấy, ảnh hưởng của công suất siêu âm và nồng độ dung môi đến hàm lượng TPC khi nhiệt độ và thời gian siêu âm giữ ở mức tâm. Ảnh hưởng tương tác của 2 yếu tố này có ý nghĩa đến quá trình trích



Hình 1. Bề mặt đáp ứng hàm lượng TPC của quá trình trích ly dịch chiết từ lá cây dây thìa canh.



Hình 2. Bề mặt đáp ứng hàm lượng TFC của quá trình trích ly dịch chiết từ lá cây dây thìa canh.

ly ($p < 0,05$). Công suất siêu âm tăng thì hàm lượng TPC tăng, hàm lượng TPC cao nhất khi công suất siêu âm nằm trong khoảng 300-400 W. Ngược lại, khi nồng độ dung môi ethanol tăng thì hàm lượng TPC lại có xu hướng giảm, hàm lượng TPC cao nhất khi nồng độ dung môi này nằm trong khoảng 40-50%.

Phân tích bề mặt đáp ứng của hàm lượng TFC: Ảnh hưởng của các yếu tố đến quá trình trích ly hàm lượng TFC từ lá cây dây thìa canh được thể hiện ở hình 2 và bảng 3. Tương tự như phân tích bề mặt đáp ứng của quá trình trích ly hàm lượng TPC (hình 1), hàm lượng TFC cao nhất khi các yếu tố nhiệt độ nằm trong khoảng 60-68°C, thời gian 48-55 phút, nồng độ ethanol trong khoảng 40-55% và công suất siêu âm từ 300 đến 380 W.

3.3. Phân tích bề mặt đáp ứng của hoạt tính chống oxy hóa

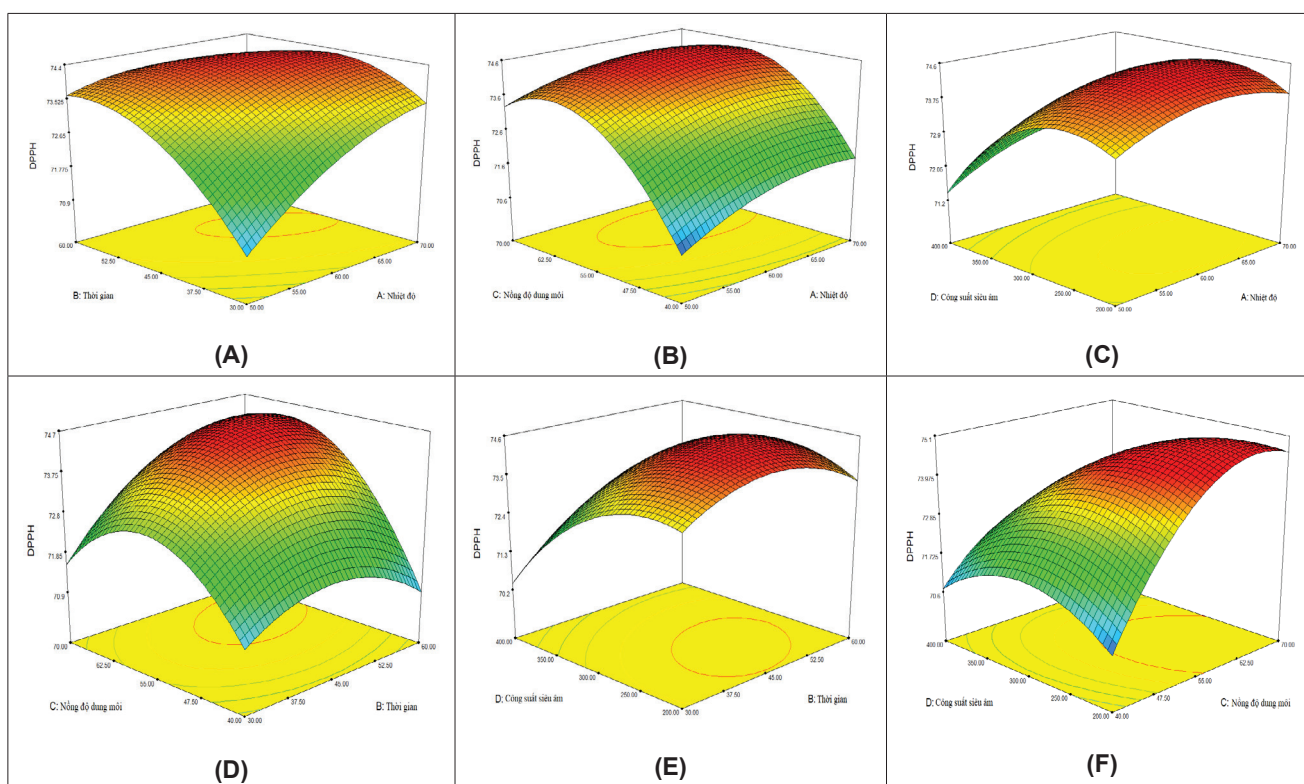
Hình 3 thể hiện bề mặt đáp ứng của hàm mục tiêu hoạt tính chống oxy hóa, trong đó hình 3A thể hiện ảnh hưởng tương tác của hai yếu tố nhiệt độ và thời gian siêu âm đến hoạt tính chống oxy hóa trong dịch chiết từ lá cây dây thìa canh. Thời gian siêu âm tăng thì hoạt tính chống oxy hóa tăng và đạt giá trị cao nhất khi thời gian nằm trong khoảng 52-60 phút. Tương tự, khi nhiệt độ trích ly tăng thì hoạt tính chống oxy hóa cũng tăng lên và đạt giá trị cao nhất khi nhiệt độ nằm trong khoảng 65-70°C. Hình 3F biểu diễn ảnh

hưởng của công suất siêu âm và nồng độ ethanol đến khả năng chống oxy hóa của dịch chiết. Công suất siêu âm tăng từ 200 đến 300 W thì hoạt tính chống oxy hóa tăng, khi công suất siêu âm tăng từ 300 đến 400 W thì hoạt tính chống oxy hóa giảm. Nồng độ ethanol tăng thì khả năng chống oxy hóa tăng, khả năng chống oxy hóa cao nhất khi nồng độ ethanol nằm trong khoảng 55-70%.

3.4. Tối ưu hóa mô hình

Thực nghiệm tối ưu hóa trên phần mềm Design-Expert® 7.0 quá trình trích ly siêu âm lá cây dây thìa canh nhằm thu được hàm lượng TPC, TFC và hoạt tính chống oxy hóa cao nhất cho kết quả như sau: nhiệt độ trích ly là 62,17°C, thời gian siêu âm 49,42 phút, nồng độ dung môi là 54,56% và công suất siêu âm là 304,71 W. Với điều kiện này thì hàm lượng TPC dự đoán thu được là 23,32 mg GAE/g, TFC 8,43 mg CE/g và hoạt tính chống oxy hóa là 74,37%.

Để phù hợp với các thông số công nghệ của thiết bị, tiến hành thực nghiệm lại mô hình tối ưu tại các thông số: nhiệt độ trích ly 62°C, thời gian siêu âm 50 phút, nồng độ dung môi 55% và công suất siêu âm 300 W, kết quả thu được như sau: hàm lượng TPC là 21,2±0,5 mg GAE/g, hàm lượng TFC 8,2±0,15 mg CE/g và hoạt tính chống oxy hóa là 72,5±0,5% (bảng 4). Kết quả thí nghiệm lại cho thấy quy trình trích ly phù hợp với giá trị tối ưu của mô hình.



Hình 3. Bề mặt đáp ứng hoạt tính chống oxy hóa của quá trình trích ly dịch chiết từ lá cây dây thìa canh.

Bảng 4. Kết quả trích ly siêu âm dịch chiết cây dây thìa canh theo điều kiện tối ưu (n=3).

Điều kiện tối ưu				Các hàm mục tiêu	Giá trị thực nghiệm	Giá trị dự đoán
X_1	X_2	X_3	X_4			
62°C	50 phút	55%	300 W	Y_1	21,2±0,5	23,32
				Y_2	8,2±0,15	8,43
				Y_3	72,5±0,5	74,37

4. Kết luận

Kết quả nghiên cứu đã tối ưu hóa được quá trình trích ly siêu âm nhằm thu được hàm lượng TPC, TFC và hoạt tính chống oxy hóa đạt giá trị cao nhất bằng RSM. Các thông số tối ưu của quá trình đã thu được là: nhiệt độ trích ly ở 62°C, thời gian siêu âm 50 phút, nồng độ dung môi 55% và công suất siêu âm 300 W, khi đó hàm lượng TPC cao nhất đạt 21,2±0,5 mg GAE/g, TFC đạt 8,2±0,15 mg CE/g và hoạt tính chống oxy đạt hóa cao nhất là 72,5±0,5%.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] S. Gurav, V. Gulkari, N. Duragkar, et al. (2007), "Pharmacognosy, phytochemistry, pharmacology and clinical applications of *Gymnema sylvestre* R Br", *Pharmacog. Rev.*, **1**(2), pp.338-343.

[2] S.E. Potawale, V.M. Shinde, L. Anandi, et al. (2008), "*Gymnema sylvestre*: A comprehensive review", *Pharmacologyonline*, **2**, pp.144-157.

[3] D.T. Loi (2006), *Vietnamese Medicinal Plants and Herbs*, Times Publishing House, 1268 pp (in Vietnamese).

[4] P. Daisy, J. Eliza, K.A.M. M. Farook (2009), "A novel dihydroxy gymnemic triacetate isolated from *Gymnema sylvestre* possessing normoglycemic and hypolipidemic activity on STZ-induced diabetic rats", *Journal of Ethnopharmacology*, **126**(2), pp.339-344, DOI: 10.1016/j.jep.2009.08.018.

[5] H.M. Liu, F. Kiuchi, Y. Tsuda (1992), "Isolation and structure elucidation of gymnemic acids, antisweet principles gymnema sylvestre", *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, **40**, pp.1366-1375, DOI: 10.1248/cpb.40.1366.

[6] B. Liu, H.A. Anane, A.A.I. Romaiyanet al. (2009), "Characterisation of the insulinotropic activity of an aqueous extract of *Gymnema sylvestre* in mouse β -cells and human islets of langerhans", *Cellular Physiology and Biochemistry*, **23**, pp.125-132, DOI: 10.1159/000204101

[7] N. Sahu, S.B. Mahato, S.K. Sarkar, et al. (1996), "Triterpenoid saponins from *Gymnema sylvestre*", *Phytochemistry*, **41**, pp.1181-1185, DOI:10.1016/0031-9422(95)00782-2.

[8] Y. Sugihara, H. Nojima, H. Matsuda, et al. (2000), "Antihyperglycemic effects of gymnemic acid IV, a compound derived from *Gymnema sylvestre* leaves in streptozotocin diabetic mice", *Journal of Asian Natural Products Research*, **2**(4), pp.321-327, DOI: 10.1080/10286020008041372.

[9] V.L. Singleton, R. Orthofer, R.M.L. Raventós (1999), "Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent", *Methods in Enzymology*, **299**, pp.152-178.

[10] D. Marinova, F. Ribarova, M. Atanasova (2005), "Total phenolics and total flavonoid in Bulgarian fruits and vegetables", *The Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, **40**(3), pp.255-260.

[11] H.Y. Fu, D.E. Shieh (2002), "Antioxidant and free radical scavenging activities of edible mushrooms", *Journal of Food Lipid*, **9**, pp.35-46, DOI: 10.1111/j.1745-4522.2002.tb00206.x.

[12] H.Z. Li, Z.J. Zhang, J. Xue, et al. (2016), "Optimization of ultrasound assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants and rosmarinic acid from perilla leaves using response surface methodology", *Food Science and Technology*, **36**(4), pp.686-693, DOI: 10.1590/1678-457X.13516.

Đặc điểm hình thái giới tính loài cà cuống *Lethocerus indicus* (Lepeletier et Serville, 1825) (Hemiptera: Belostomatidae) tại Lào

Sakkouna Phommavongsa^{1,2}, Nguyễn Phan Hoàng Anh^{1,3}, Vũ Quang Mạnh^{1,3*}

¹Trường Đại học Sư phạm Hà Nội, 136 Xuân Thủy, phường Dịch Vọng Hậu, quận Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

²Bộ Giáo dục và Thể thao Cộng hòa Dân chủ Nhân dân Lào, 1 Lan Chang, phường Xiêng Năng, Viêng Chăn, Lào

³Trường Đại học Nguyễn Tất Thành, 300A Nguyễn Tất Thành, phường 13, quận 4, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Ngày nhận bài 16/5/2022; ngày chuyển phản biện 20/5/2022; ngày nhận phản biện 10/6/2022; ngày chấp nhận đăng 14/6/2022

Tóm tắt:

Nghiên cứu đặc điểm hình thái của loài cà cuống (*Lethocerus indicus*) được thu bắt tại Lào, thực hiện tại Trung tâm Nghiên cứu Giáo dục Đa dạng Sinh học (Trường Đại học Sư phạm Hà Nội) trong năm 2021-2022. Không ghi nhận có sự sai khác đặc biệt về hình thái và màu sắc cơ thể theo giới tính ở cà cuống. Cơ thể cà cuống cái thường lớn hơn cà cuống đực, tương ứng kích thước $78,64 \pm 3,28$ và $71,31 \pm 4,43$ mm. Sai khác hình thái giới tính ghi nhận thấy ở cấu trúc cơ quan sinh dục của chúng. Cơ quan sinh dục cái là *gonapophysis* dạng dài, mảnh và mềm. Cơ quan giao phối đực có gai giao cấu *diverticulum*, chia hai nhánh *paramere* nằm song song, theo bề dài cơ thể, tạo móc cong vào trong ở đỉnh. Tỷ lệ giữa chiều dài và chiều rộng của đốt bụng cuối là đặc điểm dễ nhận biết nhất góp phần phân biệt giới tính ở cà cuống, có giá trị tương ứng ở cá thể đực và cái là 1,06 và 1,00.

Từ khóa: bảo tồn đa dạng sinh học, cà cuống *Lethocerus indicus*, côn trùng nước tại Lào, đặc điểm hình thái giới tính, phát triển bền vững, Sách đỏ Việt Nam.

Chỉ số phân loại: 1.6

Morphological sexual characteristics of the giant water bug *Lethocerus indicus* (Lepeletier et Serville, 1825) (Hemiptera: Belostomatidae) in Lao PDR

Sakkouna Phommavongsa^{1,2}, Phan Hoang Anh Nguyen^{1,3}, Quang Manh Vu^{1,3*}

¹Hanoi National University of Education, Vietnam, 136 Xuan Thuy Street, Dich Vong Hau Ward, Cau Giay District, Hanoi, Vietnam

²Ministry of Education and Sport, Lao PDR, 1 Lan Chang Street, Xieng Nang Ward, Vientiane, Lao

³Nguyen Tat Thanh University, 300A Nguyen Tat Thanh Street, Ward 13, District 4, Ho Chi Minh City, Vietnam

Received 16 May 2022; revised 10 June 2022; accepted 14 June 2022

Abstract:

Studies on morphological sexual systematical characteristics of the giant water bug *Lethocerus indicus* were carried out throughout Lao PDR, conducted in the Centre for Biodiversity Resources Education and Development, Hanoi National University of Education, period 2021-2022. It is not recorded a special sexual difference in morphological characteristics and colour of the giant water bug. The male's body measurements are smaller than those of the female, 78.64 ± 3.28 and 71.31 ± 4.43 mm, respectively. Differences in sex morphology were observed in their genital structure. The female sex organ is the long, slender, and soft gonapophysis. The male mating organ has a diverticulum, which divides into two parallel paramere branches along the length of the body, forming an inward curved hook at the apex. The proportion between the length and width of the last abdomen segment is the most recognisable feature that contributes to sex discrimination in giant water bug with values of 1.06 and 1.00 respectively in males and females.

Keywords: aquatic insects in Lao PDR, biodiversity conservation, giant water bug *Lethocerus indicus*, morphological sexual characteristics, sustainable development, Vietnam Red Data Book.

Classification number: 1.6

1. Đặt vấn đề

Cà cuống là loài côn trùng thủy sinh với kích thước lớn, thuộc họ chân bơi (*Belostomatidae*), liên họ bả trầu (*Nepoidae*), trong phân bộ râu kín (*Cryptocerata*) của bộ côn trùng cánh nửa

(*Hemiptera*) [1, 2]. Sinh cảnh sống ưa thích của loài cà cuống là ruộng lúa, ngoài ra chúng còn cư trú tại những sinh cảnh ao, hồ với dòng nước chảy chậm [3, 4]. Loài này thu hút các nhà khoa học bởi những tập tính rất độc đáo, đặc biệt là tập tính bắt và ăn mồi, cũng

*Tác giả liên hệ: Email: vqmanh@hnue.edu.vn

như tập tính sinh sản (bao gồm: dẫn dụ, hôn phối, đẻ trứng, chăm sóc con non) [5-8]. Ở ngoài tự nhiên, cà cuống rất nhạy cảm với sự thay đổi của môi trường nước, chúng được đánh giá như một nhân tố chỉ thị sinh học về môi trường tại sinh cảnh đó, đồng thời cà cuống là một mắt xích quan trọng trong chuỗi thức ăn [9, 10]. Tập tính của loài cà cuống không chỉ thu hút các nhà khoa học nghiên cứu mà còn là tài liệu hữu ích để phát triển môn sinh vật, tập tính học trong giáo dục [11]. Tại Lào và một số quốc gia trên thế giới, cà cuống là một loại thức ăn dinh dưỡng, giá vị truyền thống quý hiếm, có giá trị cao, từ đó xây dựng các mô hình trang trại gây nuôi quy mô hộ gia đình [12-15].

Theo nghiên cứu của P.J.P. Goodwyn (2006) [16] về phân họ *Lethocerinae*, trong đó *Lethocerinae* được chia thành 3 giống: *Lethocerus* Mayr (1853); *Kirkaldyia* Montadon (1909) và *Benacus* Stal (1861). Sự phân chia này dựa trên những đặc điểm định loại của chân, anten, bụng, cơ quan sinh dục đực và cái của cà cuống trưởng thành. Từ thời điểm này, nhận xét về mặt phân loại học của *Belostomatidae* cho đến ngày nay vẫn được nhiều nhà khoa học trên thế giới chấp nhận và sử dụng rộng rãi trong hệ thống phân loại ngày càng hoàn thiện và bổ sung các loài mới vào hệ thống hàng năm [16]. Ở Việt Nam, đặc điểm hình thái giới tính của cà cuống đã được nghiên cứu bởi một số nhà khoa học [17-21].

Quần thể cà cuống tự nhiên hiện đang suy giảm nghiêm trọng tại một số quốc gia và chưa thấy có dấu hiệu phục hồi. Ở Việt Nam, cà cuống bị đưa vào Danh lục đỏ Việt Nam từ năm 1992 với bậc phân loại R [22]. Cà cuống được đưa vào Danh lục đỏ Nhật Bản từ năm 2000 và Hàn Quốc năm 2006 [23, 24]. Ở Lào, cà cuống là loài động vật quý hiếm cần được bảo tồn và khai thác có hiệu quả [25].

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Thời gian, địa điểm thu và mẫu vật nghiên cứu

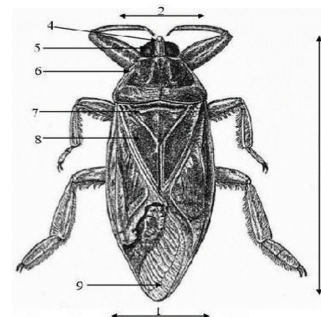
Quần thể cà cuống nghiên cứu được thu bắt trong thời gian năm 2020, tại Lào. Địa điểm thu mẫu gồm 3 miền: miền Bắc (tỉnh Xiêng Khoảng), miền Trung (thủ đô Viêng Chăn, tỉnh Viêng Chăn, BoLiKhamXay và SaVanhNaKhet); miền Nam (tỉnh SaLaVanh). Địa điểm và số lượng mẫu được giới thiệu chi tiết ở bảng 1. Mẫu vật được bảo quản và lưu trữ tại Trung tâm Nghiên cứu Giáo dục Đa dạng Sinh học (Trường Đại học Sư phạm Hà Nội).

Bảng 1. Số lượng và đặc điểm mẫu cà cuống nghiên cứu.

STT	Nơi thu mẫu	Cá thể cái	Cá thể đực	Tổng
1	Tỉnh Xiêng Khoảng	7	3	10
2	Thủ đô Viêng Chăn	23	4	27
3	Tỉnh Viêng Chăn	30	2	32
4	Tỉnh BoLiKhamXay	9	1	10
5	Tỉnh SaVanhNaKhet	75	25	100
6	Tỉnh SaLaVanh	10	0	10
Tổng		154	35	189

2.2. Đặc điểm hình thái phân loại của cà cuống

Các chỉ tiêu số đo về hình thái phân loại của cà cuống trưởng thành thực hiện theo [11] được thể hiện ở hình 1.



Hình 1. Một số đặc điểm hình thái bên ngoài của cà cuống. 1: rộng cơ thể qua cánh; 2: rộng cơ thể qua ngực; 3: dài cơ thể; 4: đầu; 5: mắt; 6: pronotum; 7: scutellum; 8: clavus - phần gốc cứng của cánh; 9: corium - phần màng của cánh.

Phần đầu gồm hộp sọ, anten, cơ quan miệng dạng chích hút, mắt dạng thẳng hay lệch. Mắt được gọi là lệch khi đường mép trong của hai mắt tách xa nhau từ một điểm và không chạy song song với nhau; mắt được gọi là song song khi các đường mép trong của hai mắt chạy song song với nhau. Phần ngực và phụ ngực với tám lưng và tám bụng của các đốt ngực, gốc háng, từng đôi chân, từng đôi cánh nửa ở ngoài và cánh màng ở trong. Phần bụng với các đốt bụng ở mặt bụng, ống thờ, các đốt cuối. Bộ phận sinh dục và đặc điểm phân biệt giữa cá thể đực và cái trưởng thành (hình 2).



Hình 2. Các mẫu cà cuống tại phòng nghiên cứu.

3. Kết quả

3.1. Đặc điểm hình thái phân loại của cà cuống trưởng thành

Phần đầu: Hai mắt lớn, dạng song song và đường mép phía trong của mắt có khoảng cách đều nhau. Phía cuối mắt có riềm lông tơ mỏng. Anten có 4 đốt, đốt roi râu và đốt trụ có phần ngọn kéo dài, uốn cong như gọng kim, đỉnh của 2 phần này gần bằng nhau. Vòi hút rất phát triển, có 3 đốt, đốt thứ nhất dài khoảng 0,5 cm đốt thứ 2 dài hơn đốt thứ 3.

Phần ngực: Gồm phần chân và phần cánh.

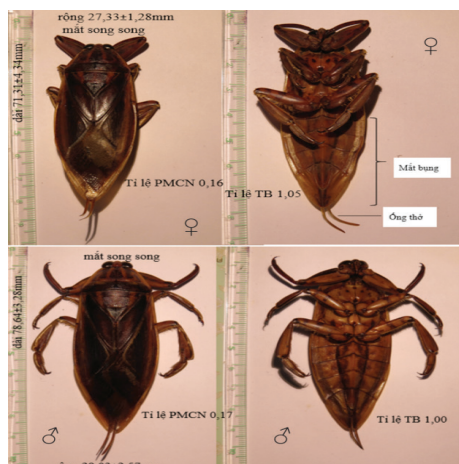
Phần chân: Gồm 3 đôi chân, cấu tạo rất đặc trưng và thích nghi với đời sống bơi lội, cách thức bắt, ăn mồi của chúng. Chân có nhiều lông xếp thành viên ở hai rìa bên của đốt ống, mỗi đôi chân có hình thái, cấu tạo, đặc trưng chuyên hoá đảm bảo cho các chức năng khác nhau. Đôi chân I có phần đốt đùi có kích thước lớn khoẻ, chắc chắn thích nghi với việc bắt, quặp chặt, giữ mồi và nâng đỡ cơ thể. Đốt ống có tiết diện tròn hơn so với các chân còn lại. Chân I có một vuốt nhưng khoẻ cứng và sắc, hoa văn trên bề mặt chân tập trung thành một dải liên tục ở giữa kéo dài đến tận đốt ống. Đôi chân II dài hơn đôi chân I, cấu tạo dẹt và mảnh, đốt đùi kém phát triển so với chân I. Hoa văn trên đốt đùi tập trung thành các vằn nâu đen ngang qua đốt, màu sắc của hoa văn có thể thay đổi tùy từng cá thể, phần rìa của đốt đùi có nhiều lông vàng nâu mịn, hỗ trợ cho hoạt động bơi trong nước. Đôi chân III đóng vai trò quan trọng chủ đạo trong hoạt động bơi trong nước, nên hình dạng bề rộng ngang như mái chèo. Đốt đùi, đốt ống kéo dài và dẹt, đặc biệt đốt ống rất phát triển dẹt ngang, to dần ở cuối đốt. Đốt bàn dẹt và nở rộng với hai vuốt sắc ở tận cùng. Đối với chân III từ đốt đùi đến đốt bàn hệ thống lông ở mép phát triển nhất trong 3 đôi chân.

Phần cánh: Hai đôi cánh có dạng cánh nửa. Đôi cánh trước chứa hoá kitin cứng gọi là clavus, ở đốt ngực giữa và làm nhiệm vụ bay và bảo vệ cơ thể, có chiều dài trung bình 55,92 mm. Cánh sau dạng màng mỏng mềm gọi là corium ở đốt ngực sau.

Phần bụng: 6 đốt, màu nâu sẫm, có kích thước càng về cuối càng thon lại và có đỉnh hình chữ V chia làm hai nhánh ngắn. Tầm bụng hơi gồ lên vì vậy khi hô hấp phần bụng có thể căng phồng lên hay xẹp xuống. Đốt bụng cuối hẹp và hơi dẹt, phía cuối vuốt nhọn. Cấu trúc tầm bụng và đặc biệt là đốt bụng cuối là đặc điểm quan trọng, là bộ phận sinh dục để phân biệt đực cái của chúng. Tầm bụng có ống thở sâu được chia làm hai nhánh, viền lông kéo dài để hô hấp và tích trữ khí.

Khác biệt hình thái ở cà cuống đực và cái trưởng thành

Kích thước: Kích thước cơ thể con cái lớn, dài $78,64 \pm 3,28$ mm, rộng $29,03 \pm 2,57$ mm và trọng lượng trung bình là $8,22 \pm 1,28$ g,



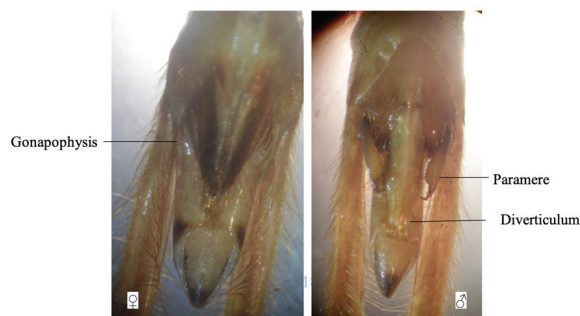
Hình 3. Hình thái mặt lưng (trái) và mặt bụng (phải) của cà cuống cái (trên) và cà cuống đực (dưới).

tỷ lệ phần màng cánh ngoài trung bình là 0,17, tỷ lệ tầm bụng cuối trung bình 1,00. Kích thước cơ thể con đực nhỏ hơn cái, dài $71,31 \pm 4,43$, rộng $27,33 \pm 1,28$ mm, trọng lượng trung bình là $5,81 \pm 0,99$ g, tỷ lệ phần màng cánh ngoài trung bình là 0,16; tỷ lệ tầm bụng cuối trung bình 1,05. Các chỉ tiêu về kích thước hình thái của cả cuống cái trưởng thành đều có xu hướng lớn hơn so với cả cuống đực trưởng thành (bảng 2). Về mặt hình thái bên ngoài của cả cuống cái sẽ có xu hướng to hơn cả cuống đực (hình 3).

Bảng 2. Đặc điểm phân biệt cả cuống đực và cái theo các chỉ tiêu về kích thước hình thái.

Chỉ số	Pronotum (mm)	Chiều dài đốt đùi I	Chiều dài đốt đùi III	Chiều dài đốt ống III	Tỷ lệ phần màng cánh ngoài	Tầm bụng hậu môn	
						Dài	Rộng
Đực	26,61	18,29	18,29	17,28	0,16	18,32	18,32
Cái	24,34	17,06	16,09	15,11	0,17	17,31	16,31

Cơ quan sinh dục: Con cái chỉ có *gonapophysis*, còn con đực có 2 phần đó là *paramere* và *diverticulum*. Bộ phận sinh dục cái gồm máng sinh dục cái (*gonapophysis*) có chức năng giao phối và đẻ trứng. *Gonapophysis* có cấu trúc kép, là đôi ống nhỏ, thuôn dài, gấp vào phía trong, bao lấy tầm van mở (valve). Valve là cấu trúc được biến đổi từ đốt bụng VIII, bị tách đôi bởi khe mở hẹp. Phần tiếp nối của valve là cuối của đốt bụng - chóp nón hậu môn (anal cone) (hình 4).



Hình 4. Cơ quan sinh dục của cà cuống cái và đực.

Bàn luận

Cà cuống cái: So sánh kết quả này với nghiên cứu của Vũ Quang Mạnh và Lê Thị Bích Lam (2012) [17] bước đầu nhận định đặc điểm hình thái của cà cuống cái ở Lào gần hơn với loài *Lethocerus indicus*, tuy nhiên có một vài đặc điểm đặc trưng cho quần thể ở Lào: kích thước cơ thể con cái ở Lào lớn, dài $78,64 \pm 3,28$ mm, rộng $29,03 \pm 2,57$ mm và trọng lượng trung bình là $8,22 \pm 1,28$ g; cơ thể gần bằng so với kích thước trung bình của cả cuống cái ở Việt Nam (dài $78,64 \pm 0,33$, rộng $28,63 \pm 0,06$ mm).

Cà cuống đực: So sánh kết quả này với nghiên cứu của Vũ Quang Mạnh và Lê Thị Bích Lam (2012) [17] bước đầu nhận định đặc điểm hình thái của cà cuống đực ở Lào gần hơn với loài *Lethocerus indicus*, tuy nhiên có một vài đặc điểm đặc trưng cho quần thể ở Lào: kích thước *diverticulum* và *paramere* lớn hơn so với loài *Lethocerus indicus* ở Việt Nam. Những kết luận bước đầu này được chúng tôi tiếp tục nghiên cứu qua đặc điểm hình thái

cả cuống cái trưởng thành và chứng minh bằng phân tích ADN. Đặc điểm hình thái bên ngoài của cả cuống đực trưởng thành ở vùng nghiên cứu có kích thước cơ thể dài và hẹp hơn, kích thước cơ quan sinh dục có kích thước phallus lớn hơn so với kích thước trung bình của cả cuống đực ở Việt Nam (cả cuống Việt Nam dài $70,3 \pm 0,25$ mm, rộng $26,3 \pm 0,3$ mm; phallus 5,2 mm theo kết quả nghiên cứu của V.Q. Manh và cs (2012) [17]). Cơ thể có dạng hình lá hẹp, đầu hình nón hẹp ngang nằm phía trước, giữa hai mắt lớn.

5. Kết luận

Cả cuống trưởng thành ở Lào có chiều dài và trọng lượng cơ thể, tỷ lệ chiều dài và rộng mắt, chiều dài và rộng của tấm bụng cuối tương ứng là: $77,28 \pm 4,52$ mm và $7,78 \pm 1,54$ g, 1,74 và 1,03. Cạnh bên của hai mắt gần như song song nhau. Cả thể cái lớn hơn đực, với chiều dài và trọng lượng tương ứng là: $78,64 \pm 3,28$ mm, $8,22 \pm 1,28$ g, và $71,31 \pm 4,43$ mm, $5,81 \pm 0,99$ g. Tỷ lệ chiều dài và rộng của đốt bụng cuối ở cả cuống cái là 1,00, nhỏ hơn so với cả cuống đực là 1,06.

Sai khác hình thái giới tính ghi nhận thấy ở cấu trúc cơ quan sinh dục của chúng. Cơ quan sinh dục cái là *gonapophysis* dạng dài, mảnh và mềm, kích thước trung bình $2,96 \pm 0,45$ mm. Cơ quan giao phối đực có gai giao cấu *diverticulum* dài $3,70 \pm 0,50$ mm, chia hai nhánh *paramere* dài $2,69 \pm 0,41$ mm nằm song song, theo bề dài cơ thể, tạo móc cong vào trong ở đỉnh. Đây là các đặc điểm phân loại đặc trưng của loài *Lethocerus indicus*.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ một phần bởi The Nagao National Environment Foundation (NEF), Nhật Bản. Các tác giả xin chân thành cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] V.Q. Manh (1993), "Initial survey of some morphological and biological characteristics of *Lethocerus indicus*", *Scientific Notice of Hanoi National University of Education*, **2**, pp. 44-48 (in Vietnamese).
- [2] V.Q. Manh (2000a), *Morphological and Structural Characteristics of Lethocerus Indicus (Lepeletier et Serville, 1775) in Vietnam - Basic Research Issues in Biology*, Vietnam National University Press, Hanoi, 1, pp. 414-418 (in Vietnamese).
- [3] S. Phommavongsa, N.P.H. Anh, V.Q. Manh (2021), "Study on the natural habitats of the giant water bug *Lethocerus indicus* (Lepeletier et Seville, 1775) (Hemiptera: Belostomatidae) contributing to sustainable management of this rare water insect named in the Red Data Book of Vietnam", *HNUE Journal of Science, Natural Sciences*, **66(4F)**, pp.128-136 (in Vietnamese).
- [4] V.Q. Manh (2000b), "*Lethocerus indicus* (Lepeletier et Serville, 1775) in its natural habitats in the delta and midland of Northern Vietnam", *Forestry Journal*, **6**, pp.28-30 (in Vietnamese).
- [5] P.J.P. Goodwyn (2001), "Size selective predation by *Belostoma oxyurum* (Heteroptera: Belostomatidae) on *Aedes aegypti* (Diptera: Culicidae) larvae", *Rev. Soc. Entomol. Arg.*, **60**, pp.1-4.
- [6] A.A. Walker, M.J.H. Vargas, G. Corzo, et al. (2018), "Giant fish-killing water bug reveals ancient and dynamic venom evolution in Heteroptera", *Cellular and Molecular Life Sciences*, **75(17)**, pp.3215-3229.
- [7] N. Ichikawa (1988), "Male brooding behavior of the giant water bug *Lethocerus deyrollei* Vaillefroy (Heteroptera: Belostomatidae)", *J. Ethol.*, **6**, pp.121-127.

- [8] R.M. Ordonez (2003), "On the reproductive behavior and population ecology of *Letocerus colossicus* stal (Heteroptera: Belostomatidae)", *Folia Entomo. Mex.*, **42(2)**, pp.161-168.
- [9] J.C. Morse, L. Yang, L. Tian (1984), *Aquatic Insects of China Useful for Monitoring Water Quality*, Hohai University Press, **1**, pp.214-218.
- [10] PURDUE University (2016), *Bioindicators of Water Quality: Quick Reference Guide*, <https://mdc.itap.purdue.edu/item.asp?itemID=22743>, accessed 2 May 2022.
- [11] Q.M. Vu, S. Phommavongsa, T.N. Nguyen, et al. (2021), "A design of the teaching and learning activities for behavioral ecology of the zoology curriculum of Hanoi National University of Education", *Ho Chi Minh City University of Education Journal of Science*, **18(8)**, pp.1485-1494.
- [12] ACADEMIA (2015), *Edible insects in Lao PDR: Building on Tradition to Enhance Food Security*, https://www.academia.edu/36407425/Edible_insects_in_Lao_PDR_Building_on_tradition_to_enhance_food_security, accessed 2 May 2022.
- [13] R. Pemberton (1988), "The use of the Thai giant water bug (*Lethocerus indicus*) as human food in California", *Pan. Pacific Entomologist*, **64**, pp.81-82.
- [14] A. Butenandt, N. Tam (1957), "Über einen geschlechtsspezifischen duftstoff der wasserwanze *Belostoma indica* Vitalis (*Lethocerus indicus* Lep.)", *Hoppe-Seyler's Z. Physiol. Chem.*, **208**, pp.277-283, DOI: 10.1515/bchm2.1957.308.1.277.
- [15] http://tailieudientu.lrc.tnu.edu.vn/Upload/Collection/brief/brief_30390_33953_162012154649NhuncgaythuocvavithuocVietNamDoTatLoi.pdf, accessed 2 May 2022.
- [16] P.J.P. Goodwyn (2006), "Taxonomic revision of the subfamily Lethocerinae Lauck & Menke (Heteroptera: Belostomatidae)", *Stuttgarter Beitrage zur Naturkunde Serie A (Biologie)*, **695**, pp.1-71.
- [17] V.Q. Manh, L.T.B. Lam (2012), "Morphological sexual characteristics of the giant water bug *Lethocerus indicus* (Lepeletier et Serville, 1825) and their habitats in Vietnam", *Academia Journal of Biology*, **34(2)**, pp.166-172 (in Vietnamese).
- [18] P.Q. Mai, L.X. Hue, P.D. Sac (2000), "Some reproductive and developmental characteristics of *Lethocerus indicus* (Lepeletier et Seville, 1775)", *Academia Journal of Biology*, **22(4)**, p.62-66 (in Vietnamese).
- [19] S. Phommavongsa, N.P.H. Anh, V.Q. Manh (2017), "Research on the identification, habitat and nutritional behavior of *Lethocerus* sp. in the capital Vientiane, Lao People's Democratic Republic", *Journal of Science, Hanoi National University of Education*, **66(4)**, pp.128-136 (in Vietnamese).
- [20] Q.M. Vu (2006a), *Studies on Molecular Genetic in Analyses of Species Diversity and Phylogenesis of Insect, and on Conservation of The Giant Water Bugs Lethocerus sp. (Belostomatidae)*, The University of Arizona Tucson, USA, pp.1-94.
- [21] Q.M. Vu (2006b), "On the DNA extraction from the giant water bugs *Lethocerus* sp. (Belostomatidae: Lethocerinae) for molecular genetics analysis", *Journal of Science, Hanoi National University of Education*, **4**, pp.159-166 (in Vietnamese).
- [22] V.Q. Manh (2007), "*Lethocerus indicus* (Lep. et Ser., 1775)", *Vietnam Red Book*, **1**, pp.453-454 (in Vietnamese).
- [23] <https://www.biblio.com/book/threatened-wildlife-japan-red-databook/d/1163987221>, accessed 2 May 2022.
- [24] H. Choe, J.H. Thorne, C. Seo (2016), "Mapping national plant biodiversity patterns in South Korea with the MARS species distribution model", *PLOS ONE*, **11(3)**, DOI: 10.1371/journal.pone.0149511.
- [25] Ministry of Agriculture and Forestry of Laos (2008), *Decision on Approving The List of Aquatic and Wild Animals, Classified as Type III* (in Vietnamese).

Tương quan giữa chiều rộng ngang đầu với tuổi ấu trùng của một ngô *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) và một số đặc điểm hình thái các pha phát triển của chúng

Nguyễn Văn Dương¹, Khuất Đăng Long^{2,3}, Vì Thị Xuân Thủy^{1*}

¹Trường Đại học Tây Bắc, đường Chu Văn An, phường Quyết Tâm, TP Sơn La, tỉnh Sơn La, Việt Nam

²Viện Sinh thái và Tài nguyên Sinh vật, Viện Hàn lâm KH&CN Việt Nam, 18 Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

³Học viện KH&CN, Viện Hàn lâm KH&CN Việt Nam, 18 Hoàng Quốc Việt, phường Nghĩa Đô, quận Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 28/2/2022; ngày chuyển phản biện 4/3/2022; ngày nhận phản biện 21/3/2022; ngày chấp nhận đăng 25/3/2022

Tóm tắt:

Bài báo trình bày kết quả nghiên cứu mối tương quan giữa sự thay đổi kích thước chiều rộng ngang đầu và số tuổi của ấu trùng một ngô (*Sitophilus zeamais*) trong kho bảo quản ngô hạt ở Sơn La. Kết quả cho thấy, có sự tương quan chặt chẽ giữa chiều rộng ngang đầu và tuổi ấu trùng một ngô. Chiều rộng ngang đầu ấu trùng tuổi 1 dao động trong khoảng 0,225-0,325 mm; ấu trùng tuổi 2: 0,375-0,425 mm; ấu trùng tuổi 3: 0,475-0,55 mm và ấu trùng tuổi 4 là 0,6-0,775 mm. Sau mỗi giai đoạn chuyển tuổi của ấu trùng một ngô, chiều rộng ngang đầu có sự thay đổi cùng với những đặc điểm khác như màu sắc, chiều rộng và chiều dài cơ thể. Sử dụng mối tương quan này cho phép xác định tuổi của ấu trùng một ngô, là cơ sở quan trọng để dự báo sự xuất hiện của một trưởng thành trong các kho nông sản ở Sơn La nói riêng, cả nước nói chung.

Từ khóa: kho bảo quản, một hại ngô, *Sitophilus zeamais*, Sơn La.

Chỉ số phân loại: 1.6

1. Đặt vấn đề

Ở Việt Nam nói chung cũng như Sơn La nói riêng, trong số những loài côn trùng hại kho nông sản, nhóm một hại hạt ngũ cốc gây tổn thất lớn về số lượng và làm giảm đáng kể chất lượng của hạt. Trong số các loài gây hại chính cho ngô hạt, một ngô là loài gây hại nguy hiểm nhất [1, 2].

Hiện nay, việc làm sạch trong quá trình tách hạt ngô khỏi bắp và phương pháp phơi khô có sử dụng nhiệt độ vẫn là biện pháp chính đang được sử dụng đối với ngô hạt để bảo quản trong các kho ở Sơn La [3]. Thực tế cho thấy, phương pháp này thường chỉ loại được một trưởng thành, còn những pha phát triển bên trong hạt ngô hầu như không bị ảnh hưởng. Vì vậy, sau khi được nhập và đưa vào bảo quản trong kho, các loài một tiếp tục phát triển và hoạt động gây hại, đặc biệt là một ngô [1].

Để theo dõi được sự phát triển của một ngô cần nghiên cứu một số đặc điểm sinh học quan trọng của chúng, trong đó có quá trình lột xác chuyển tuổi, sự thay đổi kích thước qua các giai đoạn tuổi ấu trùng của loài này làm cơ sở khoa học trong việc giám sát sự phát sinh, phát triển của một ngô trong các kho bảo quản. Tuy nhiên, việc theo dõi loài này gặp rất nhiều khó khăn do các pha phát triển từ trứng đến nhộng diễn ra hoàn toàn trong hạt.

Việc nghiên cứu mối tương quan giữa chiều rộng ngang đầu và số tuổi ở một số loài côn trùng cũng đã được nhiều tác giả sử dụng như phân tích chiều rộng ngang đầu của 387 ấu trùng để xác định tuổi của loài *Streblote panda* thuộc

họ *Lasiocampidae* [4]; A.C. Vildózola và cs (2016) [5] đã sử dụng chiều rộng ngang đầu để xác định tuổi của ấu trùng một hại hạt bơ *Heilipus lauri* thuộc họ *Curculionidae*, những loài này cũng có các pha phát triển giống với loài một ngô. Ở Việt Nam, gần như chưa có nghiên cứu nào ngoài nghiên cứu của N.T. Oanh (2017) [6] sử dụng mối tương quan giữa chiều ngang đầu để xác định tuổi của loài ấu trùng *Lasioderma serricorne*.

Ở côn trùng, chiều rộng mảnh đầu còn lại sau khi lột xác hoặc chiều ngang đầu là đặc điểm rất ít thay đổi ở mỗi tuổi của sâu non hoặc ấu trùng, điều này cũng thấy ở một hại kho. Tuy nhiên, việc theo dõi lột xác của ấu trùng trong hạt thường gặp khó khăn và hầu như không thể thực hiện được do tất cả các pha từ trứng, ấu trùng và nhộng của một đều phát triển hoàn toàn trong hạt, vì vậy không thể xác định được tuổi một qua số lần lột xác. Ở đây, chúng tôi sử dụng sự thay đổi chiều rộng ngang đầu của ấu trùng theo thời gian để xác định số tuổi của chúng.

Như vậy, dựa vào mối tương quan giữa chiều rộng ngang đầu có thể xác định được tuổi của ấu trùng đối với những loài côn trùng có giai đoạn phát triển hoàn toàn trong hoa, quả hoặc trong hạt nói chung và loài một hại ngô hạt nói riêng. Việc xác định được các pha phát triển của loài một là cơ sở khoa học cho các nghiên cứu tiếp theo và có thể dự đoán được giai đoạn phát triển của các pha cũng như sự xuất hiện của một trưởng thành trong các kho bảo quản ở Sơn La nói riêng, cả nước nói chung.

*Tác giả liên hệ: Email: xuanthuy@utb.edu.vn

Correlation between the head width and larval instars of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae), and some morphological characteristics of its developmental stages

Van Duong Nguyen¹, Dang Long Khuat^{2,3},
Thi Xuan Thuy Vi^{1*}

¹Tay Bac University, Chu Van An street,

group 2, Quyet Tam Ward, Son La City, Son La Province, Vietnam

²Institute of Ecology and Biological Resources, Vietnam Academy of Science and Technology,

18 Hoang Quoc Viet Street, Nghia Do Ward, Cau Giay District, Hanoi, Vietnam

³Graduate University of Science and Technology, Vietnam Academy of Science and Technology,

18 Hoang Quoc Viet Street, Nghia Do Ward, Cau Giay District, Hanoi, Vietnam

Received 28 February 2022; revised 21 March 2022; accepted 25 March 2022

Abstract:

This paper presents the correlation between head width and larval instars of the maize weevil *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) in maize granaries in Son La province. Results showed that there is a strong correlation between head width and age of maize weevil larvae. Head widths varied with the larval instars, being 0.225-0.325 mm, 0.375-0.425 mm, 0.475-0.55 mm, and 0.6-0.775 mm for the first, second, third, and fourth larval instars, respectively. For each instar, changes in head width were accompanied by changes in other characteristics, such as body colour, body width, and body length. This correlation could enable age determination of maize weevil larvae through samples from granaries, allowing detection of the development stage of the maize weevil, *Sitophilus zeamais*, and prediction of the appearance of adult weevils inside maize granaries in Son La in particular and Vietnam in general.

Keywords: maize weevil, granaries, *Sitophilus zeamais*, Son La province.

Classification number: 1.6

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu

Các pha phát triển của một ngô được theo dõi tại các kho bảo quản ngô ở Sơn La, được nuôi sinh học và theo dõi tại phòng thí nghiệm của Trường Đại học Tây Bắc.

Thức ăn nuôi ấu trùng là gạo hạt dài Thái Lan, gạo được sấy ở 60°C trong thời gian 120 phút, để trong phòng cho đến khi thủy phần của hạt gạo đạt ở mức 13%, sau đó chuyển sang giữ trong bình kín để duy trì ổn định thủy phần này trong suốt thời gian thí nghiệm [7].

Sử dụng phương pháp bắt một bằng tay trong các kho bảo quản ngô bằng một số dụng cụ thông thường như panh và bộ rây sàng côn trùng, túi nylon; nuôi côn trùng trong 2 loại hộp nhựa có kích thước chiều cao và bán kính là 105×160 mm và 70×57 mm; đĩa petri đường kính 80 mm.

Một số thiết bị được sử dụng trong quá trình thí nghiệm gồm: máy sấy ngô Memmert 250 (Đức); máy đo thủy phần hạt Dickey-John (sai số ±0,5%); nhiệt ẩm kế Hair Hygrometer (Đức); tủ nuôi sinh thái Alabtech; kính lúp soi nổi Olympus SZ61 có gắn máy ảnh Olympus CX500.

Các hóa chất được sử dụng bao gồm: cồn ethanol, chất khử FOCOAR; Na₂CO₃ bão hòa, HCl 2 M, nước cất.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Một ngô được thu thập tại một số kho bảo quản ngô hạt ở Sơn La. Thu một bằng cách lấy ngô hạt đã nhiễm một tại các kho bảo quản, sau đó loại bỏ các một trưởng thành xuất hiện trên hạt ngô. Hạt ngô đã loại một trưởng thành được đưa về phòng thí nghiệm để theo dõi và thu một trưởng thành một ngày tuổi để làm vật liệu cho các thí nghiệm nuôi tiếp theo.

Để xác định tuổi ấu trùng một ngô, chúng tôi tiến hành nuôi một trưởng thành sau khi vũ hóa được 24 giờ với thức ăn là gạo đã được khử khuẩn; thời gian nuôi tập trung một đực, cái trong 10 ngày, sau đó tiến hành tách con đực, con cái để nuôi riêng rẽ trong các hộp nhựa đã có sẵn thức ăn. Sau 10 ngày tiến hành ghép đôi từng cặp đực, cái trong một ống nghiệm có chiều dài với đường kính miệng là 150×18 mm và có nút bông chặt không cho một thoát ra ngoài nhưng vẫn đảm bảo đủ không khí bên trong ống nghiệm. Trong mỗi ống nghiệm đã có sẵn 2 hạt gạo. Mỗi thí nghiệm tiến hành với 30 cặp một, như vậy thí nghiệm được lặp lại 3 lần với tổng số 90 cặp một được nuôi trong 90 ống nghiệm.

Hàng ngày thu đếm trứng của mỗi một cái đẻ trên gạo, thay gạo mới vào các ống nghiệm, việc đếm trứng và thay thức ăn được lặp lại hàng ngày trong suốt thời gian tiến hành thí nghiệm. Trứng được đo kích thước sau đó tách nuôi riêng để theo dõi từ khi trứng nở ấu trùng cho đến lúc hóa nhộng.

Ngay sau khi ấu trùng một nở từ trứng, ấu trùng được nuôi với số lượng đủ lớn cho phép hàng ngày lấy đủ 30 mẫu và đo liên tục chiều rộng ngang đầu, chiều dài và chỗ rộng nhất cơ thể ấu trùng (điểm đầu tới điểm cuối thân). Việc đo kích thước được tiến hành cho đến khi toàn bộ những ấu trùng còn lại hóa nhộng.

Trong quá trình đo kích thước ấu trùng một ngô, quan sát và mô tả sự thay đổi màu sắc, đặc điểm hình thái các pha phát triển của một ngô bao gồm: trứng, ấu trùng, nhộng, trưởng thành. Số lượng mỗi lần đo $n=30$, với đơn vị đo là mm. Giá trị trung bình được tính theo công thức sau:

$$\bar{X} = \frac{\sum x_i}{n}$$

trong đó $\bar{X}$: kích thước trung bình của từng pha phát triển; x_i : kích thước đo được cá thể thứ i ; n : số cá thể đo.

Chụp ảnh các pha phát triển qua kính kính lúp soi nổi Olympus SZ61 có gắn máy ảnh Olympus CX500.

Phương pháp thu thập, xử lý và bảo quản mẫu được thực hiện theo B.C. Hien (1995) [1] và C.P. Haines (1991) [8].

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Mối tương quan giữa chiều rộng ngang đầu và tuổi sâu non của một ngô

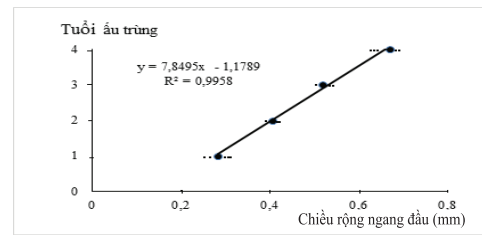
Đối với một ngô do có các pha ấu trùng phát triển hoàn toàn trong hạt nên sử dụng kích thước chiều rộng ngang đầu để theo dõi biến động và giai đoạn tuổi của ấu trùng loài một này. Kết quả đo chiều rộng ngang đầu của ấu trùng một ngô được thể hiện ở bảng 1.

Bảng 1. Kích thước chiều rộng ngang đầu các tuổi ấu trùng một ngô ($n=90$).

Ấu trùng một ngô	Chiều rộng ngang đầu các tuổi ấu trùng (mm)		
	Nhỏ nhất	Lớn nhất	Trung bình ($\pm SD$)
Tuổi 1 (L1)	0,225	0,325	0,284 $\pm$ 0,024
Tuổi 2 (L2)	0,375	0,425	0,405 $\pm$ 0,015
Tuổi 3 (L3)	0,475	0,550	0,518 $\pm$ 0,027
Tuổi 4 (L4)	0,600	0,775	0,669 $\pm$ 0,053

Kết quả bảng 1 cho thấy, ở điều kiện nuôi trong phòng thí nghiệm, ấu trùng một ngô có 4 tuổi, chiều rộng ngang đầu ở các tuổi đó có sự thay đổi khá rõ. Cụ thể, ấu trùng tuổi 1 dao động từ 0,225 đến 0,325 mm (trung bình 0,284 $\pm$ 0,024 mm); ấu trùng tuổi 2: 0,375-0,425 mm (trung bình 0,404 $\pm$ 0,015 mm); ấu trùng tuổi 3: 0,475-0,550 mm (0,518 $\pm$ 0,027 mm) và ấu trùng tuổi 4: 0,600-0,775 mm (trung bình 0,669 $\pm$ 0,053 mm). Kết quả bảng 1 cũng cho thấy, ở cùng một tuổi của ấu trùng, kích thước chiều rộng ngang đầu chỉ ra sự thay đổi không lớn giữa đầu tuổi và cuối tuổi, riêng ở ấu trùng tuổi 4 chiều rộng ngang đầu dao động lớn nhất, còn lại ấu trùng các tuổi 1, 2 và 3 ít biến động hơn, trong khi đó, chiều rộng ngang đầu giữa các tuổi có sự khác nhau rõ rệt.

Chiều rộng ngang đầu của ấu trùng một ngô và tuổi của chúng có mối tương quan rất chặt ($R^2=0,9958$) và có thể được mô tả bằng đường thẳng tuyến tính $Y = 7,8495x - 1,1789$ (hình 1). Mối tương quan này trước đây chưa thấy tác giả nào đề cập đến. Sự chuyển tuổi của ấu trùng một ngô xảy ra hoàn toàn trong hạt, vì vậy dựa vào mối tương quan này, vào bất cứ thời điểm nào thu được sâu non và dựa vào chiều rộng ngang đầu của chúng đều có thể biết được tuổi của ấu trùng một ngô (hình 1).



Hình 1. Tương quan giữa kích thước chiều rộng ngang đầu và tuổi của ấu trùng một ngô.

Với nhiều loài côn trùng có pha ấu trùng sống bên trong thân, quả và hạt, việc sử dụng kích thước chiều rộng ngang đầu của ấu trùng có thể xác định được tuổi ấu trùng của chúng [4, 5].

Đặc điểm hình thái các pha phát triển của một ngô

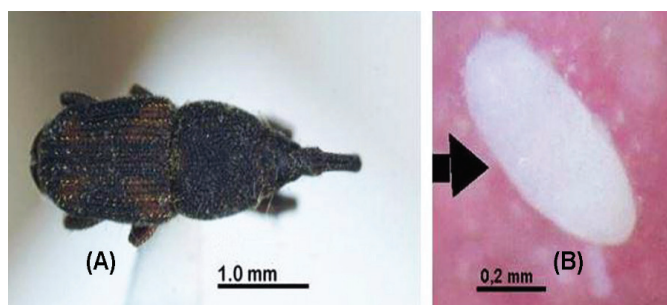
Ở điều kiện nuôi một ngô trong phòng thí nghiệm với thức ăn là gạo (nhiệt độ 20-30°C, độ ẩm 60-80%), chiều dài và chiều rộng của các pha phát triển của loài một này ít nhiều có sự thay đổi (bảng 2).

Bảng 2. Sự thay đổi kích thước các pha phát triển của một ngô ($n=30$).

Pha phát triển	Chiều dài (mm)			Chiều rộng (mm)		
	Nhỏ nhất	Lớn nhất	Trung bình	Nhỏ nhất	Lớn nhất	Trung bình
Trứng	0,60	0,65	0,62 $\pm$ 0,02	0,26	0,30	0,28 $\pm$ 0,02
Ấu trùng tuổi 1	0,40	0,88	0,68 $\pm$ 0,13	0,30	0,55	0,47 $\pm$ 0,07
Ấu trùng tuổi 2	0,83	1,45	1,03 $\pm$ 0,19	0,58	0,93	0,70 $\pm$ 0,10
Ấu trùng tuổi 3	1,05	1,58	1,45 $\pm$ 0,14	0,80	1,08	1,01 $\pm$ 0,08
Ấu trùng tuổi 4	1,58	2,25	1,88 $\pm$ 0,25	1,23	1,58	1,34 $\pm$ 0,12
Nhộng	3,90	4,63	4,29 $\pm$ 0,22	1,50	1,88	1,68 $\pm$ 0,09
Trưởng thành đực	3,48	4,98	4,54 $\pm$ 0,22	1,10	1,42	1,29 $\pm$ 0,09
Trưởng thành cái	4,08	4,94	4,42 $\pm$ 0,35	1,20	1,46	1,25 $\pm$ 0,11

Số liệu quan sát thực nghiệm cho thấy, sau khi lột xác cơ thể ấu trùng mềm, yếu ớt, sự thay đổi kích thước chiều rộng ngang đầu và kích thước cơ thể ngay sau khi lột xác có thay đổi cho tới khi đạt kích thước ổn định khi lớp cutin của cơ thể đã cứng lại. Một trường thành sau khi mới vũ hóa, cơ thể có màu đỏ nâu, do còn yếu nên ít di chuyển hoặc di chuyển rất chậm. Thường một trường thành một ngày tuổi vẫn nằm trong hạt, sau khi lớp cutin hóa cứng, một trường thành rời khỏi hạt sau đó vài ngày, màu cơ thể dần chuyển sang nâu đen. Cánh trước trơn bóng và các điểm màu đỏ trên cánh khá rõ, các lỗ chấm trên tấm lưng ngực trước thô và dày ở phía trước. Đặc điểm tương tự cũng đã được B.C. Hien (1995) [1] đề cập đến.

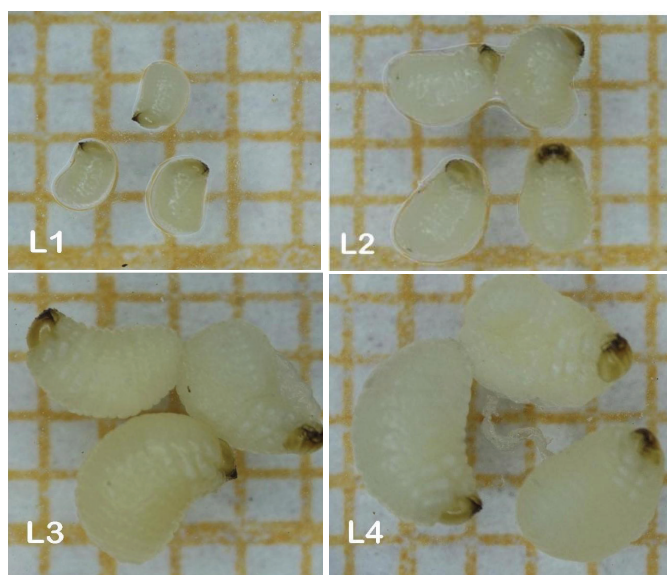
Ở con đực, cơ quan giao cấu là hình 3 góc, ở con cái là hình móc nhọn. Cũng có thể phân biệt con đực và cái của một ngô dựa vào hình thái và kích thước của vòi. Vòi con cái thường dài, hẹp hơn so với con đực, các chấm lỗ trên vòi con cái xếp thành hàng và không sát vào nhau; ở con đực, các chấm lỗ không xếp thành hàng, thường chồng lên nhau. Con cái cơ thể trung bình dài 4,42 $\pm$ 0,35 mm, rộng 1,25 $\pm$ 0,11 mm; con đực cơ thể trung bình dài 4,54 $\pm$ 0,22 mm, rộng 1,29 $\pm$ 0,09 mm (bảng 2, hình 2A).



Hình 2. Hình thái một trưởng thành (A) và trứng một ngô (B).

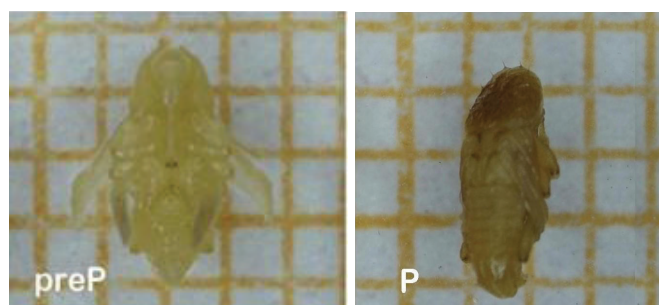
Trứng có hình bầu dục (hình 2B), lúc mới đẻ có màu trắng đục sau chuyển sang màu vàng nhạt; trứng rất nhỏ, trung bình dài $0,62 \pm 0,02$ mm và rộng $0,28 \pm 0,02$. Trước đây, B.C. Hien (1995) [1] cũng báo cáo trứng một ngô có chiều dài $0,45-0,7$ mm và chiều rộng $0,24-0,35$ mm.

Hình thái các tuổi của ấu trùng một ngô ở hình 3 cho thấy, khi mới nở, cơ thể ấu trùng có màu trắng sữa, sau đó đầu có màu nâu nhạt, hiện rõ 2 răng to, da nhẵn. Ấu trùng tuổi 2 và 3 có màu trắng ngà. Ấu trùng tuổi 1 đến 3 thân mập, ngắn và cong ở phần mặt lưng, phần mặt bụng gần như bằng phẳng; sâu tuổi 4 lớn hơn hẳn, có màu trắng hơi vàng, các đốt căng bóng nhất là đốt bụng ở giữa, các đốt bụng cuối thường thót hẹp hơn. Ấu trùng tuổi 1 (L1) có kích thước trung bình dài $0,68 \pm 0,13$ mm, rộng $0,47 \pm 0,07$ mm; ấu trùng tuổi 2 (L2) trung bình dài $1,03 \pm 0,19$ mm, rộng $0,70 \pm 0,10$ mm; ấu trùng tuổi 3 (L3) trung bình dài $1,45 \pm 0,14$ mm, rộng $1,01 \pm 0,08$ mm; còn ấu trùng tuổi 4 (L4) trung bình dài $1,88 \pm 0,25$, rộng $1,34 \pm 0,12$ mm.



Hình 3. Hình thái các tuổi của ấu trùng một ngô. L1: ấu trùng tuổi 1; L2: ấu trùng tuổi 2; L3: ấu trùng tuổi 3; L4: ấu trùng tuổi 4.

Giai đoạn tiền nhộng, một ngô (hình 4) có màu trắng ngà, ở giai đoạn cuối lúc chuyển sang nhộng cơ thể có màu nâu đỏ, vòi đã lộ ra rất rõ, trung bình chiều dài cơ thể là $4,29 \pm 0,22$ mm và chiều rộng là $1,68 \pm 0,09$ mm.



Hình 4. Hình thái giai đoạn tiền nhộng (preP) và nhộng (P).

4. Kết luận

Chiều rộng ngang đầu theo tuổi của ấu trùng một ngô có tương quan chặt chẽ với mỗi tuổi của chúng. Sử dụng, mối tương quan này dưới dạng đường thẳng tuyến tính có thể xác định giai đoạn tuổi của ấu trùng một khi biết chiều rộng ngang đầu của chúng.

Ở điều kiện nuôi bán tự nhiên trong phòng thí nghiệm (nhiệt độ $20-30^{\circ}\text{C}$, độ ẩm $60-80\%$) với thức ăn là gạo hạt, thời gian các pha phát triển của một ngô có sự thay đổi, chiều dài và chiều rộng tương ứng của các pha như: trứng: $0,62 \pm 0,02$ và $0,28 \pm 0,02$; ấu trùng tuổi 1: $0,68 \pm 0,13$ và $0,47 \pm 0,07$; ấu trùng tuổi 2: $1,03 \pm 0,19$ và $0,70 \pm 0,10$; ấu trùng tuổi 3: $1,45 \pm 0,14$ và $1,01 \pm 0,08$; ấu trùng tuổi 4: $1,88 \pm 0,25$ và $1,34 \pm 0,12$; nhộng: $4,29 \pm 0,22$; một trưởng thành cái: $4,42 \pm 0,35$ và $1,25 \pm 0,11$; một trưởng thành đực: $4,54 \pm 0,22$ và $1,29 \pm 0,09$.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] B.C. Hien (1995), *Insects Harmful to Warehouses*, Science and Technology Publishing House, 216 pages (in Vietnamese).
- [2] N.K. Vu, H. Ho, N.T. Huyen, et al. (2000), "Research on the sensitivity of maize varieties to *Sitophilus zeamais* M.", *ACLAR Proceedings 100*, pp.345-352.
- [3] N.V. Duong, K.D. Long (2017), "Initial results of investigation on parasitic wasp species in weevils damaging corn kernels stored in warehouses in Son La", *National Scientific Conference on Ecology and Resources Biology 7th Edition*, pp.625-630 (in Vietnamese).
- [4] D. Calvo, J.M. Molina (2008), "Annals of the entomological society of America", *Oxford University Press*, **101**(5), pp.881-886.
- [5] A.C. Vildózola, H.G. Hernández (2016), "Head capsule width is useful for determining larval instar in *Heilipus lauri* (Coleoptera: Curculionidae)", *Florida Entomologist*, **99**(4), pp.822-825, DOI: 10.1653/024.099.0448
- [6] N.T. Oanh (2017), "Some characteristics of the tobacco weevil *Lasioderma serricornis* Fabricius causing damage to fish bran food in warehouses in the Mekong Delta", *National Scientific Conference on Ecology and Biological Resources 7th Edition*, pp. 1841-1846 (in Vietnamese).
- [7] N.V. Duong, K.D. Long, L.X. Que (2019), "Analysis of reproductive traits and laying egg rhythm of maize weevil *Sitophilus zeamais* (motschulsky)", *Journal of Biology*, **41**(2), pp.29-37, DOI: 10.15625/0866-7160/v41n2.13699 (in Vietnamese).
- [8] C.P. Haines (1991), *Insects and Arachnids of Tropical Stored Products, Their Biology and Identification (A Training Manual)*, Natural Resources Institute, Chatham, Kent, United Kingdom, 246pp.

Phân lập và tuyển chọn các chủng vi khuẩn *Lactobacillus* sinh gamma aminobutyric acid cao từ thực phẩm lên men truyền thống

Ngô Đại Hùng¹, Trần Quốc Tuấn^{2,3}, Nguyễn Thị Nhật Hằng¹, Huỳnh Anh Tuấn¹, Võ Thị Kim Thu¹,
Nguyễn Thanh Bình¹, Ngô Đại Nghiệp^{2,3}, Võ Thanh Sang^{4*}

¹Trường Đại học Thủ Dầu Một, 06 Trần Văn On, phường Phú Hòa, TP Thủ Dầu Một, tỉnh Bình Dương, Việt Nam

²Khoa Sinh học - Công nghệ Sinh học, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia TP Hồ Chí Minh, 227 Nguyễn Văn Cừ, phường 4, quận 5, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

³Đại học Quốc gia TP Hồ Chí Minh, phường Linh Trung, quận Thủ Đức, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

⁴Viện Ứng dụng Công nghệ và Phát triển Bền vững, Trường Đại học Nguyễn Tất Thành, 300A Nguyễn Tất Thành, phường 13, quận 4, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Ngày nhận bài 1/11/2021; ngày chuyển phản biện 4/11/2021; ngày nhận phản biện 23/11/2021; ngày chấp nhận đăng 26/11/2021

Tóm tắt:

Gamma aminobutyric acid (GABA) được tổng hợp bởi vi sinh vật gồm vi khuẩn, nấm men và nấm. Vi khuẩn lactic trong các sản phẩm lên men chua truyền thống ở Việt Nam có vai trò quan trọng trong chế biến và bảo quản thực phẩm. Nghiên cứu này thực hiện phân lập các chủng vi khuẩn *Lactobacillus* có khả năng sinh GABA cao từ thực phẩm lên men truyền thống. 8 chủng vi khuẩn BC3, BC4, BC5, BC6, BC7, K08, KC1 và KC2 được phân lập từ các nguồn thực phẩm lên men truyền thống gồm bắp cải (BC), kiệu (K) và kim chi (KC). Sau 72 giờ lên men, chủng BC3 từ BC lên men sinh GABA cao nhất (4,279 g/l) được chọn và định danh thuộc loài *Lactobacillus fermentum* dựa trên trình tự gen 16S rRNA. Kết quả khảo sát thời gian lên men và nồng độ monosodium glutamate (MSG) thích hợp cho thấy chủng BC3 sinh GABA cao nhất với giá trị là 6,734 g/l sau 72 giờ lên men và nồng độ MSG là 4%.

Từ khóa: gamma aminobutyric acid, *Lactobacillus fermentum*, sắc ký bản mỏng, thực phẩm lên men truyền thống, 16S rRNA.

Chỉ số phân loại: 1.6

1. Đặt vấn đề

GABA là một amino acid có hoạt tính sinh học với nhiều chức năng sinh lý quan trọng như chống béo phì [1], tăng khả năng miễn dịch [2], chống tăng huyết áp [3], giảm lo âu, cải thiện chứng khó ngủ [4] và chống trầm cảm [5]. GABA được sản xuất từ vi sinh vật như nấm men, nấm [6], vi khuẩn [7] với nhu cầu ngày càng tăng. Nhóm vi khuẩn lactic (*Lactobacillus* spp.) được công nhận là nhóm an toàn sinh học, đóng vai trò chủ đạo trong nhóm probiotic và có thể sản xuất được lượng lớn GABA [8]. Vi khuẩn lactic gồm các chủng *L. paracasei* PF6, *L. delbrueckii* subsp. *bulgaricus* PR1, *L. lactis* PU1, *L. plantarum* C48 và *L. brevis* PM17 phân lập từ các loại phô mai khác nhau sản xuất GABA đạt lần lượt là 99,9, 63, 36, 16 và 15 mg/kg trong môi trường nuôi cấy khác nhau [9].

Ở Việt Nam, quy trình sản xuất GABA từ các chủng vi khuẩn và các môi trường khác nhau cũng đã được tiến hành nghiên cứu. Q.T. Viet và cs (2013) [10] nghiên cứu đặc điểm chủng vi khuẩn probiotic *L. brevis* NCTH24 có khả năng sinh tổng hợp GABA và khả năng ứng dụng trong biogurt. Năm 2014, T.T. Ngoan và cs [11] nghiên cứu lên men dịch chiết phôi cám gạo để làm giàu GABA bởi chủng vi khuẩn probiotic *L. plantarum* NCDC3. Cùng năm 2014, L.T.K. Tuyen và cs (2014) [12] thuộc nhóm nghiên cứu Phòng Thí nghiệm Trọng điểm Công nghệ Enzym và Protein, Trường

Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội đã nghiên cứu thành công quy trình sản xuất GABA bằng lên men dịch cám gạo từ *L. plantarum* để ứng dụng làm thực phẩm chức năng. Trong nghiên cứu này, GABA được sản xuất bằng chủng *Lactobacillus* sp. được phân lập và tuyển chọn từ thực phẩm lên men truyền thống Việt Nam. Đồng thời, chủng *Lactobacillus* sp. được định danh bằng phương pháp giải trình tự gen 16S rRNA và khảo sát thời gian lên men cũng như nồng độ cơ chất cảm ứng thích hợp cho khả năng tăng sinh GABA.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu

Mẫu thực phẩm lên men (BC, K, KC) mua ở chợ Bình Tây, TP Hồ Chí Minh. Chủng đối chứng *E. coli* được cung cấp bởi Phòng Thí nghiệm Bộ môn Sinh hóa, Khoa Sinh học - Công nghệ Sinh học (Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia TP Hồ Chí Minh).

2.2. Môi trường nuôi cấy và giữ giống

Môi trường MRS (De Man, Rogosa, Sharpe) gồm: glucose 20 g/l, peptone 10 g/l, cao thịt 10 g/l, cao nấm men 5 g/l, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0,1 g/l, Tween 80 1 ml, sodium acetate 5 g/l, $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 2 g/l, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot 2\text{NH}_3$ 2 g/l, MnSO_4 0,05 g/l và thêm nước cất vừa đủ 1000 ml.

*Tác giả liên hệ: Email: vtsang@ntt.edu.vn

Isolation and selection of high gamma aminobutyric acid-producing *Lactobacillus* strains from traditional fermented foods

Dai Hung Ngo¹, Quoc Tuan Tran^{2,3}, Thi Nhat Hang Nguyen¹, Anh Tuan Huynh¹, Thi Kim Thu Vo¹, Thanh Binh Nguyen¹, Dai Nghiep Ngo^{2,3}, Thanh Sang Vo^{4*}

¹Thu Dau Mot University,

6 Tran Van On Street, Phu Hoa Ward, Thu Dau Mot City, Binh Duong Province, Vietnam

²Faculty of Biology and Biotechnology, University of Science, Vietnam National University Ho Chi Minh City,

227 Nguyen Van Cu Street, Ward 4, District 5, Ho Chi Minh City, Vietnam

³Vietnam National University Ho Chi Minh City,

Linh Trung Ward, Thu Duc District, Ho Chi Minh City

⁴Institute of Applied Technology and Sustainable Development, Nguyen Tat Thanh University,

300A Nguyen Tat Thanh Street, Ward 13, District 4, Ho Chi Minh City, Vietnam

Received 1 November 2021; revised 23 November 2021; accepted 26 November 2021

Abstract:

Gamma aminobutyric acid (GABA) is produced by microorganisms such as bacteria, yeast, and fungi. Lactic acid bacteria play crucial roles in processing and preserving Vietnamese traditional fermented foods. The study aims to isolate high GABA-producing *Lactobacillus* strains from traditional fermented foods. Eight bacterial strains, including BC3, BC4, BC5, BC6, BC7, K08, KC1, and KC2, were isolated from traditional fermented food sources (cabbage, pickled scallion, and kimchi). After 72 hrs of fermentation, the BC3 strain produced the highest GABA content (4.279 g/l). This strain was identified as *Lactobacillus fermentum* by 16S rRNA analysis. The results from the investigation of the fermentation time and concentration of monosodium glutamate (MSG) showed that the BC3 strain producing the highest GABA with the value of 6.734 g/l was after 72 hrs of fermentation and the concentration of MSG 4%.

Keywords: gamma aminobutyric acid, *Lactobacillus fermentum*, thin layer chromatography, traditional fermented foods, 16S rRNA.

Classification number: 1.6

Môi trường MRS agar để giữ giống: Thành phần môi trường MRS có bổ sung thêm 25 g/l agar.

Môi trường MRS để nuôi cấy chọn lọc chủng sinh GABA cao: Thành phần môi trường MRS có bổ sung 1% MSG.

Môi trường carbonate - agar: Thành phần môi trường MRS có bổ sung 0,3% CaCO₃ và 25 g/l agar. Môi trường được hấp khử trùng ở 121°C, 1 atm trong 15 phút, để nguội chuẩn bị cho các bước khảo sát tiếp theo.

2.3. Phương pháp nuôi cấy và bảo quản giống

Phân lập: Lấy 1 ml mẫu cho vào ống nghiệm chứa 10 ml môi trường MRS lỏng đã được hấp khử trùng, ủ làm giàu ở 37°C trong 24 giờ. Vortex đều, lấy 1 ml dung dịch pha loãng thành các nồng độ từ 10⁻¹ đến 10⁻⁸. Lấy 100 µl dung dịch pha loãng cấy trải trên môi trường thạch MRS và ủ ở 37°C trong 24 giờ. Sau khi ủ chọn các khuẩn lạc đơn có đặc điểm hình thái điển hình để làm thuần và chuẩn bị cho các bước khảo sát tiếp theo.

Giữ giống: Cấy ria chủng vi khuẩn thuần trên ống thạch nghiêng MRS sao cho xuất hiện khuẩn lạc rời. Khi vi khuẩn đã mọc cắt vào tủ mát ở nhiệt độ 4-6°C, sau 3 tuần cấy chuyển lại một lần. Phương pháp này có thể giữ giống trong khoảng 3-4 tháng. Để giữ giống lâu dài, chủng vi khuẩn thuần được nuôi trong 20 ml dung dịch MRS trong 24 giờ. Tiếp theo chuyển 1 ml dịch vào ống Eppendorf vô trùng và ly tâm ở 22°C, 8.000 vòng/phút trong 15 phút, loại bỏ phần dịch nổi để thu sinh khối. Sau đó, bổ sung 1 ml glycerol 50% vào ống Eppendorf và giữ lạnh ở -80°C. Phương pháp này bảo quản được từ 6 tháng đến 2 năm.

Tăng sinh: Dùng que cấy lấy sinh khối từ ống giống cấy vào ống nghiệm chứa 10 ml môi trường MRS (đã hấp khử trùng), ủ ở 37°C trong 16-18 giờ. Phương pháp nuôi cấy: Pha loãng 10 lần dịch vi khuẩn đã tăng sinh. Hút 300 µl dịch pha loãng cho vào bình nuôi kỵ khí chứa 30 ml môi trường MRS đã hấp khử trùng. Nuôi cấy tĩnh sau 72 giờ ly tâm 10.000 vòng/phút trong 10 phút để loại tế bào, thu dịch.

2.4. Khảo sát đặc điểm sinh hóa

Nhuộm gram: Dùng que cấy ria lấy một ít sinh khối từ khuẩn lạc cho lên 1 giọt nước cất trên lam kính. Trải trùng và làm khô để cố định mẫu. Nhuộm một giọt tím kết tinh lên vết bôi, đợi 1 phút sau đó rửa lại bằng nước cất. Nhỏ một giọt lugol lên vết bôi đợi 1 phút, tẩy còn và rửa lại bằng nước cất. Nhuộm safranin 1 phút rồi rửa lại bằng nước cất. Quan sát dưới kính hiển vi và ghi nhận kết quả.

Thử nghiệm catalase: Lấy một sinh khối để trên lam kính sạch, sau đó nhỏ trực tiếp vài giọt hydrogen peroxide lên sinh khối. Sau 3-4 giây nếu sinh khối sủi bọt khí thì kết quả là dương tính còn ngược lại không có bọt khí thì kết quả âm tính.

Xác định mối quan hệ với oxy và thử nghiệm tính di động: Dùng que cấy thẳng vô trùng lấy sinh khối vi sinh vật đâm thẳng vào môi trường thạch MRS. Vi khuẩn mọc được hết trên đường cấy cho thấy vi khuẩn là kỵ khí hoặc kỵ khí tùy tiện. Vi khuẩn không di động khi chỉ mọc trên đường cấy mà không lan ra ngoài.

Xác định khả năng sinh lactic acid: Cấy ria chủng vi khuẩn trên môi trường carbonate - agar. Vi khuẩn sinh lactic acid tiết ra môi trường phân giải CaCO₃ tạo vòng phân giải xung quanh khuẩn lạc.

2.5. Kiểm tra khả năng sinh GABA của các chủng vi khuẩn phân lập

Xác định khả năng sinh GABA của các chủng vi khuẩn bằng cách lên men trong môi trường MRS lỏng có bổ sung 1% MSG, nuôi lắc 200 vòng/phút ở nhiệt độ 37°C trong 72 giờ. Dịch lên men được ly tâm ở 10.000 vòng/phút trong 10 phút để loại tế bào. Dịch ly tâm được sử dụng để kiểm tra sự có mặt của GABA bằng phương pháp sắc ký bản mỏng (TLC).

2.6. Định tính GABA bằng phương pháp TLC

Bảo hòa hơi dung môi trong bình bằng cách cho một lượng dung môi sử dụng cách đáy bình 5-10 mm. Đậy kín nắp bình và để yên ở nhiệt độ phòng. Dùng micropipette hút 2 µl dịch vi khuẩn đã ly tâm, 2 µl dung dịch GABA chuẩn 0,2 g/l và 2 µl dung dịch MSG 0,2 g/l chấm vào bản sắc ký. Vết chấm cách mép dưới bản mỏng 1 cm. Các vết ở bìa cách bờ bên của bản mỏng ít nhất 1 cm. Các vết chấm phải cùng trên một đường thẳng. Đặt bản mỏng thẳng đứng trong bình sắc ký, các vết chấm phải ở trên bề mặt của lớp dung môi khai triển. Đậy kín bình và để yên ở nhiệt độ không đổi. Khi dung môi chạy trên bản mỏng cách mép trên 1 cm lấy bản mỏng ra khỏi bình, sấy khô. Cho dung dịch nhuộm Ninhydrin vào đĩa petri. Tiến hành nhuộm bản sắc ký và sấy trong vòng 10 phút để hiện vạch. Quan sát kết quả và kết luận khả năng sinh GABA.

2.7. Định lượng GABA trong dịch lên men bằng phương pháp TLC

Dùng micropipette hút 2 µl dịch lên men đã ly tâm bỏ cặn và chạy sắc ký. Sau khi sấy bản mỏng tiến hành cạo, thổi giải. Lăn lượt cho 200 µl đệm borate, 750 µl phenol 8%, 650 µl NaClO vào ống nghiệm chứa dịch GABA đã thổi giải. Đậy kín ống nghiệm và đun cách thủy trong 10 phút. Các ống nghiệm sau khi đun được làm lạnh và lắc trong 20 phút. Thêm 2 ml ethanol 60 độ và đo mật độ quang OD ở bước sóng 645 nm. Từ đó, dựa vào đường chuẩn tính được nồng độ GABA (g/l) theo công thức: $(OD_i - OD_0) \times 500 / (a \times 2)$, với OD_i là mật độ quang ở bước sóng 645 nm của mẫu; OD₀ là mật độ quang ở bước sóng 645 nm của mẫu đối chứng; a là hệ số góc của phương trình đường chuẩn; 500 là thể tích dịch GABA (µl) phản ứng khi dựng đường chuẩn; 2 là thể tích chấm sắc ký (µl) của mẫu.

2.8. Khảo sát thời gian lên men và nồng độ cơ chất cảm ứng

Khảo sát thời gian lên men: Nuôi cấy chủng vi khuẩn trong môi trường MRS lỏng có bổ sung 1% MSG trong các mốc thời gian 12, 24, 36, 48, 60, 72, 84 và 96 giờ. Sau mỗi mốc thời gian, tiến hành ly tâm thu dịch. Định lượng GABA tạo thành và ghi nhận thời gian thích hợp để nuôi cấy thu được nhiều GABA.

Khảo sát nồng độ cơ chất cảm ứng MSG: Nuôi cấy chủng vi khuẩn trong môi trường MRS lỏng có bổ sung MSG ở các nồng độ 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 và 7% trong thời gian

lên men chọn được từ kết quả khảo sát thời gian. Sau thời gian lên men, ly tâm canh trường loại tế bào thu dịch. Định lượng GABA tạo thành và ghi nhận kết quả.

2.9. Định danh vi sinh vật bằng phương pháp giải trình tự gen 16S rRNA

Trích ly DNA vi khuẩn bằng DNA Genome Extraction Kit (Bio-basic, Canada) theo quy trình của nhà sản xuất. DNA sau khi thu nhận được tiến hành điện di trên gel agarose 1% để kiểm tra kích thước khi so sánh với thang chuẩn 1 kb plus (Bio-basic, Canada). DNA sau khi tách chiết được giải trình tự tại Công ty TNHH Dịch vụ và Thương mại Nam Khoa, chuỗi nucleotide được truy cập và so sánh với dữ liệu trên NCBI bằng chương trình Blast để chọn kết quả có độ tương đồng cao nhất.

2.10. Phương pháp xử lý số liệu

Mỗi thí nghiệm được thực hiện lặp lại 3 lần. Xử lý thống kê trên phần mềm Microsoft Excel 2016. Các số liệu được tính trung bình và sai số. Trình bày số liệu giá trị trung bình (Mean) ±SE (sai số chuẩn).

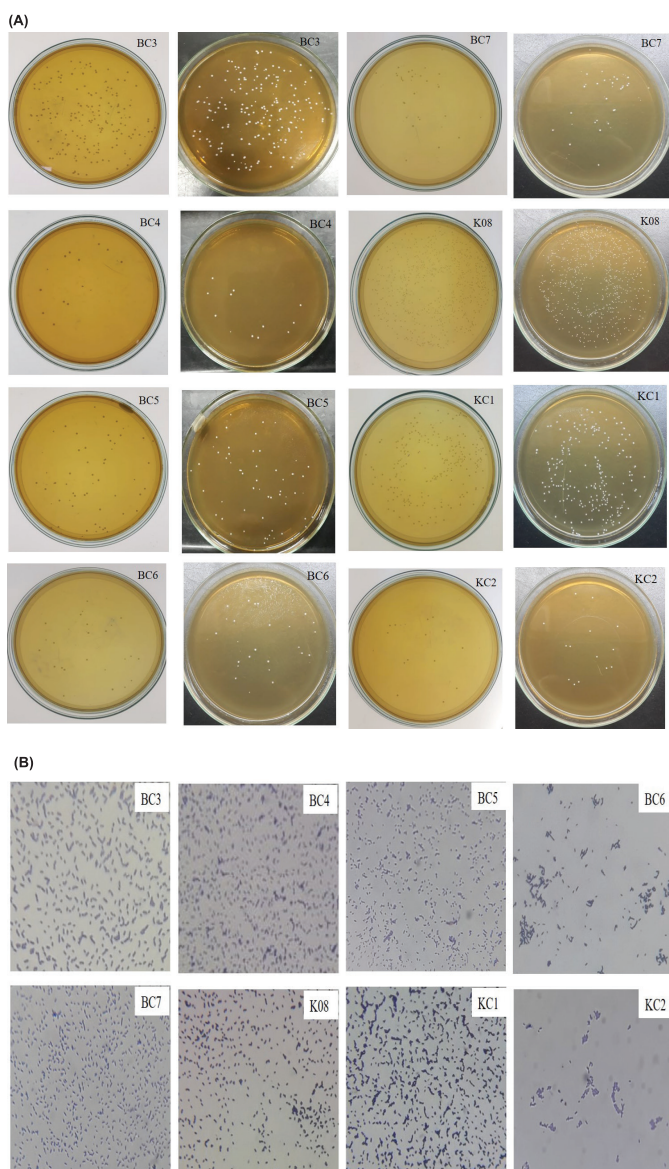
3. Kết quả và bàn luận

3.1. Kết quả phân lập vi khuẩn *Lactobacillus* sp.

Phân lập, làm thuần và nhuộm gram: Từ các loại thực phẩm lên men (BC, K, KC), 8 chủng vi khuẩn có hình thái khuẩn lạc giống vi khuẩn sinh lactic được phân lập. Khuẩn lạc vi khuẩn sinh lactic thường nhỏ (0,5-5 mm), lồi, nhẵn, bóng, có rìa hoặc không rìa, thường đục và không sắc tố. Đặc điểm khuẩn lạc của 8 chủng vi khuẩn được mô tả ở bảng 1 và hình 1A. Đồng thời, kết quả nhuộm gram cho thấy tất cả các chủng đều có màu xanh tím, là vi khuẩn gram dương, hình que xếp thành cụm lớn, nhỏ khác nhau (hình 1B).

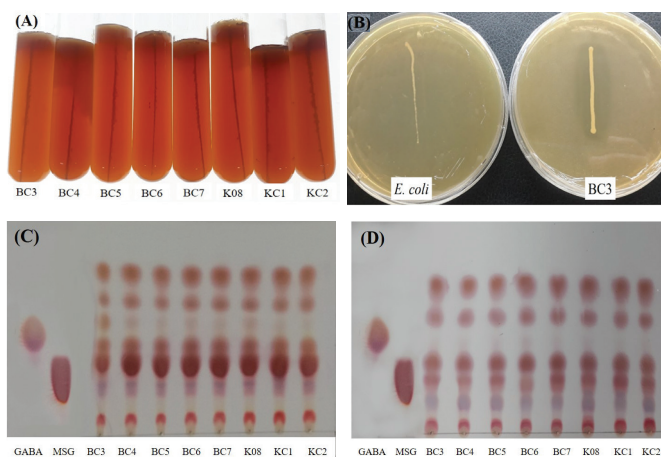
Bảng 1. Đặc điểm khuẩn lạc các chủng vi khuẩn phân lập được từ thực phẩm lên men.

STT	Ký hiệu chủng	Nguồn phân lập	Mô tả đại thể		Đặc điểm vi thể
			Màu sắc	Hình dạng khuẩn lạc	
1	BC3	BC	Trắng đục	Khuẩn lạc to, đường kính 1-2 mm, lồi, ướt, nhô cao	Gram (+), hình que, xếp thành cụm
2	BC4	BC	Trắng đục	Khuẩn lạc có đường kính 0,5-1 mm, lồi, ướt	Gram (+), hình que, xếp thành cụm
3	BC5	BC	Trắng đục	Khuẩn lạc vừa, đường kính 0,5-2 mm, ướt	Gram (+), hình que, xếp thành cụm
4	BC6	BC	Trắng đục	Khuẩn lạc vừa, đường kính 0,5-1 mm, ướt, lồi, bóng	Gram (+), hình que, xếp thành cụm
5	BC7	BC	Trắng đục	Khuẩn lạc vừa, đường kính 0,5-1 mm, ướt, bóng	Gram (+), hình que, xếp thành cụm
6	K08	K	Trắng đục	Khuẩn lạc nhỏ, đường kính khoảng 0,5 mm, lồi, bóng	Gram (+), hình que, xếp thành cụm lớn
7	KC1	KC	Trắng đục	Khuẩn lạc vừa, có rìa nhỏ và nhẵn, không tằm, ướt, lồi, bóng	Gram (+), hình que, xếp thành cụm
8	KC2	KC	Trắng đục	Khuẩn lạc vừa, đường kính khoảng 1 mm, ướt	Gram (+), hình que, xếp thành cụm



Hình 1. Hình thái khuẩn lạc các chủng phân lập (A) và kết quả nhuộm gram các chủng phân lập (B).

Kết quả thử nghiệm tính di động và thử nghiệm sinh hóa: 8 chủng vi khuẩn phân lập được cấy chìm trong môi trường MRS agar. Hình 2A cho thấy, 8 chủng vi khuẩn phân lập được không có khả năng di động, mọc dọc theo đường cấy và không lan ra môi trường xung quanh. Các phản ứng sinh hóa được thực hiện bao gồm thử nghiệm catalase, xác định khả năng tạo lactic acid trên môi trường carbonate - agar, xác định mối quan hệ với oxy. Kết quả được trình bày ở bảng 2 và hình 2B cho thấy, 8 chủng vi khuẩn phân lập được khi cấy trên môi trường MRS có bổ sung CaCO_3 đều xuất hiện vòng phân giải so với chủng đối chứng là *E. coli*, điều này cho thấy 8 chủng vi khuẩn này đều sinh được lactic acid.



Hình 2. Thử nghiệm tính di động của vi khuẩn (A), khả năng sinh lactic acid (B), định tính GABA trong dịch vi khuẩn được nuôi cấy trong môi trường có MSG (C) và không có MSG (D).

Bảng 2. Kết quả các thử nghiệm sinh hóa của các chủng vi khuẩn.

STT	Ký hiệu chủng	Thử nghiệm catalase	Khả năng sinh lactic acid	Mối quan hệ với oxy
1	BC3	-	+	Kỵ khí tùy tiện
2	BC4	-	+	Kỵ khí tùy tiện
3	BC5	-	+	Kỵ khí tùy tiện
4	BC6	-	+	Kỵ khí tùy tiện
5	BC7	-	+	Kỵ khí tùy tiện
6	K08	-	+	Kỵ khí tùy tiện
7	KC1	-	+	Kỵ khí tùy tiện
8	KC2	-	+	Kỵ khí tùy tiện

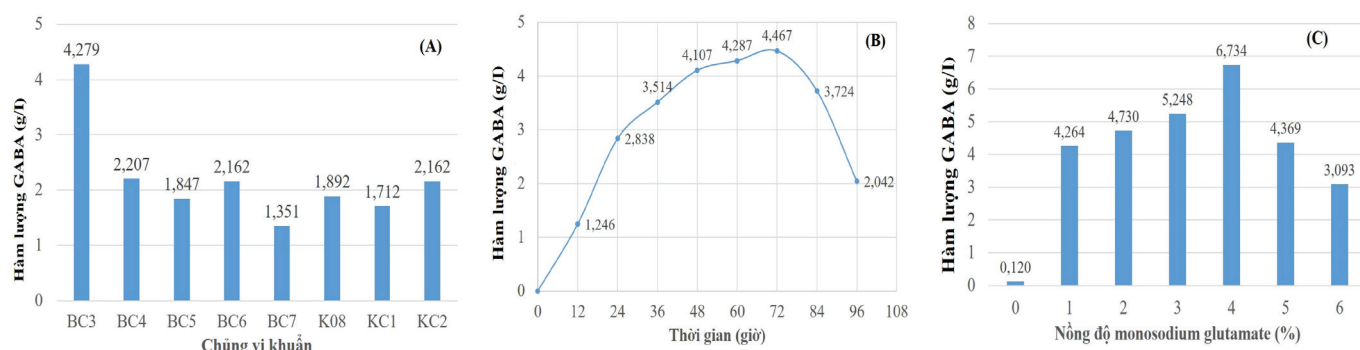
–: âm tính; +: dương tính.

3.2. Định tính GABA bằng phương pháp TLC

Kết quả định tính GABA trong dịch nuôi cấy của các chủng phân lập được sau 72 giờ nuôi cấy được thể hiện ở hình 2C và 2D. Kết quả chạy TLC dịch vi khuẩn của 8 chủng phân lập sau 72 giờ nuôi cấy trong môi trường có MSG đều xuất hiện vạch có R_f trùng với R_f của vạch GABA chuẩn. Ngược lại, trong môi trường không có MSG thì cả 8 chủng đều không xuất hiện vạch nêu trên. Điều đó cho thấy 8 chủng vi khuẩn đều sinh được GABA.

3.3. Chọn lọc chủng vi khuẩn có khả năng sinh GABA cao, khảo sát thời gian lên men và nồng độ chất cảm ứng MSG

Kết quả hình 3A và bảng 3 cho thấy, chủng BC3 có khả năng sinh GABA cao nhất (4,279 g/l) khi 8 chủng vi khuẩn phân lập sau 72 giờ nuôi cấy trong môi trường MRS có bổ sung chất cảm ứng ở cùng một mật độ tế bào ($\text{OD}_{610\text{nm}}=0,80$). Do đó, chủng BC3 được chọn để tiếp tục cho những khảo sát thời gian lên men và nồng độ chất cảm ứng MSG tiếp theo.



Hình 3. Hàm lượng GABA của các chủng vi khuẩn sau 72 giờ nuôi cấy (A), hàm lượng GABA của chủng BC3 khảo sát theo thời gian (B) và theo nồng độ MSG (C).

Bảng 3. Hàm lượng GABA của các chủng vi khuẩn sau 72 giờ nuôi cấy (A), hàm lượng GABA của chủng BC3 khảo sát theo thời gian (B) và theo nồng độ MSG (C).

Chủng vi khuẩn	0	BC3	BC4	BC5	BC6	BC7	K08	KC1	KC2
Hàm lượng GABA (g/l)	0	4,279	2,207	1,847	2,162	1,351	1,892	1,712	2,162
Thời gian (giờ)	0	12	24	36	48	60	72	84	96
Hàm lượng GABA (g/l)	0	1,246	2,838	3,514	4,107	4,287	4,467	3,724	2,042
%MSG	Thử không	0	1	2	3	4	5	6	
Hàm lượng GABA (g/l)	0	0,120	4,264	4,730	5,248	6,734	4,369	3,093	

Kết quả khảo sát thời gian lên men (hình 3B và bảng 3) cho thấy, sau 72 giờ nuôi cấy chủng BC3 trong môi trường MRS có bổ sung 1% MSG thu được hàm lượng GABA cao nhất (4,467 g/l). Trong khoảng thời gian từ 12 giờ hàm lượng GABA được tạo ra rất thấp (1,246 g/l) sau đó tăng dần đến 72 giờ. Tại 72 giờ, lượng GABA được tạo ra nhiều nhất (4,467 g/l), khi thời gian tăng lên 84 và 96 giờ lượng GABA giảm.

Kết quả khảo sát nồng độ cơ chất cảm ứng MSG (hình 3C và bảng 3) cho thấy, ở nồng độ 4% chủng BC3 sinh GABA cao nhất (6,734 g/l). Trong môi trường không có MSG, chủng BC3 cũng tạo ra một lượng nhỏ GABA không đáng kể (0,120 g/l). Từ nồng độ 1-4%, lượng GABA tạo ra tăng dần và đạt cao nhất tại 4%. Ở nồng độ 5-6% lượng GABA tạo ra giảm dần.

So sánh với kết quả nghiên cứu của A.S. Espinosa và cs (2020) [13] cho thấy, hàm lượng GABA được tạo ra trong sữa sau 48 giờ lên men bởi chủng *Lactobacillus* sp. là 4,2-11,2 mg/l, thấp hơn kết quả sinh GABA của chủng BC3 (6,734 g/l). Tương tự, hàm lượng GABA cao nhất tạo ra bởi chủng *L. plantarum* NTU 102 của tác giả Y.T. Tung và cs (2011) [14] được lên men trong sữa tách béo 8%, nồng độ MSG 0,6% trong 24 giờ là 33 mg/l cũng thấp hơn GABA của chủng BC3. Sự khác biệt này có thể là do môi trường nuôi cấy, thời gian lên men khác nhau và các chủng vi khuẩn khác nhau sử dụng lượng MSG khác nhau.

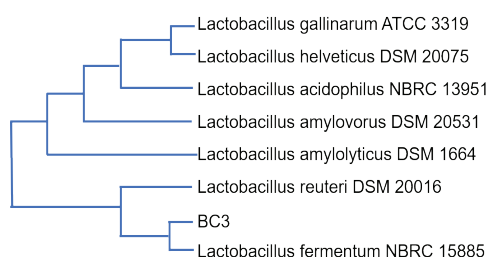
3.4. Định danh chủng *Lactobacillus* sp. BC3

Gen 16S rRNA của chủng BC3 được giải trình tự và được phân tích sử dụng chương trình Clustalw để so sánh trên GenBank. Kết quả cho thấy, chủng BC3 có độ tương đồng 100% với chủng *Lactobacillus fermentum* (MT538871.1) (hình 4). Từ kết quả này xây dựng cây phát sinh chủng loại của chủng BC3 (hình 5). Nghiên cứu đã phân lập thành công chủng vi khuẩn *L. fermentum* có khả năng sinh GABA cao trong 72 giờ lên men, nồng độ MSG 4% (hàm lượng GABA đạt 6,734 g/l).

So với nghiên cứu của Y. Cui và cs (2020) [15] thì hàm lượng GABA tạo ra của chủng vi khuẩn *L. bulgaricus* IAM1120 trong môi trường lên men sữa khoảng 0,015 g/l, thấp hơn hàm lượng GABA (6,734 g/l) của chủng *L. fermentum* trong nghiên cứu này. Từ đó cho thấy, khả năng sinh GABA phụ thuộc vào đặc tính của từng giống và môi trường lên men khác nhau. Đồng thời, môi trường MRS có nhiều chất dinh dưỡng phù hợp cho vi sinh vật.

KẾT QUẢ GIẢI TRÌNH TỰ
TRÌNH TỰ CHI TIẾT MẪU THỬ
>3BC CCCTAATCATCTGTGCCACCTTAGGCGGCTGGCTCCTAAAGGTTACCCACCGAC TTTGGGTGTTACAACTCTCATGGTGTGACGGGCGGTGTGTACAAGGCCGGGAAC GTATTCACCGCGGATGCTGATCCGCGATTACGACGATTCGACGCTCGTGACGG GAGTTGACGCGCTGCACTCCGAAGTGAAGCGGTTTAAAGAGATTTCCTGCCCTCG CGAGTTGCGGACTCGTTGTACCGTCCATTGTAGCACGTGTGTAGCCAGGTCATAA GGGGCATGATGATCTGACGCTCGTCCCACTTCCTCCGGTTTGTACCGGCGAGTCT CACTAGAGTGCCCCAATTAATGCTGGCAACTAGTAACAAGGTTGCGCTCGTTGCG GGACTTAACCCAACATCTCAGCACAGAGCTGACGACGACCATGCACCACTGTCA TTGCGTTCCGAAGGAAACGCCCTATCTTAGGGTTGGCGCAAGATGTCAAGACCT GGTAAGGTTCTTCGCGTAGCTTCAATTAACACACATGCTCCACCGCTTGTGCGGG CCCCGCTCAATTCCTTTGAGTTTCAACCTTTCGCGTCTACTCCCAAGCGGAGTGC TTAATGCGTTAGCTCCGCGACTGAAGGCGGAAACCTCCAACACCTAGCACTCAT CGTTTACGGCATGGACTACCAAGGATATCTAATCTGTTGCTACCCATGCTTTCGAG TCTCAGCGTCAGTTGACAGCCAGGTAGCCGCTTCGCCACTGGTGTCTTCCATAT ATCTACGCTTCCACCGCTACACATGGAGTTCCACTACCTCTTCTGCACTCAAGTT ATCCAGTTTCCGATGCACTTCTCCGGTTAAGCCGAAGGCTTTCACATCAGACTTGA AAACCGGCTGCACTCTCTTTACGCCAATAAATCCGGATAACGCTTGCCACTACGT ATTACCGCGCTGCTGGCAGCTAGTTAGCCGTGACTTCTGGTTAAATACCGTCAAC GTATGAACAGTTACTCTCATAGTGTCTTTTAAACACAGAGCTTTCAGAGCCGAA ACCCCTTCTCACTACGCGGTGTTGCTCCATCAGGCTTGCGCCATTGTGGAAGATT CCCTACTGCTGCTCCCGTAGGAGTATGGGCGGTGTCTCAGTCCCAATTGTGGCCGA TCAGTCTCTCAACTCGGCTATGCATCATCGCTTGGTAGGCCGTTACCCCAACA AGCTAATGCACCGGAGGTCCATCCGAAGTGTAGCGAGAAAGCCATCTTTAAGCG TTGTCATGCGAAACAGCTTTGATGCGGTTATGACATCTGTTTCCAAATGTTGCC CCGCTTCTGGCGAGGTTACCTACGTGTTACTACCCGCTCCGCCACTCGTTGGCGAC CAAAATCAATCAGGTGAAGCACCATCAATCTAA

Hình 4. Trình tự 16S rRNA của BC3 và kết quả tra cứu trên Blast search (NCBI).



Hình 5. Cây phát sinh chủng loại của chủng BC3.

4. Kết luận

Từ các sản phẩm lên men truyền thống (bắp cải, kiệu, kim chi), 8 chủng vi khuẩn có đặc tính tương tự với chủng vi khuẩn *Lactobacillus* sp. được phân lập và đều có khả năng sinh GABA. Trong đó, chủng BC3 lên men từ BC sinh GABA cao nhất (4,279 g/l) và được định danh là *Lactobacillus fermentum* dựa trên phân tích trình tự gen 16S sau khi so sánh với NCBI. Chủng *L. fermentum* sinh GABA cao nhất với giá trị là 6,734 g/l sau thời gian lên men thích hợp 72 giờ và nồng độ cơ chất cảm ứng MSG là 4%.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Quỹ Phát triển Khoa học và Công nghệ Quốc gia (NAFOSTED) thông qua đề tài mã số 106.02-2018.304. Các tác giả xin trân trọng cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] S.H. Oh, Y.J. Moon, J.R. Soh, et al. (2005), "Effect of water extract of germinated brown rice on adiposity and obesity indices in mice fed a high fat diet", *J. Food Sci. Nutr.*, **10**(3), pp.251-256.
- [2] A.M. Abdou, S. Higashiguchi, K. Horie, et al. (2006), "Relaxation and immunity enhancement effects of gamma aminobutyric acid (GABA) administration in humans", *Biofactors*, **26**(3), pp.201-208, DOI: 10.1002/biof.5520260305.
- [3] P.M. Kat, C. Gardner-Fortier, S. Lemieux (2013), "Effect of cheese containing gamma aminobutyric acid-producing lactic acid bacteria on blood pressure in men", *Pharma. Nutrition.*, **1**(6), pp.141-148, DOI: 10.1016/j.phanu.2013.06.003.
- [4] T. Okada, T. Sugishita, T. Murakami, et al. (2000), "Effect of the defatted rice germ enriched with GABA for sleeplessness depression; autonomic disorder by oral administration", *J. Jpn. Soc. Food Sci. Technol.*, **47**(8), pp.596-603, DOI: 10.3136/nskkk.47.596.

- [5] H. Yang, R. Xing, S. Liu, et al. (2019), "Analysis of the protective effects of γ -aminobutyric acid during fluoride-induced hypothyroidism in male Kunming mice", *Pharm. Biol.*, **57**(5), pp.29-37, DOI: 10.1080/13880209.2018.1563621.

- [6] J.J. Wang, C. Lee, T. Pan (2003), "Improvement of monacolin K, gamma aminobutyric acid and citrinin production ratio as a function of environmental conditions of *Monascus purpureus* NTU 601", *J. Ind. Microbiol. Biot.*, **30**(11), pp.669-676, DOI: 10.1007/s10295-003-0097-2.

- [7] L.A. Nguyen (2015), "Health-promoting microbes in traditional Vietnamese fermented foods: A review", *Food Sci. Hum. Well.*, **4**(4), pp.147-161, DOI: 10.1016/j.fshw.2015.08.004.

- [8] M. Diana, J. Quilez, M. Rafecas (2014), "Gamma aminobutyric acid as a bioactive compound in foods: A review", *J. Funct. Foods*, **10**, pp.407-420, DOI: 10.1016/j.jff.2014.07.004.

- [9] S. Siragusa, M.D. Angelis, R.D. Cagno, et al. (2007), "Synthesis of γ -aminobutyric acid by lactic acid bacteria isolated from a variety of Italian cheeses", *Appl. Environ. Microbiol.*, **73**(22), pp.7283-7290, DOI: 10.1128/AEM.01064-07.

- [10] Q.T. Viet, D.M. Khai, D.T. Huong, et al. (2013), "Research on characteristics of probiotic bacteria strain *Lactobacillus brevis* NCTH24 with the ability to synthesize gamma aminobutyric acid and its application in biogurt", *National Biotechnology Conference*, pp.649-653 (in Vietnamese).

- [11] T.T. Ngoan, Q.T. Viet, N.L. Anh (2014), "Research on fermentation of rice bran embryo extract to enrich gamma aminobutyric acid by probiotic bacteria strain *Lactobacillus plantarum* NCDC3", *Journal of Science and Technology*, **52**(5C), pp.154-158 (in Vietnamese).

- [12] L.T.K. Tuyen (2014), *Research on The Production Process of Γ -Aminobutyric Acid (GABA) from Rice Bran Fluid Using Lactobacillus*, Master of Science Thesis, Vietnam National University, Hanoi (in Vietnamese).

- [13] A.S. Espinosa, L.M.B. Barrientos, R.R. Díaz, et al. (2020), "Gamma aminobutyric acid (GABA) production in milk fermented by specific wild lactic acid bacteria strains isolated from artisanal Mexican cheeses", *Ann. Microbiol.*, **70**(12), pp.1-11.

- [14] Y.T. Tung, B.H. Lee, C.F. Liu, et al. (2011), "Optimization of culture condition for ACEI and GABA production by lactic acid bacteria", *J. Food Sci.*, **76**(9), pp.585-591, DOI: 10.1111/j.1750-3841.2011.02379.x.

- [15] Y. Cui, K. Miao, S. Niyaphorn, et al. (2020), "Production of gamma aminobutyric acid from lactic acid bacteria: A systematic review", *Int. J. Mol. Sci.*, **21**(3), pp.1-2.

Nghiên cứu giải pháp hồi phục và tăng cường trữ lượng nước cho các mạch lộ trên địa bàn tỉnh Điện Biên

Nguyễn Huy Vượng¹, Trần Văn Quang^{1*}, Bùi Lê Khánh², Vũ Quốc Công¹, Phạm Tuấn¹

¹Viện Thủy công, Viện Khoa học Thủy lợi Việt Nam, 3 ngõ 95 Chùa Bộc, phường Trung Liet, quận Đống Đa, Hà Nội, Việt Nam

²Ban Quản lý Trung ương các Dự án Thủy lợi, 23 Hàng Tre, phường Lý Thái Tổ, quận Hoàn Kiếm, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 25/11/2022; ngày chuyển phản biện 29/11/2022; ngày nhận phản biện 19/12/2022; ngày chấp nhận đăng 23/12/2022

Tóm tắt:

Mạch lộ (mó nước) là nguồn nước được sử dụng tương đối phổ biến trên địa bàn tỉnh Điện Biên, nhất là tại các vùng núi cao và vùng khan hiếm nước. Tuy nhiên, suy giảm trữ lượng và chất lượng nguồn nước mạch lộ hiện đang diễn ra hầu hết đối với các loại hình mạch lộ phân bố trên địa bàn nghiên cứu. Trên cơ sở phân tích đặc điểm cấu trúc địa chất thủy văn của các loại hình mạch lộ, bài báo giới thiệu giải pháp hồi phục và tăng cường trữ lượng nguồn nước cho các mạch lộ trên địa bàn tỉnh Điện Biên. Kết quả tính toán thử nghiệm cho một công trình cụ thể tại xã Mường Báng, huyện Tủa Chùa, tỉnh Điện Biên cho thấy, các giải pháp đề xuất có thể bổ sung khoảng 5.377 m³/năm cho các nguồn mạch lộ trong phạm vi lưu vực công trình.

Từ khóa: đập ngầm, hào thu nước, mạch lộ, Mường Báng - Điện Biên, tăng cường.

Chỉ số phân loại: 2.1

Effective solutions to restore and increase water reserves for springs in Dien Bien province

Huy Vuong Nguyen¹, Van Quang Tran^{1*},
Le Khanh Bui², Quoc Cong Vu¹, Tuan Pham¹

¹Hydraulic Construction Institute, Vietnam Academy for Water Resources,
3, Lane 95, Chua Boc Street, Trung Liet Ward, Dong Da District, Hanoi, Vietnam

²Central Project Office, 23 Hang Tre Street, Ly Thai To Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam

Received 25 November 2022; revised 29 December 2022; accepted 23 December 2022

Abstract:

Springs are the relatively common sources of water used in Dien Bien province, especially in the high mountains and water-scarce areas. However, a decline in the quantity and quality of springs is taking place in most study areas of the province. Based on the analysis of the hydrogeological structural characteristics of various types of springs, this article introduces solutions to restore and increase the water reserve for the springs in the province. The experimental results for a specific model in Muong Bang commune, Tua Chua district, Dien Bien province showed that the proposed solution can add about 5,377 m³.a⁻¹ to the exposed spring sources within the project basin.

Keywords: Muong Bang - Dien Bien, springs, strengthening, underground dam, water collection trench.

Classification number: 2.1

1. Đặt vấn đề

Mạch lộ là nguồn nước cung cấp cho cộng đồng lâu đời nhất và chúng vẫn là nguồn ưa thích, bởi vì có chất lượng tự nhiên cao và công nghệ khai thác tương đối đơn giản. Mạch lộ còn có các tên gọi là mó nước, mó lán, bến nước, mạch lộ chính là vị trí dòng nước ngầm xuất lộ trên mặt đất tự nhiên, tạo thành dòng chảy. Dòng xuất lộ nước ngầm tự nhiên này có thể thoát ra từ đá gốc hay từ lớp đất phủ trên mặt đất hoặc trên các khu vực có nước mặt. Mạch nước xuất lộ theo quy mô, điều kiện và nhiều tình huống khác nhau. Có thể gặp mạch nước xuất lộ theo dạng mạch rỉ rất nhỏ (chỉ đủ quan sát thấy dòng chảy), tới các mạch nước xuất lộ tràn trữ lưu lượng cực lớn. Mạch nước cũng có khi gặp trên sườn núi, bên bờ sông, hay mạch tràn lên thành đầm lầy hay thậm chí gặp mạch nước ngọt ở ngoài biển. Sự vận động của mạch nước rất khác nhau, có loại mạch nước chỉ xuất lộ vào mùa mưa, có loại mạch lộ chỉ xuất hiện vào mùa khô, có loại xuất lộ quanh năm, có loại xuất hiện theo chu kỳ [1, 2].

Mạch lộ là nguồn nước được sử dụng tương đối phổ biến trên địa bàn tỉnh Điện Biên, nhất là tại các vùng núi cao và khan hiếm nước. Hiện tại, trên địa bàn tỉnh có khoảng 215 công trình khai thác nước từ mạch lộ để cấp nước sinh hoạt cho hơn 3.000 hộ dân [3]. Tuy nhiên, qua kết quả khảo sát đánh giá, hiện tượng suy thoái nguồn của mạch lộ đang diễn ra nhanh chóng, nguyên nhân chủ yếu là do thời tiết khắc nghiệt cộng thêm với do nạn chặt phá rừng, đốt rừng làm thảm phủ thực vật ngày thưa thớt. Điều này làm giảm thời gian lưu giữ của nước mưa trên bề mặt địa hình dẫn đến nguồn cấp cho nước ngầm bị mất đi, kèm theo đó, sự gia tăng dân số và phát triển kinh tế ngày càng phát triển nhu

*Tác giả liên hệ: Email: tranquang78@gmail.com

cầu dùng nước tăng, dẫn đến việc khai thác quá mức cũng gây ra sự suy giảm trữ lượng của nguồn mạch lộ. Về giải pháp khai thác nước mạch lộ, hầu như khai thác theo hình thức tự nhiên và đơn giản, hệ thống lấy nước được đầu trực tiếp với điểm xuất lộ có lưu lượng lớn nhất, còn các điểm khác trên diện lộ thường không được tận thu và tự chảy tràn gây lãng phí nguồn nước rất lớn, vì vậy đối với nguồn nước này cần phải có các giải pháp làm giảm thiểu nguy cơ suy thoái, tăng cường trữ lượng nguồn cho mạch lộ cũng như các giải pháp thu gom lưu giữ nước tại khu vực diện lộ của mạch nước trong mùa mưa để dùng về mùa khô.

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Phương pháp thu thập thông tin

Thu thập tài liệu về điều kiện tự nhiên; dân sinh kinh tế, xã hội; địa chất thủy văn; số liệu vị trí, lưu lượng, độ khoáng hoá các mạch lộ; số liệu về các công trình khai thác nguồn nước mạch lộ trong vùng nghiên cứu; các nghiên cứu liên quan ở trong nước và trên thế giới.

2.2. Phương pháp kế thừa

Sử dụng có chọn lọc kết quả nghiên cứu, bao gồm từ các kết quả nghiên cứu về địa hình, địa chất, khí tượng, thủy văn, nước dưới đất...

2.3. Phương pháp phân tích

Sử dụng phương pháp phân tích để thống kê phân tích các tài liệu, số liệu đồng thời tổng hợp số liệu theo định hướng nghiên cứu.

2.4. Phương pháp điều tra

Điều tra các số liệu về mạch lộ, công trình khai thác nguồn nước mạch lộ tại các cơ quan ban ngành trong vùng nghiên cứu; điều tra ngoài thực địa về vị trí các mạch lộ, lưu lượng mạch lộ, các công trình khai thác nguồn nước mạch lộ cho toàn bộ vùng nghiên cứu; điều tra về nhu cầu sử dụng nước, sự đồng thuận của đồng bào dân tộc về thiết kế, thi công và vận hành 2 mô hình thí điểm xây dựng trong nội dung của đề tài.

2.5. Phương pháp đo đạc, quan trắc

Khảo sát địa chất, địa chất thủy văn và quan trắc lưu lượng nước mạch lộ cho khu vực dự kiến xây dựng mô hình thí điểm.

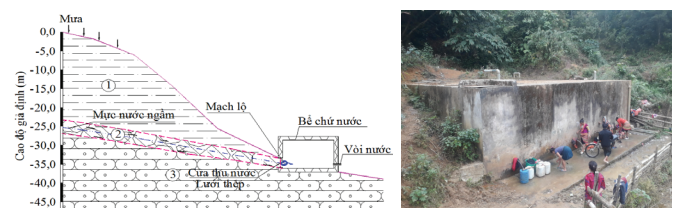
3. Phân loại mạch lộ trên địa bàn tỉnh Điện Biên

Sự phong phú của mạch lộ về nguồn gốc, quy mô, hình thức xuất lộ và cả động thái của chúng đã tạo ra sự đa dạng, không thống nhất khi phân loại mạch nước. Trong địa chất thủy văn hiện tồn tại nhiều cách phân loại mạch nước theo tiêu khác nhau, như theo nguồn gốc hình thành, theo cấu trúc và đặc điểm địa chất, theo quy mô xuất lộ/lưu lượng của mạch nước đến theo nhiệt độ và theo chất lượng nước [1]. Trên cơ sở phân tích đặc điểm cấu trúc địa chất

thủy văn kết hợp với hình thức xuất lộ của các loại mạch lộ trên địa bàn nghiên cứu, có thể phân chia ra các loại mạch lộ như sau.

3.1. Mạch lộ không áp

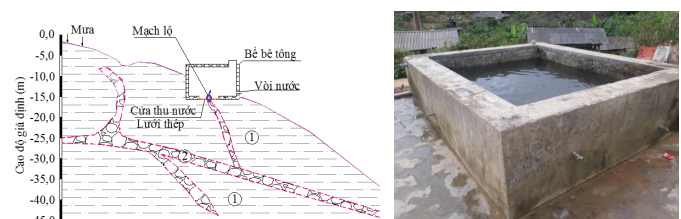
Đây là dạng mạch lộ phổ biến nhất trên địa bàn tỉnh, loại hình mạch lộ này thường xuất lộ tại các chân sườn dốc. Dòng nước xuất lộ có thể là từ trong các thành tạo sườn tàn tích (edQ), từ các đới phong hóa đập vỡ của đá gốc hoặc trực tiếp từ đá gốc. Công trình thu nước có kết cấu xây gạch, bê tông hoặc bê tông cốt thép có quy mô từ 5 đến 15 m³ hứng nước trực tiếp từ mạch lộ. Bể chỉ có 1 ngăn chứa nước, không có ngăn lọc. Cấu trúc địa chất thủy văn và kết cấu của công trình khai thác mạch lộ này được trình bày ở hình 1.



Hình 1. Cấu trúc địa chất thủy văn, kết cấu của công trình khai thác nước mạch lộ không áp. 1: sét pha lẫn dăm mảnh (edQ); 2: đới đá phong hóa mạnh thành dăm mảnh lẫn đất; 3: đá phong hóa nhẹ ít nứt nẻ, khả năng thấm nước yếu.

3.2. Mạch lộ có áp

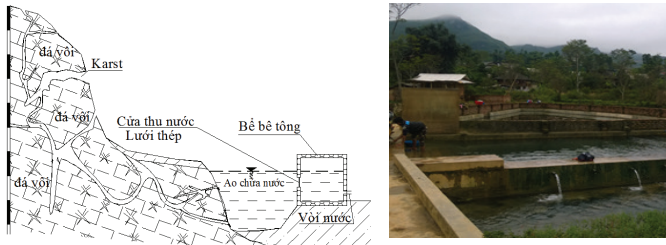
Loại hình mạch lộ này ít bắt gặp trên địa bàn tỉnh Điện Biên. Dòng nước của loại mạch lộ này thường xuất lộ ra trên các sườn dốc và từ các đới đá dăm mảnh phân bố trong các thành tạo tầng phủ sườn tàn tích (edQ). Cấu trúc địa chất thủy văn và kết cấu của công trình khai thác dạng mạch lộ này được trình bày ở hình 2.



Hình 2. Cấu trúc địa chất thủy văn, kết cấu của công trình khai thác nước mạch lộ có áp. 1: sét pha lẫn dăm mảnh (edQ); 2: đới đá dăm mảnh.

3.3. Mạch lộ từ các thành tạo carbonat

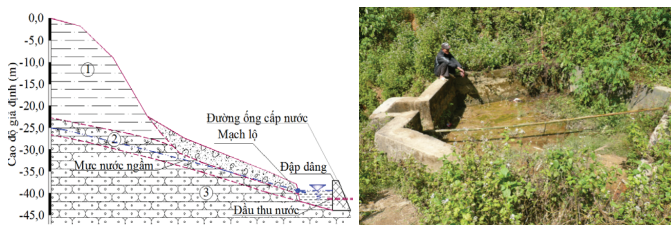
Trên địa bàn tỉnh Điện Biên các thành tạo carbonat (đá vôi) chủ yếu phân bố trên địa bàn các huyện Tủa Chùa, Tuần Giáo và một phần của huyện Mường Ảng [4]. Mạch lộ xuất hiện từ các thành tạo carbonat chủ yếu là các dòng xuất lộ từ các khe nứt hoặc đới khe nứt trên các vách núi đá. Cấu trúc địa chất thủy văn và kết cấu công trình khai thác nước từ dạng mạch lộ này được thể hiện ở hình 3.



Hình 3. Cấu trúc địa chất thủy văn và kết cấu công trình khai thác nước mạch lộ từ các thành tạo carbonat.

3.4. Mạch lộ xuất hiện trong trầm tích lòng suối

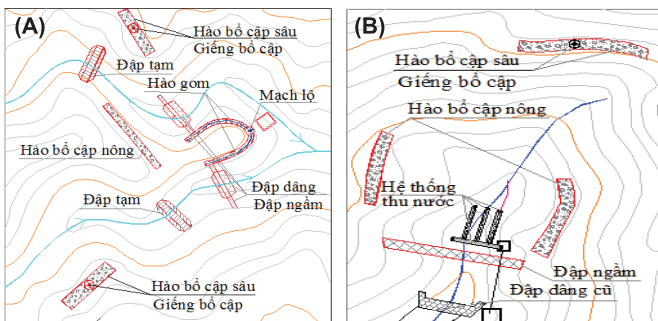
Nguồn nước mạch lộ này thường xuất lộ trong các trầm tích cát cuội sỏi phân bố tạo các lòng khe suối, về mùa mưa các trầm tích này bị dòng mặt phủ lên. Dạng mạch lộ này tương đối phổ biến, do có lưu lượng tương đối lớn nên thường được dùng làm nguồn cho các công trình cấp nước tập trung. Cấu trúc địa chất thủy văn và kết cấu của công trình khai thác nước được trình bày tại hình 4.



Hình 4. Cấu trúc địa chất thủy văn và kết cấu công trình khai thác nước mạch lộ xuất hiện trong trầm tích lòng suối. 1: tầng phủ sét pha; 2: đá phong hóa nứt nẻ mạnh; 3: đá gốc phong hóa nhẹ.

4. Đề xuất giải pháp hồi phục và tăng cường trữ lượng mạch lộ

Trên cơ sở các nguyên nhân gây suy giảm trữ lượng nguồn nước mạch lộ kết hợp với phân tích cấu trúc địa chất thủy văn của các dạng mạch lộ trên địa bàn tỉnh Điện Biên cho thấy, có thể dùng các giải pháp công trình để hồi phục cũng như tăng cường trữ lượng cho các mạch lộ. Sơ đồ công nghệ của giải pháp được thể hiện ở hình 5.



Hình 5. Mặt bằng sơ đồ công nghệ giải pháp. (A) Mạch lộ dạng không áp, có áp; (B) Mạch lộ trầm tích lòng suối.

Nguyên lý hoạt động của hệ thống như sau: trên các sườn dốc mái đồi, hoặc thượng lưu các nhánh suối nguồn nước mưa, nước mặt được thu gom vào các hào thu nước. Hào thu nước có thể bổ cấp trực tiếp cho tầng chứa nước (hào bổ cấp nông), hoặc có thể dẫn vào giếng giếng khoan để bổ cấp cho tầng chứa nước (bổ cấp sâu). Đối với các dòng chảy mặt chảy qua các chi lưu thuộc lưu vực của mạch lộ có bề rộng nhỏ độ dốc tương đối, sử dụng công trình đập tạm (kết cấu đơn giản bằng cây, tre kết hợp bao đất) với mục đích giữ lại một phần hoặc làm chậm vận tốc dòng chảy kéo dài thời gian lưu giữ trên bề mặt nhằm tăng cường nguồn nước mặt cấp xuống tầng chứa nước ngầm, phần nước chảy tràn qua đập tạm sẽ được lưu giữ lại bởi hệ thống đập dâng kết hợp đập ngầm ở phía hạ lưu.

5. Ứng dụng giải pháp vào công trình cụ thể

5.1. Giới thiệu công trình

Công trình cấp nước sinh hoạt Đội 1, xã Mường Báng, huyện Tủa Chùa, tỉnh Điện Biên được xây dựng từ năm 2003 và mới được nâng cấp sửa chữa năm 2015 với nhiệm vụ cấp nước sinh hoạt cho 90 hộ dân, 1 trường học, tương đương 500 người. Công trình bao gồm bể đầu mối có kết cấu bê tông cốt thép dung tích 30 m³, hệ thống đường ống cấp nước. Hiện tại, các hạng mục công trình vẫn hoạt động bình thường, tuy nhiên về mùa khô vào khoảng từ tháng 12 đến tháng 4 năm sau lưu lượng bị giảm xuống chỉ còn 20% so với mùa mưa.



Hình 6. Hình ảnh đầu mối và đường ống cấp nước sinh hoạt.

5.2. Đặc điểm tự nhiên của khu vực xây dựng công trình

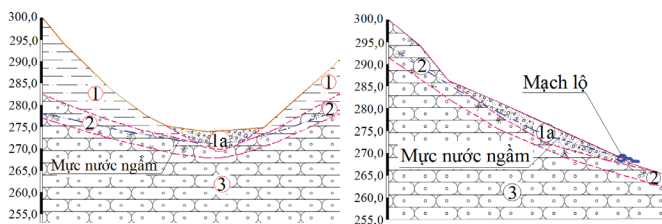
Chế độ mưa: Khu vực nghiên cứu chưa có trạm quan trắc, trạm quan trắc gần nhất là Tuần Giáo. Lượng mưa trung bình năm tại khu vực nghiên cứu lấy theo Trạm Tuần Giáo thay đổi từ 1.700 đến 2.100 mm. Một năm có 2 mùa, mùa mưa bắt đầu từ tháng 4 cho đến hết tháng 10, mùa khô bắt đầu từ tháng 11 kéo dài cho đến hết tháng 3 năm sau. Lượng mưa phân bố không đều chủ yếu vào mùa mưa chiếm 75-80% lượng mưa năm.

Bảng 1. Lượng mưa tháng từ năm 2016 đến 2019 (Trạm Tuần Giáo).

Năm	Tổng lượng mưa các tháng trong năm (mm)											
	I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
2016	73,0	14,7	17,8	117,0	159,1	247,7	465,4	448,0	205,1	160,1	29,5	100,3
2017	73,1	21,9	15,3	179,8	195,6	130,0	239,8	380,7	126,4	14,5	40,1	1,3
2018	127,7	8,3	103,9	136,1	132,4	385,3	359,8	404,2	212,1	71,1	21,9	34,1
2019	55,5	13,5	72,6	101,3	162,3	268,0	195,1	323,6	72,9	61,9	45,9	26,1
Trung bình	82,3	14,6	52,4	133,6	162,4	257,8	315,0	389,1	154,1	76,9	34,4	40,5

Đặc điểm địa hình: Lưu vực mạch lộ có diện tích khoảng 1,5 km², địa hình bị phân cắt bởi các khe xâm thực sâu từ 1,0 đến 2,0 m, suối chính dài khoảng 1,8 km với độ dốc lòng suối khoảng 5-10%, độ dốc sườn lưu vực thay đổi từ 10 đến 40%.

Đặc điểm địa chất, địa chất thủy văn: Phân bố dưới lòng suối là các thành tạo bồi lũ tích (apQ) thành phần chủ yếu là cát sạn lẫn cuội tảng gắn kết yếu, hệ số thấm lớn, mức độ lưu thông nước cao, phân bố hai bên sườn dốc là các thành tạo sườn tàn tích (edQ) có thành phần chính là sét pha lẫn dăm mảnh trạng thái nửa cứng, hệ số thấm nhỏ mức độ lưu thông nước kém. Cấu trúc địa chất của khu vực mạch lộ được thể hiện tại hình 7, các thông số địa chất thủy văn được trình bày ở bảng 2.



Mặt cắt địa chất ngang mạch lộ (theo đường 1-1) **Mặt cắt địa chất dọc mạch lộ (theo đường 2-2)**

Hình 7. Cấu trúc địa chất thủy văn khu vực mạch lộ. 1: sét pha lẫn dăm mảnh; 2: cát bột kết phong hóa mạnh; 3: đá cát bột kết phong hóa nhẹ.

Bảng 2. Thông số địa chất thủy văn.

STT	Lớp	Chiều dày trung bình (m)	Hệ số rỗng (%)	Hệ số thấm K (cm/s)
1	Lớp 1a	2,2	35,5	1×10^{-3}
2	Lớp 1	7,8	50,6	$2,5 \times 10^{-5}$
3	Lớp 2	3,9	9,3	$1,12 \times 10^{-3}$

Lưu lượng nước mạch lộ: Kết quả quan trắc lưu lượng nước tại mạch lộ năm 2019 cho thấy, lưu lượng trung bình tại mạch lộ trong các tháng dao động từ 0,27 l/s (tháng 4) đến 3,92 l/s (tháng 9). Chi tiết được thể hiện ở bảng 3.

Bảng 3. Lưu lượng quan trắc tại mạch lộ Đội 1, Mường Báng - Tủa Chùa năm 2019.

Giá trị (l/s)	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9	T10	T11	T12
Trung bình	0,44	0,36	0,33	0,27	0,76	2,18	2,67	2,97	3,92	2,32	1,17	0,73
Min	0,40	0,34	0,30	0,25	0,68	1,98	2,40	2,70	3,12	2,11	1,02	0,62
Max	0,47	0,37	0,35	0,29	0,83	2,37	2,93	3,23	4,72	2,53	1,32	0,84

5.3. Tính toán nhu cầu sử dụng nước

Nhu cầu sử dụng nước từ nguồn mạch lộ được xác định là $Q_t = 0,55$ (l/s). Chi tiết tính toán được thể hiện ở bảng 4.

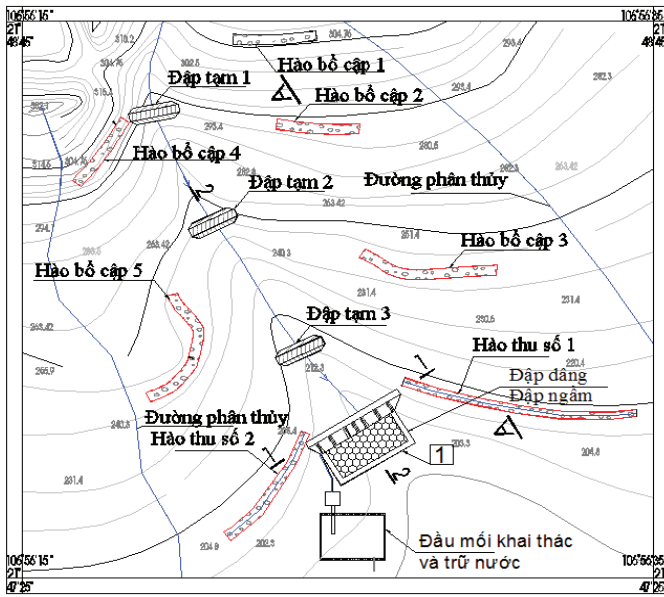
Bảng 4. Tính toán nhu cầu cần khai thác nguồn mạch lộ Đội 1, xã Mường Báng.

TT	Thành phần	Đơn vị	Giá trị tính toán
1	Dân số vùng dự án	Người	500
2	Tỷ lệ dân được cấp nước	%	100
3	Nước cho nhu cầu sinh hoạt (Q_{sh})	m ³ /ng.đêm	30
4	Nước cho công trình công cộng ($10\% Q_{sh}$)	m ³	3
	Cộng (Q_t)	m ³	33
5	Nước thất thoát do rò rỉ, dự trữ phát triển ($15\% Q_t$)	m ³	5
	Lưu lượng nước cấp vào mạng	m ³	38
6	Nước cho yêu cầu khác $5\% (Q_t + Q_{tt})$	m ³	2
7	Tổng cộng	m ³	40
8	Hệ số ngày dùng nước lớn nhất K_{ngd}		1,2
9	Công suất tính toán	m ³	48
10	Công suất (m ³ /ng.đêm)	m ³	48
11	Công suất theo nhu cầu (l/s)	l/s	0,55

So sánh với số liệu đo đạc hiện trạng (bảng 3), kết hợp với điều tra phỏng vấn người dân sở tại cho thấy, nguồn nước sử dụng cho sinh hoạt được lấy từ các mạch lộ cung cấp sẽ bị thiếu hụt trong 6 tháng mùa khô (từ tháng 4 đến tháng 9) hàng năm, đặc biệt ít nước nhất vào tháng 4. Để có số liệu tính toán thiết kế, chúng tôi sử dụng kết quả đo thực tế vào tháng 4 do đề tài thực hiện để tính toán. Lượng thiếu hụt lớn nhất trung bình vào tháng 4 là: $Q_{th} = 0,55 - 0,27 = 0,28$ (l/s). Như vậy, để công trình hoạt động hiệu quả đáp ứng được nhu cầu thì hàng năm mạch lộ cần bổ sung một lượng nước là $Q_{bsyc} = 2.903$ (m³).

5.4. Thiết kế giải pháp hồi phục và tăng cường trữ lượng nguồn mạch lộ

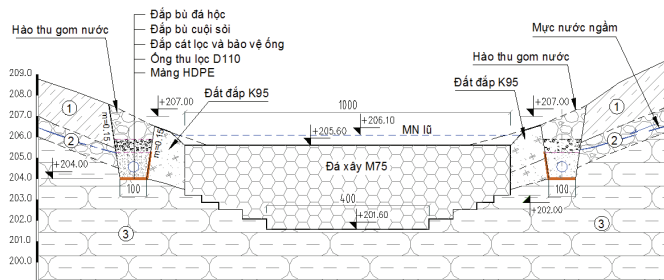
Lựa chọn công nghệ: Trên cơ sở phân tích điều kiện tự nhiên (địa hình, địa chất thủy văn, khí hậu). Giải pháp được nghiên cứu và đưa vào áp dụng bao gồm các hạng mục công trình như: đập dâng kết hợp đập ngầm, hào gom nước, hào bổ cập nông và đập tam. Mặt bằng giải pháp thể hiện ở hình 8.



Hình 8. Mặt bằng giải pháp.

Tính toán thiết kế các hạng mục

Đập dâng kết hợp đập ngầm, đập tạm: Đập dâng kết hợp đập ngầm có kết cấu gồm các phần chính là phần nổi ở khu vực lòng suối có kết cấu bê tông hoặc đá xây, phần tường ngầm bố trí hai bên vai chắn ngang dòng ngầm và có điểm đỉnh tường kết nối với hào thu gom nước để tạo nên một vòng cung kín ngăn không cho dòng ngầm thoát về hạ lưu, phần tường ngầm được kết cấu bằng đất có hệ số thấm nhỏ, hoặc xi măng đất. Đập dâng kết hợp đập ngầm có các nhiệm vụ sau: (1) Lưu giữ nước mặt lại ở một cao trình phù hợp tạo sự cân bằng giữa nước mặt và tầng chứa nước mạch lộ làm giảm lượng nước thoát ra khe suối; (2) Phần tường ngầm có nhiệm vụ lưu giữ nước ngầm lại trong tầng chứa nước ở cao trình phù hợp làm giảm chênh lệch gradien thủy lực tại điểm xuất lộ nước (mạch lộ) và phía hạ lưu nhằm giảm sự thất thoát nước của nguồn mạch lộ. Kết cấu đập dâng kết hợp đập ngầm được thể hiện ở hình 9. Hệ thống đập tạm được bố trí cắt ngang các chi lưu trên khu vực thượng lưu của lưu vực mạch lộ, đập tạm có nhiệm vụ làm chậm chảy dòng mặt tăng thời gian lưu giữ nước trên bề mặt tự nhiên để từ đó bổ sung cho tầng chứa nước, bên cạnh đó đập tạm cũng lưu giữ lại được một phần lượng phù sa giúp cho thảm thực vật phát triển.



Hình 9. Cắt dọc tim đập dâng kết hợp đập ngầm.

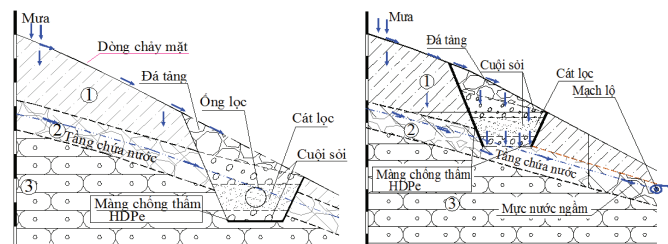
Lượng nước mà công trình đập dâng kết hợp với đập ngầm có thể bổ sung cho tầng chứa nước được tính theo công thức sau:

$$V_{bs} = F_{itb} \times H_i \times \mu_i [4]$$

trong đó F_{itb} (m^2) là diện tích trung bình của dung tích hữu ích, bao gồm diện tích bao phủ của phần nước mặt do đập dâng và phần diện tích bao phủ nước ngầm do đập ngầm tạo nên; H_i là chiều cao của dung tích hữu ích; μ_i là hệ số nhả nước của tầng phễu.

Hào gom nước được bố trí theo đường đồng mức cắt qua tầng chứa nước mạch lộ, hào thu gom nước có nhiệm vụ: (1) Thu gom nước ngầm trong tầng chứa nước theo các hướng khác nhau về công trình trữ; (2) Lưu giữ nước ngầm lại trong tầng chứa nước; (3) Thu gom một phần dòng mặt để bổ sung cho công trình trữ nước. Kết cấu của hào thu nước bao gồm các lớp cuội sỏi, cát và đá tầng được bố trí như kích thước hào có thể lựa chọn như sau: chiều dài hào phải đảm bảo để thu gom hết các dòng ngầm; hào có mặt cắt hình thang với cạnh đáy nhỏ $\geq 1,0$ m, đáy lớn lớn hơn đáy bé từ 1,5 đến 2,0 lần. Hào được kết cấu với các lớp cuội sỏi bao quanh ống lọc như hình 10A, với chiều dày của lớp $D_s \geq 0,3$ m, lớp cuội sỏi phía trên cũng có chiều dày tương tự, phần còn lại sẽ được đắp bằng cát sạch. Phần đắp hoàn trả lại mặt bằng cũ được đắp bằng đá tảng, đáy hào và vách hào phía hạ lưu được phủ bằng màng chống thấm HDPE.

Hào bổ cấp nông được bố trí theo đường đồng mức tại các vị trí có thể thu được lượng dòng mặt lớn nhất. Mặt khác vị trí lựa chọn cũng phải đảm bảo có chiều sâu hào là nhỏ nhất, nên bố trí hào thu nước tại các vị trí mà chiều sâu hào ≤ 3 m. Nguyên lý hoạt động của hào cấp nông như sau: nước mưa, nước mặt chảy tràn qua bề mặt hào thu nước, sẽ được giữ lại trong hào và thấm thấu trực tiếp vào tầng chứa nước làm tăng trữ lượng cho tầng chứa nước, kết cấu hào bổ cấp nông được thể hiện tại hình 10B.



Hình 10. Cắt ngang hào thu gom nước (A), cắt ngang hào bổ cấp nông (B).

Lượng nước mà hào bổ cấp nông cho tầng chứa nước mạch lộ được tính như sau:

$$Q_{bcn} = F_{dh} \times K_d \times T (m^3) [4].$$

trong đó F_{dh} (m^2) là diện tích hào thu; K_d là hệ số thấm thẳng đứng của tầng chứa nước, được xác định theo phương pháp đồ nước hồ đào; T (ngày) là thời gian mà trong hào có nước sẽ phụ thuộc vào lượng mưa, dung tích hào.

Kết quả tính toán lượng nước tăng cường hàng năm khi xây dựng các hạng mục của giải pháp được trình bày ở bảng 5.

Bảng 5. Kết quả tính toán lượng nước bổ cập hàng năm của công trình.

STT	Hạng mục công trình	Q_{bs} (m ³ /năm)
1	Đập dâng đầu mối	163,34
2	Đập tạm số 1	8,34
3	Đập tạm số 2	7,50
4	Đập tạm số 3	13,61
5	Hào bổ cập nông.	5144,0
Tổng cộng		5377,0

6. Kết luận

Suy thoái trữ lượng và chất lượng nguồn nước mạch lộ hiện đang diễn ra hầu hết đối với các loại hình khai thác nước mạch lộ trên địa bàn các tỉnh miền núi phía Bắc nói chung, Điện Biên nói riêng. Giải pháp công trình hồi phục và tăng cường nguồn nước cho các mạch lộ bằng việc kết hợp đồng bộ các hạng mục công trình đập dâng, đập tạm, đập ngầm và hào bổ cập được giới thiệu trong bài báo là giải pháp có tính thực tiễn có ý nghĩa khoa học. Các công

trình có quy mô nhỏ đến trung bình, vật liệu tại chỗ là chủ yếu, hình thức công trình đơn giản nên dễ dàng thi công và phù hợp với đặc điểm địa hình, địa chất, địa chất thủy văn khu vực.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] K. Bryan, *Classification of Springs*, <https://www.journals.uchicago.edu/doi/pdf/10.1086/622677>, accessed 30 October 2022.

[2] Vietnam Academy for Water Resources (2018), *Report on The Topic “Research and Propose Models for Sustainable Collection and Exploitation of Arterial Water Sources to Serve Clean Water Supply for High Mountainous Areas and Water-Scarce Regions Highlands”* (in Vietnamese).

[3] N.H. Vuong (2021), *Project “Research and Propose an Integrated Model of Solutions for Collecting, Storing and Exploiting Water Sources to Serve Domestic and Production Water Supply for Water Scarce Areas in Dien Bien Province”*, Hydraulic Construction Institute (in Vietnamese).

[4] N.V. Viet, N.H. Vuong, T.V. Quang, et al. (2018), “Solutions for water storage and exploitation in some loose formations of the Vietnam Central Highlands”, *Vietnam Journal of Science and Technology - MOST*, **60(6)**, pp.50-54.

Nghiên cứu đề xuất giải pháp IoT linh hoạt với mạng truyền thông vô tuyến và cảm biến đo lường, điều khiển

Cô Như Văn^{1*}, Lê Hùng Lâm¹, Trần Ngọc Tú¹, Lê Hoàng Nam²

¹Trường Đại học Giao thông Vận tải, 3 Cầu Giấy, phường Láng Thượng, quận Đống Đa, Hà Nội, Việt Nam

²Viện Ứng dụng Công nghệ, Bộ Khoa học và Công nghệ, 25 Lê Thánh Tông, phường Phan Chu Trinh, quận Hoàn Kiếm, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 20/9/2021; ngày chuyển phân biên 24/9/2021; ngày nhận phân biên 14/10/2021; ngày chấp nhận đăng 19/10/2021

Tóm tắt:

Với sự gia tăng mạnh mẽ của số lượng thiết bị IoT (Internet of things), giao thức truy cập mạng của các thiết bị cũng trở nên đa dạng, dẫn đến nhu cầu về nền tảng IoT hỗ trợ truy cập mạng không đồng nhất. Ở mỗi khu vực hoặc với mỗi ứng dụng khác nhau, giải pháp kết nối truyền thông cũng như việc đo lường điều khiển ngoại vi là khác nhau. Các hệ thống IoT hiện tại được xây dựng chủ yếu cho bài toán cụ thể, thiếu khả năng mở rộng mạng kết nối và với các thiết bị ngoại vi khác nhau, dẫn đến tốn kém chi phí đầu tư, thời gian xây dựng hệ thống cũng như khả năng làm việc kém tin cậy. Bài báo đề xuất giải pháp IoT linh hoạt, có thể sẵn sàng ứng dụng cho các hệ thống ngoài trời, điển hình như: sản xuất nông nghiệp thông minh, chiếu sáng thông minh và giao thông thông minh..., nhằm đưa ra mô hình ứng dụng linh hoạt với cơ sở hạ tầng khác nhau cho mỗi ứng dụng, đem lại chất lượng làm việc cao, có khả năng mở rộng và tiết giảm thời gian, chi phí xây dựng hệ thống.

Từ khóa: đo lường và điều khiển tùy biến, IoT linh hoạt, mạng kết nối tùy biến.

Chỉ số phân loại: 2.2

1. Đặt vấn đề

IoT là công nghệ phát triển nhanh chóng, cho phép ứng dụng vào nhiều lĩnh vực như thành phố thông minh, nhà thông minh, nông nghiệp thông minh, lưới điện thông minh... [1-7]. Là một trong những ngành công nghiệp hứa hẹn nhất trên thế giới, IoT đã thúc đẩy ngày càng nhiều thiết bị đầu cuối tham gia như điện thoại di động, máy tính cá nhân, các cảm biến khác nhau...

Công nghệ IoT có thể được coi là nền tảng cho các thành phố thông minh (Smart cities - SC) thế hệ tiếp theo do tiềm năng của nó trong việc khai thác các công nghệ thông tin và truyền thông bền vững [8]. Ban đầu, khái niệm SC bắt nguồn từ công nghệ IoT, sau đó, việc sử dụng IoT cũng có thể được mở rộng cho các làng thông minh (Smart villages - SV) ở các khu định cư nông thôn, cải thiện cuộc sống của cộng đồng nói chung. Về hình thức, các khu định cư nông thôn có các yêu cầu hơi khác so với các khu định cư thành thị. Nếu việc ứng dụng IoT trong các SC có thể được đặc trưng bởi sự dày đặc của IoT đối với cuộc sống hàng ngày, tuân theo đặc điểm cấu trúc của các thành phố là những nơi đông dân cư, thì SV được trao quyền cho IoT thường là một hệ thống phân tán và thiếu hụt. Tuy nhiên, bằng cách cung cấp phân tích xuyên ngành, việc xem xét vai trò của IoT trong SC và SV [8] đã xác định được sự tương đồng, khác biệt và viễn cảnh tương lai đối với SC và SV. Cùng với đó là sự gia tăng mạnh mẽ của số lượng thiết bị IoT, giao thức truy cập mạng và các kết nối đo lường điều khiển của các thiết bị cũng trở nên đa dạng và không đồng nhất, dẫn đến

nhu cầu về nền tảng IoT hỗ trợ truy cập mạng không đồng nhất và đo lường điều khiển tùy biến. Dẫu vậy, khung nền tảng IoT hiện tại không hỗ trợ tốt cho việc truy cập mạng không đồng nhất cũng như việc đo lường và điều khiển các thiết bị ngoại vi. Trước nhu cầu đó, đã có nhiều nghiên cứu được đưa ra, tiêu biểu là I. Mashal và cs (2015) [9] đã nghiên cứu xây dựng “Flexi-IoT”, tuy nhiên nghiên cứu mới chỉ dừng lại ở việc ứng dụng cho các thiết bị trong nhà với khoảng cách truyền thông ngắn, môi trường làm việc nói chung lý tưởng hơn so với ngoài trời. Ngoài ra, việc đo lường sử dụng cảm biến là được định sẵn mà không tùy biến cho việc kết nối đa cảm biến.

Mục tiêu của bài báo là xây dựng thiết bị IoT có khả năng kết nối truy cập mạng không đồng nhất, hỗ trợ đa kết nối mạng và đa kết nối cảm biến đo lường, điều khiển để thiết bị ngoại vi có thể dễ dàng thiết lập cho các ứng dụng tiêu biểu ngoài trời như hệ thống nông nghiệp thông minh, chiếu sáng thông minh, giao thông thông minh. Đồng thời, mỗi ứng dụng cũng tạo ra được sự thuận tiện trong việc kết nối tùy theo cơ sở hạ tầng có sẵn điển hình như wifi, LoRa/LoRaWAN và GRPS, tự động chuyển chế độ kết nối... nâng cao khả năng sẵn sàng và độ tin cậy làm việc của hệ thống.

2. Nội dung nghiên cứu

2.1. Kiến trúc IoT

Không có sự đồng thuận duy nhất về kiến trúc cho IoT được thống nhất trên toàn cầu. Các kiến trúc khác nhau đã được đề xuất bởi các nhà nghiên cứu khác nhau. Kiến trúc

*Tác giả liên hệ: Email: vancn@ntc.edu.vn

Research and propose flexible IoT solutions with radio communication networks and sensors for measurement, control

Nhu Van Co^{1*}, Hung Lan Le¹, Ngoc Tu Tran¹, Hoang Nam Le²

¹University of Transport and Communications,

3 Cau Giay Street, Lang Thuong Ward, Dong Da District, Hanoi, Vietnam

²National Center for Technological Progress, Ministry of Science and Technology,

25 Le Thanh Tong, Phan Chu Trinh Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam

Received 20 September 2021; revised 14 October 2021; accepted 19 October 2021

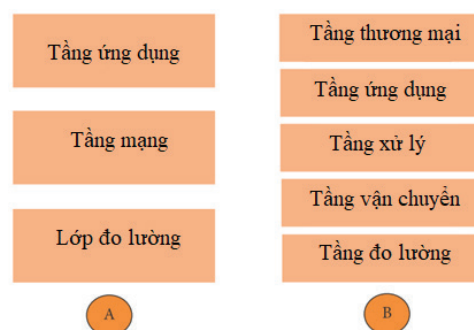
Abstract:

With a rapid increase in the number of IoT devices, the network access protocols of the devices also become diversified, leading to the need for IoT platforms that support heterogeneous network access. In each area or with different applications, the communication solution as well as the measurement and control for peripheral devices is different. Current IoT systems are mainly built for a specific problem, lacking the ability to expand the connection network and with different peripheral devices, therefore a costly investment and time to build the system, and at the same time, the ability to work is less reliable. The article proposes a flexible IoT solution that can be readily applied to outdoor systems, such as smart agriculture, smart lighting, and smart traffic; thereby suggesting a flexible application with different infrastructures for each application with high working quality, scalability, time and cost-savings.

Keywords: customisable measurement and control, customisable networking, flexible IoT.

Classification number: 2.2

cơ bản nhất là 3 lớp [10, 11] như ở hình 1, được giới thiệu trong giai đoạn đầu của nghiên cứu trong lĩnh vực này, 3 lớp đó là: đo lường, mạng và ứng dụng. Đo lường là lớp vật lý, có các cảm biến để cảm nhận và thu thập thông tin. Lớp này thu thập một số thông số vật lý hoặc xác định các đối tượng thông minh khác trong môi trường. Lớp mạng chịu trách nhiệm kết nối với những thứ thông minh khác, thiết bị mạng và máy chủ. Các tính năng của nó cũng được sử dụng để truyền và xử lý dữ liệu cảm biến. Lớp ứng dụng chịu trách nhiệm cung cấp các dịch vụ cụ thể của ứng dụng cho người dùng.



Hình 1. Kiến trúc của IoT: 3 lớp (A) và 5 lớp (B).

Một kiến trúc khác được đề xuất bởi H. Ning và cs (2011) [12] lấy cảm hứng từ các lớp xử lý trong não người. Kiến trúc được truyền cảm hứng từ trí thông minh và khả năng của con người để suy nghĩ, cảm nhận, ghi nhớ, đưa ra quyết định và phản ứng với môi trường vật chất, được cấu thành bởi 3 phần. Đầu tiên là bộ não con người, tương tự như đơn vị xử lý và quản lý dữ liệu hoặc trung tâm dữ liệu. Thứ hai là tùy sống, tương tự như mạng lưới phân tán của các nút xử lý dữ liệu và các công thông minh. Thứ ba là mạng lưới các dây thần kinh, tương ứng với các thành phần mạng và cảm biến.

Mặc dù mọi hệ thống IoT đều khác nhau, nhưng nền tảng cho mỗi kiến trúc này cũng như quy trình xử lý dữ liệu chung gần như giống nhau (hình 2).



Hình 2. Sơ đồ khối đơn giản về các khối xây dựng cơ bản của IoT.

Nhiệm vụ của các khối chức năng trong kiến trúc ở hình 2 như sau:

Sensors: Những thứ này tạo thành giao diện người dùng của các thiết bị IoT. Mục đích chính của chúng là thu thập dữ liệu từ môi trường xung quanh (cảm biến) hoặc cung cấp dữ liệu cho xung quanh (thiết bị truyền động). Đây là những thiết bị có thể nhận dạng với một địa chỉ IP duy nhất để có thể dễ dàng nhận dạng chúng qua một mạng lớn; hoạt động trong tự nhiên, có nghĩa là phải có thể thu thập dữ liệu theo thời gian thực; tự hoạt động (tự chủ về bản chất) hoặc có thể được tạo ra để người dùng hoạt động tùy thuộc vào nhu cầu của họ (do người dùng kiểm soát). Ví dụ về cảm biến là cảm biến khí, cảm biến chất lượng nước, cảm biến độ ẩm...

Processors: Bộ xử lý là bộ não của hệ thống IoT. Chức năng chính của chúng là xử lý dữ liệu được thu thập bởi các cảm biến và xử lý để trích xuất dữ liệu có giá trị từ lượng dữ liệu thô khổng lồ được thu thập. Nói một cách ngắn gọn, chúng ta có thể nói rằng nó cung cấp thông tin cho dữ liệu. Các bộ vi xử lý hầu hết hoạt động trên cơ sở thời gian thực và có thể dễ dàng được điều khiển bởi các ứng dụng. Chúng cũng chịu trách nhiệm bảo mật dữ liệu - đó là thực hiện mã hóa và giải mã dữ liệu. Thiết bị phần cứng nhúng, bộ vi điều khiển... là những thiết bị xử lý dữ liệu vì chúng có bộ xử lý gắn liền với nó.

Gateways: Các cổng chịu trách nhiệm định tuyến dữ liệu đã xử lý và gửi dữ liệu đến các vị trí thích hợp để sử dụng (dữ liệu) đúng cách. Nói cách khác, cổng kết nối giúp truyền dữ liệu đến và đi. Nó cung cấp kết nối mạng với dữ liệu. Kết nối mạng là điều cần thiết cho bất kỳ hệ thống IoT nào để giao tiếp. LAN, WAN, PAN... là những ví dụ về cổng mạng.

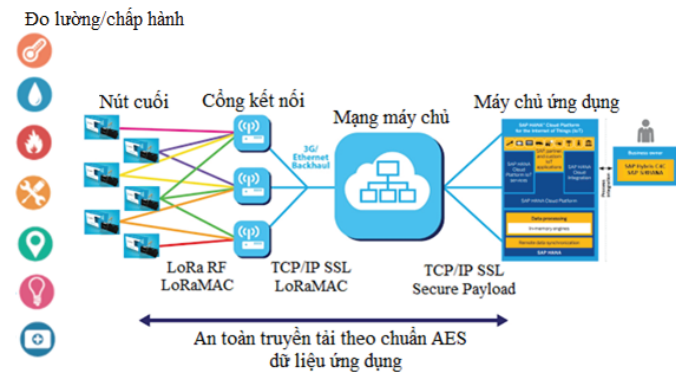
Application: Các ứng dụng tạo thành một đầu khác của hệ thống IoT, rất cần thiết để sử dụng hợp lý tất cả dữ liệu thu thập được. Các ứng dụng dựa trên đám mây này chịu trách nhiệm hiển thị ý nghĩa hiệu quả cho dữ liệu được thu thập. Các ứng dụng được kiểm soát bởi người dùng và là điểm cung cấp các dịch vụ cụ thể. Ví dụ về các ứng dụng như hệ thống an ninh, trung tâm điều khiển công nghiệp...

2.2. Xây dựng giải pháp truyền thông và đo lường, điều khiển

Trước sự gia tăng bùng nổ của các thiết bị IoT, nhiều nhà nghiên cứu tin rằng, việc khai thác nền tảng IoT hỗ trợ truy cập mạng không đồng nhất là một công nghệ đầy hứa hẹn. K. Yang và cs (2007) [13] đã áp dụng một approach dựa trên dịch vụ, chính sách, phân tích kiến trúc cơ bản của mạng không dây không đồng nhất trong tương lai (F-HWN) và sự áp dụng của chúng đối với lập kế hoạch mạng động (DNP), sử dụng chính sách - dựa trên nhận thức bối cảnh theo hướng sự kiện để tối ưu hóa việc triển khai và sử dụng cơ sở hạ tầng mạng cũng như cung cấp hỗ trợ mạng phổ biến cho các dịch vụ giá trị gia tăng theo cách dễ dàng hơn. Tuy nhiên, đây chỉ là một phương pháp truy cập mạng không dây và không xem xét một phương pháp truy cập khác như truy cập cáp quang cũng như việc đo lường điều khiển các thiết bị ngoại vi. D. Kauling và cs (2017) [14] sử dụng Raspberry Pi để thiết kế một nền tảng phần mềm, cung cấp một hệ thống để sử dụng và có thể tùy chỉnh cao để thu thập, xử lý dữ liệu cảm biến trong nhiều môi trường và ứng dụng khác nhau. Tuy nhiên, hệ này mới chỉ dừng lại ở việc thu thập dữ liệu mà chưa có chức năng điều khiển các thiết bị ngoại vi. Công trình nghiên cứu của G.H. Huang và cs (2019) [15] được đánh giá là hoàn thiện nhất, từ việc thu thập dữ liệu đến phần mềm giao diện người dùng. Tuy nhiên, ứng dụng của nghiên cứu là hệ thống trong

nhà với khoảng cách truyền thông ngắn, điều kiện hoạt động lý tưởng hơn, ngoài ra việc kết nối đến các cảm biến cũng chưa được tùy biến mà bị giới hạn xác định.

Từ hạn chế của các công trình tiêu biểu [13-15], chúng tôi đã đề xuất một khung nền tảng IoT mới đặc biệt để hỗ trợ truy cập mạng không đồng nhất và các đo lường điều khiển ngoại vi tùy biến, mô hình tổng quan IoT được thể hiện ở hình 3.



Hình 3. Mô hình tổng quan hệ thống IoT linh hoạt.

Chức năng chính của các lớp trong mô hình tổng quan (hình 3) bao gồm:

Sensors/actuators: Gồm các cảm biến đo lường, thu thập thông tin (cảm biến đo nhiệt độ, độ ẩm, cường độ ánh sáng, cường độ dòng điện, mật độ phương tiện giao thông...) và các đối tượng cần điều khiển như hệ thống tưới, đèn chiếu sáng, đèn tín hiệu giao thông, biển VMS thông tin, phân luồng giao thông...

End nodes: Gồm các nút mạng đầu cuối bao gồm module thu phát vô tuyến và board tích hợp vi điều khiển cũng như các khối chức năng để kết nối đo lường, thu thập dữ liệu và điều khiển các thiết bị ngoại vi. Module thu phát vô tuyến được lựa chọn là loại LoRa, được đánh giá là phù hợp nhất cho các ứng dụng ngoài trời với khoảng cách xa và tiêu thụ năng lượng ít (sẽ được nêu cụ thể ở phần dưới). End node được tùy biến để kết nối đến cảm biến hoặc loại module truyền thông qua việc cấu hình lựa chọn hoạt động, khoảng cách truyền thông tùy thuộc vào loại module được kết nối, có thể dao động từ 1,5 đến 15 km. Mỗi End node được định danh bởi một ID nhất định.

Concentrator/gateway: Các node truyền/nhận dữ liệu với các gateway qua mạng vô tuyến LoRa. Các gateway kết nối với internet thông qua giao thức IP tiêu chuẩn và truyền dữ liệu nhận được từ các node tới server, tức là mạng, máy chủ hoặc đám mây. Các thiết bị gateway luôn được kết nối với nguồn điện. Các gateway kết nối với máy chủ mạng thông qua các kết nối IP tiêu chuẩn và hoạt động như một

cầu nối trong suốt, chỉ cần chuyển đổi gói RF sang gói IP và ngược lại.

Network server: Mạng máy chủ có thể là các giải pháp nền tảng dựa trên đám mây như The things network (TTN) hoặc LoRIOT. Các mạng máy chủ kết nối với các gateway và lọc các gói dữ liệu, sau đó định tuyến nó đến ứng dụng có liên quan. Các mạng máy chủ có thể được sử dụng cho cả giao tiếp đường lên (tức là từ node đến ứng dụng) hoặc đường xuống (tức là ứng dụng đến node).

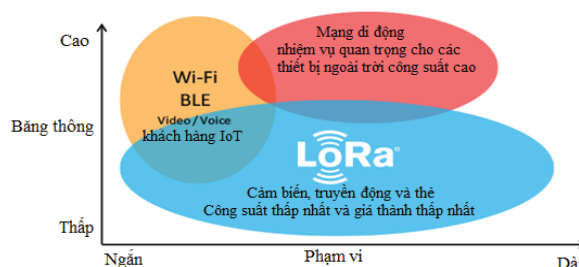
Application server: Các module phần mềm chức năng, có nhiệm vụ kết nối thu thập dữ liệu, phân tích về biểu đồ trực quan, lưu trữ cũng như truy xuất cơ sở dữ liệu. Đồng thời, có chức năng định danh thông tin, thiết lập cấu hình gửi đến các gateway và các node để có thể tùy biến cho ứng dụng.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Mạng truyền thông giữa các node và gateway

Phân tích lựa chọn công nghệ LoRa: Thuật ngữ LoRa là viết tắt của Long range. Đây là một công nghệ tần số vô tuyến không dây được giới thiệu bởi công ty có tên là Semtech. Công nghệ LoRa này có thể được sử dụng để truyền thông tin hai chiều đến khoảng cách xa mà không tiêu tốn nhiều điện năng. Đặc tính này có thể được sử dụng bởi các cảm biến từ xa phải truyền dữ liệu của nó bằng cách chỉ hoạt động trên một pin nhỏ. Điển hình là Lora có thể đạt được khoảng cách 15-20 km và có thể hoạt động bằng pin trong nhiều năm. Các giải pháp không dây như RF có thể gửi dữ liệu đến khoảng cách xa nhưng cần nhiều năng lượng hơn để làm điều đó, do đó không thể hoạt động bằng pin, trong khi BLE có thể hoạt động với rất ít năng lượng nhưng không thể gửi dữ liệu đến khoảng cách xa. Vì vậy, đây là những gì mang lại sự cần thiết cho LoRa. LoRa có thể đạt được giao tiếp khoảng cách cao mà không cần sử dụng nhiều điện năng, do đó khắc phục được nhược điểm của giao tiếp wifi và BLE. Để đạt được khoảng cách xa với

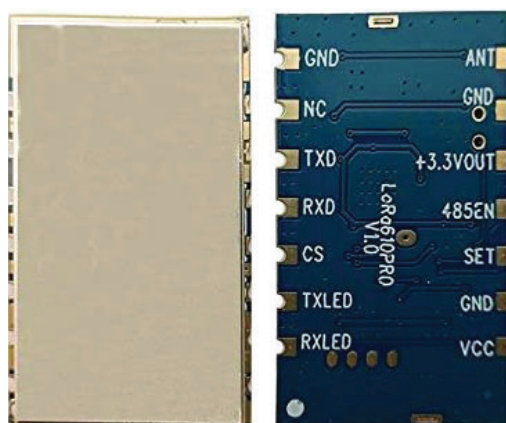
LoRa công suất thấp thỏa hiệp về băng thông (hoạt động trên băng thông rất thấp). Băng thông tối đa cho Lora là khoảng 5,5 kbps, điều này có nghĩa là chỉ có thể gửi một lượng nhỏ dữ liệu thông qua LoRa. Vì vậy, không thể gửi âm thanh hoặc video thông qua công nghệ này, nó chỉ hoạt động tốt khi truyền ít thông tin hơn như các giá trị cảm biến. Biểu đồ hình 4 cho thấy, LoRa nằm ở đâu so với các thiết bị wifi, bluetooth và di động. Với các hệ thống IoT nói chung và ứng dụng cho các hệ thống tưới cây, chiếu sáng giao thông thì thông tin dữ liệu thường không nhiều, nhưng đòi hỏi về độ tin cậy, tính sẵn sàng, khoảng cách truyền thông xa, do vậy việc áp dụng LoRa vào hệ thống là phù hợp nhất.



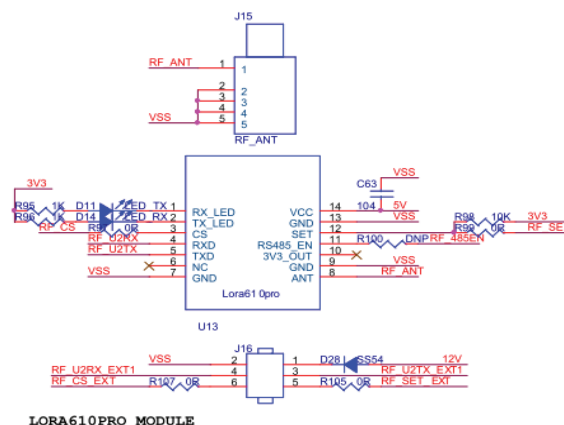
Hình 4. Đánh giá các công nghệ truyền thông tiêu biểu hiện nay.

Thiết kế khối chức năng: Mục đích cần xây dựng mạng truyền thông có thể tùy biến, việc tùy biến không chỉ về phần cứng mà còn có thể tùy biến về giao thức kết nối. Như vậy, để thực hiện được thì lựa chọn xây dựng theo kiến trúc mạng Mesh là phù hợp. Một số loại module LoRa có hỗ trợ mạng Mesh, trong đó tiêu biểu là LoRa610PRO, module có công suất tiêu thụ nhỏ (100 mW) nhưng khoảng cách truyền thông xa (đến 5000 m), tốc độ truyền tiêu chuẩn 433/470/868/915 MHz, nguồn dải rộng (3,3~6,5 V) (hình 5).

Mạch điện có thiết kế thêm switch chuyển đổi, cho phép lựa chọn kết nối với loại module có công suất khác nhau để linh hoạt áp dụng cho các ứng dụng có khoảng cách truyền thông khác nhau trên thực tế.



Hình 5. Khối truyền thông vô tuyến LoRa - Mesh.



LORA610PRO MODULE

3.2. Mạng truyền thông giữa các gateway và server

Như đã phân tích, thiết bị cần hoạt động với mạng không đồng nhất. Nhóm nghiên cứu lựa chọn, tích hợp các giải pháp thông dụng và tối ưu nhất bao gồm các mạng truyền thông như: LoRaMAC, wifi, LAN, GSM. Tùy vào mỗi ứng dụng khác nhau mà có thể kết nối và cấu hình thiết bị sử dụng phương pháp tương ứng phù hợp nhất để đảm bảo được nhiệm vụ bài toán, thiết bị nhỏ gọn và giảm chi phí đầu tư cũng như chi phí trong quá trình sử dụng. Giao thức TCP nên được chọn để hoạt động như một lớp truyền tải cho các hệ thống IoT. TCP có nhiều thách thức hơn liên quan đến hệ thống IoT như thiết lập kết nối, kiểm soát tắc nghẽn và bộ đệm dữ liệu. Thiết lập kết nối có thể không được xem xét trong hầu hết các trường hợp trong các hệ thống IoT do nhu cầu truyền tải một lượng nhỏ dữ liệu giữa các đối tượng.

3.3. Khối đo lường, điều khiển các thiết bị ngoại vi

Mục tiêu là hệ thống có thể kết nối tùy biến với các loại cảm biến khác nhau để có thể thu thập thông tin dữ liệu, để làm được việc này, về mặt phần cứng cần hỗ trợ các chuẩn kết nối, truyền thông phổ biến nhất. Việc kết nối thu thập dữ liệu có thể phân ra làm hai loại cơ bản nhất, đó là dạng số và dạng tương tự: dạng tương tự có thể là điện áp hoặc dòng điện, phổ biến nhất với kiểu điện áp 0-5 Vdc, kiểu dòng điện là 4-20 mA; với loại số thì phổ biến nhất là các chuẩn truyền thông như: UART, RS485, RS232, SPI, I2C. Việc tích hợp các chuẩn đo lường, thu thập dữ liệu trên vào mạch điện tương đối nhỏ gọn và không tốn kém chi phí, nên nhóm đã lựa chọn tích hợp vào thiết bị. Kết hợp với việc cấu hình từ máy tính kết nối trực tiếp với thiết bị qua cổng USB hoặc từ server, có thể cài đặt các chế độ hoạt động, khai báo các loại cảm biến cũng như hiệu chuẩn giá trị đo lường tương ứng với loại cảm biến đó để có thể tùy biến kết nối với các loại cảm biến khác nhau khi áp dụng thực tế. Việc điều khiển các thiết bị ngoại vi cũng có thể được tùy biến qua phần cứng phổ thông như: relay, PWM, DAC, kết hợp với khối khuếch đại công suất và việc khai báo cấu hình từ máy tính/server để có thể điều khiển các thiết bị ngoại vi khác nhau về chuẩn cũng như công suất của thiết bị.

3.4. Phần mềm giao diện người dùng

Đây là phần mềm giao diện trực quan cho phép hiển thị các thông tin, số liệu đo lường, điều khiển của toàn bộ hệ thống cũng như việc lưu trữ và truy xuất cơ sở dữ liệu. Đồng thời, phần mềm còn cho phép khai báo tên loại cảm biến, thiết bị điều khiển, cấu hình, hiệu chuẩn các tham số làm việc đến các cảm biến cũng như việc điều khiển các thiết bị ngoại vi khác nhau cho từng thiết bị IoT (hình 6). Ngoài ra, thiết kế thêm phần mềm trên máy tính, phục vụ cho việc khai báo, thiết lập ban đầu cho các thiết bị node và gateway, đồng thời cũng sử dụng cho mục đích thu thập thông tin trạng thái làm việc của thiết bị, xác định được các nguyên nhân sự cố của thiết bị IoT khi xảy ra.

Hình 6. Giao diện cấu hình cơ bản - chưa khai báo cụ thể cho ứng dụng nào.

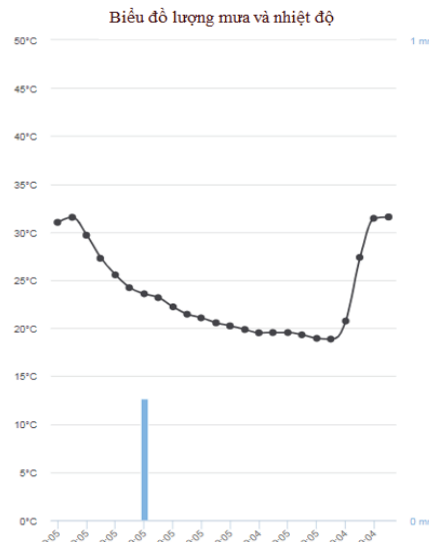
Từ giao diện cơ bản ở hình 6, người dùng có thể khai báo tên thiết bị (hoặc tên trạm), các chế độ hoạt động cũng như cấu hình các tham số cho hệ thống cụ thể như: hệ thống tưới cây thông minh, hệ thống chiếu sáng công cộng, hệ thống điều khiển và giám sát đèn tín hiệu giao thông được thể hiện tương ứng ở các hình 7, 8 và 9.

Hình 7. Giao diện cấu hình khi đã lựa chọn, xác định - ứng dụng cho hệ thống tưới cây thông minh.

Hình 8. Giao diện cấu hình khi đã lựa chọn, xác định - ứng dụng cho hệ thống chiếu sáng thông minh.

Hình 9. Giao diện cấu hình khi đã lựa chọn, xác định - ứng dụng cho hệ thống điều khiển và giám sát đèn tín hiệu giao thông đường bộ.

Thời gian	Nhiệt độ (°C)	Lượng mưa(mm)
23/08/2021 10:59:05	31.01702	0.0
23/08/2021 11:59:05	31.5457	0.0
23/08/2021 12:59:05	29.68407	0.0
23/08/2021 13:59:05	27.27797	0.0
23/08/2021 14:59:05	25.5519	0.0
23/08/2021 15:59:05	24.21894	0.0
23/08/2021 16:59:05	23.58184	0.254
23/08/2021 17:59:05	23.17969	0.0
23/08/2021 18:59:05	22.22403	0.0
23/08/2021 19:59:05	21.45136	0.0
23/08/2021 20:59:05	21.06955	0.0
23/08/2021 22:59:05	20.5567	0.0
23/08/2021 23:59:05	20.23588	0.0
24/08/2021 00:59:05	19.86311	0.0
24/08/2021 01:59:04	19.52196	0.0
24/08/2021 02:59:04	19.54681	0.0
24/08/2021 03:59:05	19.54681	0.0



Hình 10. Giao diện giám sát hoạt động của hệ thống.

Tương ứng với mỗi hệ thống, phần mềm đều có các chức năng phân tích và lưu trữ cơ sở dữ liệu, cho phép truy xuất dữ liệu, giám sát dữ liệu realtime cũng như vẽ biểu đồ giao diện người dùng trực quan theo tham số được lựa chọn. Hình 10 biểu thị giá trị về nhiệt độ môi trường và lượng mưa đo được theo thời gian thực.

4. Kết luận

Hệ thống IoT ứng dụng cho các hệ thống khác nhau thì việc kết nối, đo lường điều khiển là khác nhau, tuy nhiên xét tổng thể ở mỗi khâu thì chúng có phần tương đồng. Bài báo đã thiết kế được hệ thống IoT linh hoạt, cho phép có thể tùy biến ứng dụng vào các hệ thống khác nhau trên thực tế. Nhóm nghiên cứu cũng đã vận dụng hệ thống này cho các ứng dụng điển hình ngoài trời như hệ thống tưới cây thông minh, điều khiển và giám sát đèn chiếu sáng công cộng, điều khiển và giám sát đèn tín hiệu giao thông. Chỉ với thao tác đơn giản và nhanh chóng thông qua thủ tục cấu hình, hiệu chỉnh cho thiết bị phần cứng và giao diện người dùng trên server, từ đó có thể ứng dụng IoT cho các bài toán thu thập dữ liệu, giám sát và điều khiển từ xa.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Y. Hao, Y. Miao, L. Hu, et al. (2019), "Smart-edge-CoCaCo: AI-enabled smart edge with joint computation, caching, and communication in heterogeneous IoT", *IEEE Network*, **33**(2), pp.58-64, DOI: 10.1109/MNET.2019.1800235.
- [2] A. Yassine, S. Singh, M. Shamim Hossain, et al. (2019), "IoT big data analytics for smart homes with fog and cloud computing", *Future Generation Computer Systems*, **91**, pp.563-573, DOI: 10.1016/j.future.2018.08.040.
- [3] R. Morais, J. Mendes, R. Silva, et al. (2021), "A versatile, low-power and low-cost IoT device for field data gathering in precision agriculture practices", *Agriculture*, **11**, DOI: 10.3390/agriculture11070619.

- [4] J. Aneke, C. Ardito, D. Caivano, et al. (2020), "A low-cost flexible IoT system supporting elderly's healthcare in rural villages", *Proceedings of 2nd African Conference for Human Computer Interaction (AfriCHI'18)*, DOI: 10.1145/3283458.3283470.

- [5] S. Pellicer, G. Santa; A.L. Bleda, et al. (2013), "A global perspective of smart cities: A survey", *International Conference on Innovative Mobile & Internet Services in Ubiquitous Computing*, IEEE, DOI: 10.1109/IMIS.2013.79.

- [6] T. Song, R. Li, B. Mei, et al. (2016), "A privacy preserving communication protocol for IoT applications in smart homes", *International Conference on Identification*, IEEE, DOI: 10.1109/IJOT.2017.2707489.

- [7] Z.M. Fadlullah, M.M. Fouda, N. Kato, et al. (2012), "Towards intelligent machine-to-machine communications in smart grid", *IEEE Communications Magazine*, **49**(4), pp.60-65, DOI: 10.1109/MCOM.2011.5741147.

- [8] A.H. Alavi, P. Jiao, W.G. Buttlar, et al. (2018), "Internet of things-enabled smart cities: State-of-the-art and future trends", *Measurement*, **129**, pp.589-606, DOI: 10.1016/j.measurement.2018.07.067.

- [9] I. Mashal, O. Alsaryrah, T.Y. Chung, et al. (2015), "Choices for interaction with things on internet and underlying issues", *Ad. Hoc. Networks*, **28**, pp.68-90, DOI: 10.1016/j.adhoc.2014.12.006.

- [10] O. Said, M. Masud (2013), "Towards internet of things: Survey and future vision", *International Journal of Computer Networks*, **5**(1), pp.1-17.

- [11] M. Wu, T.J. Lu, F.Y. Ling, et al. (2010), "Research on the architecture of internet of things", *Proceedings of the 3rd International Conference on Advanced Computer Theory and Engineering (ICACTE '10)*, DOI: 10.1109/ICACTE.2010.5579493.

- [12] H. Ning, Z. Wang (2011), "Future internet of things architecture: Like mankind neural system or social organization framework?", *IEEE Communications Letters*, **15**(4), pp.461-463, DOI: 10.1109/LCOMM.2011.022411.110120.

- [13] K. Yang, Y. Wu, Y. Yang, et al. (2007), "Policy-based service-driven dynamic planning of heterogeneous wireless networks", *International Journal of Mobile Network Design & Innovation*, **2**(1), pp.67-77, DOI: 10.1504/IJMNDI.2007.013806.

- [14] D. Kauling, Q.H. Mahmoud (2017), "Sensorian Hub: An IFTTT-based platform for collecting and processing sensor data", *IEEE*, pp.504-509, DOI: 10.1109/CCNC.2017.7983159.

- [15] G. Huang, Y. Wang, C. Deng, et al. (2019), *Flexi-IoT: A Flexible IoT Platform Supporting Heterogeneous Network Access and Fuzzy User Input*, IEEE, DOI: 10.1109/GCWshps45667.2019.9024687.

Thiết kế chế tạo đầu đo nhấp nháy sử dụng tinh thể CsI(Tl) ghép nối với mảng nhân quang silicon

Nguyễn Văn Sỹ*, Đặng Quang Thiệu, Nguyễn Thanh Hùng

Trung tâm Chiếu xạ Hà Nội, Km 12, đường 32, phường Minh Khai, quận Bắc Từ Liêm, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 25/7/2022; ngày chuyển phản biện 28/7/2022; ngày nhận phản biện 18/8/2022; ngày chấp nhận đăng 23/8/2022

Tóm tắt:

Trong nghiên cứu này, một đầu đo nhấp nháy đã được phát triển bằng cách sử dụng tinh thể CsI(Tl) ghép nối với mảng nhân quang silicon (SiPM - Silicon photomultiplier) nhằm thay thế cho ống nhân quang điện (PMT - Photomultiplier tube), với ưu điểm là đầu đo nhỏ gọn và tiết kiệm năng lượng. Tinh thể nhấp nháy CsI(Tl) dạng hình hộp chữ nhật với kích thước 50x25x25 mm của Hãng Kinhheng và mô đun SiPM S13361-3050AE-08 có kích thước 25x25 mm của Hãng Hamamatsu đã được lựa chọn sử dụng. Mạch tiền khuếch đại, nguồn nuôi và ổn định nhiệt độ cũng đã được tích hợp vào trong đầu đo. Một số đặc trưng của đầu đo đã được đánh giá bằng cách sử dụng nguồn phóng xạ chuẩn ^{137}Cs cùng với hệ thiết bị phân tích phổ gamma đa kênh của Hãng Ortec và phần mềm phân tích phổ Gamma Vision. Kết quả cho thấy, độ phân giải năng lượng đối với đỉnh ^{137}Cs của đầu đo này là khoảng 8,03%, gần như tương đương với độ phân giải 7,87% của đầu đo sử dụng 76x76 mm tinh thể NaI(Tl) ghép nối với PMT của Hãng Canberra. Kết quả đánh giá độ ổn định theo thời gian khi nhiệt độ môi trường hoạt động của đầu đo này không thay đổi cho thấy vị trí đỉnh phổ năng lượng và độ phân giải năng lượng đối với nguồn phóng xạ ^{137}Cs là hầu như không thay đổi theo thời gian hoạt động. Nghiên cứu cũng đã khảo sát độ ổn định của đầu đo theo nhiệt độ môi trường hoạt động và kết quả là biên độ xung ra thay đổi rất lớn theo nhiệt độ môi trường, biên độ xung ra giảm khi nhiệt độ môi trường tăng lên và ngược lại. Trong điều kiện nhiệt độ môi trường thay đổi từ 11 đến 50°C, vị trí đỉnh năng lượng của nguồn ^{137}Cs thay đổi là 1762 và 167 kênh, tương ứng trong các trường hợp không có và có sự điều chỉnh của chức năng ổn định biên độ xung ra theo nhiệt độ trong bộ nguồn nuôi SiPM. Khi đã có chức năng ổn định biên độ xung ra nhưng sự thay đổi vị trí đỉnh phổ năng lượng theo nhiệt độ môi trường hoạt động vẫn còn khoảng 4,3 kênh/°C, do đó cần tiếp tục nghiên cứu hiệu chỉnh sự ảnh hưởng của nhiệt độ môi trường đến hoạt động của đầu đo này, nhằm cung cấp khả năng ứng dụng rộng rãi đầu đo nhấp nháy sử dụng SiPM thay thế cho PMT truyền thống trong tương lai.

Từ khóa: đầu đo nhấp nháy, mảng nhân quang silicon SiPM, tinh thể nhấp nháy CsI(Tl).

Chỉ số phân loại: 2.3

1. Đặt vấn đề

Đầu đo nhấp nháy thường được sử dụng khá phổ biến trong các hệ ghi đo hạt nhân bởi đặc tính là cấu tạo hệ đo đơn giản, hiệu suất ghi cao, đáp ứng được nhiều ứng dụng. Cấu tạo của đầu đo nhấp nháy truyền thống bao gồm tinh thể nhấp nháy và ống nhân quang điện (PMT). Tuy nhiên, PMT có nhược điểm là kích thước cồng kềnh, nhạy cảm với từ trường và điện áp hoạt động cao, do đó đòi hỏi một không gian rộng rãi và dung lượng pin lớn [1, 2]. Đây là rào cản khi sử dụng các đầu đo nhấp nháy truyền thống trong việc chế tạo các thiết bị xách tay nhỏ gọn và tiết kiệm năng lượng.

Ngày nay với sự phát triển của công nghệ bán dẫn, các bộ nhân quang silicon (SiPM) đã được nghiên cứu và sử dụng rộng rãi như một bộ biến đổi quang-điện trong nhiều lĩnh vực. SiPM được cấu tạo gồm hàng nghìn phần tử (microcell) được nối song song với nhau và sắp xếp thành hình chữ nhật, trong mỗi phần tử đó chứa một điốt quang

thác lũ (APD) hoạt động ở chế độ Geiger ghép nối tiếp với một điện trở có tác dụng khôi phục lại chế độ Geiger cho APD sau mỗi lần hấp thụ photon [3]. SiPM có khuếch đại nội cao, có thể tạo ra tín hiệu có biên độ xung và độ phân giải thời gian tương đương với PMT [4-8], do đó SiPM hoàn toàn có thể thay thế chức năng của PMT với ưu điểm là điện áp hoạt động thấp, không bị ảnh hưởng bởi từ trường, kích thước nhỏ gọn, phù hợp với việc chế tạo các thiết bị xách tay di động [8].

Hiện nay một số hãng trên thế giới cũng đã sản xuất và thương mại hóa các đầu đo nhấp nháy sử dụng SiPM thay thế cho PMT để ghi nhận phổ năng lượng bức xạ, các đầu đo đó có thể kể đến như: SIP-E3-X của Hãng Scionix, Sigma50 của Hãng Kromek, C12137 của Hãng Hamamatsu... Với những lý do trên công việc chế tạo đầu đo nhấp nháy sử dụng tinh thể CsI(Tl) ghép nối với SiPM đã được triển khai thực hiện trong nghiên cứu này.

*Tác giả liên hệ: Email: vansybn@gmail.com

Design and manufacture of scintillation detector using CsI(Tl) crystal coupled with silicon photomultipliers

Van Sy Nguyen*, Quang Thieu Dang,
Thanh Hung Nguyen

Hanoi Irradiation Center,

Km 12, Street 32, Minh Khai Ward, Bac Tu Liem District, Hanoi, Vietnam

Received 25 July 2022; revised 18 August 2022; accepted 23 August 2022

Abstract:

In this research, a scintillation detector was developed using the CsI(Tl) scintillator crystal coupled with a silicon photomultiplier (SiPM) to replace the photomultiplier tube (PMT), resulting in a compact and energy-efficient detector. A rectangular box-shaped CsI(Tl) scintillation crystal with dimensions of 50x25x25 mm from Kinheng and a SiPM module S13361-3050AE-08 with dimensions of 25x25 mm from Hamamatsu were selected to use. The preamplifier circuit, power supply, and temperature stabiliser have also been integrated into the detector. The characteristics of this detector were evaluated using a ^{137}Cs standard radioactive source together with Ortec's multichannel analyser device and Gamma Vision software for spectrum analysis. Results showed that the energy resolution for the ^{137}Cs peak of this detector is about 8.03%, which is almost equivalent to the energy resolution of 7.87% of the Canberra detector using 76x76 mm NaI(Tl) crystal coupled to the PMT. The results of the evaluation of stability over time when the operating ambient temperature of this detector with no change showed that the energy peak position and the energy resolution for the ^{137}Cs radioactive source are almost unchanged. The research also investigated the stability of the detector according to the operating ambient temperature. The results exhibited that the output pulse amplitude varies greatly with the ambient temperature, it decreases when the temperature increases and vice versa. Under the condition that the operating ambient temperature varies from 11°C to 50°C, the energy peak position of ^{137}Cs changes were 1762 and 167 channels, respectively in the cases without and with adjustment of output pulse amplitude stabilisation function in power supply for SiPM. When there is a function of output pulse amplitude stabilisation, the change in peak position according to operating ambient temperature is still about 4.3 channels/°C, so further research is needed to correct the influence of ambient temperature on the operation of this detector, to provide wide applicability of scintillation detector using SiPM to replace traditional PMT in the future.

Keywords: CsI(Tl) scintillation crystal, scintillation detector, silicon photomultiplier (SiPM).

Classification number: 2.3

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

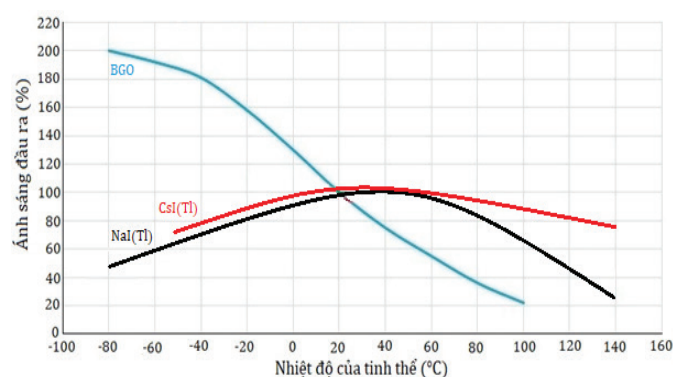
2.1. Lựa chọn cấu hình đầu đo

Tinh thể nhấp nháy thường sử dụng trong các đầu đo nhấp nháy có các loại như NaI, CsI, LaBr, BGO với các thông số kỹ thuật cơ bản như trình bày ở bảng 1. Từ bảng thông số này cho thấy để tinh thể nhấp nháy LaBr₃(Ce) đạt hiệu suất cao nhất do có mật độ và năng suất ánh sáng cao, đồng thời tinh thể này cũng cho độ phân giải tốt nhất. Tuy nhiên, đồng nghĩa với chất lượng là giá thành của tinh thể này cũng cao gấp hơn chục lần so với các loại tinh thể khác, do đó nó chỉ phù hợp với các thiết bị yêu cầu về độ phân giải tốt.

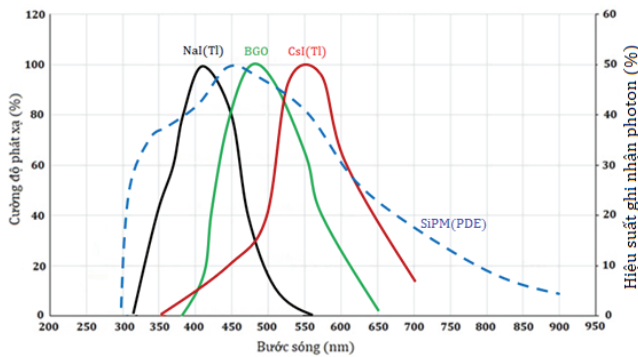
Bảng 1. Bảng thông số kỹ thuật cơ bản của một số loại tinh thể nhấp nháy [6].

Tinh thể nhấp nháy	Mật độ (g/cm ³)	Năng suất ánh sáng (ph/keV)	Bước sóng nhấp nháy (nm)	Thời gian phân rã (ns)	Bề dày nửa đỉnh photon 662 keV (cm)
NaI (Tl)	3,67	38	415	250	2,5
CsI (Tl)	4,51	54	550	1000	2,0
LaBr ₃ (Ce)	5,08	63	380	116	1,0
BGO	7,13	8	480	300	1,8

Đối với tinh thể BGO cho năng suất ánh sáng thấp và đặc biệt là ánh sáng đầu ra phụ thuộc rất nhiều vào nhiệt độ môi trường hoạt động (hình 1). Hơn nữa, biên độ xung ra từ SiPM cũng thay đổi rất nhiều theo nhiệt độ môi trường hoạt động, do đó tinh thể nhấp nháy BGO không phải lựa chọn tối ưu cho nghiên cứu này. Tinh thể nhấp nháy CsI(Tl) có ưu điểm hơn so với NaI(Tl) là mật độ và năng suất ánh sáng cao hơn, ánh sáng đầu ra ổn định hơn khi nhiệt độ môi trường thay đổi (hình 1). Theo thông số ở bảng 1 thì đầu đo sử dụng tinh thể nhấp nháy CsI(Tl) cho độ phân giải tốt hơn khi sử dụng tinh thể NaI(Tl). Mặt khác, xét về độ phù hợp khi ghép nối các tinh thể này với SiPM thì theo đồ thị hình 2 cho thấy hiệu suất ghi nhận photon của SiPM tại bước sóng nhấp nháy của hai tinh thể này là tương đương nhau.



Hình 1. Sự phụ thuộc ánh sáng đầu ra theo nhiệt độ của một số tinh thể.

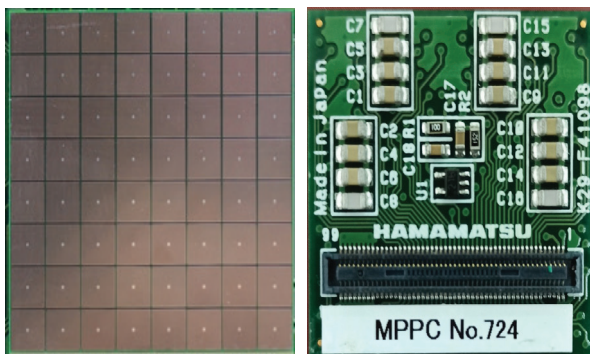


Hình 2. Cường độ phát xạ và hiệu suất ghi nhận photon của một số tinh thể.

Với những phân tích ở trên, tinh thể nhấp nháy CsI(Tl) đã được lựa chọn để ghép nối với SiPM trong nghiên cứu chế tạo đầu đo nhấp nháy này. SiPM thường được chế tạo dạng hình vuông, do đó bề mặt ghép nối của tinh thể nhấp nháy cũng thường lựa chọn dạng hình vuông cho phù hợp. Qua tìm hiểu các loại tinh thể có sẵn trên thị trường, tinh thể CsI(Tl) với dạng hình hộp chữ nhật kích thước 50x25x25 mm đã được lựa chọn sử dụng trong nghiên cứu này.

Trong các kết quả nghiên cứu của T. Huang và cs (2017) [7], Z. Lin và cs (2019) [9] đều chỉ ra rằng, kích thước vùng nhạy của SiPM càng lớn gần với kích thước bề mặt ghép nối của tinh thể nhấp nháy thì đầu đo càng cho độ phân giải tốt hơn. Do đó nên chọn kích thước vùng nhạy của SiPM tương đương với kích thước bề mặt tinh thể ghép nối với SiPM là 25x25 mm.

Hiện nay các hãng đã phát triển các mảng SiPM có kích thước đến 25x25 mm như S14161-6050HS-04, S14161-3050HS-08, S13361-6050AE-04, S13361-3050AE-08 của Hãng Hamamatsu và ArrayC-60035-64P-PCB, ArrayJ-60035-64P-PCB, ArrayJ-30035-64P-PCB, ArrayJ-30020-64P-PCB của Hãng SensL. Với chú ý là kích thước microcell của SiPM càng lớn thì hệ số lấp đầy càng tăng và do đó hiệu suất ghi nhận photon càng tăng lên, do đó mảng SiPM S13361-3050AE-08 của Hãng Hamamatsu đã được lựa chọn sử dụng với cấu trúc và các thông số kỹ thuật cụ thể như ở hình 3 và bảng 2 dưới đây.



Hình 3. Cấu tạo mặt trước và sau của SiPM S13361-3050AE-08 [5].

Bảng 2. Bảng thông số của mảng SiPM S13361-3050AE-08 [5].

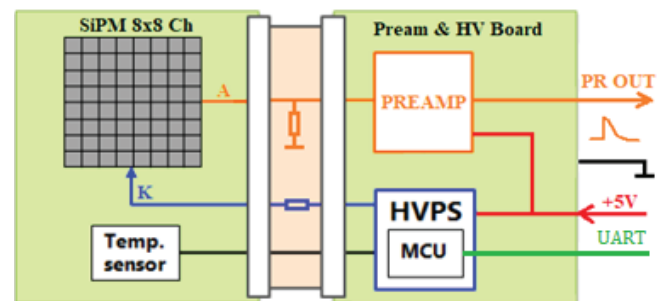
Đặc tính	Thông số	Đơn vị
Kích thước mảng SiPM	8x8	Kênh
Kích thước một kênh	3x3	mm
Kích thước microcell	50	μm
Dải bước sóng ghi nhận (λ)	320÷900	nm
Bước sóng nhạy đỉnh (λ_p)	450	nm
Hiệu suất ghi nhận photon (PDE)	40	%
Độ khuếch đại (M)	$1,7 \times 10^6$	--
Điện áp đánh thủng (V_{br})	53 ± 5	V
Điện áp hoạt động (V_{op})	$V_{br} + 3$	V
Hệ số bù nhiệt của điện áp hoạt động	54	mV/°C

2.2. Thiết kế hệ điện tử và cấu hình thực nghiệm

Độ khuếch đại nội của SiPM phụ thuộc vào nhiệt độ môi trường hoạt động, độ khuếch đại giảm khi nhiệt độ môi trường tăng lên và ngược lại. Tuy nhiên, độ khuếch đại của SiPM cũng phụ thuộc vào điện áp nguồn nuôi cho SiPM, độ khuếch đại này tăng khi điện áp nguồn nuôi tăng và ngược lại. Dựa vào đặc trưng này, Hãng Hamamatsu đã chế tạo bộ nguồn nuôi cho SiPM có khả năng điều khiển điện áp đầu ra cung cấp cho SiPM theo đầu vào tín hiệu đo nhiệt độ môi trường làm việc của SiPM, từ đó có thể ổn định biên độ xung đầu ra của SiPM khi nhiệt độ môi trường hoạt động thay đổi. Tín hiệu đo được từ cảm biến nhiệt độ môi trường sẽ được đưa về một bộ vi xử lý trong bộ nguồn nuôi, thông qua hàm phụ thuộc và các thông số cài đặt, vi xử lý sẽ tính toán cho ra một giá trị điện áp phù hợp theo công thức sau:

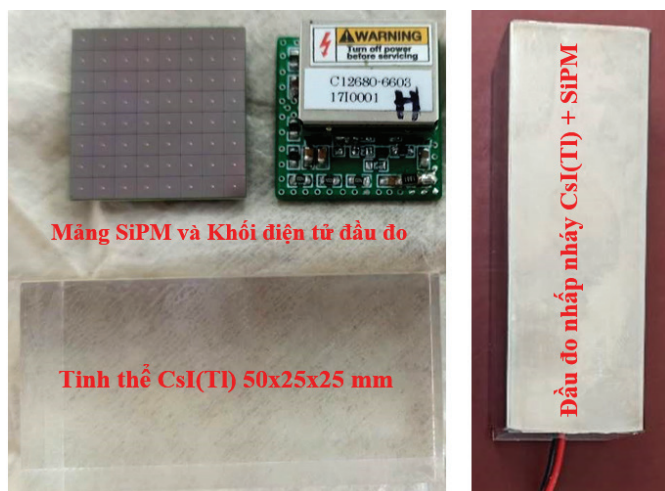
$$V_{op} = V_b + \Delta T \times (T - T_b)$$

trong đó: V_{op} là điện áp cung cấp cho SiPM ở nhiệt độ môi trường T ; V_b là điện áp cung cấp cho SiPM ở nhiệt độ môi trường chuẩn T_b ; ΔT là hệ số bù nhiệt; T là nhiệt độ thời điểm đo; T_b là nhiệt độ ban đầu.



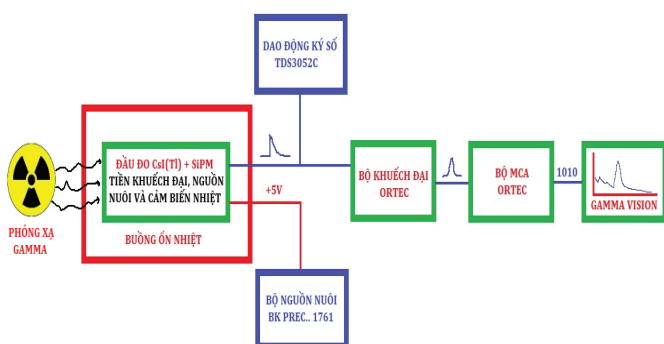
Hình 4. Sơ đồ ghép nối mảng SiPM với hệ mạch điện tử của đầu đo.

Hệ điện tử gồm bộ nguồn nuôi SiPM C11204 của Hãng Hamamatsu, cảm biến nhiệt độ, mạch tiền khuếch đại, cùng với tinh thể nhấp nháy CsI(Tl) hình hộp chữ nhật kích thước 50x25x25 mm sử dụng bề mặt 25x25 mm ghép nối với mảng SiPM S13361-3050AE-08 kích thước 25x25 mm của Hãng Hamamatsu; được thiết kế đặt trong một vỏ hộp nhôm kín để bảo vệ tinh thể và chống nhiễu cho hệ điện tử đầu đo (hình 5).



Hình 5. Hình ảnh tinh thể, SiPM, hệ mạch điện tử và đầu đo hoàn thiện.

Để khảo sát và đánh giá các đặc trưng của đầu đo này, sơ đồ hệ thống thực nghiệm được thiết kế bao gồm: bộ tạo nguồn một chiều BK Precision model 1761 để cung cấp nguồn nuôi 5 V cho hệ điện tử đầu đo; hệ thiết bị phân tích phổ gamma đa kênh của Hãng Ortec cùng với phần mềm phân tích phổ Gamma Vision; dao động ký số TDS3052C của Hãng Tektronix; buồng ổn định nhiệt độ để tạo môi trường thử nghiệm đầu đo; nguồn phóng xạ chuẩn ^{137}Cs . (hình 6).



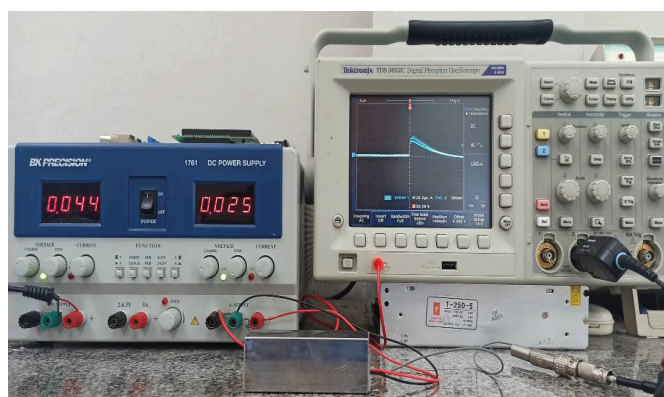
Hình 6. Sơ đồ bố trí thực nghiệm khảo sát các đặc trưng của đầu đo.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Khảo sát dạng xung lỗi ra và năng lượng tiêu thụ

Sử dụng bộ tạo nguồn một chiều BK Precision model 1761 để cấp nguồn nuôi 5 V cho đầu đo và quan sát thấy dòng điện tiêu thụ là 25 mA. Đây là giá trị hợp lý bởi bộ nguồn C11204 theo tài liệu của hãng tiêu thụ cỡ 20 mA, cộng thêm với dòng tiêu thụ của mạch tiền khuếch đại và của cảm biến nhiệt độ.

Sử dụng dao động ký số Tektronix TDS3052C quan sát tín hiệu đầu ra của tiền khuếch đại cho thấy một xung dương tín hiệu, với sườn lên của xung vào khoảng 6 và sườn xuống cỡ 90 μs như trên hình 7. Sườn xuống của tín hiệu xung này hoàn toàn phù hợp với hằng số thời gian của tiền khuếch đại đã thiết kế là 90 μs , và với thời gian phân rã của chớp sáng phát ra từ tinh thể nhấp nháy CsI(Tl) là 1 μs thì sườn lên của tín hiệu xung khoảng 6 μs cũng là hợp lý để toàn bộ điện tích do các photon tạo ra được nạp lên tụ phản hồi Cf.



Hình 7. Tín hiệu xung ra và dòng điện tiêu thụ của đầu đo.

3.2. Đánh giá độ phân giải năng lượng

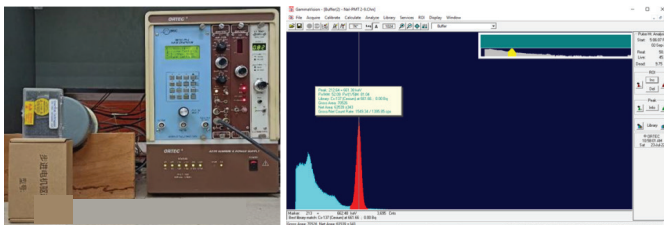
Một hệ thiết bị phân tích phổ gamma đa kênh của Hãng Ortec và phần mềm phân tích phổ Gamma Vision đã được lựa chọn sử dụng để khảo sát độ phân giải năng lượng đối với nguồn ^{137}Cs ở đỉnh 662 keV của đầu đo này và đầu đo nhấp nháy NaI(Tl) kích thước 76x76 mm sử dụng PMT của Hãng Canberra để so sánh.

Điều chỉnh hệ số khuếch đại phổ để có thể ghi nhận được đỉnh phổ năng lượng nguồn ^{137}Cs từ 2 đầu đo này xuất hiện ở cùng một vị trí kênh để tiện so sánh như ở hình 8 và 9. Các giá trị độ phân giải năng lượng với đỉnh 662 keV của đầu đo CsI(Tl)+SiPM trong nghiên cứu này và đầu đo NaI+PMT của Hãng Canberra tương ứng là 8,03 và 7,87%. Kết quả này

cho thấy, độ phân giải của đầu đo sử dụng 50x25x25 mm tinh thể CsI(Tl)+SiPM gần như tương đương với độ phân giải của đầu đo sử dụng 76x76 mm tinh thể NaI(Tl)+PMT.



Hình 8. Thực nghiệm đánh giá độ phân giải năng lượng của đầu đo CsI+SiPM.

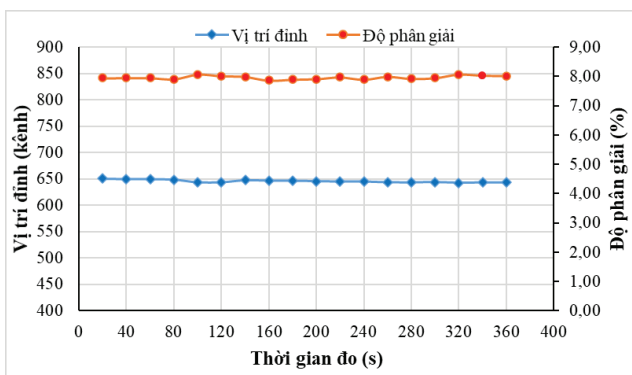


Hình 9. Thực nghiệm đánh giá độ phân giải năng lượng của đầu đo NaI+PMT.

3.3. Đánh giá độ ổn định theo thời gian

Thực nghiệm này được thực hiện với sơ đồ bố trí thí nghiệm như ở hình 6, theo đó nhiệt độ môi trường hoạt động của đầu đo được duy trì ổn định ở 30°C trong suốt thời gian khảo sát. Thời gian lấy số liệu thực nghiệm là 6 giờ với thời gian 20 phút ghi nhận một phổ năng lượng nguồn ^{137}Cs , để đánh giá độ ổn định của vị trí đỉnh phổ và độ phân giải năng lượng đối với đỉnh 662 keV.

Kết quả khảo sát ở hình 10 cho thấy, vị trí đỉnh năng lượng 662 keV của nguồn ^{137}Cs thay đổi từ kênh 643 đến kênh 650 (khoảng 1,2%), còn độ phân giải năng lượng của

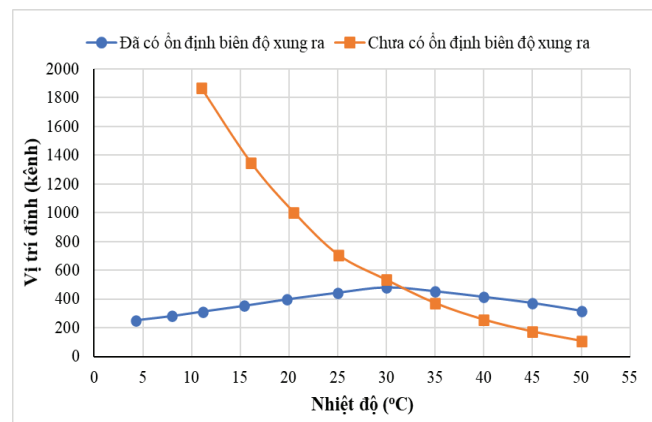


Hình 10. Độ ổn định của vị trí đỉnh và độ phân giải theo thời gian.

đỉnh 662 keV thay đổi từ 7,89 đến 8,08% (khoảng 2,4%). Như vậy, về cơ bản khi nhiệt độ môi trường hoạt động của đầu đo này không thay đổi thì vị trí đỉnh phổ năng lượng và độ phân giải năng lượng đối với một nguồn phóng xạ là không thay đổi theo thời gian hoạt động của đầu đo.

3.4. Đánh giá độ ổn định theo nhiệt độ môi trường

Độ khuếch đại của SiPM thay đổi nhiều theo nhiệt độ môi trường hoạt động, để đánh giá sự thay đổi này, sơ đồ thí nghiệm ở hình 6 được sử dụng với việc cài đặt và duy trì nhiệt độ môi trường hoạt động của đầu đo thông qua thiết bị buồng ổn nhiệt. Lấy số liệu khảo sát trong 2 trường hợp khi không có và có sự điều chỉnh của chức năng ổn định biên độ xung ra theo nhiệt độ trong bộ nguồn nuôi SiPM C11204 cho kết quả như ở hình 11. Trường hợp chưa có bộ ổn định biên độ xung ra, thực nghiệm này không lấy được số liệu vị trí đỉnh ở nhiệt độ dưới 11°C, bởi vì dưới nhiệt độ này thì biên độ xung ra từ đầu đo lớn vượt quá dải đo đã được định trước của hệ phân tích đa kênh (giá trị đỉnh ^{137}Cs ở vị trí lớn hơn kênh 2000 của hệ phân tích).



Hình 11. Đồ thị sự phụ thuộc của vị trí đỉnh theo nhiệt độ môi trường.

Kết quả này cho thấy, khi không có sự điều chỉnh của chức năng ổn định biên độ xung ra theo nhiệt độ trong bộ nguồn nuôi SiPM thì vị trí kênh của đỉnh ^{137}Cs thay đổi từ kênh 108 đến kênh 1870 (bằng 1762 kênh) trong khoảng nhiệt độ thay đổi từ 11 đến 50°C. Còn khi có sự điều chỉnh của chức năng ổn định biên độ xung ra trong bộ nguồn nuôi SiPM thì vị trí kênh của đỉnh ^{137}Cs thay đổi từ kênh 252 đến kênh 480 (bằng 228 kênh) trong khoảng nhiệt độ thay đổi từ 4,3 đến 50°C và bằng 167 kênh trong khoảng nhiệt độ thay đổi từ 11 đến 50°C.

Như vậy, với phương pháp bù nhiệt hiện tại trong chức năng của bộ nguồn nuôi này thì sự thay đổi của vị trí đỉnh ^{137}Cs đã giảm từ 1762 xuống 167 kênh trong khoảng nhiệt độ thay đổi từ 11 đến 50°C (bằng 4,3 kênh/°C). Với kết quả này thì biên độ xung ra từ đầu đo này vẫn còn thay đổi theo nhiệt độ môi trường hoạt động, nguyên nhân được lý giải là do giá trị thông số nhà sản xuất đưa ra chỉ dùng khi SiPM hoạt động riêng lẻ, không ghép nối với tinh thể. Đối với đầu đo này là sự ghép nối của SiPM với tinh thể CsI(Tl), ngoài thay đổi theo nhiệt độ của SiPM, còn có đóng góp sự thay đổi theo nhiệt độ của tinh thể. Do đó, để có thể sử dụng tốt đầu đo này trong điều kiện môi trường thì thông số về hệ số bù nhiệt của đầu đo cần phải khảo sát, xác định lại và có thể phải kết hợp thêm với phương pháp ổn định phổ khác nữa, chẳng hạn như phương pháp điều chỉnh hệ số khuếch đại số trong mạch khuếch đại phổ.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã thiết kế chế tạo được một đầu đo nhấp nháy nhỏ gọn và ít tiêu thụ năng lượng, bằng cách sử dụng tinh thể CsI(Tl) ghép nối với mảng nhân quang silicon SiPM. Qua đánh giá một số đặc trưng của đầu đo này cho thấy độ phân giải năng lượng đối với đỉnh ^{137}Cs của đầu đo này gần như tương đương với độ phân giải của đầu đo nhấp nháy NaI(Tl) kích thước 76x76 mm ghép nối với PMT của Hãng Canberra. Khi nhiệt độ môi trường hoạt động không thay đổi thì vị trí đỉnh phổ và độ phân giải năng lượng đối với nguồn phóng xạ ^{137}Cs là hầu như không thay đổi theo thời gian hoạt động. Trường hợp nhiệt độ môi trường hoạt động thay đổi thì vị trí đỉnh phổ nguồn ^{137}Cs thay đổi rất lớn, ngay cả khi có sự điều chỉnh của chức năng ổn định biên độ

xung ra theo nhiệt độ trong bộ nguồn nuôi SiPM thì vẫn có thay đổi là 4,3 kênh/°C. Do đó, đầu đo này hiện có thể dùng tốt trong điều kiện phòng thí nghiệm duy trì nhiệt độ ổn định, tuy nhiên để có thể ứng dụng rộng rãi thay thế cho đầu đo nhấp nháy sử dụng ống nhân quang truyền thống PMT thì vấn đề hiệu chỉnh biên độ xung ra theo sự biến đổi của nhiệt độ môi trường hoạt động cho đầu đo này cần tiếp tục nghiên cứu khảo sát và hoàn thiện.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] B. Sanaei, M.T. Baei, S.Z.S. Alangi (2015), "Characterization of a new silicon photomultiplier in comparison with a conventional photomultiplier tube", *J. Mod. Phys.*, **6**, pp.425-433, DOI: 10.4236/jmp.2015.64046.
- [2] H.M. Park, K.S. Joo (2016), "Remote radiation sensing module based on a silicon photomultiplier for industrial applications", *Radiat. Isot.*, **115**, pp.13-17, DOI: 10.1016/j.apradiso.2016.06.002.
- [3] <https://hub.hamamatsu.com/jp/en/technical-note/how-sipmworks/index.html>, accessed 4 July 2020.
- [4] <https://www.hamamatsu.com/eu/en/product/optical-sensors/mppc/index.html>, accessed 10 December 2019.
- [5] https://www.hamamatsu.com/content/dam/hamamatsuphotonics/sites/documents/99_SALES_LIBRARY/ssd/s13361-300_series_kapd1054e.pdf, accessed 01-2022.
- [6] <https://www.crystals.saint-gobain.com/radiation-detectionscintillators/crystal-scintillators>, accessed 10 December 2019.
- [7] Tuchen Huang, Qibin Fu, Shaopeng Lin, et al. (2017), "NaI(Tl) scintillator read out with SiPM array for gamma spectrometer", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, **851**, pp.118-124, DOI: 10.1016/j.nima.2017.01.068.
- [8] V.D. Kovaltchouk, G.J. Lolos, Z. Papandreou, et al. (2004), "Comparison of a silicon photomultiplier to a traditional vacuum photomultiplier", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, **538**, pp.408-415, DOI: 10.1016/j.nima.2004.08.136.
- [9] Z. Lin, B. Hautefeuille, S.H. Jung, et al. (2019), "The design of a scintillation system based on SiPMs integrated with gain correction functionality", *Nuclear Engineering and Technology*, **52**, pp.164-169, DOI: 10.1016/j.net.2019.07.005.

Ảnh hưởng của quá trình xử lý hóa học với các tác nhân khác nhau lên hình thái và tính chất sợi chuối

Nguyễn Vũ Việt Linh*

Khoa Khoa học Ứng dụng, Trường Đại học Sư phạm Kỹ thuật TP Hồ Chí Minh, 1 Võ Văn Ngân, phường Linh Chiểu, quận Thủ Đức, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Ngày nhận bài 3/10/2022; ngày chuyển phản biện 6/10/2022; ngày nhận phản biện 27/10/2022; ngày chấp nhận đăng 2/11/2022

Tóm tắt:

Sợi chuối là một trong những vật liệu thiên nhiên có thành phần cellulose cao được nghiên cứu ứng dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau như composite, giấy, túi lọc... Trong nghiên cứu này, hình thái và tính chất của sợi từ lá chuối sau khi xử lý với các tác nhân như H_2O , $NaOH$, H_2O_2 ở các điều kiện khác nhau sẽ được khảo sát và đánh giá. Sự thay đổi về hình thái, kích thước và thành phần hóa học của sợi lá chuối được phân tích bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) và phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR). Kết quả SEM cho thấy, sau khi xử lý với các tác nhân hóa học, các vi sợi được phân tách khỏi các bó sợi chuối và đường kính sợi trung bình đạt $34,3 \mu m$. FTIR của các mẫu sợi sau xử lý cho thấy tác động của các tác nhân như H_2O , $NaOH$, H_2O_2 lên thành phần hóa học của sợi. Sau khi xử lý với $NaOH$ và H_2O_2 , lignin, hemicellulose và các thành phần không phải cellulose đã được loại bỏ hầu hết trong sợi. Phần lignin còn lại có thể được sử dụng như chất kết dính khi chế tạo màng cellulose từ sợi chuối.

Từ khóa: cellulose, lá chuối, lignin, sợi chuối, xử lý hóa học.

Chỉ số phân loại: 2.4

1. Đặt vấn đề

Hiện nay, các loại sợi nhân tạo như sợi thủy tinh, cacbon, aramid được sử dụng rộng rãi trên nền polymer với nhiều ưu điểm vượt trội nhờ trọng lượng nhẹ, độ cứng cao, khả năng chống mài mòn và khả năng hấp thụ năng lượng cao. Bên cạnh đó vẫn còn tồn tại các nhược điểm về khả năng phân hủy sinh học, khả năng tái tạo... [1]. Để khắc phục những hạn chế này, sợi tự nhiên được sử dụng như một nguồn tài nguyên thay thế cho các sợi tổng hợp nhằm giải quyết các tác động tiêu cực đến môi trường. Với ưu điểm như không tốn kém, nguồn tài nguyên tái tạo, thân thiện với môi trường, các loại thực vật, như lanh, bông, đay, dứa, tre..., được sử dụng rộng rãi trong vật liệu composite hiện nay [2, 3]... Trong số các loại sợi thiên nhiên, sợi chuối là một loại sợi hữu cơ có hàm lượng cellulose cao (khoảng 63-64 %), lignin chiếm khoảng 5-7 %, hemicellulose chiếm 19 % và các thành phần khác [4, 5]. Bên cạnh đó, sợi chuối còn được sử dụng làm nguyên liệu thô trong ngành sản xuất giấy, túi trà, tiền tệ, đồ thủ công mỹ nghệ và trang trí. Vật liệu tổng hợp từ sợi chuối cũng được sử dụng trong tấm xây dựng và chống cháy [6]. Vật liệu composite gia cố sợi chuối bằng nhiệt rắn, phù hợp cho các ứng dụng công nghiệp ô tô và giao thông vận tải [7]. Các biến đổi và xử lý hóa học bề mặt sợi đã được nghiên cứu cùng với các điều kiện xử lý đối với vật liệu composite nền nhựa epoxy và polyester, được gia cường bằng sợi chuối. Các thử nghiệm uốn cho thấy vật liệu tổng hợp sợi chuối/polyester có độ bền uốn và mô đun cao hơn, do tương tác sợi/chất nền được cải thiện. Vật liệu composite sợi chuối/epoxy có độ bền uốn đạt $34,99 \text{ MPa}$ và

cường độ nén là $122,11 \text{ MPa}$ khi được xử lý trước kiềm, với khả năng chống phơi nhiễm môi trường cao [8]. Sợi chuối từ thân cây cũng được nghiên cứu chế tạo khẩu trang kháng khuẩn vì khả năng phân hủy sinh học và cơ tính phù hợp. Khẩu trang từ sợi thân chuối có khả năng lọc các phân tử khí có hại, tính năng lọc hiệu quả, không có tác dụng phụ liên quan đến hô hấp như dị ứng, khó thở [9].

Trong nghiên cứu này, hình thái và tính chất của sợi từ lá chuối khi xử lý với nhiều tác nhân khác nhau như nước nóng, $NaOH$, H_2O_2 đã được khảo sát. Ngoài thành phần chính là cellulose, thành phần lignin có trong sợi lá chuối có vai trò như chất kết dính khi tạo màng sợi cellulose. Kết quả nghiên cứu cho thấy tiềm năng ứng dụng của màng sợi chuối để chế tạo các sản phẩm thân thiện môi trường do sử dụng hoàn toàn thành phần sợi thiên nhiên.

2. Nguyên liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Nguyên liệu

Lá chuối nguồn gốc Bến Tre, Việt Nam. $NaOH$ rắn, độ tinh khiết 98% và dung dịch H_2O_2 30% được cung cấp bởi Hãng Xilong, Trung Quốc. Nước cất được chế tạo từ thiết bị chưng cất Stuart A4000D - Aquatron Water Still, Mỹ.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Xử lý sợi lá chuối bằng phương pháp hóa học: Lá chuối xanh sau khi thu gom từ vườn được làm sạch với nước và phơi khô. Tiếp theo cho 30 g lá chuối khô vào 600 ml nước được gia nhiệt ở 100°C trong 60 phút, nhằm loại bỏ tạp chất có trong lá chuối. Sau khi xử lý với nước, pha 500 ml dung

*Email: linhnv@hcmute.edu.vn

Effects of the chemical treatment process with different agents on the morphology and properties of banana fibres

Vu Viet Linh Nguyen*

Faculty of Applied Sciences, Ho Chi Minh city University of Technology and Education,
1 Vo Van Ngan, Linh Chieu Ward, Thu Duc District, Ho Chi Minh City, Vietnam

Received 3 October 2022; revised 27 October 2022; accepted 2 November 2022

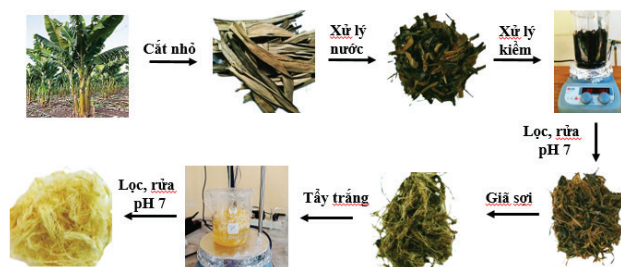
Abstract:

Banana fibre is one of the natural materials with high cellulose content that has been studied and applied in various fields such as composites, paper, filter bags... This study investigated and evaluated the morphology and properties of banana leaf fibres after being treated with agents such as water, NaOH, and H₂O₂ under different conditions. The changes in morphology, size, and chemical composition of banana fibres were analysed by scanning electron microscopy (SEM) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) methods. The SEM results showed that the cellulose microfibrils were separated from banana fibres after treating with these chemical agents, and the average diameter obtained 34.3 μm. After treatment, the FTIR spectra of the samples showed that these agents removed lignin, hemicellulose and non-cellulose components in the fibres. After treatment with NaOH and H₂O₂, lignin, hemicellulose and non-cellulose components were mostly removed from the fiber. The remaining lignin can be used as a binder for cellulose film based on banana leaves fibres.

Keywords: banana fibre, banana leaf, cellulose, chemical treatment, lignin.

Classification number: 2.4

dịch NaOH (ở các nồng độ khảo sát khác nhau là 0,5, 1 và 1,5%) và gia nhiệt đến 100°C, tiếp theo cho 30 g lá chuối đã xử lý với nước vào. Sau khi duy trì nhiệt độ xử lý 100°C trong 100 phút, sợi chuối được rửa nhiều lần với nước cho đến khi đạt pH 7. Tiếp theo, lá chuối được đem đi giã với chày và cối, lượng mẫu cho mỗi lần giã là 15 g, tiến hành giã trong 5 phút. Sau đó, sợi giã được cho vào 100 ml dung dịch H₂O₂ (5, 10 và 15%) ở nhiệt độ 80°C trong vòng 45 phút. Các mẫu lá chuối được xử lý ở các điều kiện khác nhau có ký hiệu như bảng 1. Sau khi xử lý xong với H₂O₂ lọc rửa mẫu nhiều lần với nước cho đến khi pH 7 (hình 1).



Hình 1. Quy trình xử lý sợi chuối.

Bảng 1. Các mẫu lá chuối được xử lý với các tác nhân hóa học khác nhau.

Ký hiệu mẫu	Nước	Dung dịch NaOH C% (%)	Dung dịch H ₂ O ₂ C% (%)
M	Nước 100°C		
Na0,5	Nước 100°C	0,5	
Na1	Nước 100°C	1	
Na1,5	Nước 100°C	1,5	
Na1H5	Nước 100°C	1	5
Na1H10	Nước 100°C	1	10
Na1H15	Nước 100°C	1	15

Quan sát hình thái bề mặt và kích thước sợi: SEM (TM400 plus, Nhật Bản) được sử dụng để quan sát hình thái bề mặt các mẫu dạng sợi trước và sau khi xử lý với hóa chất. Hình ảnh SEM được xử lý và tính toán đường kính sợi dựa trên phần mềm ImageJ và Minitab.

Phân tích thành phần hóa học của sợi chuối: FTIR (NICOLET 6700, Thermo Scientific, Mỹ) được sử dụng để kiểm tra thành phần hóa học của các mẫu sợi trước và sau khi xử lý với các tác nhân như nước nóng 100°C, dung dịch NaOH và H₂O₂ trong vùng số sóng 400-4000 cm⁻¹.

Đánh giá độ ẩm sợi chuối: được thực hiện dựa trên phương pháp sấy khô theo tiêu chuẩn Việt Nam TCVN 1867:2001.

Hàm lượng ẩm (M, % khối lượng) được xác định theo công thức:

$$M = \frac{m_1 - m_0}{m_1} \times 100 \%$$

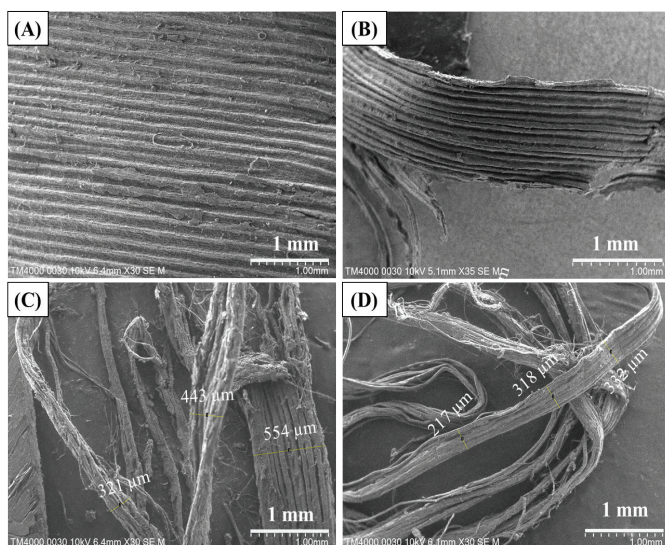
trong đó m₁ là khối lượng của mẫu thử trước khi sấy (g); m₀ là khối lượng mẫu thử sau khi sấy (g).

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Ảnh hưởng của nồng độ NaOH lên hình thái sợi

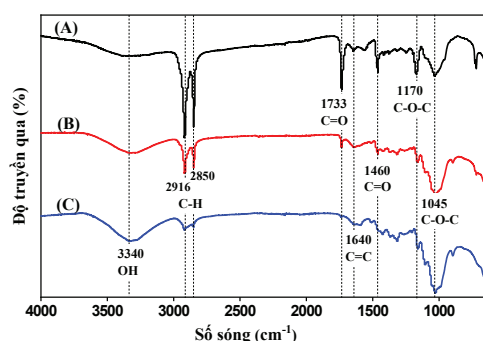
Ảnh SEM cho thấy, ở nồng độ NaOH thấp (0,5%) thì các bó sợi chưa được tách ra do còn nhiều lignin và

hemicellulose, so với mẫu sợi chuối thô thì không có sự thay đổi về hình thái (hình 2A và 2B). Khi tăng nồng độ NaOH lên 1 và 1,5% thì các bó sợi đã tách ra và xuất hiện một số vi sợi, nguyên nhân là do NaOH đã loại bỏ chất kết dính sợi là lignin. Ngoài ra, đường kính trung bình của sợi chuối giảm dần từ 215 xuống còn 188 μm khi nồng độ dung dịch NaOH tăng dần từ 1 lên 1,5% (hình 2C và 2D). Điều này được giải thích là do quá trình xử lý với NaOH, sợi chuối đã được loại bỏ các thành phần như lignin, pectin, hemicellulose nên đường kính sợi chuối đã bị giảm.



Hình 2. Ảnh SEM của mẫu sợi chuối thô (A) và sợi xử lý với dung dịch NaOH ở các nồng độ khác nhau 0,5% (B), 1% (C) và 1,5% (D).

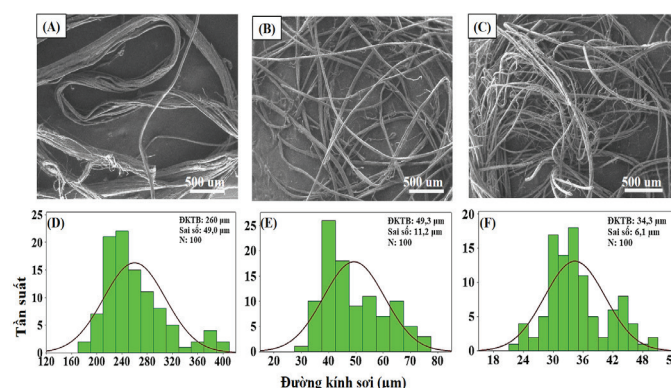
Kết quả hình 3 cho thấy, ở vị trí đỉnh 3500-3100 cm^{-1} đặc trưng cho dao động kéo giãn của nhóm O-H có trong cấu trúc của cellulose và hemicellulose. Đỉnh tại vị trí 2916 và 2850 cm^{-1} đặc trưng cho dao động kéo giãn đối xứng và không đối xứng của C-H trong nhóm CH_2 của cellulose và hemicellulose. Ở vị trí khoảng 1733 cm^{-1} đặc trưng cho dao động giãn của nhóm ester C=O và vị trí 1460 cm^{-1} đặc trưng cho dao động kéo giãn C=O của nhóm acetyl có trong hemicellulose đã suy giảm khi nồng độ NaOH tăng từ 0,5 lên 1,5%. Tại các đỉnh đặc trưng cho lignin như vị trí 1640 và 1170 cm^{-1} có sự suy giảm cường độ khi tăng nồng độ NaOH xử lý sợi từ 0,5, 1 đến 1,5%. Ở vị trí 1640 cm^{-1} đặc trưng dao động kéo giãn C=C trong vòng thơm của lignin, ở vị trí 1170 cm^{-1} đặc trưng cho cho nhóm C-O-C trong lignin [10, 11]. Đỉnh tại vị trí 1045 cm^{-1} đặc trưng cho nhóm C-O có trong cellulose tăng cường độ vì tạp chất trong sợi được loại một phần. Như vậy, ở giai đoạn xử lý này đã loại bỏ 1 phần lignin và hemicellulose, vì vậy sẽ tiếp tục đến giai đoạn xử lý với H_2O_2 để loại bỏ tạp chất tiếp tục.



Hình 3. Phổ FTIR của sợi chuối xử lý với NaOH ở các nồng độ khác nhau: 0,5% (A), 1% (B) và 1,5% (C).

3.2. Ảnh hưởng của nồng độ H_2O_2 lên hình thái sợi

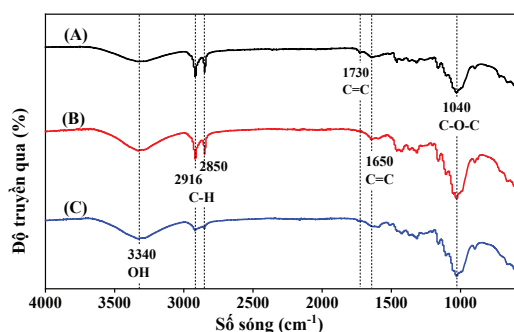
Ảnh SEM của sợi chuối qua quá trình xử lý với các dung dịch NaOH/ H_2O_2 cho thấy kích thước sợi giảm so với sợi thô và sợi xử lý NaOH. Điều này được giải thích là do quá trình xử lý NaOH/ H_2O_2 với sợi chuối đã giúp loại bỏ các phần vô định hình trong sợi như lignin, pectin, hemicellulose nên đường kính sợi chuối đã bị giảm kích thước (hình 4A-C). Sau khi xử lý với NaOH/ H_2O_2 5% các sợi cellulose bắt đầu được tách ra khỏi các bó sợi lớn, tăng nồng độ lên 10% thì các bó sợi tách ra riêng lẻ, lúc này kích thước sợi giảm từ 260 xuống 49,3 μm (hình 4A, 4B, 4D và 4F). Khi tăng nồng độ H_2O_2 xử lý lên 15% thì nhìn thấy các vi sợi cellulose được tách dần ra từ các sợi ngày càng nhiều, kích thước vi sợi đạt 34,3 μm (hình 4C và 4F). Có thể giải thích là do khi xử lý với H_2O_2 thấp chưa đủ để loại bỏ nhiều hemicellulose và lignin là chất kết dính trong các bó sợi, khi xử lý sợi với nồng độ NaOH/ H_2O_2 cao (10-15%) thì loại bỏ hemicellulose và lignin trong nhiều bó sợi hơn. Tuy nhiên, khi xử lý với nồng độ NaOH/ H_2O_2 15% hoặc cao hơn trong thời gian lâu sẽ tác động không tốt cho sợi, dẫn đến sợi yếu và giòn [12, 13].



Hình 4. Ảnh SEM (A-C) và đồ thị phân bố kích thước sợi (D-F) các mẫu xử lý với dung dịch NaOH/ H_2O_2 ở nồng độ H_2O_2 khác nhau: 5% (A và D), 10% (B và E) và 15% (C và F).

FTIR của sợi sau quá trình xử lý với H_2O_2 cho thấy, khi tăng nồng độ thì thành phần tạp chất và hemicellulose bị loại bỏ hiệu quả hơn. Có thể thấy, các đỉnh đặc trưng cho

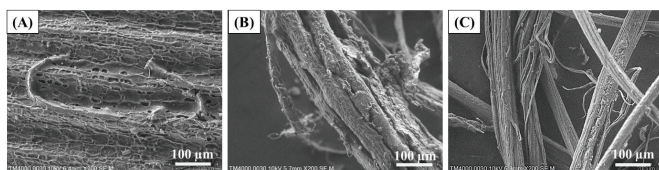
hemicellulose tại vị trí 2916 và 2850 cm^{-1} đặc trưng cho dao động kéo giãn C-H trong nhóm CH_2 ; vị trí 1730 cm^{-1} đặc trưng cho dao động giãn của nhóm C=O đã suy giảm dần và một số đỉnh biến mất khi xử lý ở nồng độ H_2O_2 cao. Đỉnh tại vị trí 1642 cm^{-1} đặc trưng cho liên kết C=C trong vòng thơm của lignin đã suy giảm dần khi tăng nồng độ H_2O_2 . Đỉnh tại vị trí khoảng 1040 cm^{-1} đặc trưng cho dao động giãn C-O-C của cấu trúc cellulose đã xuất hiện rõ hơn vì tạp chất trong mẫu bị loại bỏ (hình 5). Như vậy, khi hỗn hợp mẫu xử lý NaOH và H_2O_2 đã làm sạch hầu hết hemicellulose, sáp và một phần lignin.



Hình 5. Phổ FTIR của sợi xử lý với H_2O_2 với nồng độ 5% (A), 10% (B) và 15% (C).

3.3. Ảnh hưởng của quá trình xử lý sợi với các tác nhân khác nhau lên hình thái, thành phần hóa học và độ ẩm của sợi chuối

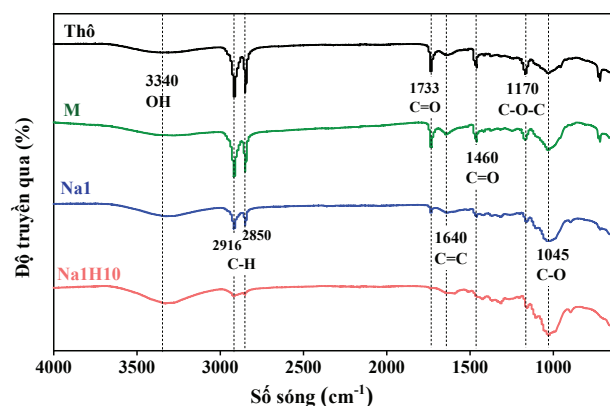
Ảnh SEM cho thấy, lá chuối sau khi xử lý với H_2O nóng vẫn chưa tách ra thành các bó sợi riêng lẻ mà kết dính bởi các thành phần như sáp, hemicellulose và lignin (hình 6A). Khi xử lý tiếp tục với dung dịch NaOH thì bắt đầu có xuất hiện các bó sợi nhỏ nhưng các bó sợi này chỉ được tách một phần, chưa được tách ra khỏi sợi lớn hoàn toàn (hình 6B). Các bó sợi nhỏ xuất hiện càng nhiều khi xử lý sợi tiếp tục với H_2O_2 do các thành phần như hemicellulose, lignin gắn kết các bó sợi bị loại bỏ càng nhiều (hình 6C).



Hình 6. Ảnh SEM của mẫu lá (sợi) chuối sau khi xử lý với các dung dịch nước (A), nước/NaOH (B) và nước/NaOH/ H_2O_2 (C).

Phổ FTIR của các mẫu sợi chuối xử lý với các tác nhân khác nhau thể hiện đỉnh hấp thụ của nhóm O-H ở vị trí khoảng 3500-3300 cm^{-1} , liên kết C-H của nhóm CH_2 khoảng 2850-2950 cm^{-1} và nhóm C-O ở khoảng 1045 cm^{-1} , các nhóm này đặc trưng cho thành phần cellulose và tương tự nhau ở tất cả các mẫu (hình 7). Điều này chứng tỏ, cellulose vẫn giữ được cấu trúc hóa học qua các quá trình xử lý hóa

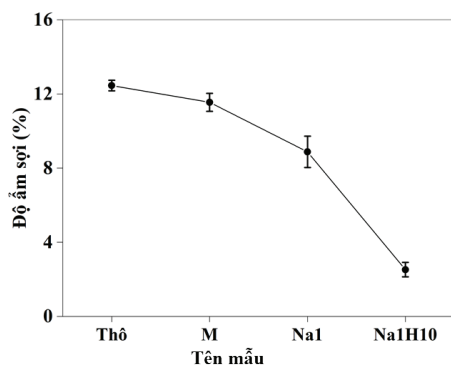
học [14]. Tuy nhiên, đỉnh đặc trưng cho dao động kéo giãn đối xứng và bất đối xứng của C-H trong hemicellulose tại vị trí 2916 và 2850 cm^{-1} cũng đã suy giảm dần tương ứng với các mẫu M, Na1 và Na1H10. Các đỉnh đặc trưng cho dao động kéo giãn C=O của nhóm carbonyl, carboxylic và acetyl có trong cấu trúc hemicellulose tại vị trí 1733 và 1460 cm^{-1} thể hiện rõ ở mẫu ở sợi chuối thô và mẫu xử lý với H_2O (M), sau đó đỉnh suy giảm dần khi xử lý với dung dịch NaOH (Na1) và biến mất đối với mẫu Na1H10. Điều này chứng tỏ, hemicellulose được loại bỏ dần qua các quá trình xử lý sợi với các dung dịch gồm nước, NaOH, H_2O_2 [10, 11, 15]. Ngoài ra, các đỉnh tại vị trí 1640 cm^{-1} đặc trưng cho liên kết C=C trong vòng thơm và 1170 cm^{-1} đặc trưng cho liên kết C-O-C của lignin suy giảm dần sau khi xử lý với nước nóng, NaOH và H_2O_2 (hình 7). Điều này chứng tỏ, quá trình loại bỏ lignin ra khỏi sợi cellulose, tuy nhiên không hoàn toàn, trong sợi vẫn còn 1 lượng nhỏ lignin [10]. Kết quả này phù hợp với định hướng chế tạo màng sợi cellulose phân hủy sinh học từ sợi lá chuối và một phần lignin còn lại có thể làm chất kết dính.



Hình 7. Phổ FTIR các mẫu sợi chuối thô, M, Na1, Na1H10.

Kết quả hình 8 cho thấy, độ ẩm (hay hàm lượng ẩm) của các mẫu sợi ban đầu và sau khi xử lý hóa học với các tác nhân như nước, NaOH, H_2O_2 giảm dần từ 12,45 xuống còn 2,52 %. Kết quả này cho thấy, khả năng hấp thụ nước của sợi chuối qua các giai đoạn xử lý với tác nhân giảm. Điều này được giải thích dựa trên bản chất và khả năng hấp thụ nước của các thành phần có trong sợi lá chuối là cellulose, hemicelluloses, lignin, pectin, sáp. Cellulose là một polysaccharide bán tinh thể được tạo thành từ các đơn vị D-glucopyranose được liên kết với nhau bằng các liên kết β -(1-4)-glycosidic và một lượng lớn nhóm hydroxyl trong cellulose mang lại đặc tính ưa nước sợi tự nhiên [12]. Hemicellulose được liên kết chặt chẽ với các sợi cellulose bởi các liên kết hydro. Do cấu trúc mở của nó chứa nhiều nhóm hydroxyl và acetyl, hemicellulose hòa tan một phần trong nước và hút ẩm. Lignin là các polyme vô định hình, cấu trúc phức tạp, chủ yếu là vòng thơm của các đơn vị phenylpropane, vì vậy là thành phần không thấm nước trong

sợi tự nhiên. Để hướng đến ứng dụng làm khâu trang phân hủy sinh học, sợi chuối cần được xử lý để giảm khả năng hút ẩm (độ ẩm) của chúng. Để giảm khả năng hút ẩm trong sợi chuối cần giảm nhóm hydroxyl có trong sợi bằng các phương pháp hóa học với dung dịch NaOH, H_2O_2 để xử lý nhằm thay đổi bề mặt và giảm các thành phần hóa học bên trong sợi [16].



Hình 8. Độ ẩm của các mẫu sợi chuối sau khi xử lý hóa học với các dung dịch.

4. Kết luận

Kết quả hình thái, thành phần hóa học và khả năng hấp thụ nước của sợi từ lá chuối sau khi xử lý với các tác nhân như nước, NaOH và H_2O_2 chứng tỏ tác động của các tác nhân này lên từng thành phần trong sợi như sáp, hemicellulose, cellulose và lignin. Sau khi xử lý với nước các tạp chất, sáp và thành phần tan trong nước bị loại bỏ. Các tác nhân hóa học NaOH, H_2O_2 sẽ làm giảm đi hàm lượng lignin, hemicellulose trong sợi, trong đó H_2O_2 có khả năng tẩy trắng sợi loại bỏ phần lớn lignin trong cấu trúc sợi. Sau khi xử lý với dung dịch NaOH và H_2O_2 , sợi cellulose từ lá chuối thu được có đường kính trung bình 34,3 μm và độ ẩm sợi giảm đạt 2,52%. Phần lignin còn lại sẽ đóng vai trò chất kết dính khi chế tạo màng sợi cellulose từ lá chuối trong các nghiên cứu tiếp theo.

5. LỜI CẢM ƠN

Tác giả xin chân thành cảm ơn Trường Đại học Sư phạm Kỹ thuật TP Hồ Chí Minh đã hỗ trợ cơ sở vật chất để hoàn thành nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] S. Shahinur, M. Hasan (2020), "Natural fiber and synthetic fiber composites: Comparison of properties, performance, cost and environmental benefits", *Encyclopedia of Renewable and Sustainable Materials*, **2**, pp.794-802.

[2] M. Ramesh, K. Palanikumar, K.H. Reddy (2013), "Mechanical property evaluation of sisal-jute-glass fiber reinforced polyester composites", *Composites Part B: Engineering*, **48**, pp.1-9, 10.1016/j.compositesb.2012.12.004.

[3] A. Bismarck, S. Mishra, T. Lampke (2005), *Plant Fibers as Reinforcement for Green Composites (in Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites)*, CRC Press, 77pp

[4] A. Mandal, D. Chakrabarty (2011), "Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterisation", *Carbohydrate Polymers*, **86** (3), pp.1291-1299, DOI: 10.1016/j.carbpol.2011.06.030.

[5] L. Hu, M. Du, J. Zhang (2018), "Hemicellulose-based hydrogels present status and application prospects: A brief review", *Open Journal of Forestry*, **8**(1), pp.15-28, DOI: 10.4236/ojfor.2018.81002.

[6] A. Shandilya, A. Gupta, D. Verma (2016), *Banana Fiber Reinforcement and Application in Composites (in Green Approaches to Biocomposite Materials Science and Engineering)*, IGI Global, pp.201-227.

[7] C.P. Unnikrishnan (2009), "Mechanical properties of reinforced banana fibre/bio-fibre hybrid polymer composites on review", *International Journal for Research in Applied Science and Engineering Technology*, **7**(10), pp.898-905.

[8] N. Venkateshwaran, A. Elayaperumal (2010), "Banana fiber reinforced polymer composites - A review", *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, **29**(15), pp.2387-2396, DOI: 10.1177/07316844093605.

[9] B. Sen, S. Paul, K.K. Bhowmik, et al. (2020), "Development of novel respiratory face masks prepared from banana stem fiber against bio-aerosols: An eco-friendly approach", *Letters in Applied NanoBioScience*, **10**(1), pp.1993-2002, DOI: 10.33263/LIANBS101.19932002.

[10] S.N. Monteiro, F.M. Margem, R.L. Loiola, et al. (2014), "Characterization of banana fibers functional groups by infrared spectroscopy", *Materials Science Forum*, **775-776**, pp.250-254, DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.775-776.250.

[11] A. Parre, B. Karthikeyan, A. Balaji, et al. (2020), "Investigation of chemical, thermal and morphological properties of untreated and NaOH treated banana fiber," *Materials Today: Proceedings*, **22**, pp.347-352, DOI: 10.1016/j.matpr.2019.06.655.

[12] X. Li, L.G. Tabil, S. Panigrahi (2007), "Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review", *Journal of Polymers and the Environment*, **15**(1), pp.25-33.

[13] C. Deepa, M. Ramesh (2022), "Banana fibers, their composites and applications", *Plant Fibers, Their Composites, and Applications*, pp.161-180, DOI: 10.1016/B978-0-12-824528-6.00018-7.

[14] C. Asasutjarit, S. Charoenvai, J. Hirunlabh, et al. (2009), "Materials and mechanical properties of pretreated coir-based green composites", *Composites Part B: Engineering*, **40**(7), pp.633-637, DOI: 10.1016/j.compositesb.2009.04.009.

[15] J.L. Guimarães, E. Frollini, C.G.D. Silva, et al. (2009), "Characterisation of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil", *Industrial Crops and Products*, **30**(3), pp.407-415, DOI: 10.1016/j.indcrop.2009.07.013.

[16] A. Chaker, P. Mutjé, M.R. Vilar, et al. (2014), "Agriculture crop residues as a source for the production of nanofibrillated cellulose with low energy demand", *Cellulose* **21**(6), pp.4247-4259.

Nghiên cứu, thử nghiệm đánh giá vật liệu chống cháy dùng cho nhiên liệu rắn hỗn hợp hoạt động tin cậy trong khoảng nhiệt độ $-50\div 50^{\circ}\text{C}$

Trần Hữu Thành*, Nguyễn Văn Hùng, Nguyễn Đức Long, Đoàn Văn Điệp

Viện Thuốc phóng Thuốc nổ, Tổng cục Công nghiệp Quốc phòng, 192 Đức Giang, phường Thượng Thanh, quận Long Biên, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 3/8/2022; ngày chuyển phản biện 5/8/2022; ngày nhận phản biện 29/8/2022; ngày chấp nhận đăng 1/9/2022

Tóm tắt:

Bài báo trình bày kết quả nghiên cứu chế tạo vỏ chống cháy cho thỏi nhiên liệu rắn hỗn hợp nền cao su nitrile butadien NBR-26. Vỏ chống cháy được đặc trưng bởi độ bền cơ lý cao (độ bền kéo đứt 19,2 MPa), khả năng kháng dung môi tốt (độ trương nở trong toluen 19,5%), khả năng chịu nhiệt, chịu lạnh tốt, bảo đảm cho khả năng làm việc ổn định của thỏi nhiên liệu rắn hỗn hợp trong dải nhiệt độ hoạt động ($-50\div 50^{\circ}\text{C}$), nhiệt độ sản phẩm cháy trong động cơ cao (trên 3000°C) trong thời gian đến 12 giây theo tài liệu thiết kế. Kết quả của nghiên cứu này có ý nghĩa quan trọng trong việc phát triển ngành công nghiệp tên lửa nói chung và ngành nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp nói riêng ở Việt Nam trong thời gian tới.

Từ khóa: cao su butadien-nitril, khoảng nhiệt độ $-50\div 50^{\circ}\text{C}$, nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp, vỏ chống cháy.

Chỉ số phân loại: 2.5

1. Mở đầu

Vỏ chống cháy là chi tiết quan trọng trong động cơ tên lửa rắn hỗn hợp, vỏ chống cháy kết hợp với hình dạng liều phóng đảm bảo quy luật sinh khí theo yêu cầu thiết kế trong suốt quá trình làm việc của động cơ. Do đó, song song với quá trình nghiên cứu, làm chủ các loại nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp, việc nghiên cứu và phát triển ngành vật liệu nói chung, vật liệu vỏ chống cháy cho nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp nói riêng đóng vai trò hết sức quan trọng và cấp thiết. Đặc biệt, đối với những tên lửa hiện đại với dải nhiệt độ hoạt động rộng ($-50\div 50^{\circ}\text{C}$), yêu cầu về vật liệu vỏ chống cháy cho nhiên liệu hỗn hợp hết sức phức tạp [1, 2]. Thông thường người ta sử dụng các loại vật liệu composite trên nền cao su đặc chủng, thành phần chính trong các vật liệu này bao gồm: cao su tổng hợp, hệ lưu hóa, chất độn, chất hóa dẻo và một số chất kim hàm quá trình cháy [3].

1.1. Cao su tổng hợp

Cao su (hoặc hỗn hợp các cao su) đóng vai trò chất nền, nhằm mục đích liên kết các thành phần trong vật liệu. Các cao su được chọn thường là các loại có độ bền nhiệt và cơ học cao, có khả năng trộn đều với các thành phần khác, bao gồm cả chất độn hữu cơ và các chất khoáng. Một số cao su thường được chọn dùng cho vỏ chống cháy là cao su nitrile butadiene (NBR) và ethylene propylene (EPM/EPDM). Một số cao su chịu nhiệt khác cũng được sử dụng nhưng ở quy mô ít hơn là cao su chịu nhiệt (Silanol terminated polydimethylsiloxane và organofluorine) do những loại này đặc trưng bởi tốc độ phân hủy kém hơn so với các cao su nêu trên và có mật độ cao hơn. Ngoài ra, một số cao su khối lượng phân tử thấp (oligome hoặc cao su lỏng) cũng được

sử dụng để chế tạo vỏ chống cháy dùng cho nhiên liệu rắn hỗn hợp như SKN-10KTR, SKN-30KTR và PDI-3AK. Đối với các vật liệu trên nền các cao su này người ta thường cho vào một lượng nhất định epoxy ED-20 nhằm tăng độ lưu hóa và cơ tính cho vật liệu composite (1, 4). Bảng 1 trình bày một số loại cao su thường dùng cho sản xuất vỏ chống cháy.

Bảng 1. Các loại polime thường sử dụng để chế tạo vỏ chống cháy động cơ tên lửa rắn hỗn hợp.

TT	Tên polime/cao su tổng hợp	Ký hiệu mãc polime/cao su	Khối lượng riêng (kg/m ³)	Khối lượng phân tử trung bình (đvC)
1	Butadiene nitrile rubber	NBR-18 NBR-26 NBR-40	943 962 986	$200 \times 10^3 \div 300 \times 10^3$
2	Acrylonitrile butadiene	SKN-10KTR SKN-30KTR	970	$3,5 \times 10^3 \div 4 \times 10^3$
3	Ethylene propylene rubber	EPM/EPDM	850-870	$80 \times 10^3 \div 250 \times 10^3$
4	Chlorosulfonated polyethylene	CSPE	1120-1280	$20 \times 10^3 \div 60 \times 10^3$
5	Silanol terminated polydimethylsiloxane	SKT SKTN	960-980 920-1230	$350 \times 10^3 \div 800 \times 10^3$ $20 \times 10^3 \div 80 \times 10^3$
6	- Poly(vinylidene fluoride-co-hexafluoropropylene) - Chlorotrifluoroethylene-vinylidene fluoride copolymer	Viton A KEL F-3700	1850 1820	$100 \times 10^3 \div 250 \times 10^3$ 1000×10^3
7	Polychloroprene	Neoprene	1200-1250	$100 \times 10^3 \div 200 \times 10^3$
8	Epoxy-terminated polyurethane	PDI-3AK	950	$3 \times 10^3 \div 3,5 \times 10^3$

1.2. Chất độn

Phương pháp hiệu quả nhất để tăng khả năng chống cháy của vật liệu composite trên nền cao su, polime đặc chủng dùng cho nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp là sử dụng và đưa vào thành phần vật liệu chống cháy các chất độn phân lớp

*Tác giả liên hệ: Email: huuthanh.IPE@gmail.com

Research, test and evaluate fireproof materials for mixed solid fuels operating reliably in the temperature range $-50\div 50^{\circ}\text{C}$

Huu Thanh Tran*, Van Hung Nguyen,
Duc Long Nguyen, Van Diep Doan

Institute of Propellants and Explosives, General Department of Defense Industry,
192 Duc Giang Street, Thuong Thanh Ward, Long Bien District, Hanoi, Vietnam

Received 3 August 2022; revised 29 August 2022; accepted 1 September 2022

Abstract:

This article presents experiment results on the manufacture of the flame retardant sheath for the based-rubber solid fuel bar-nitrile butadiene rubber NBR26. The flame retardant sheath is specified by high mechanical strength (tensile strength 19.2 MPa), good solvent resistance (swelling capacity in toluene 19.5%), good heat and cold resistance ensuring the working capability of the mixed solid fuel bar in the temperature range $(-50\div 50^{\circ}\text{C})$. The product's calorific effect is high (over 3000°C) during the period of up to 12 s according to the design document. The results of this experiment play an important role in the development of the rocket industry in general and the mixed rocket solid fuel industry in particular in Vietnam in the next period.

Keywords: flame retardant shell, mixed solid rocket fuel, nitrile butadiene rubber, temperature range $-50\div 50^{\circ}\text{C}$.

Classification number: 2.5

và chất độn có độ phân tán cao, aluminosilicates, chất độn mang hoạt tính xúc tác, chất biến tính hữu cơ. Trong điều kiện nhiệt độ gần và trên nhiệt độ hoạt động của vật liệu làm vỏ chống cháy, một số chất độn này có thể thực hiện chức năng ổn định quá trình phân hủy nhiệt của vật liệu, góp phần làm tăng thời gian hoạt động của vật liệu chống cháy, bao gồm cả thời gian làm nóng vật liệu đến nhiệt độ tới hạn và bắt đầu phá hủy cấu trúc mạng polime.

Khoáng chất và chất độn hữu cơ thường được sử dụng nhằm tăng chất lượng và độ bền dư lượng cốc hóa. Các khoáng chất thường được sử dụng chủ yếu là chất độn hoạt tính như silicon dioxide, than, sợi amiăng, bor nitrat; hoặc các chất độn không hoạt động như một số loại bột đá bột, bột đá trân châu, bột diatomaceous earth... Chất độn hữu cơ được sử dụng nhiều như kerogen, bột bakelite, sợi hữu cơ chịu nhiệt... Thông thường nhằm thu được vật liệu cao su composite mang đầy đủ các đặc trưng của vỏ chống cháy, người ta thường sử dụng một hoặc một số loại chất độn: vật liệu chịu lửa (silic dioxide, bo nitrua), vật liệu sợi (sợi amiăng hoặc sợi thủy tinh) và chất độn hữu cơ.

1.2. Chất hóa dẻo

Các chất hóa dẻo như dibutylphthalat, dibutyl sebacinate, oligoester acrylate được sử dụng nhằm tăng đặc tính công nghệ chế tạo vật liệu và tăng khả năng chịu lạnh của vật liệu chống cháy (chất hóa dẻo làm giảm nhiệt độ thủy tinh hóa vật liệu) [5].

1.3. Tác nhân lưu hóa

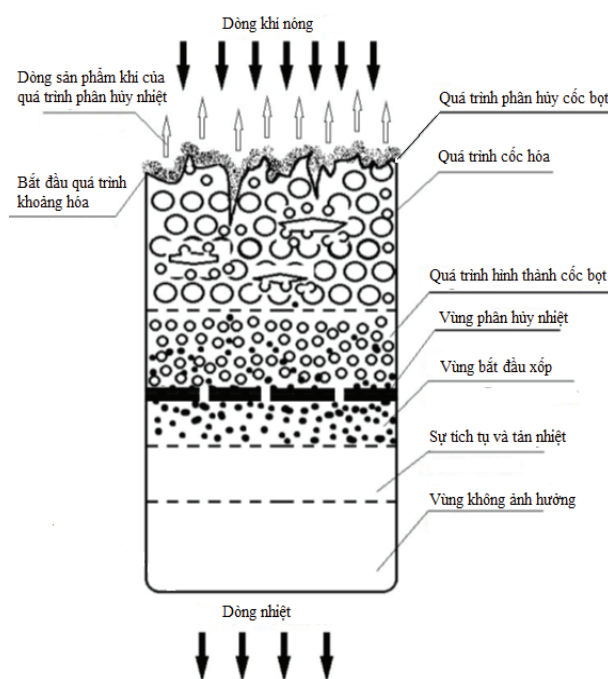
Một số tác nhân lưu hóa được sử dụng cho vật liệu chống cháy nhằm đảm bảo sự liên kết của các đại phân tử cao su tuyến tính thành một cấu trúc liên kết không gian, đây là cơ sở quan trọng để xác định tính khai thác, sử dụng của vật liệu. Các chất thường được dùng cho lưu hóa là lưu huỳnh và các hợp chất chứa lưu huỳnh, chủ yếu là polysulfide hữu cơ.

1.4. Quá trình phân hủy vật liệu chống cháy

Quá trình phân hủy nhiệt của lớp vỏ chống cháy là một quá trình lý hóa rất phức tạp, bao gồm các quá trình vật lý như trao đổi nhiệt và phản ứng hóa học phân hủy, nổ mạch, cốc hóa polime trong pha ngưng tụ, phản ứng ô xy hóa các sản phẩm khí [2, 6]. Trong pha ngưng tụ các sản phẩm của phản ứng quá trình phân hủy được chia thành 2 nhóm chính:

- Nhóm các chất khí (chất cháy và chất không cháy).
- Nhóm chất rắn (hợp chất chứa cacbon và khoáng chất).

Đối với vật liệu chịu tác động của dòng khí mang nhiệt độ cao, các biến đổi hóa lý trong nó xảy ra trong suốt các vùng nhiệt độ. Mô hình biểu diễn quá trình phân hủy vỏ chống cháy được trình bày ở hình 1 [6-8].



Hình 1. Các quá trình xảy ra trong lớp vỏ chống cháy.

Vùng phân hủy nhiệt mạnh: Đây là vùng xảy ra quá trình phân hủy lớp cốc tại vị trí tiếp xúc trực tiếp với dòng khí nóng (nhiệt độ từ 2500 đến 4000°C, quá trình khoáng hóa. Tại đây diễn ra sự thăng hoa của các hợp chất hữu cơ, vô cơ và chính cacbon (nhiệt độ trên 3700°C), đồng thời dòng khí sinh ra trong quá trình nhiệt phân thổi vào vùng tiếp giáp gây phá hủy “xói mòn” bề mặt vỏ chống cháy.

Vùng cốc hóa: Ở vùng này diễn ra quá trình cốc hóa và hình thành cấu trúc xốp của cốc. Sự tăng lên của kích thước lỗ rỗng của vùng hóa dẻo, vùng này bắt đầu ở vùng phân hủy cao su nền (polime - chất kết dính) từ 300°C (đối với cao su EPDM là 400°C). Ở nhiệt độ mất tính dẻo của cốc (khoảng 500-600°C) xảy ra quá trình nứt việc tách lớp (sự phân tầng trong micro zone). Thông qua các lỗ rỗng được hình thành, dòng khí sinh ra từ quá trình phân hủy nhiệt đi vào vùng nhiệt độ cao. Quá trình oxy hóa xảy ra không hoàn toàn làm cốc hóa sản phẩm phân hủy tại vùng này, lớp cốc hóa này làm cho nhiệt độ vỏ chống cháy từ ngoài vào trong giảm đi nhanh chóng (theo chiều dòng khí nóng).

Vùng phân hủy nhiệt polime - chất kết dính (khoảng 300-400°C): Bề dày của vùng này khoảng 1 mm, tại đây dưới tác động của nhiệt độ xảy ra quá trình phân hủy và đứt các liên kết hóa học trong cao su và các polime khác trong vật liệu, hình thành các sản phẩm khối lượng phân tử thấp (khí), đồng thời xảy ra quá trình giảm nhanh khối lượng. Bội độ nhớt của vật liệu giảm mạnh nên sự hình thành lỗ khí của vật liệu và cấu trúc xốp của nó cũng bắt đầu hình thành trong vùng này. Kích thước lỗ rỗng còn bé (khoảng 0,3 mm) và tiếp tục tăng lên theo chiều tăng của nhiệt độ. Quá trình hình thành lỗ khí kéo theo sự tăng nhanh về độ dày lớp vỏ chống cháy. Quá trình biến dạng vật liệu làm tăng cường sự hình thành lỗ rỗng, thay đổi hình dạng của lỗ này trong vật liệu chống cháy và hình thành các kênh thoát khí. Sự hình thành cốc trong cao su trương phồng và cấu trúc xốp của nó phần lớn được xác định bởi quá trình hình thành lỗ rỗng trong cao su. Ngoài ra, chất độn, hóa dẻo và biến tính (những chất có khả năng xúc tác quá trình cacbon hóa, là trung tâm kết tinh, dẫn đến phản ứng khử nước, thay đổi tỷ lệ các phân tử bay hơi của nhiệt phân) cũng tác động tới quá trình hình thành cốc.

Lớp tiền nhiệt phân: Ở nhiệt độ trên 250°C, các quá trình phân hủy nhiệt của các liên kết hóa học yếu bắt đầu và ở nhiệt độ khoảng 300-400°C, quá trình hình thành lỗ xốp trong vật liệu bắt đầu. Đồng thời, ở vật liệu trên nền cao su NBR xảy ra quá trình lưu hóa và tạo vòng dẫn đến co vật liệu. Cũng trong khoảng nhiệt độ này, bắt đầu sự tăng số lượng lỗ xốp hình thành từ các chất độn và chất hóa dẻo.

Đặc trưng của quá trình phân hủy vật liệu composite vỏ chống cháy là sự đồng thời xảy ra dãy quá trình tương tác các sản phẩm phân hủy song song và liên tiếp ở nhiều pha (pha rắn và pha khí) [7]. Để chế tạo được lớp vỏ chống cháy cho động cơ tên lửa là một bài toán hết sức khó khăn, nhiều tham số, cần nghiên cứu sâu về bản chất khả năng chống

cháy, các quá trình diễn ra ở vật liệu chống cháy trong điều kiện nhiệt độ cao, nghiên cứu ảnh hưởng của các yếu tố đến quá trình phân hủy nhiệt, cũng như hiệu ứng chống cháy ở từng giai đoạn nêu trên của của vật liệu. Do vậy, cần đánh giá đồng bộ trên cơ sở lý thuyết, thí nghiệm ở các điều kiện nhiệt độ khác nhau và thực hành đốt trên giá đo để đánh giá.

Ở trong nước, nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp là một khoa học mới, chủ yếu được thực hiện tại Viện Thuốc phóng Thuốc nổ. Song song với nghiên cứu nhiên liệu rắn hỗn hợp Viện Thuốc phóng Thuốc nổ đã tự chủ và kết hợp với một số đơn vị phù thành công một số loại nhiên liệu dùng cho động cơ tên lửa [1, 9]. Tuy nhiên, đặc trưng của các vật liệu chống cháy dùng cho nhiên liệu tên lửa hỗn hợp nghiên cứu trước đây có khoảng nhiệt độ khai thác hẹp và tính ổn định chưa cao khi thử nghiệm ở nhiệt độ -50°C [9].

Việc tiếp tục nghiên cứu, tự chủ bằng công nghệ trong nước công nghệ và vật liệu vỏ chống cháy mới, đề ra phương pháp đánh giá khả năng làm việc để đảm bảo thời nhiên liệu hoạt động ổn định ở dải nhiệt độ rộng (-50÷50°C) tương đương với các loại tên lửa hiện đại trên thế giới là vấn đề cấp thiết, đặt ra nhiệm vụ hết sức khó khăn cho nhóm nghiên cứu.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng

Thời nhiên liệu hỗn hợp dùng cho động cơ hành trình tên lửa: Đây là thời nhiên liệu hoạt động ở 2 chế độ lực đẩy.

Vật liệu chống cháy, vỏ chống cháy: Vỏ chống cháy được chế tạo bằng vật liệu chống cháy mác VCC-NLTL-1 do Viện Thuốc phóng Thuốc nổ nghiên cứu, chế tạo trên nền cao su NBR-26, thỏa mãn điều kiện kỹ thuật về vật liệu cao su chống cháy theo tài liệu Nga công bố (Các chỉ tiêu 1, 2, 3 - Bảng 2 được đo ở điều kiện nhiệt độ 20±2°C). Đặc biệt, vỏ chống cháy phải chịu được xói mòn của dòng khí nóng có nhiệt độ cao (trên 3000°C) trong buồng đốt động cơ, vỏ chống cháy cần đảm bảo cho thời nhiên liệu hoạt động theo đúng quy luật ở dải nhiệt độ (-50÷50°C) (thành phần của vật liệu chống cháy liên quan đến yếu tố bí mật không công bố trong bài báo này).

Vỏ chống cháy gồm 2 bộ phận (phần đáy và phần thân) được gắn với nhau bằng keo đặc chủng.

Bảng 2. Chỉ tiêu kỹ thuật vật liệu chống cháy*.

TT	Tên chỉ tiêu	Đơn vị	Yêu cầu**	Kết quả phân tích vật liệu VCC-NLTL-1
1	Độ bền kéo đứt	MPa	≥8,0	13,5
2	Độ đàn hồi tương đối	%	≥15	36
3	Khối lượng riêng	g/cm ³	1,15÷1,25	1,21
4	Thành phần ẩm và các chất bay hơi (150°C, 6 giờ)	%	≤5	4,1

*: chế độ lưu hóa: nhiệt độ 150°C, thời gian 60 phút, áp suất ép 8 Mpa;
 **: các chỉ tiêu vật liệu vỏ chống cháy của Nga.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

- Nghiên cứu, đánh giá vật liệu vô chống cháy của Viện Thuốc phóng Thuốc nổ chế tạo kết hợp đánh giá đối chứng sản phẩm của Nga.

- Nghiên cứu chế độ lưu hóa tối ưu trên thiết bị reometer MDR-2020: Bằng việc xác định các đường cong lưu hóa mẫu hỗn hợp cao su khối lượng $7 \pm 0,1$ g được thực hiện trên máy đo độ lưu biến cao su MDR-2020 (Hàn Quốc) ở nhiệt độ 150, 160 và 170°C trong thời gian 80 phút. Trên cơ sở các đường cong này, các đặc điểm chính của quá trình lưu hóa đã được xác định gồm: mômen xoắn cực tiểu M_L (dN.m); mômen xoắn cực đại M_H (dN.m); thời gian bắt đầu lưu hóa t_s (phút); $M_{90} = M_{min} + 0,9 \Delta M$, trong đó $\Delta M = M_{max} - M_{min}$; thời gian lưu hóa tối ưu t_{90} là thời gian đạt 90% mức độ lưu hóa; tốc độ lưu hóa $V_s = 100/(t_{90} - t_s)$.

- Đánh giá đối chứng độ cốc hóa vô chống cháy: Độ cốc hóa xác định theo phương pháp Konradson GOST 19932-99 (TCVN 3752-83) ở áp suất khí quyển. Thực hiện xác định song song độ cốc hóa mẫu vô chống cháy của Nga và vô chống cháy do Viện Thuốc phóng Thuốc nổ chế tạo: Mẫu vô chống cháy trước phân tích độ cốc hóa được sấy ở nhiệt độ $80 \pm 5^\circ\text{C}$ trong thời gian 12 giờ để loại bỏ ẩm và các chất bay hơi. Lấy mẫu vô chống cháy khối lượng $3 \pm 0,1$ g (độ chính xác 0,001 g) cho vào chén sứ chuẩn đã chuẩn bị sẵn, đặt vào chính giữa cốc thép trong, đặt nắp chén sứ và cốc kim loại (hình 2).

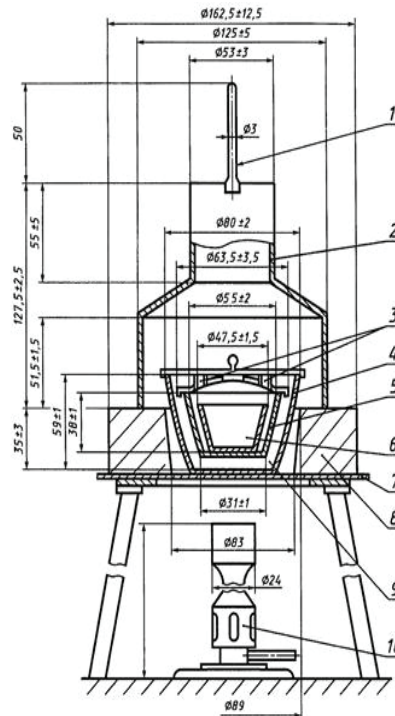
Nung đến đỏ cốc thép (4) bằng đèn khô (10) trong thời gian 30 ± 2 phút. Khi nung đủ thời gian quy định, tắt đèn khô, để ngoài không khí trong thời gian 3 phút, đưa vào bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng thời gian 30÷40 phút, sau đó kiểm tra lại khối lượng sản phẩm còn lại. Độ cốc hóa C được xác định bằng tỷ lệ khối lượng còn lại sau khi nung so với khối lượng mẫu vô chống cháy ban đầu theo công thức:

$$C = \frac{m_1}{m_0}$$

trong đó C là độ cốc hóa mẫu vô chống cháy; m_1 là khối lượng sản phẩm còn lại sau khi nung (g); m_0 là khối lượng mẫu vô chống cháy ban đầu (g).

Nghiên cứu đánh giá tính chất cơ lý vật liệu:

+ Đánh giá độ bền kéo đứt, độ giãn dài ở dải nhiệt độ $(-50 \div 50^\circ\text{C})$: Độ bền kéo đứt, độ giãn dài khi đứt được kiểm tra theo tiêu chuẩn TCVN 4509-2020 trên thiết bị kéo đứt vạn năng Cole Parmer-492 KRC1000 (Đức). Mẫu thử nghiệm được chuẩn bị hình quả tạ (kiểu 1, TCVN 4509-2020), tốc độ kéo 500 mm/phút. Các mẫu được bảo ôn tại nhiệt độ kiểm tra $(-50, 20$ và $50^\circ\text{C})$ trong thời gian không ít hơn 6 giờ trước khi thử nghiệm. Riêng thử nghiệm mẫu thử ở âm 50°C , mẫu thử nghiệm được lấy ra khỏi tủ bảo ôn, sau khi gá mẫu thử vào thiết bị, nhiệt độ được duy trì, ổn định nhiệt bằng các bơm nước lỏng trong thời gian không ít hơn 10 phút trước khi thực hiện phép đo.



Hình 2. Cơ cấu thiết bị đo độ cốc hóa. 1: dây quai; 2: ống chống; 3: lỗ thông; 4: cốc thép ngoài; 5: cốc thép trong; 6: chén sứ; 7: tấm để tam giác; 8: chân đế; 9: cát khô; 10: đèn khô.

+ Khối lượng riêng xác định theo tiêu chuẩn TCVN 4866:2013.

+ Hàm ẩm và các chất bay hơi: Hàm ẩm và các chất bay hơi được xác định bằng phương pháp xác định độ hút khối lượng mẫu trước và sau khi sấy ở 150°C trong thời gian 6 giờ, tiêu chuẩn TY381051438-81.

+ Độ cứng của cao su theo TCVN 1595-1:2007 sử dụng máy đo độ cứng Shore A (Shimadzu, Nhật Bản).

+ Đánh giá độ trương nở cao su trong dung môi hữu cơ được thực hiện bằng cách kiểm tra sự thay đổi khối lượng theo tiêu chuẩn TCVN 2752:2008, dung môi lựa chọn toluen, thời gian khảo sát 72 giờ; nhiệt độ bảo ôn $25 \pm 2^\circ\text{C}$.

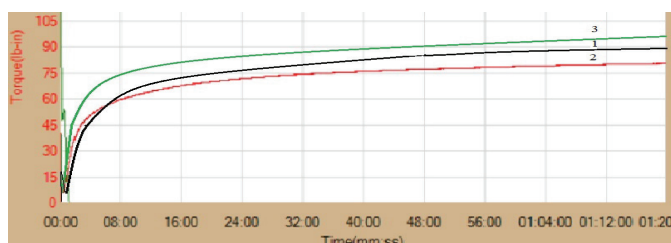
- Thử nghiệm sốc nhiệt: Thời nhiên liệu được bảo ôn 6 chu kỳ $(-50 \pm 2^\circ\text{C}, 20 \pm 2^\circ\text{C}$ và $50 \pm 2^\circ\text{C})$, thời gian bảo ôn thời nhiên liệu ở mỗi nhiệt độ không ít hơn 12 giờ/chu kỳ, sau đó được mang đi kiểm tra, thử nghiệm (các tủ bảo ôn được cài đặt sẵn nhiệt độ, thời nhiên liệu được chuyển từ tủ bảo ôn này sang tủ bảo ôn khác sau khi đủ thời gian).

- Thử nghiệm trên động cơ mẫu: Thời nhiên liệu được bảo ôn ở nhiệt độ $-50 \pm 2^\circ\text{C}$ và $50 \pm 2^\circ\text{C}$ (trong thời gian không ít hơn 18 giờ trước khi thử nghiệm đốt, có sử dụng đầu đo áp suất, lực đẩy).

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Nghiên cứu chế độ lưu hóa hỗn hợp cao su, lựa chọn chế độ lưu hóa

Trên cơ sở đường cong lưu hóa thu được ở các nhiệt độ trình bày ở mục 2.2, xác định các thông số lưu hóa đối với hỗn hợp cao su và tiến hành kiểm tra mẫu cao su lưu hóa sau khi ép tạo mẫu (hình 3, bảng 3).



Hình 3. Biểu đồ đường cong lưu hóa mẫu vật liệu chống cháy. 1: mẫu M1; 2: Mẫu M2; 3: mẫu M3.

Bảng 3. Tính chất lưu hóa và cơ lý của vật liệu mắc VCC-NLTL-1.

Thông số	Nhiệt độ lưu hóa hỗn hợp cao su (°C)			
	150	160	170	150÷170*
Ký hiệu mẫu	M ₁	M ₂	M ₃	M ₄
M _L (dN.m)	7,0	6,0	6,5	-
M _H (dN.m)	89,0	78,3	94,5	-
t _s (phút)	0,8	0,5	0,3	-
t ₉₀ (phút)	64	32	28	-
M _H - M _L (dN.m)	82,0	72,3	88,5	-
Tốc độ lưu hóa (dN.m/s)	1,67	2,29	3,17	-
Độ trương nở trong toluen (%)	33	38	30	19,5
Độ bền kéo đứt (Mpa)	13,5	12,3	16,8	19,2
Độ cứng (đơn Shore A)	92	88	93	96

*: lưu hóa chu trình 150°C - 50 phút, 160°C - 30 phút, 170°C - 30 phút; các đường cong lưu hóa thu được ở các nhiệt độ khảo sát trong thời gian 80 phút không phát hiện hiện tượng đảo chiều.

Phân tích đường cong lưu hóa tại nhiệt độ 160°C (Mẫu M₂), chúng tôi nhận thấy mômen xoắn cực đại M_H (78,3 dN.m) thấp hơn so với giá trị M_H tại nhiệt độ 150°C (89,0 dN.m) và 170°C (94,5 dN.m). Điều này xảy ra có thể do các thành phần ở trong thành phần hỗn hợp cao su không khâu mạch tốt ở dải nhiệt độ này. Tốc độ lưu hóa ở 170°C (Mẫu M₃) cao hơn nhiều (3,17 dN.m/s) và thời gian bắt đầu lưu hóa t_s sớm (0,3 phút), điều này ảnh hưởng đến thời gian thao tác khi đưa phối vào ép sản phẩm và chất lượng đồng đều sản phẩm sau ép. Giá trị momen xoắn cực đại và giá trị độ trương nở trong toluen ở nhiệt độ 25±2°C cho thấy, tại nhiệt độ 170°C cao su lưu hóa hoàn toàn hơn. Căn cứ vào đường cong lưu hóa ở các nhiệt độ thu được, do không có hiện tượng đảo chiều trong suốt quá trình lưu hóa, chúng tôi chọn chế độ lưu hóa tối ưu cho loại vật liệu này: mẫu (M₄)

theo chu trình 150°C - 50 phút, 160°C - 30 phút và 170°C - 30 phút.

Kết quả thu được cho thấy, với chế độ lưu hóa này một mặt thu được vật liệu (M₄) cao su có độ bền kéo tốt nhất 19,2 MPa, mặt khác chế độ lưu hóa chu trình trên đảm bảo thời gian chuẩn bị mẫu cho quá trình thao tác ép, vật liệu sau khi ép nhiệt thu được đảm bảo tính đồng nhất.

Các mẫu M₁÷M₄ được kiểm tra độ trương nở trong dung môi hữu cơ cho thấy, mức độ trương nở của cao su đặc trưng cho sự gia tăng khối lượng của cao su do sự hấp thụ của chất lỏng có trọng lượng phân tử thấp hoặc hơi của nó. Chúng tôi đã sử dụng toluen làm dung môi hữu cơ, vì nó thích hợp cho nền cao su vật liệu VCC-NLTL-1. Độ trương nở vật liệu cao su trong dung môi hữu cơ là chỉ tiêu quan trọng, gián tiếp đánh giá tác động của dung môi tới vật liệu, xác định thời gian, giá trị hấp thụ tối đa, qua đó gián tiếp đánh giá mật độ của các chuỗi liên kết hóa học mạng lưới cao su lưu hóa. Giá trị độ trương nở càng nhỏ thì khả năng thẩm thấu các chất lỏng trong thành phần nhiên liệu vào vỏ chống cháy càng nhỏ, đảm bảo cho tính chất cơ lý và tính chất cháy của nhiên liệu là ổn định nhất. Qua phân tích, đánh giá, mẫu vỏ chống cháy lưu hóa chu trình (mẫu M₄) cho kết quả độ trương nở nhỏ nhất đạt giá trị 19,5%, tương đương với mẫu của Nga (20,0%) ở cùng điều kiện thử nghiệm (nhiệt độ 25°C).

Chế độ lưu hóa mẫu M₄ được áp dụng cho chế tạo vỏ chống cháy dùng cho nhiên liệu rắn hỗn hợp.

3.2. Đánh giá độ cốc hóa của vỏ chống cháy

Độ cốc hóa là một chỉ tiêu rất quan trọng của vỏ chống cháy dùng cho nhiên liệu hỗn hợp động cơ hành trình, đặc biệt đối với động cơ hành trình hoạt động ở nhiệt độ cao, có thời gian cháy dài. Lớp cốc hóa hình thành ngoài bề mặt vật liệu làm giảm nhanh chóng nhiệt độ sản phẩm cháy vào sâu trong vật liệu, ngăn cản sự cháy cục bộ, bong theo mảng vật liệu là yếu tố gây bật loa phụt, phá hủy kết cấu của động cơ. Một số nghiên cứu trước đây chưa lưu ý đến độ cốc hóa và độ bền của lớp cốc vỏ chống cháy này mà nghiên cứu hàm tro và các tính chỉ tiêu cơ lý, đây có thể là lý do hoạt động chưa thực sự ổn định khi thổi nhiên liệu làm việc trong thời gian dài [9].

Kết quả đánh giá độ cốc hóa theo phương pháp Konradson cho thấy, mẫu M₄ lưu hóa theo chu trình cho độ cốc hóa (38,7%) tương đương với sản phẩm của Nga (39,2%).

3.3. Đánh giá độ bền kéo đứt, độ giãn dài ở dải nhiệt độ (-50÷50°C)

Vỏ chống cháy cần đảm bảo cho thổi nhiên liệu hoạt động ở dải nhiệt độ từ -50÷50°C, do đó việc đánh giá song song tính chất cơ lý của vỏ chống cháy được chế tạo từ vật liệu mắc VCC-NLTL-1 là rất cần thiết. Ở nhiệt độ 20 và 50°C, mẫu vỏ chống cháy được bảo ôn trong thời gian 2

giờ trước khi thử nghiệm. Phép đo ở -50°C được đánh giá bằng cách dùng nitor lỏng phun trực tiếp vào buồng kiểm tra trong thời gian 18÷20 phút. Kết quả kiểm tra độ bền cơ lý vỏ chống cháy được thể hiện ở bảng 4.

Bảng 4. Kết quả khảo sát đối chứng kiểm tra độ bền cơ lý vỏ chống cháy.

Thông số khảo sát	Mẫu vỏ chống cháy					
	Vỏ chống cháy Việt Nam			Vỏ chống cháy Nga		
Nhiệt độ ($^{\circ}\text{C}$)	-50	20	50	-50	20	50
Độ bền kéo đến đứt (Mpa)	59,1	19,2	17,2	62,2	19,8	17,6
Độ giãn dài khi đứt (%)	5,0	34	40	4,2	32	36

Theo chiều tăng nhiệt độ, độ bền cơ lý giảm dần trong khi độ giãn dài khi đứt tăng dần. Giá trị độ giãn dài khi đứt của mẫu vỏ chống cháy Nga và Việt Nam chế tạo là tương đương nhau. Tại nhiệt độ -50°C , vỏ chống cháy được chế tạo từ vật liệu mác VCC-NLTL-1 có độ giãn dài tương đối là 5,0%, lớn hơn mẫu của Nga là 4,2% đảm bảo cho thời nhiên liệu hoạt động tốt ở dải nhiệt độ này.

Qua phân tích, thử nghiệm nêu trên rút ra kết luận rằng, vỏ chống cháy do Viện Thuốc phóng Thuốc nổ chế tạo đạt các chỉ tiêu tương đương với sản phẩm của Nga. Tuy nhiên, để khẳng định được kết luận trên cần chế tạo thời nhiên liệu và khảo sát ở các điều kiện khác nhau. Theo đó, chúng tôi đã chế tạo các vỏ chống cháy để đúc thời nhiên liệu hỗn hợp. Kết quả kiểm tra cho thấy, vỏ chống cháy đảm bảo cho động cơ hoạt động ổn định ở dải nhiệt độ từ $-50\pm 2^{\circ}\text{C}$ đến $50\pm 2^{\circ}\text{C}$.

Đánh giá đường cong áp suất/thời gian, lực đẩy/thời gian cho thấy, quá trình làm việc đáp ứng theo yêu cầu kỹ thuật của của thời nhiên liệu. Việc thử nghiệm sốc nhiệt và thử nghiệm đốt ở nhiệt độ $-55\pm 2^{\circ}\text{C}$ và $55\pm 2^{\circ}\text{C}$ cho kết quả tương đương. Thời nhiên liệu đã được sử dụng để lắp vào tên lửa thật và bắn tiêu diệt mục tiêu đạt theo yêu cầu đề ra.

4. Kết luận

Trên cơ sở nghiên cứu tổng quan tài liệu trong và ngoài nước, nghiên cứu bản chất vật liệu, quá trình phân hủy vỏ chống cháy và đánh giá phân tích đối chứng, Viện Thuốc phóng Thuốc nổ đã nghiên cứu thành công mác vật liệu VCC-NLTL-1 để chế tạo vỏ chống cháy dùng cho thời

nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp lắp rời. Đưa ra phương án đánh giá chất lượng vỏ chống cháy dùng cho nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp sát với điều kiện khai thác, sử dụng. Vỏ chống cháy đặc trưng bởi độ bền cơ lý cao (19,2 MPa), độ trương nở thấp (19,5%), có khả năng chịu xói mòn, chịu nhiệt và chịu lạnh tốt, đảm bảo cho thời nhiên liệu hoạt động ổn định trong khoảng nhiệt độ ($-50\pm 50^{\circ}\text{C}$). Thời nhiên liệu đã qua thử nghiệm tĩnh, thử nghiệm sốc nhiệt và thử nghiệm bắn mục tiêu đạt yêu cầu. Đây là bước tiến lớn trong việc làm chủ công nghệ chế tạo nhiên liệu tên lửa rắn hỗn hợp tại Việt Nam, là cơ sở quan trọng để phát triển ngành công nghiệp tên lửa trong thời gian tới.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] N.D. Long (2020), "Research and development of fireproof coating for ammunition gas compensators to increase the range of the 130 mm M46 artillery system", *Journal of Military Scientific Research*, **67**, p.106- 113 (in Vietnamese).
- [2] V.G. Kochetkov (2017), *Development and Research of Fire- and Heat-Resistant Elastic Materials with Hollow Aluminosilicate Microspheres Modified by Phosphorus-Boron Compounds*, Doctoral Thesis in Engineering, 149 pages (in Russian).
- [3] N.D. Long, N.V. Giao, N.M. Tuong (2021), *Textbook of Combustion Processes of Solid Fuel in Rocket Engines*, People's Army Publishing House, 200pp (in Vietnamese).
- [4] V.K. Marin (2005), *Production and Exploitation of Propellants and Explosives*, Penza Artillery University, 350pp (in Russian).
- [5] B.S.Grishin (2010), *Rubber Industry Documents (Information and Analytical Database)*, 504pp (in Russian).
- [6] T.R. Hull, B.K. Kandola (2009), *Fire Retardancy of Polymers: New Strategies and Mechanisms*, Royal Society of Chemistry: Thomas Graham House, Cambridge, 456pp.
- [7] <https://cyberleninka.ru/article/n/vliyanie-mikrosfer-nasvoystva-agressivostoykih-rezin/viewer>, accessed 4 July 2022.
- [8] V.F. Kablov (2017), "Development and research of polymeric materials with functional active ingredients", *Journal of Volgograd National Technical University*, pp.7-28 (in Russian).
- [9] C.C. Huu (2017), "Research on manufacturing materials with high thermal and mechanical durability and low ash content from nitrile rubber", *Vietnam Journal of Chemistry*, **55(1)**, pp.31-37, DOI: 10.15625/0866-7144.2017-00412 (in Vietnamese).

Nghiên cứu chức năng hóa bề mặt trong suốt có khả năng chống băng tuyết: Một cách tiếp cận mới

Nguyễn Thanh Bình*

¹Trường Đại học Sư phạm, Đại học Thái Nguyên, 20 Lương Ngọc Quyến, phường Quang Trung, TP Thái Nguyên, tỉnh Thái Nguyên, Việt Nam

Ngày nhận bài 24/1/2022; ngày chuyển phản biện 28/1/2022; ngày nhận phản biện 18/2/2022; ngày chấp nhận đăng 23/2/2022

Tóm tắt:

Trong nghiên cứu này, tác giả trình bày một cách tiếp cận mới trong chế tạo bề mặt chống đóng băng trên các bề mặt trong suốt thông qua phương pháp ăn mòn khắc sâu ion (deep reactive ion etching - DRIE) trên vật liệu thủy tinh. Các thông số về khả năng chống đóng băng được kiểm nghiệm gồm: lực liên kết giữa băng - bề mặt (adhesive strength) và thời gian hóa rắn (freezing time) trên các mẫu với độ dính ướt khác nhau, bao gồm: mẫu thô (không xử lý), mẫu hoàn toàn dính ướt (superhydrophilic), dính ướt (hydrophilic), không dính ướt (hydrophobic) và hoàn toàn không dính ướt (superhydrophobic). Sau khi khảo sát, bề mặt hoàn toàn không dính ướt cho thấy sự vượt trội về các thông số so với các mẫu còn lại, khẳng định sự ưu việt của hiện tượng không dính ướt và vai trò quan trọng của việc xử lý bề mặt. Ngoài ra, bằng cách chế tạo cấu trúc hình nón cụt mô phỏng cấu trúc mắt bướm đêm bằng phương pháp ăn mòn khắc sâu, bề mặt chế tạo sẽ cho độ truyền qua trong vùng khả kiến cao hơn đáng kể so với mẫu thô ban đầu. Đây là một nghiên cứu mới, đề xuất một phương pháp chế tạo bề mặt chức năng nhanh chóng, có tính ứng dụng cao cho các bề mặt hoạt động trong môi trường khắc nghiệt và các ứng dụng quang học ngoài trời.

Từ khóa: bề mặt chức năng, chống băng tuyết, trong suốt.

Chỉ số phân loại: 2.5

1. Đặt vấn đề

Đóng băng là hiện tượng chuyển pha từ lỏng sang rắn của các chất lỏng, phổ biến nhất ở các bề mặt trái đất là nước. Ngoài vẻ đẹp ở các festival, đóng băng gây ra rất nhiều trở ngại cho cuộc sống hàng ngày, giao thông, truyền tải điện... Băng đóng trên cánh máy bay có thể gây ra hiện tượng mất lực nâng và dẫn đến các tai nạn thảm khốc [1-4]. Băng hình thành trên hệ thống truyền tải điện có thể làm đứt gãy vì quá nặng, gây nguy hiểm cho người và phương tiện di chuyển phía dưới [5, 6]. Băng hình thành trên tàu bè gây nguy hiểm trong di chuyển [7], băng đóng trong các cánh tuabin dẫn đến các tình huống nguy hiểm khi vận hành [8].

Trong vài thập kỷ gần đây, có rất nhiều các nghiên cứu tập trung vào việc phòng chống, xử lý hiện tượng đóng băng, gọi là anti-icing [9-11]. Khái niệm anti-icing có thể dễ hiểu hơn nếu chúng ta so sánh nó với các phần mềm chống virus (anti-virus softwares). Nếu như các phần mềm anti-virus ngăn cản virus thâm nhập vào máy tính và loại trừ nó nếu như xuất hiện trong máy tính, thì các khái niệm anti-icing cũng như vậy. Các bề mặt anti-icing sẽ phòng chống đóng băng trên các bề mặt và nếu băng có hình thành thì cũng sẽ được loại bỏ dễ dàng.

Về phương diện vật lý, người ta phân loại anti-icing ra làm 3 loại: băng hình thành trên những bề mặt từ những giọt nước với một vận tốc ban đầu ứng với các trận mưa trong thời tiết lạnh xấp xỉ 0°C [12-15]; băng hình thành từ quá trình ngưng tụ nước trên các bề mặt nhiệt độ thấp [16-18]; băng hình thành từ

những giọt nước tĩnh [15, 19-23]. Trường hợp thứ 3 tương ứng với việc băng đã hình thành trên các bề mặt, cách tiếp cận bây giờ trở thành gia tăng tối đa thời gian hóa rắn của chúng và làm thế nào để loại bỏ nó một cách dễ dàng nhất [21-23].

Có nhiều phương cách để đạt được một bề mặt anti-icing, trong đó bề mặt không dính ướt được các nhà khoa học tin tưởng là một cách tiếp cận tiềm năng nhất vì những tính chất đáng quý của chúng như: góc tiếp xúc rất lớn (thường lớn hơn 150°), góc nghiêng nhỏ (là góc nghiêng bề mặt làm cho giọt nước bị lăn hoặc trượt khỏi bề mặt, thường ~2°C đối với không dính ướt). Bề mặt không dính ướt được lấy cảm hứng thiên nhiên từ cấu trúc của lá sen, là sự kết hợp của 2 cấu trúc micro mét và nano mét, được bao phủ bởi một lớp sáp không dính ướt. Từ sự kết hợp này, các nhà khoa học đã chế tạo rất nhiều bề mặt hoàn toàn không dính ướt với các phương pháp khác nhau như: khắc quang (lithography), khắc khô (dry etching), khắc ướt (wet etching), phủ bề mặt (surface coating) [9, 18, 24, 25]... với mục đích là tạo độ nhám càng nhỏ càng tốt. Các bề mặt sau khi được tạo độ nhám thích hợp sẽ được bao phủ bởi một lớp hợp chất hóa học kỵ nước. Một điều rất quan trọng cần được chú ý đó là bề mặt không dính ướt chỉ có thể đạt được nếu thỏa mãn cả 2 điều kiện: độ nhám và hợp chất hóa học kỵ nước. Nếu chỉ có riêng 1 trong 2 điều kiện thì sẽ chỉ có thể có bề mặt hoàn toàn dính ướt hoặc dính ướt. Nguyên nhân được giải thích bởi hình thái của giọt nước trên bề mặt, mà nguyên nhân sâu xa chính là sự kết hợp của vi cấu trúc và hợp chất hóa học kỵ nước để tạo nên sức căng bề mặt nước - không

*Email: binhnt@tnue.edu.vn

A study on the functionalisation of transparent anti-icing surface: A new approach

Thanh Binh Nguyen*

¹Thai Nguyen University of Education,

20 Luong Ngoc Quyen Street, Quang Trung Ward, Thai Nguyen City, Thai Nguyen Province, Vietnam

Received 24 January 2022; revised 18 February 2022; accepted 23 February 2022

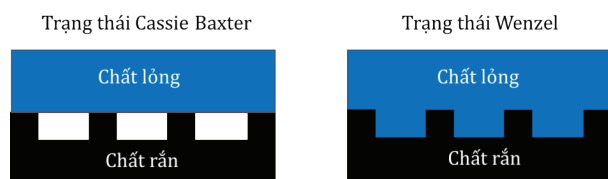
Abstract:

In this study, the author presented a novel approach to manufacture a transparent anti-icing surface through Deep reactive ion etching (DRIE) method on the glass substrate. Tested anti-icing parameters include: adhesive strength and freezing time on samples with different wettability, including as-received (untreated), superhydrophilic, hydrophilic, non-hydrophobic, and superhydrophobic. The results demonstrated the outstanding performance given by the superhydrophobic surface compared to the other samples, confirming the superiority of the non-wetting phenomenon and the important role of the surface treatment. In addition, by introducing a uniformed truncated structure that mimics the moth's eye structure, the fabricated surface illustrated a significantly higher transmittance in the visible region compared to the as-received sample. This new study proposes a fast and highly applicable fabrication method for functional surfaces operating in harsh environments and outdoor optical applications.

Keywords: anti-icing, functional surfaces, transparent.

Classification number: 2.5

khí đến mức lực Laplace sẽ không còn chiếm ưu thế. Hình thái khi đó sẽ là Cassie-Baxter (thể tích nước nằm trên đỉnh các cấu trúc micro, nano), thay vì Wenzel (thể tích nước bao trùm tất cả cấu trúc) (hình 1).



Hình 1. Trạng thái Cassie-Baxter và Wenzel.

Trong nghiên cứu này, chúng tôi trình bày một cách tiếp cận mới để chế tạo bề mặt chống đóng băng trên các bề mặt trong suốt thông qua phương pháp ăn mòn khô trên vật liệu thủy tinh. Phương pháp này đã được sử dụng nhiều trong chế tạo hệ thống vi cơ điện tử (MEMS) trên các vật liệu thông dụng như silicone, thủy tinh. Tuy nhiên, việc sử dụng phương

pháp ăn mòn khô cho các ứng dụng chống băng tuyết kết hợp với nâng cao hiệu năng quang học trên các bề mặt trong suốt chưa từng được đề cập đến. Các ứng dụng như kính chắn gió, gương chiếu hậu, hay những bề mặt làm việc trong điều kiện lạnh giá sẽ là những ứng dụng mà nghiên cứu này hướng tới. Hai thông số sẽ được kiểm nghiệm đó là: lực liên kết giữa băng và bề mặt; thời gian hóa rắn trên các mẫu với độ dính ướt khác nhau: mẫu thô (không xử lý), mẫu hoàn toàn dính ướt, dính ướt, không dính ướt và hoàn toàn không dính ướt. Sau khi khảo sát bề mặt không dính ướt cho thấy, sự vượt trội về các thông số so với các mẫu còn lại, khẳng định sự ưu việt của hiện tượng không dính ướt và vai trò quan trọng của việc xử lý bề mặt. Ngoài ra, các cấu trúc mô phỏng mắt bướm đêm cho thấy sự gia tăng đáng kể hiệu năng quang học trên các bề mặt trong suốt, hứa hẹn một phương pháp chế tạo bề mặt kết hợp nhiều chức năng nhanh chóng và có tính ứng dụng cao.

2. Thực nghiệm

2.1. Hóa chất

Hóa chất được sử dụng trong quá trình chế tạo gồm có acetone, iso-propanol, ethanol tinh khiết (Merck KGaA, Đức) dùng để xúc rửa mẫu và loại bỏ hết tạp chất trên bề mặt. Hợp chất hóa học kỵ nước được sử dụng để thay đổi độ dính ướt của bề mặt là FOTS - Fluoroorthotriclorosilane (Merck KGaA, Đức) là một hợp chất có mạch cacbon dài với một đầu mạch là nguyên tử cacbon liên kết chặt chẽ với nguyên tử thủy tinh, đầu mạch còn lại là phân tử SiCl_3 không ưa nước.

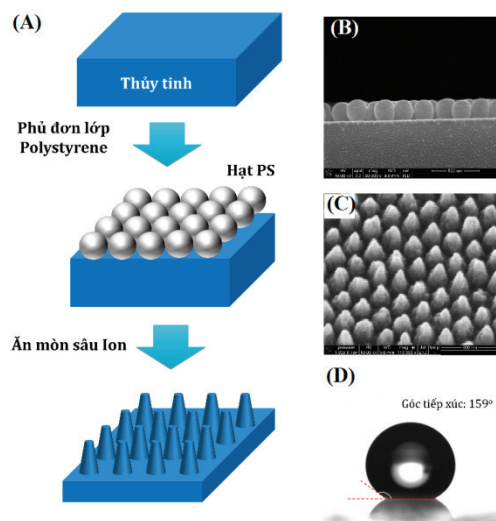
2.2. Quy trình chế tạo

Các mẫu được chế tạo bằng phương pháp ăn mòn khô kết hợp với sơn phủ hợp chất hóa học kỵ nước FOTS [25]. Hình 2A mô tả quá trình chế tạo bề mặt superhydrophobic trên đế thủy tinh. Đầu tiên, các đế thủy tinh (kích thước 3x3 cm) được rửa sạch lần lượt trong acetone, Iso-propanol, ethanol (mỗi quá trình 10 phút x 3 lần) để loại bỏ hết các tạp chất và bụi bẩn trên bề mặt. Sau đó, các đế được rửa lại bằng nước sạch (10 phút x 3 lần) trước khi làm khô bằng khí nitơ.

Quá trình ăn mòn khô được bắt đầu bằng cách nhúng các đế thủy tinh vào trong hỗn hợp dung dịch huyền phù của hạt polystyrene (PS), nước tinh khiết và ethanol. Dung dịch được pha trộn theo tỷ lệ nước:ethanol:PS tương ứng với 1:0,2:0,05 (theo khối lượng) để đảm bảo sự phân tán đều đặn và đơn lẻ của các hạt trong dung dịch. Đây là tỷ lệ được chúng tôi lựa chọn sau khi khảo sát với các tỷ lệ pha trộn khác nhau, đảm bảo sự hình thành của đơn lớp hạt PS. Sử dụng nồng độ lớn hơn của hạt PS sẽ dẫn đến việc tích tụ quá mức của chúng trên bề mặt thủy tinh (nhiều hơn 2 lớp), trong khi nếu sử dụng nồng độ nhỏ hơn sẽ không đảm bảo được sự tập hợp liên tục của hạt trên bề mặt.

Các đế thủy tinh được đặt theo chiều gần như thẳng đứng trong dung dịch huyền phù. Quá trình bay hơi chậm được gia

nhệt ở 40°C để đảm bảo độ bay hơi cần thiết của dung dịch. Lực mao dẫn tạo bởi bề thủy tinh và lớp dung dịch ngăn cách sẽ giúp hình thành đơn lớp hạt PS trên bề mặt thủy tinh một cách chậm rãi. Sử dụng nhiệt độ cao hơn sẽ dẫn đến việc các hạt nano PS tập hợp lộn xộn trên bề mặt, trong khi nếu sử dụng nhiệt độ thấp hơn với nồng độ trên sẽ không tạo nên được dòng đối lưu đủ mạnh để đưa các hạt tập hợp tại mặt phân cách. Sau 120 phút, bề thủy tinh được nhấc chậm ra khỏi dung dịch để thu được một màng đơn lớp các hạt PS trên bề mặt (hình 2B). Phương pháp tập hợp đơn lớp PS trên thủy tinh đã được nhóm chúng tôi thực hiện trong các nghiên cứu trước đó [23, 25], tuy nhiên trong các nghiên cứu đó, hạt PS được hòa tan chỉ trong dung môi ethanol và không có sự xuất hiện của dòng đối lưu do gia nhiệt, chính vì vậy sự hình thành đơn lớp gặp nhiều khó khăn và diện tích đơn lớp thu được không lớn. Với phương pháp này, chúng tôi đã cải thiện được yếu điểm đó khi đơn lớp PS tập hợp đều đặn trên toàn bộ diện tích mẫu.



Hình 2. Phương pháp chế tạo mẫu (A), ảnh SEM đơn lớp hạt PS trên bề mặt thủy tinh trước khi ăn mòn (B), cấu trúc nano trên bề mặt thủy tinh sau khi ăn mòn (C), và ảnh giọt nước trên bề mặt không dính ướt (D).

Mẫu sau đó được làm khô tự nhiên và đặt trong buồng ăn mòn sâu ion. Một hỗn hợp plasma của CF_4 , H_2 và O_2 với tỷ lệ 1:1:0,2 tương ứng của $CF_4:H_2:O_2$ và công suất thích hợp (80 W) được sử dụng để bắn phá bề mặt mẫu theo chiều từ trên xuống dưới nhằm mục đích ăn mòn chậm các cấu trúc bên dưới (bao gồm cả hạt PS và thủy tinh). Đơn lớp hạt PS sẽ có tác dụng như một lớp mặt nạ nhằm mục đích tạo nên các cấu trúc nano ở bên dưới. Ở nơi nào có hạt PS thì bề mặt thủy tinh ở dưới sẽ không bị ăn mòn và ngược lại. Công suất và tỷ lệ hỗn hợp được chúng tôi xác định sau nhiều lần thử nghiệm và cho thấy hiệu quả tốt nhất để đảm bảo khi hạt PS bị ăn mòn hết cũng sẽ là lúc các cấu trúc nano được hình thành trên mặt đế thủy tinh. Hình 2C trình bày ảnh chụp bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM) của bề mặt sau quá trình ăn mòn khô và cho thấy các cấu trúc nano hình nón cụt được hình thành một cách

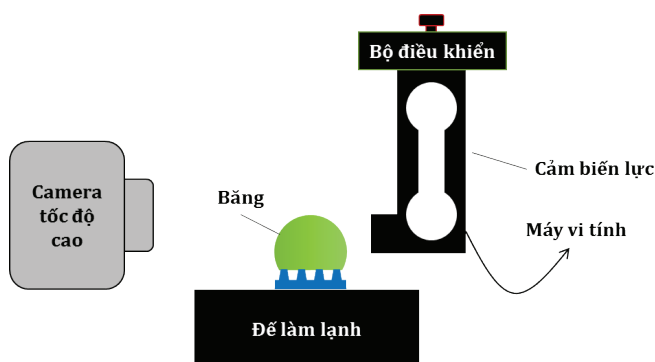
đều đặn trên bề mặt với kích thước đỉnh khoảng 80 nm và độ cao khoảng 150 nm. So với phương pháp đã được chúng tôi sử dụng [21], quá trình tạo hình cấu trúc nano đã có sự cải tiến đáng kể khi bỏ qua được bước giảm kích thước hạt. Bằng cách sử dụng tỷ lệ nồng độ và công suất hợp lý, dòng plasma có thể ăn mòn toàn bộ hạt nano PS cùng lúc với thời điểm cấu trúc nano hình nón cụt được hình thành.

Sau khi tạo cấu trúc nano, mẫu được đưa vào sơn phủ hợp chất không dính ướt. Mẫu được đặt trong buồng kín với 200 μ l dung dịch FOTS và nung ở nhiệt độ 150°C trong 120 phút. Sau khi xử lý, mẫu được làm nguội tự nhiên ở điều kiện phòng và kiểm tra chất lượng một cách định tính bằng nước sạch.

Kết quả cho thấy, bề mặt cấu trúc nano sau khi được sơn phủ hợp chất FOTS sẽ đạt tới trạng thái không dính ướt với góc tiếp xúc 159° và góc nghiêng dưới 2° (hình 2D). Để tạo nên các bề mặt với độ dính ướt khác nhau phục vụ cho việc đối sánh, chúng tôi sử dụng phương pháp xử lý bằng tia cực tím - Ozone (Ultraviolet - Ozone, UVO) trên mẫu không dính ướt để thay đổi độ dính ướt. Ở phương pháp này, các liên kết hữu cơ sẽ bị bẻ gãy và thay vào đó là các ion nguyên tử oxy, làm cho bề mặt sẽ trở nên dính ướt hơn. Cụ thể, trong trường hợp này các liên kết S-Cl ở bề mặt sẽ được thay thế bằng các liên kết S-O-, vốn là các liên kết có ái lực với nước lớn, càng xử lý lâu bằng UVO sẽ càng có nhiều liên kết S-O- được tạo ra trên bề mặt. Bằng cách kiểm soát thời gian xử lý UVO, chúng tôi có thể tạo ra các bề mặt với độ dính ướt khác nhau [22]

Trong thí nghiệm này, góc tiếp xúc được đo bằng thiết bị đo thông số bề mặt (Model DM-50, Kyowa Interface Science Co. Ltd., Nhật Bản) với thể tích nước là 10 μ l. Góc tiếp xúc được đo bằng phương pháp thuật toán tiếp tuyến 3 điểm và cho chúng ta những kết quả chính xác phụ thuộc vào năng lượng bề mặt của chất rắn. Mỗi bề mặt được đo ở ít nhất 5 vị trí và lấy giá trị trung bình. Để khảo sát mối tương quan giữa khả năng chống băng tuyết và độ dính ướt, chúng tôi chế tạo 5 bề mặt với những năng lượng bề mặt (độ dính ướt) khác nhau. Năng lượng bề mặt được định nghĩa là công cơ học cần thực hiện khi lực căng làm cho diện tích tiếp xúc (ở đây là thủy tinh - nước) thay đổi một đơn vị diện tích, nó phụ thuộc vào tính chất các phân tử của từng pha và các điều kiện môi trường.

Hình 2D trình bày trạng thái giọt nước (thể tích 10 μ l trên bề mặt không dính ướt với góc tiếp xúc khoảng 159° và góc nghiêng (góc trượt) khoảng 2°. Phép đo góc tiếp xúc là một trong những phương pháp thông dụng và điển hình nhất để kiểm tra độ dính ướt của một cặp bề mặt chất rắn - chất lỏng tại mặt phân cách giữa 3 pha rắn - lỏng - khí. Về phương diện vật lý, do lực hút giữa các phân tử ở bề mặt rắn - lỏng lớn hơn nhiều so với lực hút giữa các phân tử nước với nhau nên giọt nước sẽ có xu hướng trải ra trên bề mặt chất rắn. Bề mặt chất rắn nào càng ưa nước (năng lượng bề mặt lớn) thì diện tích trải ra càng lớn. Ngược lại, bề mặt chất rắn nào càng không ưa nước (năng lượng bề mặt nhỏ) thì giọt nước sẽ có xu hướng co cụm lại để tối thiểu hóa diện tích tiếp xúc lỏng - rắn.

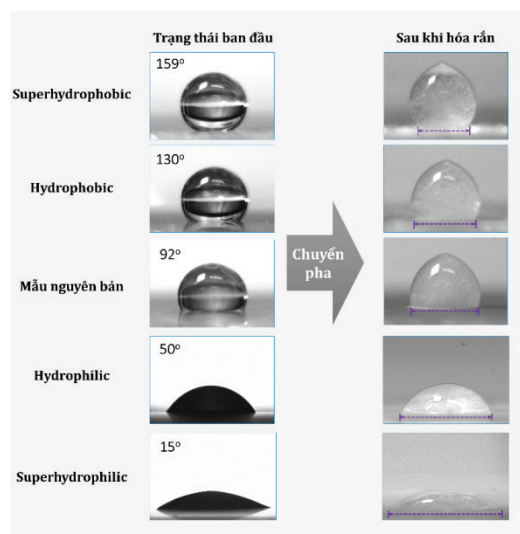


Hình 3. Bố trí thí nghiệm đo lực liên kết.

Hình 3 trình bày bố trí thí nghiệm đo lực liên kết giữa tinh thể băng tuyết với bề mặt chức năng. Mẫu được gắn vào một đế làm lạnh có thể điều chỉnh được nhiệt độ để tạo tinh thể băng tuyết (nhiệt độ mẫu được thiết lập ở mức -10°C). Một thể tích nước ($10\ \mu\text{l}$) được đặt trên bề mặt mẫu và bắt đầu tiến hành làm lạnh. Đế làm lạnh được nối với một cặp nhiệt điện có màn hình chỉ thị để có thể xác định chính xác nhiệt độ của mẫu. Sau khi thể tích nước hoàn toàn chuyển pha, một cảm biến lực (load cell) được sử dụng để đo đặc độ bền liên kết giữa băng và bề mặt mẫu. Cảm biến lực được điều khiển bởi một bộ điều khiển sẽ di chuyển theo phương ngang với tốc độ rất chậm ($50\ \mu\text{m/s}$) đến va chạm với tinh thể băng và đẩy cho đến khi băng hoàn toàn tách khỏi bề mặt mẫu. Cảm biến lực được kết nối với một phần mềm máy tính và ghi nhận lực tác dụng của nó lên tinh thể băng. Giá trị cao nhất ghi nhận được trên phần mềm trước khi băng được loại bỏ hoàn toàn chính là độ bền liên kết giữa băng và bề mặt. Độ bền liên kết giữa băng và bề mặt được tính cho một đơn vị diện tích (vì diện tích tiếp xúc khác nhau trên các bề mặt với cùng một thể tích nước ban đầu), vì thế chúng có đơn vị là kPa.

3. Kết quả và bàn luận

Hình 4 là minh chứng cho mối tương quan giữa độ dính ướt với góc tiếp xúc tại mặt phân cách. Xử lý bằng tia cực tím với những khoảng thời gian khác nhau cho chúng tôi những bề mặt có độ dính ướt khác nhau (bảng 1). Trạng thái của chất lỏng trên bề mặt sẽ là yếu tố quyết định tới độ bền liên kết giữa băng và bề mặt sau khi hóa rắn. Góc tiếp xúc giữa nước và bề mặt càng lớn (diện tích tiếp xúc nhỏ) sẽ đảm bảo cho diện tích tiếp xúc giữa băng và bề mặt nhỏ. Về bản chất, lực liên kết giữa hai bề mặt là lực hút tĩnh điện giữa các phân tử tại mặt phân cách, vì vậy nó phụ thuộc rất nhiều vào bản chất bề mặt và diện tích tiếp xúc [26, 27]. Diện tích tiếp xúc càng lớn, độ bền liên kết sẽ càng lớn nghĩa là những bề mặt không dính ướt sẽ đảm bảo hiệu năng chống băng tuyết tốt hơn so với các bề mặt dính ướt. Điều này được chứng minh trong hình 5 khi lực liên kết nhỏ nhất thuộc về mẫu superhydrophobic và tăng dần khi giảm dần góc tiếp xúc.



Hình 4. Trạng thái ban đầu và sau khi hóa rắn của thể tích nước trên bề mặt các mẫu khảo sát.

Kết quả khảo sát độ bền liên kết cho thấy sự phù hợp với các nghiên cứu có liên quan trong cùng lĩnh vực (bảng 1). So với mẫu nguyên bản ($580\ \text{kPa}$), bề mặt hoàn toàn không dính ướt cho thấy độ bền liên kết nhỏ hơn 7,25 lần ($80\ \text{kPa}$). Kết quả cho thấy mối tương quan tuyến tính giữa độ bền liên kết và độ dính ướt, khi độ dính ướt càng nhỏ thì lực độ bền liên kết càng nhỏ so với mẫu nguyên bản (phẳng hoàn toàn).

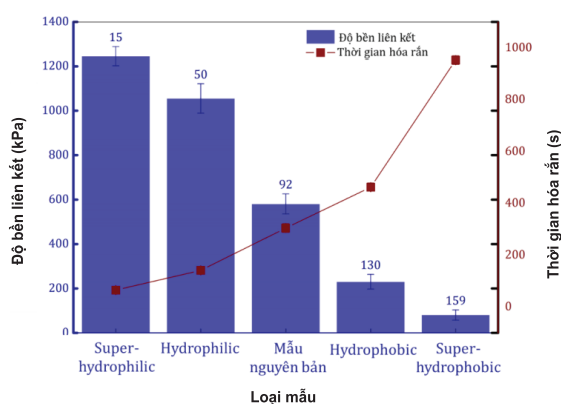
Bảng 1. Thống kê kết quả nghiên cứu.

Tên mẫu	Góc tiếp xúc (độ)	Độ bền liên kết (kPa)	Sai số	Thời gian hóa rắn (s)	Sai số
Hoàn toàn dính ướt	15	1245	± 43	65	± 4
Dính ướt	50	1055	± 66	141	± 6
Mẫu nguyên bản	92	580	± 45	304	± 5
Không dính ướt	130	230	± 33	482	± 6
Hoàn toàn không dính ướt	159	80	± 23	952	± 5

Khi độ dính ướt tăng lên, độ bền liên kết cũng tăng tương đối nhanh. Với mẫu có góc tiếp xúc 130° giá trị đo được là $230\ \text{kPa}$, giảm hơn 2,5 lần so với mẫu nguyên bản. Độ bền liên kết đặc biệt tăng mạnh khi góc tiếp xúc tiến về phía nhóm dính ướt ($<90^{\circ}$) với các giá trị đo được là 1055 và $1245\ \text{kPa}$, tương ứng với các mẫu 50 và 25° . Các kết quả đo đạc đã cho thấy sự quan trọng của việc kết hợp cấu trúc nano với chất hóa học kỵ nước, đặc biệt khi các mẫu đều có chung một cấu trúc bề mặt (trừ mẫu nguyên bản). Nguyên nhân của hiện tượng này là do sự thiếu hụt của các hợp chất hóa học kỵ nước để giảm thiểu năng lượng bề mặt, dẫn đến việc các phân tử chất lỏng (nước) có xu hướng dễ dàng liên kết với các phân tử oxit thủy tinh, kết quả là chất lỏng dễ dàng lan rộng trên bề mặt chất rắn trước khi hóa rắn. Sự thâm nhập của chất lỏng vào các cấu trúc nano trên các mẫu dính ướt dẫn đến hiệu năng chống băng tuyết của chúng còn kém hơn mẫu nguyên bản (phẳng) rất nhiều. Ngược lại, đối với các bề mặt được giảm thiểu độ bền liên kết bằng

các hợp chất hóa học kỵ nước, chúng luôn đảm bảo một lực liên kết nhỏ nhất giữa phân tử nước và thủy tinh, nghĩa là chất lỏng không dễ dàng lan rộng trên bề mặt mà có xu hướng co lại để tối thiểu hóa diện tích tiếp xúc. Các quá trình lan rộng này diễn ra trước khi chất lỏng hóa rắn, vì vậy, xét một cách toàn diện thì hình thái chất lỏng trên bề mặt chính là hình thái của khối băng trên bề mặt thủy tinh sau khi quá trình hóa rắn.

Như chúng tôi đã trình bày ở trên, một bề mặt không dính ướt chỉ có thể được hình thành khi hội tụ đủ 2 yếu tố: vi cấu trúc và hợp chất hóa học để giảm thiểu năng lượng bề mặt. Để thấy sự quan trọng của các cấu trúc nano trong trường hợp này, chúng ta có thể so sánh mẫu nguyên bản (92°) với các mẫu trong nhóm không dính ướt (từ 130° trở lên). Có thể dễ dàng nhận thấy sự ảnh hưởng của các cấu trúc nano tới việc giảm thiểu lực liên kết giữa bề mặt và băng. Điều này có thể được giải thích bằng hình thái Cassie-Baxter của chất lỏng trên cấu trúc bề mặt. Trạng thái này sẽ được duy trì từ khi bắt đầu thí nghiệm cho đến khi hoàn toàn hóa rắn, vì thế sẽ đảm bảo một diện tích tiếp xúc giảm hơn đáng kể

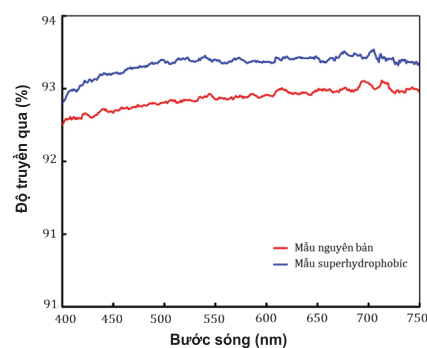


Hình 5. Độ bền liên kết và thời gian hóa rắn của cùng một thể tích nước trên các bề mặt có độ dính ướt khác nhau.

Ở phương diện tiếp theo, chúng tôi nghiên cứu thời gian hóa rắn của một thể tích nước xác định. Điều này rất quan trọng vì nó liên quan đến thời gian hiệu năng của bề mặt, nghĩa là thời gian còn duy trì được chức năng. Mặc dù thời gian hóa rắn của các thể tích nước được khảo sát có thể rất ngắn nhưng cũng có ý nghĩa lớn trong việc nghiên cứu về tính chất bề mặt cho những nghiên cứu sâu hơn. Thời gian hóa rắn được định nghĩa là khoảng thời gian từ thời điểm bắt đầu chuyển pha đến khi toàn bộ thể tích chất lỏng hoàn thành chuyển pha. Quá trình này được quan sát bằng camera tốc độ cao kết hợp với một đồng hồ bấm giây (độ chính xác đến 0,01 s) để xác định chính xác thời điểm chuyển pha cũng như thời gian hóa rắn. Bảng 1 trình bày kết quả khảo sát thời gian trên các mẫu và chứng minh sự quan trọng của độ dính ướt đối với hiệu năng chống đóng băng. Thời gian dài nhất cần thiết để hóa rắn một thể tích nước cố định thuộc về mẫu không dính ướt và giảm dần khi tính dính ướt tăng dần. Điều này được giải thích trên phương diện vật lý khi nhiệt lượng trong thể tích nước được

truyền theo chiều thẳng đứng từ trên xuống dưới xuống bề mặt đã được làm lạnh. Nhiệt lượng này phụ thuộc rất lớn vào diện tích tiếp xúc, do đó các mẫu càng đảm bảo diện tích tiếp xúc nhỏ thì càng cho chúng ta thời gian hóa rắn lớn [21]. Kết quả hình 5 cho thấy, mối quan hệ giữa thời gian hóa rắn và độ dính ướt của bề mặt cũng là một mối tương quan tuyến tính. Giá trị thấp nhất đo được thuộc về mẫu hoàn toàn dính ướt (65 s) và tăng dần khi góc tiếp xúc tăng dần. Thời gian hóa rắn cao nhất đo được thuộc về mẫu hoàn toàn không dính ướt với 942 s, tương đương 15 phút 40 s và giảm khá mạnh khi góc tiếp xúc giảm về 130°. Giá trị này dài hơn gấp 3 lần so với mẫu nguyên bản và 14,6 lần so với mẫu hoàn toàn dính ướt.

Kết quả ở hình 5 cho thấy sự cần thiết của hợp chất hóa học kỵ nước trong việc kéo dài thời gian hóa rắn cho chất lỏng trên bề mặt. Bề mặt với cấu trúc nano như năng lượng bề mặt lớn (nhóm có góc tiếp xúc nhỏ hơn 90°) cho thấy thời gian hóa rắn rất thấp khi so sánh với các mẫu khác có cùng cấu trúc nhưng được bao phủ tốt hơn bởi hợp chất FOTS. Ở khía cạnh này, bề mặt phẳng (mẫu nguyên bản) lại cho thấy hiệu năng cao hơn so với các mẫu ở nhóm dính ướt. Nguyên nhân được giải thích là diện tích tiếp xúc lớn của bề mặt các mẫu này với nước, mà nguyên nhân sâu xa là sự thiếu hụt lớp hợp chất hóa học kỵ nước dẫn đến việc nước có thể tự do thâm nhập và xuyên sâu vào bên trong cấu trúc nano trước khi hóa rắn, trở thành những “móc khóa” dính chặt vào bề mặt. Ở chiều ngược lại, mẫu không dính ướt đảm bảo cho nước luôn ở trên bề mặt các cấu trúc nano, liên kết tĩnh điện giữa các phân tử ở bề mặt lỏng lẻo và khối băng dễ dàng bị di dời khỏi bề mặt.



Hình 6. Độ truyền qua của mẫu chế tạo trong sự so sánh với mẫu thủy tinh nguyên bản.

Ngoài ra, trong nghiên cứu này, chúng tôi đã khảo sát hiệu năng quang học của bề mặt cấu trúc nano. Đây là một đặc tính mới chưa được kiểm chứng trên các nghiên cứu về chống băng tuyết trước đó của chúng tôi, nhằm định hướng cho các ứng dụng trong suốt làm việc trong môi trường lạnh giá. Hình 6 mô tả độ truyền qua của mẫu chế tạo với đối sánh là mẫu thủy tinh nguyên bản (phẳng) trong vùng ánh sáng khả kiến. Kết quả cho thấy sự vượt trội của mẫu không dính ướt so với bề mặt ban đầu. Điều này có được do các cấu trúc đều đặn mô phỏng mắt bướm đêm có dạng hình nón cụt trên bề mặt [28, 29]. Các cấu trúc đều đặn như vậy sẽ hoạt động như một lớp vật liệu

có chiết suất tăng dần, khiến cho ánh sáng như bị “bề cong” khi đi qua lớp cấu trúc và không bị phản xạ đột ngột trên mặt phân cách, vì thế sẽ giảm đi sự phản xạ, tăng tính truyền qua của tia sáng. Độ truyền qua trên mẫu cấu trúc nano luôn cao hơn từ 0,5 đến 0,8% trong khoảng ánh sáng khả kiến. Giá trị đo được tại bước sóng 550 nm là 93,3% đối với mẫu cấu trúc nano và 92,6% đối với mẫu nguyên bản. Sự cải tiến này có ý nghĩa quan trọng trong việc nâng cao hiệu năng quang học của các bề mặt trong suốt nói riêng và các bề mặt đa ứng dụng ở trong nghiên cứu này nói chung.

4. Kết luận

Trong nghiên cứu này, chúng tôi đã trình bày một phương pháp hiệu quả và nhanh chóng để chế tạo bề mặt trong suốt có khả năng chống băng tuyết trên thủy tinh dựa trên sự kết hợp giữa cấu trúc nano với hợp chất hóa học kỵ nước. Khả năng chống đóng băng của bề mặt được khảo sát với hai tiêu chí. Đây là một nghiên cứu mới có tính ứng dụng, đồng thời đưa ra cái nhìn tổng quan về cơ chế của hiện tượng băng tuyết. Ngoài ra, sự phụ thuộc của hiệu năng quang học và khả năng chống băng tuyết vào cấu trúc tinh tế của bề mặt sẽ được khảo sát một cách định lượng.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Quỹ Phát triển Khoa học và Công nghệ Quốc gia (NAFOSTED) trong đề tài mã số 103.02-2019.333. Tác giả xin chân thành cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] J. Marwitz, M. Poiitovich, B. Bernstein, et al. (1997), “Meteorological conditions associated with the ATR72 aircraft accident near Roselawn, Indiana, on 31 October 1994”, *Bull. Am. Meteorol. Soc.*, **78**, pp.41-52, DOI: 10.1175/1520-0477(1997)078<0041:MCAWTA>2.0.CO;2.
- [2] P. Tran, M.T. Brahimi, I. Paraschivoiu, et al. (1995), “Ice accretion on aircraft wings with thermodynamic effects”, *Journal of Aircraft*, **32(2)**, pp.444-446, DOI: 10.2514/3.46737.
- [3] Y. Cao, W. Tan, Z. Wu (2018), “Aircraft icing: An ongoing threat to aviation safety”, *Aerosp. Sci. Technol.*, **75**, pp.353-385, DOI: 10.1016/j.ast.2017.12.028.
- [4] D. Olejniczak, M. Nowacki (2018), “Evaluation of the influence of icing on wings on aircraft flight parameters”, *Transp. Res. Procedia*, **35**, pp.100-109, DOI: 10.1016/j.trpro.2018.12.017.
- [5] J.L. Laforte, M.A. Allaire, J. Laflamme (1998), “State-of-the-art on power line de-icing”, *Atmos. Res.*, **46(1-2)**, pp.143-158, DOI: 10.1016/S0169-8095(97)00057-4.
- [6] M. Farzaneh (2000), “Ice accretions on high-voltage conductors and insulators and related phenomena”, *Philos. Trans. Math. Phys. Eng. Sci.*, **358(1776)**, pp.2971-3005, DOI: 10.1098/rsta.2000.0692.
- [7] M. Landy, A. Freiburger (1968), “An approach to the shipboard icing problem”, *Naval Engineers Journal*, **80(1)**, pp.63-72, DOI: 10.1111/j.1559-3584.1968.tb05430.x.
- [8] L. Makkonen, T. Laakso, K.J. Finstad, et al. (2001), “Modelling and prevention of ice accretion on wind turbines”, *Wind Engineering*, **25(1)**, pp.3-21, DOI: 10.1260/0309524011495.
- [9] L. Cao, Andrew K. Jones, V.K. Sikka, et al. (2009), “Anti-icing superhydrophobic coatings”, *Langmuir*, **25(21)**, pp.12444-12448, DOI: 10.1021/la902882b.
- [10] P.P. Tourkine, M.L. Merrer, D. Quéré (2009), “Delayed freezing on water repellent materials”, *Langmuir*, **25(13)**, pp.7214-7216, DOI: 10.1021/la900929u.
- [11] T.S. Wong, S.H. Kang, S.K.Y. Tang, et al. (2011), “Bioinspired self-repairing slippery surfaces with pressure-stable omniphobicity”, *Nature*, **477**, pp.443-447.
- [12] Y. Liu, H. Hu (2018), “An experimental investigation on the unsteady heat transfer process over an ice accreting airfoil surface”, *Int. J. Heat Mass Transf.*, **122**, pp.707-718, DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.02.023.
- [13] X. Bu, G. Lin, X. Shen, et al. (2020), “Numerical simulation of aircraft thermal antiicing system based on a tight-coupling method”, *Int. J. Heat Mass Transf.*, **148**, pp.119061-119062, DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2019.119061.
- [14] L. Li, Y. Liu, Z. Zhang, et al. (2019), “Effects of thermal conductivity of airframe substrate on the dynamic ice accretion process pertinent to UAS inflight icing phenomena”, *Int. J. Heat Mass Transf.*, **131**, pp.1184-1195, DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.11.132.
- [15] M.A. Sarshar, C. Swartz, S. Hunter, et al. (2013), “Effects of contact angle hysteresis on ice adhesion and growth on superhydrophobic surfaces under dynamic flow conditions”, *Colloid and Polymer Science*, **291**, pp.427-435.
- [16] Q. Hao, Y. Pang, Y. Zhao, et al. (2014), “Mechanism of delayed frost growth on superhydrophobic surfaces with jumping condensates: More than interdrop freezing”, *Langmuir*, **30(51)**, pp.15416-15422, DOI: 10.1021/la504166x.
- [17] N. Wang, D. Xiong, S. Pan, et al. (2017), “Robust superhydrophobic coating and the anti-icing properties of its lubricants-infused-composite surface under condensing condition”, *New J. Chem.*, **41(4)**, pp.1846-1853.
- [18] Y. Zhang, X. Yu, H. Wu, et al. (2012), “Facile fabrication of superhydrophobic nanostructures on aluminum foils with controlled-condensation and delayed icing effects”, *Applied Surface Science*, **258(20)**, pp.8253-8257, DOI: 10.1016/j.apsusc.2012.05.032.
- [19] S. Farhadi, M. Farzaneh, S.A. Kulinich, et al. (2011), “Anti-icing performance of superhydrophobic surfaces”, *Applied Surface Science*, **257(14)**, pp.6264-6269, DOI: 10.1016/j.apsusc.2011.02.057.
- [20] S.A. Kulinich, M. Farzaneh (2011), “On ice-releasing properties of rough hydrophobic coatings”, *Cold Regions Science and Technology*, **65(1)**, pp.60-64, DOI: 10.1016/j.coldregions.2010.01.001.
- [21] T.B. Nguyen, S. Park, H. Lim (2018), “Effects of morphology parameters on anti-icing performance in superhydrophobic surfaces”, *Applied Surface Science*, **435**, pp.585-591, DOI: 10.1016/j.apsusc.2017.11.137.
- [22] T.B. Nguyen, S. Park, Y. Jung, et al. (2019), “Effects of hydrophobicity and lubricant characteristics on anti-icing performance of slippery lubricant-infused porous surfaces”, *J. Ind. Eng. Chem.*, **69**, pp.99-105, DOI: 10.1016/j.jiec.2018.09.003.
- [23] B.D. Nguyen, B.X. Cao, T.C. Do, et al. (2019), “Interfacial parameters in correlation with anti-icing performance”, *The Journal of Adhesion*, **97(9)**, pp.860-872, DOI: 10.1080/00218464.2019.1709172.
- [24] G. Zhang, J. Hu, Y. Tu, et al. (2015), “Preparation of superhydrophobic films based on the diblock copolymer P(TFEMA-r-Sty)-b-PCMA”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, **17(29)**, pp.19457-19464, DOI: 10.1039/C5CP02751A.
- [25] S. Ji, Prisa A. Ramadhanti, T.B. Nguyen, et al. (2013a), “Simple fabrication approach for superhydrophobic and superoleophobic Al surface”, *Microelectron Eng.*, **111**, pp.404-408, DOI: 10.1016/j.mee.2013.04.010.
- [26] Q. Li, Z. Guo (2018), “Fundamentals of icing and common strategies for designing biomimetic anti-icing surfaces”, *Journal of Materials Chemistry A*, **6(28)**, pp.13549-13581, DOI: 10.1039/C8TA03259A.
- [27] W. Xing, Z. Li, H. Yang, et al. (2019), “Anti-icing aluminum alloy surface with multi-level micro-nano textures constructed by picosecond laser”, *Mater. Des.*, **183**, pp.108156-108165, DOI: 10.1016/j.matdes.2019.108156.
- [28] S. Ji, K. Song, T.B. Nguyen, et al. (2013b), “Optimal moth eye nanostructure array on transparent glass towards broadband antireflection”, *ACS Applied Materials & Interfaces*, **5(21)**, pp.10731-10737, DOI: 10.1021/am402881x.
- [29] G. Han, T.B. Nguyen, S. Park, et al. (2020), “Moth-eye mimicking solid slippery glass surface with icephobicity, transparency, and self-healing”, *ACS Nano*, **14(8)**, pp.10198-10209, DOI: 10.1021/acsnano.0c03463.

Nghiên cứu sự ảnh hưởng của chế độ sấy và hàm lượng bột từ hạt đậu đen (*Vigna cylindrica*) nảy mầm để sản xuất bánh quy giàu GABA

Trần Thị Ngọc Mai^{1*}, Huỳnh Phương Quyên¹, Nguyễn Thái Ngọc Uyên²

¹Viện Khoa học Ứng dụng, Trường Đại học Công nghệ TP Hồ Chí Minh (HUTECH), 475A Điện Biên Phủ, phường 25, quận Bình Thạnh, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

²Khoa Khoa học và Công nghệ Vật liệu, Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học quốc gia TP Hồ Chí Minh, 227 Nguyễn Văn Cừ, phường 4, quận 5, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Ngày nhận bài 10/3/2022; ngày chuyển phản biện 14/3/2022; ngày nhận phản biện 5/4/2022; ngày chấp nhận đăng 8/4/2022

Tóm tắt:

Mục tiêu của nghiên cứu này là tìm ra công thức chế biến sản phẩm bánh quy có chứa thành phần chức năng GABA (gamma aminobutyric acid) từ hạt đậu đen nảy mầm. Kết quả cho thấy, quá trình nảy mầm gồm 3 công đoạn. Đầu tiên, hạt đậu đen được ngâm trong 6 giờ, uơm mầm trong 60 giờ. Sau đó, hạt đậu đen nảy mầm được sấy ở 70°C trong 6 giờ, rồi nghiền đến kích thước 0,20 mm. Công thức bánh cookies bao gồm bột mì 21%, bột đậu đen nảy mầm 21%, đường 25%, bơ 10%, shortening 10%, trứng 13%. Bánh cookies chế biến được có hàm lượng protein 13%, lipid 25,1%, đặc biệt có hàm lượng GABA cao là 402 mg/kg.

Từ khóa: bánh quy, GABA, hạt đậu đen, quá trình uơm mầm.

Chỉ số phân loại: 2.10

Study the effect of drying conditions and flour content of germinated black bean (*Vigna cylindrica*) on the production of GABA-rich cookies

Thi Ngoc Mai Tran^{1*}, Phuong Quyen Huynh¹, Thai Ngoc Uyen Nguyen²

¹Institute of Applied Sciences, Ho Chi Minh city University of Technology (HUTECH), 475A Dien Bien Phu Street, Ward 25, Binh Thanh District, Ho Chi Minh City, Vietnam

²Faculty of Materials Science and Technology, University of Science, Vietnam National University Ho Chi Minh City, 227 Nguyen Van Cu Street, Ward 4, District 5, Ho Chi Minh City, Vietnam

Received 10 March 2022; revised 5 April 2022; accepted 8 April 2022

Abstract:

This study aims to find a recipe to make cookies containing the functional ingredient (GABA) from germinated black beans. Results showed that the germination process of black beans consists of three steps. First, black beans were immersed for 6 h and germinated for 60 h. After that, the germinated bean was dried at 70°C for 6 h, ground to 0.20 mm. The cookie recipe included wheat flour 21%, germinated black bean flour 21%, sugar 25%, butter 10%, shortening 10%, and egg 13%. The obtained cookies had a protein content of 13%, lipid 25.1% and high amount of GABA 402 mg/kg.

Keywords: cookies, GABA, germination, *Vigna cylindrica*.

Classification number: 2.10

1. Mở đầu

Các loại đậu đóng vai trò quan trọng trong nông nghiệp, trong chế độ ăn hàng ngày và là nguồn dinh dưỡng chính cho nhiều người [1]. Việc tiêu thụ các loại đậu đã tăng lên trên toàn thế giới trong thập kỷ qua vì chúng cung cấp nguồn protein, carbohydrate, chất xơ, khoáng chất và vitamin tốt với giá rẻ [2]. Đậu đen (*Vigna cylindrica*) là cây trồng có vị trí quan trọng trong nền nông nghiệp của nhiều nước trên thế giới, trong đó có Việt Nam. Các nghiên cứu *in vitro* cho thấy, thành phần dinh dưỡng và các phytochemical của đậu đen có tác dụng làm giảm tỷ lệ các tế bào ung thư, các peptide có hoạt tính sinh học hoạt động ức chế tế bào khối u đối với các tế bào ung thư đại tràng, chống oxy hóa, chống viêm, do đó đậu đen được xem như một loại thuốc bổ [3].

Quá trình uơm mầm các loại hạt đậu, hạt thóc được cho là một công nghệ có tính kinh tế và hiệu quả, bắt đầu từ sự hấp thu nước của hạt đậu khô và kết thúc với sự xuất hiện của phôi mầm [4-6]. Quá trình nảy mầm làm phá vỡ các đại phân tử trong nội nhũ làm tăng khả năng tiêu hóa và tăng giá trị dinh dưỡng [6]. Nhiều nghiên cứu ở hạt đậu mầm cho thấy có sự gia tăng các thành phần chức năng mang nhiều lợi ích cho con người so với đậu không nảy mầm như sự tăng hàm lượng acid L-ascorbic, phenolic, isoflavone làm tăng khả năng chống oxy hóa [3, 5, 6]. Trong thực phẩm, acid L-ascorbic và các phenolic là những hợp chất chủ yếu có vai trò kháng oxy hóa [7], chúng là những hợp chất có hoạt tính sinh học quan trọng do những tác động có lợi của chúng lên cơ thể người như ngăn ngừa bệnh tim mạch và mạch vành [3, 5]. Quan trọng hơn cả là quá trình nảy mầm còn sinh tổng hợp GABA - hoạt chất sinh học có lợi cho sức

*Tác giả liên hệ: Email: ttn.mai79@hutech.edu.vn

khỏe như có vai trò quan trọng trong hoạt động của não bộ, giảm bệnh cao huyết áp, giảm căng thẳng... [8].

Theo báo cáo của Tổ chức Nghiên cứu thị trường bánh quy toàn cầu (Global Cookies Market), thị trường bánh quy là một trong những thị trường phát triển nhanh nhất trong danh mục hàng tiêu dùng nhanh. Hiện nay, bánh quy cũng đã đa dạng hóa bằng việc sản xuất bánh quy kết hợp với các loại bột khác nhau, nhằm thay thế bột mì, làm thay đổi trạng thái màu sắc mùi vị hoặc làm tăng giá trị dinh dưỡng, giá trị chức năng của dòng sản phẩm này. Từ xu hướng đó nghiên cứu này góp phần tạo ra sản phẩm bánh quy mới, với hàm lượng GABA cao nhằm tạo ra giá trị chức năng cho dòng sản phẩm truyền thống giàu dinh dưỡng này.

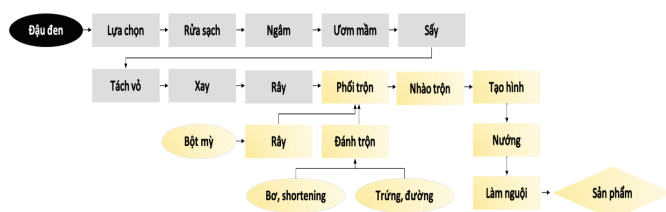
2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu

Đậu đen hạt to tròn, đều nhau, không bị sâu mọt, không lép, vỏ mịn, tỷ lệ nảy mầm đạt trên 80%. Bột mì số 8 (TCVN 4359:2008), trứng gà (TCVN 1858:2018), đường saccharose (TCVN 6958:2001), bơ lạt (TCVN 7400:2004), shortening (TCVN 6048:1995).

2.2. Quy trình và bố trí thí nghiệm

Bánh quy bổ sung bột đậu đen nảy mầm được sản xuất theo quy trình ở hình 1.



Hình 1. Sơ đồ quy trình sản xuất bánh quy bổ sung bột đậu đen nảy mầm.

Quá trình ươm mầm hạt đậu đen được tiến hành theo các thông số: thời gian ngâm hạt 6 giờ [9], thời gian ươm mầm 60 giờ [10], hạt sau khi nảy mầm được cấp đông để bảo quản, sử dụng làm mẫu nghiên cứu.

Quá trình sấy hạt đậu mầm được tiến hành ở 50, 60, 70, 80 và 90°C sấy đến khi hàm ẩm <5% thu được các thời gian tương ứng 11, 9, 6, 4 và 2 giờ. Các chế độ sấy này được áp dụng để khảo sát sự thay đổi màu sắc, cảm quan của hạt sau sấy. Lượng mẫu sử dụng cho nghiên cứu là 100 g.

Quá trình xay và rây được tiến hành với các kích thước rây 0,10, 0,20, 0,30 và 0,45 mm; đánh giá màu sắc và cảm quan của sản phẩm ở các độ mịn của bột khác nhau.

Quá trình phối trộn các nguyên liệu: bột mì 42%, đường 25%, bơ 10%, shortening 10%, trứng 13%. Công thức này

có được từ công thức trong tài liệu [11], được sản xuất thử có sự thay đổi về thành phần và hàm lượng do có sự khác nhau của nguồn gốc nguyên liệu sử dụng. Khảo sát sự thay đổi tỷ lệ bột mì/bột đậu đen nảy mầm 1:0, 3:1, 1:1, 1:3, 0:1 và đánh giá chất lượng của bánh ở các công thức nguyên liệu khác nhau.

Quá trình nướng được tiến hành ở 170, 180, 190 và 200°C nướng đến khi hàm ẩm <5% thu được các thời gian tương ứng 20, 17, 14 và 11 phút. Các chế độ nướng này được áp dụng để đánh giá chất lượng của bánh.

2.3. Phương pháp nghiên cứu

Độ ẩm (W) của bánh được đo bằng thiết bị cân sấy ẩm hồng ngoại DBS 60-3 Kern & Sohn.

Độ giảm khối lượng (W_R) bánh được tính theo công thức sau:

$$W_R (\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

trong đó W_1 là khối lượng bánh trước khi nướng (g); W_2 là khối lượng bánh sau khi nướng (g).

Thể tích riêng (V_s) của bánh được xác định bằng phương pháp thay thế hạt cải [12]. Bánh sau khi nướng 15 phút được đặt trong một hộp với thể tích đã biết (V_C), phủ đầy hộp bằng hạt cải dầu, sau đó lấy bánh ra khỏi hộp, xác định thể tích của hạt cải dầu còn lại (V_R). Thể tích bánh (V_L) được tính theo công thức: $V_L (\text{cm}^3) = V_C - V_R$.

Cân khối lượng bánh W (g). Thể tích riêng (V_s) của bánh được tính theo công thức: $V_s (\text{cm}^3/\text{g}) = V_L / W$.

Độ nở/chỉ số SF của bánh được tính thông qua [12]: đường kính (D): đặt 6 bánh quy nằm sát mép nhau thành hàng ngang, đo chiều dài hàng bánh bằng thước kẹp, các mẫu bánh được xoay 90° sau một lần đo và lấy giá trị trung bình. Độ dày (T): đặt 6 bánh quy xếp chồng lên nhau, dùng thước kẹp đo và lấy giá trị trung bình. Chỉ số SF của bánh được tính theo công thức: $SF = D/T$.

Độ cứng (H) của bánh được xác định bằng máy Stable Micro Systems.

Đo màu bằng máy đo màu cầm tay Konica Minolta CR-400. Màu của mẫu được biểu thị bằng 3 giá trị L, a và b. Giá trị L đo độ đậm nhạt của mẫu từ 100 đối với màu trắng đến 0 đối với màu đen. Độ đỏ/xanh lá cây và độ vàng/xanh lam được biểu thị bằng các giá trị a và b tương ứng.

Hàm lượng protein được xác định theo CASE.NS.0039 (Ref. AOAC 992.23).

Hàm lượng lipid được xác định theo CASE.NS.0031 (Ref. FAO 14/7 p.214, 1986).

Hàm lượng GABA được xác định theo CASE.SK.0183 (Ref. TCVN 8764:2012).

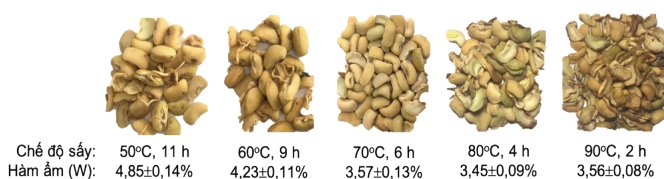
Đánh giá cảm quan về mức độ ưa thích giữa các mẫu nghiên cứu bằng phép thử cho điểm thị hiếu, thang điểm 0-5 (hạt mầm sau sấy), 0-7 và 0-9 (bánh quy) chỉ mức độ ưa thích tăng dần, so sánh sự khác biệt về mức độ ưa thích giữa các mẫu thử ở mức ý nghĩa 95%, số lượng người thử là 30 (theo TCVN 11183:2015).

Xử lý số liệu bằng phần mềm Statgraphics Centurion XV. Tất cả số liệu được biểu diễn dưới dạng trung bình $\pm$ SD, các chênh lệch khác biệt thể hiện bằng (^{a, b, c, d, e}) ở mức ý nghĩa $p < 0,05$.

3. Kết quả và bàn luận

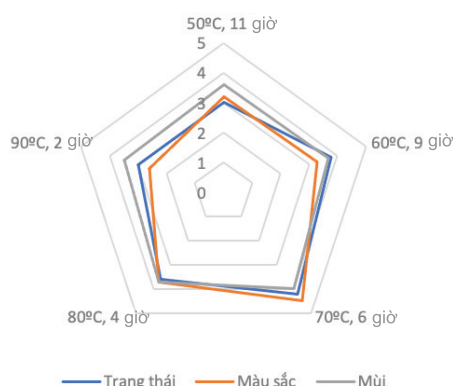
3.1. Khảo sát chế độ sấy hạt đậu đen nảy mầm

Sấy giúp làm giảm hàm ẩm để đưa hạt về trạng thái nghỉ tĩnh, khi hàm ẩm $< 5\%$ hạt được bảo quản an toàn ở nhiệt độ phòng. Tuy nhiên, nhiệt độ sấy là yếu tố làm thay đổi chất lượng của hạt, ở nhiệt độ sấy càng cao thì sự biến đổi các thành phần dinh dưỡng và cảm quan càng sâu sắc.



Hình 2. Sự ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy đến màu sắc của hạt đậu đen nảy mầm.

Kết quả hình 2 cho thấy, có sự thay đổi màu sắc, trạng thái ở các chế độ sấy khác nhau. Nhiệt độ sấy càng cao thì sự chênh lệch áp suất hơi tại bề mặt hạt càng lớn, do đó tốc độ bay hơi nước càng nhanh và thời gian sấy càng ngắn. Ở chế độ sấy 50°C trong 11 giờ, hạt hầu như không thay đổi về màu sắc, trạng thái cấu trúc hạt trở nên dai, cứng; ở nhiệt độ cao 80°C trong 4 giờ và 90°C trong 2 giờ, hạt nứt vỡ nhiều dẫn đến sự không đồng đều về màu, các mảnh vỡ nhỏ màu chuyển nhanh sang nâu sẫm, tất cả các yếu tố này đều ảnh hưởng đến chất lượng bột.



Hình 3. Biểu đồ đánh giá cảm quan của hạt đậu đen nảy mầm.

Kết quả hình 3 cho thấy, kết quả điểm cảm quan của hạt sau sấy cao nhất ở chế độ sấy 70°C trong 6 giờ.

Bảng 1. Sự ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian sấy đến màu sắc của bột.

Nhiệt độ, thời gian	L	a	b
50°C, 11 giờ	89,67 $\pm$ 0,38 ^a	-2,22 $\pm$ 0,02 ^a	13,34 $\pm$ 0,03 ^a
60°C, 9 giờ	84,75 $\pm$ 0,52 ^b	-1,92 $\pm$ 0,05 ^b	13,63 $\pm$ 0,04 ^b
70°C, 6 giờ	81,10 $\pm$ 0,13 ^c	-0,90 $\pm$ 0,07 ^{bc}	14,50 $\pm$ 0,02 ^c
80°C, 4 giờ	75,99 $\pm$ 0,40 ^d	-0,85 $\pm$ 0,02 ^c	15,63 $\pm$ 0,26 ^d
90°C, 2 giờ	64,04 $\pm$ 0,06 ^e	-0,95 $\pm$ 0,04 ^d	17,36 $\pm$ 0,16 ^e

Kết quả bảng 1 cho thấy, giá trị L giảm dần chứng tỏ màu càng tối dần theo sự tăng nhiệt độ, đồng thời giá trị b tăng dần, cho thấy màu của bột đậm dần theo hướng từ vàng đến nâu. Các giá trị L, b đều có sự khác biệt ở mức ý nghĩa $p < 0,05\%$. Từ các dữ liệu và phân tích trên, chế độ sấy hạt mầm được chọn là 70°C trong 6 giờ, hàm lượng protein và GABA của đậu mầm sau sấy tương ứng là 29,3% và 2115 mg/kg.

3.2. Khảo sát độ mịn của bột đậu đen nảy mầm

Kích thước hạt của mỗi loại bột là một thông số vật lý quan trọng ảnh hưởng đến chất lượng và kết cấu tổng thể của bánh, do có sự ảnh hưởng đáng kể đến tính chất bột nhào. Bột càng thô khả năng hút nước càng thấp vì giảm diện tích bề mặt tiếp xúc với nước, do đó nếu bột có kích thước càng lớn thì càng mất nhiều thời gian để hấp thụ nước, nên tốc độ trương nở chậm hơn bột mịn [13]. Tuy nhiên, bột càng mịn thì càng dễ dẫn đến hiện tượng vón cục trong quá trình phối trộn và làm bánh có cấu trúc cứng hơn so với bột thô. Bên cạnh đó, độ mịn của bột còn ảnh hưởng đến màu sắc bánh.

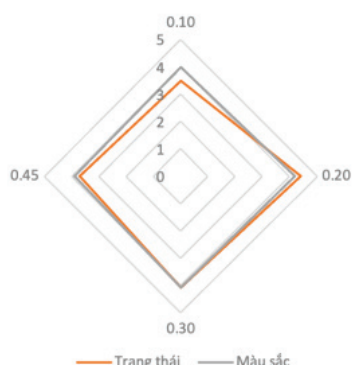
Bảng 2. Sự ảnh hưởng của độ mịn đến màu sắc của bột.

Kích thước (mm)	L	a	b
0,10	86,15 $\pm$ 0,06 ^a	-1,14 $\pm$ 0,09 ^a	12,35 $\pm$ 0,02 ^a
0,20	81,57 $\pm$ 0,15 ^b	-0,93 $\pm$ 0,02 ^b	12,53 $\pm$ 0,03 ^b
0,30	78,71 $\pm$ 0,24 ^c	-0,12 $\pm$ 0,05 ^c	14,08 $\pm$ 0,11 ^c
0,45	62,84 $\pm$ 1,12 ^d	-1,14 $\pm$ 0,09 ^d	15,18 $\pm$ 0,10 ^d

Kết quả bảng 2 cho thấy, có sự thay đổi màu sắc theo độ mịn của bột ở mức ý nghĩa $p < 0,05\%$. Nhìn bằng mắt thường các độ mịn khác nhau của bột đều có màu trắng ngà, nhưng các giá trị L và b đều cho thấy sự khác biệt. Kích thước bột càng lớn thì giá trị L càng giảm và b càng tăng cho thấy màu của bột đậm dần về hướng trắng ngà đến vàng.

Bảng 3. Sự ảnh hưởng của tỷ lệ bột mì/bột đậu đen nảy mầm trong công thức phối trộn

Tỷ lệ bột mì/bột đậu đen nảy mầm	W (%)		W _R (%)	V _s (cm ³ /g)	SF			H (N)
	Trước nướng	Sau nướng			Trước nướng	Sau nướng	Sau nướng 30 phút	
1:0	16,23±0,12 ^a	4,38±0,12 ^a	15,26±0,12 ^a	1,75±0,09 ^a	3,84 ± 0,11 ^a	4,23±0,07 ^a	4,27±0,13 ^a	42,12±9,13 ^a
3:1	15,97±0,09 ^a	4,41±0,10 ^b	14,60±0,28 ^a	1,65±0,01 ^a	3,54±0,04 ^a	4,08±0,01 ^a	4,27±0,10 ^a	41,26±11,09 ^a
1:1	11,54±0,19 ^b	3,42±0,07 ^c	12,78±2,53 ^a	1,70±0,02 ^a	3,56±0,02 ^a	4,06±0,14 ^{ab}	4,08±0,09 ^a	36,24±2,76 ^b
1:3	9,96±0,13 ^c	3,67±0,07 ^c	13,35±0,56 ^a	1,56±0,07 ^a	3,50±0,02 ^a	3,98±0,10 ^{ab}	4,04±0,11 ^a	32,82±6,78 ^c
0:1	6,63±0,50 ^d	3,50±0,12 ^c	11,86±0,88 ^a	1,54±0,20 ^a	3,56±0,08 ^a	3,71±0,21 ^b	3,95±0,17 ^a	33,69±4,72 ^c



Hình 4. Biểu đồ đánh giá cảm quan của bánh ở các kích thước bột khác nhau.

Theo hình 4, kết quả đánh giá cảm quan của bánh sản xuất từ bột có kích thước khác nhau cho thấy ở kích thước 0,2 mm có điểm cảm quan về trạng thái và màu sắc cao nhất, do đó kích thước này được chọn cho các thí nghiệm tiếp theo.

3.3. Khảo sát tỷ lệ bột mì/bột đậu đen nảy mầm trong công thức phối trộn

Sự thay thế bột mì bằng bột đậu đen nảy mầm trong công thức bánh truyền thống sẽ dẫn đến sự thay đổi về tính chất cơ lý của bánh do khả năng giữ nước của khối bột nhào và của bánh sau nướng.

Các thông số về tính chất cơ lý của bánh ở những tỷ lệ thay thế bột mì bằng bột đậu đen nảy mầm khác nhau được thể hiện ở bảng 3. Hàm ẩm của bánh trước khi nướng ở các tỷ lệ thay thế bột mì khác nhau đều có sự khác biệt ở mức ý nghĩa $p<0,05\%$, điều này cho thấy có sự khác nhau về khả năng hút nước của khối bột nhào ở các công thức phối trộn khác nhau. Tuy nhiên, hàm ẩm của bánh sau nướng ở các tỷ lệ thay thế 1:1, 1:3 và 0:1 thì không có sự khác biệt nhưng khác biệt ở tỷ lệ 3:1 so với đối chứng 1:0. Điều này cho thấy khả năng giữ nước của bánh có thay thế bột đậu đen nảy mầm kém hơn so với đối chứng và ở tỷ lệ thay thế cao hơn 1:1 thì không có sự khác biệt ở mức ý nghĩa $p<0,05\%$. Độ giảm khối lượng và thể tích riêng của bánh không có sự khác biệt ở các tỷ lệ thay thế khác nhau. Chỉ số SF sau nướng 30 phút thể hiện sự ổn định về cấu trúc và trạng thái của bánh, sự thay đổi này càng lớn thể hiện khả năng giữ

nước, giữ khí tạo cấu trúc bánh càng kém. Kết quả bảng 3 cho thấy, ở tỷ lệ thay thế 1:1 chỉ số SF gần như không thay đổi, điều này có ý nghĩa quyết định trong việc đánh giá cảm quan về cấu trúc và trạng thái của bánh trong quá trình bảo quản. Về độ cứng của bánh trong công thức thay thế tỷ lệ bột đậu đen nảy mầm càng cao thì độ cứng càng giảm, với hàm ẩm $<5\%$ thì độ cứng được quyết định bởi thành phần hóa học có cấu trúc đại phân tử trong công thức bánh như tinh bột và protein, khả năng tạo khung mạng ổn định trong khối nhũ tương của bột nhào thể hiện qua khả năng giữ khí của lipid và giữ nước của tinh bột cũng như protein. Ở tỷ lệ thay thế 1:1 bánh có cấu trúc mềm hơn so với đối chứng và ổn định hơn so với các tỷ lệ còn lại.

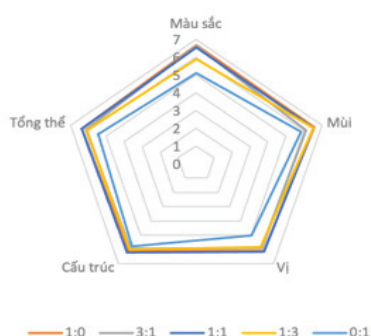
Bảng 4. Sự ảnh hưởng của tỷ lệ bột mì/bột đậu đen nảy mầm đến màu của bánh.

Tỷ lệ bột mì/bột đậu đen nảy mầm	L	a	b
1:0	73,24±0,09 ^a	3,52±0,09 ^a	13,87±0,14 ^a
3:1	72,64±0,16 ^a	3,33±0,06 ^a	14,38±0,05 ^a
1:1	65,26±0,32 ^b	4,51±0,04 ^b	15,36±0,01 ^b
1:3	56,47±0,09 ^c	6,55±0,03 ^c	17,52±0,06 ^c
0:1	55,97±0,28 ^d	6,85±0,02 ^d	18,96±0,24 ^d

Kết hợp với dữ liệu về màu sắc bánh ở bảng 4 và hình 5 cho thấy, tỷ lệ thay thế bột mì/bột đậu đen nảy mầm 3:1 cho màu vàng đặc trưng của bánh quy, không khác biệt so với đối chứng (1:0), các tỷ lệ thay thế cao hơn màu của bánh chuyển sang vàng sậm đến nâu, điều này do màu của bột đậu đen nảy mầm bổ sung ở tỷ lệ cao trong công thức chế biến. Ở tỷ lệ thay thế bột mì/bột đậu đen nảy mầm 1:1 màu của bánh sậm hơn so với đối chứng 1:0. Tuy nhiên, việc lựa chọn tỷ lệ thay thế này còn dựa vào kết quả đánh giá cảm quan ở hình 6.



Hình 5. Sự ảnh hưởng của tỷ lệ bột mì/bột đậu đen nảy mầm đến màu của bánh.



Hình 6. Biểu đồ đánh giá cảm quan của bánh ở các tỷ lệ bột mỳ/bột đậu đen này mềm khác nhau.

Kết quả đánh giá cảm quan ở hình 6 cho điểm tổng thể về màu sắc, cấu trúc, mùi vị ở tỷ lệ thay thế 1:1 là cao nhất, do đó tỷ lệ này được chọn để thay thế bột mỳ trong công thức chế biến.

3.4. Khảo sát chế độ nướng bánh

Nướng là công đoạn có ý nghĩa quyết định đến chất lượng cảm quan của bánh, do đó việc tìm ra một chế độ nướng phù hợp vừa để chế biến vừa để bảo quản và tạo giá trị cảm quan tốt là điều cần thiết. Những biến đổi về thành phần hóa học diễn ra mạnh mẽ trong giai đoạn này, các sản phẩm tạo thành làm nên giá trị cảm quan về trạng thái cấu trúc cũng như mùi vị của sản phẩm. Ngoài vai trò tạo giá trị cảm quan, yêu cầu quan trọng hơn nữa là hàm ẩm sau nướng <5% đạt độ ẩm bảo quản ở nhiệt độ phòng. Tính chất cơ lý của bánh ở các chế độ nướng khác nhau thể hiện ở bảng 5.

Bảng 5. Sự ảnh hưởng của nhiệt độ, thời gian nướng đến chất lượng bánh.

Nhiệt độ, thời gian nướng	W (%)	W _R (%)	V _s (cm ³ /g)	SF			H (N)
				Trước nướng	Sau nướng	Sau nướng 30 phút	
170°C, 20 phút	4,85±0,14 ^a	10,11±0,38 ^a	1,92±0,17 ^a	4,13±0,01 ^a	4,15±0,02 ^a	4,18±0,06 ^a	38,56±3,22 ^a
180°C, 17 phút	3,75±0,11 ^b	11,60±1,00 ^a	1,96±0,06 ^a	4,13±0,01 ^a	4,17±0,01 ^a	4,26±0,13 ^a	36,24±2,76 ^b
190°C, 14 phút	3,57±0,13 ^b	11,97±2,22 ^a	1,99±0,13 ^a	4,14±0,01 ^a	4,27±0,03 ^b	4,08±0,01 ^a	38,45±2,15 ^a
200°C, 11 phút	3,03±0,09 ^c	12,99±1,65 ^a	2,09±0,26 ^a	4,13±0,01 ^a	4,29±0,01 ^b	4,10±0,05 ^a	41,26±11,09 ^c

Về hàm ẩm, khi tăng nhiệt độ thì tốc độ bay hơi nước tăng, hàm ẩm giảm tỷ lệ thuận với sự tăng nhiệt. Khi nướng ở nhiệt độ quá cao (190 và 200°C) thì tốc độ thoát ẩm ở bề mặt bánh quy diễn ra nhanh, các hợp chất polymer có xu hướng tập hợp lại tạo lớp vỏ cứng bao phủ bề mặt, các chất béo rắn chuyển thành dạng lỏng làm cho việc thông khí cơ học giảm đi nhiều, do đó ngăn cản quá trình thoát ẩm bên

trong làm bánh chín không đều, đồng thời các phản ứng tạo màu, tạo vị diễn ra mạnh mẽ ở bề mặt làm bánh có màu nâu sẫm mùi khét, vị đắng. Về sự giảm khối lượng và thể tích riêng của bánh không có sự khác biệt thống kê ở các chế độ nướng khác nhau.

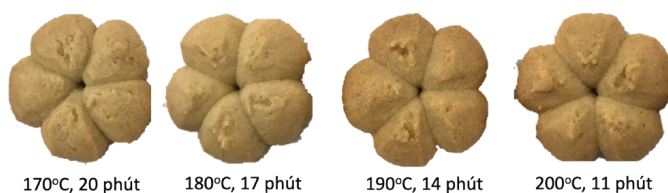
Vỏ bánh được tạo thành sớm hay muộn có ảnh hưởng trực tiếp đến chất lượng sản phẩm. Nếu vỏ được tạo thành quá sớm sẽ cản trở quá trình truyền nhiệt làm cho bánh không chín đều hoặc sự thoát hơi nước hay CO₂ dẫn đến chỉ số SF tăng hoặc có thể làm bánh bị vỡ, nứt. Chỉ số SF sau nướng 30 phút không có sự khác biệt ở mức ý nghĩa p<0,05% cho thấy ở nhiệt độ nướng cao 190 và 200°C sau 30 phút sau nướng chỉ số này giảm xuống, điều này thể hiện sự không ổn định về cấu trúc làm bánh cứng hơn, bề mặt không bóng mịn hoặc nứt vỡ do chênh lệch áp suất hơi ở bên trong và ngoài bánh, đồng thời sự hình thành vỏ bánh sớm góp phần làm giảm giá trị cảm quan của sản phẩm. Về độ cứng, ở nhiệt độ quá cao làm độ cứng bánh tăng lên do độ nhớt của bột nhào tăng lên nhanh chóng dẫn đến sự hồ hóa tinh bột sớm và sự đông tụ protein làm ngừng sự nở của bột bánh làm cho bánh quy đặc hơn và cứng hơn.

Ngoài ra, sự thay đổi rõ rệt nhất trong công đoạn nướng đó là sự thay đổi về màu sắc, ở các chế độ nướng khác nhau đều có sự khác biệt về màu thể hiện ở bảng 6 và hình 7.

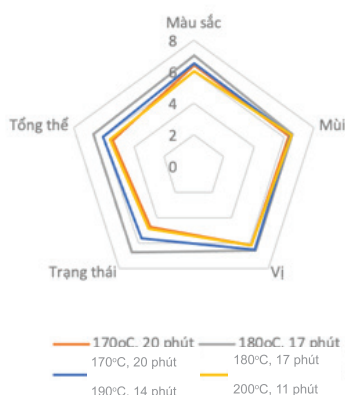
Bảng 6. Sự ảnh hưởng của nhiệt độ, thời gian nướng đến màu của bánh.

Nhiệt độ, thời gian nướng	L	a	b
170°C, 20 phút	70,25±0,11 ^a	3,49±0,03 ^a	19,34±0,01 ^a
180°C, 17 phút	68,12±0,12 ^b	5,56±0,02 ^b	19,83±0,14 ^b
190°C, 14 phút	63,23±0,44 ^c	6,88±0,08 ^c	19,96±0,06 ^c
200°C, 11 phút	61,04±0,06 ^d	8,47±0,01 ^c	20,07±0,05 ^d

Giá trị L giảm dần, b tăng dần cho thấy màu bánh sậm dần từ vàng đến nâu. Dưới tác dụng của nhiệt độ quá cao nước trên bề mặt bánh bốc hơi mạnh tại bề mặt vỏ bánh sẽ tạo thành lớp màng bao bọc bên ngoài, nước bên trong bánh bị giữ lại, trên bề mặt vỏ bánh sẫm màu do phản ứng caramel diễn ra mạnh mẽ, đặc biệt tại những vị mỏng như ở rìa, mép bánh có thể bị cháy sém, nhưng bên trong bánh đôi khi chưa chín kịp, điều này làm giảm chất lượng cũng như giảm giá trị cảm quan của bánh như cấu trúc bánh rời rạc, giòn dễ bể, bề mặt bánh bị nứt, mùi hơi khét và có vị đắng.



Hình 7. Sự ảnh hưởng của nhiệt độ và thời gian nướng khác nhau đến màu của bánh.



Hình 8. Biểu đồ đánh giá cảm quan của bánh ở các nhiệt độ và thời gian nướng khác nhau.

Kết quả cảm quan hình 8 cho thấy, điểm tổng thể về cấu trúc, mùi vị đạt giá trị cao nhất ở nhiệt độ nướng 180°C trong 17 phút. Bánh nướng ở nhiệt độ này có lớp vỏ mềm, mịn, màu vàng sáng, mùi thơm đặc trưng với hàm lượng protein 13%, lipid 25,1% và GABA 402 mg/kg.

Quy trình sản xuất bánh quy bổ sung bột đậu đen này đã được tiến hành theo hình 1 với các thông số của quá trình sấy hạt mầm ở 70°C trong 6 giờ, độ mịn của bột 0,2 mm, tỷ lệ thay thế bột mì/bột đậu đen này mầm trong công thức phối trộn là 1:1, nhiệt độ nướng bánh 180°C trong 17 phút.

4. Kết luận

Bánh quy bổ sung bột đậu đen này đã được chế biến theo công thức bao gồm bột mì 21%, bột đậu đen này mầm 21%, đường 25%, bơ 10%, shortening 10%, trứng 13%. Sản

phẩm có chỉ tiêu chất lượng đạt TCVN 5909-1995, trong đó hàm lượng protein, lipid và GABA lần lượt là 13%, 25,1% và 402 mg/kg so với bánh quy truyền thống tương ứng là 7,68%, 31,5% và 0. Kết quả phân tích này cho thấy ưu điểm của sản phẩm có hàm lượng protein cao, lipid thấp và đặc biệt có chứa thành phần có hoạt tính sinh học GABA.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] R.A. Ghavidel, J. Prakash (2007), "The impact of germination and dehulling on nutrients, antinutrients, in vitro iron and calcium bioavailability and in vitro starch and protein digestibility of some legume seeds", *Food Science and Technology*, **40**(7), pp.1292-1299, DOI: 10.1016/j.lwt.2006.08.002.
- [2] G.V. Nkomo, M.M. Sedibe, M.A. Mofokeng (2021), "Production constraints and improvement strategies of cowpea genotypes for drought tolerance", *International Journal of Agronomy*, **2021**, DOI: 10.1155/2021/5536417.
- [3] L.L. Barrios, M.A. Ricardo, J.A.G. Uribe (2016), "Changes in antioxidant and antiinflammatory activity of black bean (*Phaseolus vulgaris* L.) protein isolates due to germination and enzymatic digestion", *Food Chemistry*, **203**, pp.417-424, DOI: 10.1016/j.foodchem.2016.02.048.
- [4] R. Yang, H. Chen, Z. Gu (2011), "Factors influencing diamine oxidase activity and γ -aminobutyric acid content of fava bean (*Vicia faba* L.) during germination", *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **59**(21), pp.11616-11620, DOI: 10.1021/jf202645p.
- [5] M.R.M. Rusydi, A. Azrina (2012), "Effect of germination on total phenolic, tannin and phytic acid contents in soy bean and peanut", *International Food Research Journal*, **19**(2), pp.673-677.
- [6] M.R.M. Rusydi, C.W. Noraliza, A. Azrina, et al. (2007), "Nutritional changes in germinated legumes and rice varieties", *International Food Research Journal*, **18**, pp.705-713.
- [7] X. Huang, W. Cai, B. Xu (2014), "Kinetic changes of nutrients and antioxidant capacities of germinated soybean (*Glycine max* L.) and mung bean (*Vigna radiata* L.) with germination time", *Food Chemistry*, **143**, pp.268-276, DOI: 10.1016/j.foodchem.2013.07.080.
- [8] K. Vann, A. Techaparin, J. Apiraksakorn (2020), "Beans germination as a potential tool for GABA-enriched tofu production", *Journal Food Science and Technology*, **57**(11), pp.3947-3954.
- [9] T.T.N. Mai (2018a), "Effect of soaking process on germination rate of some legume seeds", *Proceedings of The Scientific Conference on Nutritional Safety and Food Security*, **2**, pp.52-58 (in Vietnamese).
- [10] T.T.N. Mai, (2018b), "Effect of germination time on the content of nutrients and biologically active substances of some legume seeds", *Proceedings of The National Conference on Science and Biotechnology*, pp.154-158 (in Vietnamese).
- [11] S.H. Lee, S.Y. Choe, G.G. Seo, et al., (2021), "Can "functional sweetener" context increase liking for cookies formulated with alternative sweeteners?", *Foods*, **10**(2), DOI: 10.3390/foods10020361.
- [12] E. Hallén, S. İbanoğlu, P. Ainsworth (2004), "Effect of fermented/germinated cowpea flour addition on the rheological and baking properties of wheat flour", *Journal of Food Engineering*, **63**(2), pp.177-184, DOI: 10.1016/S0260-8774(03)00298-X.
- [13] X. Sun, Y. Zhang, J. Li, et al., (2019), "Effects of particle size on physicochemical and functional properties of superfine black kidney bean (*Phaseolus vulgaris* L.) powder", *PeerJ*, **7**, pp.63-69.

Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy, vận tốc gió và nồng độ sorbitol lên khả năng tái hydrat hoá của tôm *Metapenaeus ensis* sấy bằng bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại

Lê Thị Hồng Ánh¹, Hoàng Thái Hà^{1*}, Nguyễn Thị Thảo Minh¹, Võ Văn Phẳng², Đặng Xuân Cường¹

¹Trường Đại học Công nghiệp TP Hồ Chí Minh, 12 Nguyễn Văn Bào, phường 4, quận Gò Vấp, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

²Phòng Kinh tế huyện Cần Giờ, TP Hồ Chí Minh, Đường Lương Văn Nho, khu phố Giồng Ao, thị trấn Cần Thạnh, huyện Cần Giờ, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Ngày nhận bài 10/9/2021; ngày chuyển phản biện 14/9/2021; ngày nhận phản biện 4/10/2021; ngày chấp nhận đăng 8/10/2021

Tóm tắt:

Nghiên cứu tập trung về tối ưu hóa điều kiện sấy tôm đất theo mô hình thực nghiệm đa nhân tố bậc 1 của Box-Wilson dựa trên hàm mục tiêu tỷ lệ tái hydrat hóa. Tôm mua tại TP Cà Mau và sấy bằng công nghệ bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại. Các chỉ tiêu cảm quan, vật lý (khả năng tái hydrat, tạp chất, hoạt độ nước), hóa học (nitơ tổng số và protein tổng số) và vi sinh vật (tổng số vi sinh vật hiếu khí, *E. coli*, *Coliforms*, *Salmonella*, *V. cholerae*, *S. aureus*) được đánh giá trên tôm sấy bằng 3 phương pháp (bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại, bơm nhiệt và năng lượng mặt trời). Thực nghiệm chỉ ra phương trình $Y = 57,08 + 1,92 \cdot X_1 + 1,15 \cdot X_2 - 1,05 \cdot X_3 + 0,35 \cdot X_1 X_2 + 0,95 \cdot X_1 X_3 - 0,625 \cdot X_2 X_3$ thể hiện mối tương quan giữa tỷ lệ tái hydrat hóa (Y , %) và các nhân tố tác động (nhiệt độ sấy - X_1 , vận tốc gió - X_2 và nồng độ sorbitol - X_3), trong đó nhiệt độ sấy ảnh hưởng lên thời gian sấy mạnh hơn so với các yếu tố khác. Điều kiện sấy tối ưu là sorbitol 6,3%, nhiệt độ sấy 57,5°C, tốc độ gió 2,1 m/s và thời gian sấy là 5,38 giờ. Tôm đất sấy ở điều kiện tối ưu có tỷ lệ tái hydrat hóa cao nhất (57,88%), thời gian sấy ngắn nhất, chất lượng cảm quan và vệ sinh an toàn thực phẩm cao hơn so với sấy bằng không khí và sấy dưới mặt trời.

Từ khóa: Box-Wilson, bơm nhiệt, bức xạ hồng ngoại, sấy, tôm đất.

Chỉ số phân loại: 2.11

1. Đặt vấn đề

Tôm đất là loài tôm tự nhiên có giá trị kinh tế cao ở Việt Nam và nhiều quốc gia trên thế giới, nhu cầu thị trường lớn nhờ chất lượng thịt của chúng. Theo số liệu điều tra của Viện Nghiên cứu Hải sản (2018) [1], tôm đất có nhiều ở các tỉnh Tây Nam Bộ nước ta. Cấu trúc sợi cơ của tôm đất mềm, điều này dễ dẫn đến sản phẩm bị hư hỏng và mất an toàn vệ sinh thực phẩm. Vì vậy, người dân đã áp dụng công nghệ chế biến tôm đất đông lạnh, tôm đất một nắng và chủ yếu tôm đất sấy khô. Tôm đất được ưa thích ở Việt Nam và một số nước châu Á nhờ hương vị thơm ngon và giàu chất dinh dưỡng, và là một trong những mặt hàng xuất khẩu quan trọng sang Trung Quốc, Hàn Quốc, Nhật Bản, ASEAN của ngành thủy sản Việt Nam. Hiện nay, khô tôm đất chủ yếu vẫn được sấy bằng năng lượng mặt trời, số ít được sấy bằng công nghệ bơm nhiệt. Sấy khô tôm đất dưới năng lượng mặt trời đã tận dụng được nguồn năng lượng mặt trời cho việc làm khô tôm, tuy nhiên lại phụ thuộc nhiều vào thời tiết và môi trường phơi nắng, điều này dẫn đến sự biến đổi chất lượng tôm nhanh theo thời gian sấy, thời gian bảo quản tôm sau sấy ngắn, giá trị dinh dưỡng bị suy giảm. Tôm sấy bằng công nghệ sấy bơm nhiệt đã cải thiện được chất lượng của tôm khô nhưng tác động nhiệt là từ bề mặt của tôm, nên sự biến đổi chất lượng tôm vẫn diễn ra bên trong tôm trong quá trình làm khô, bề mặt tôm dễ bị nóng và khô hơn so với bên trong sợi cơ tôm.

Một số các công bố gần đây trong nước và quốc tế cho thấy, công nghệ sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại đã giúp giảm thiểu sự biến đổi chất lượng của thủy sản nói chung [2-5] tôm tươi sau sấy nói riêng [6-8], khắc phục được nhược điểm của các công nghệ sấy bơm nhiệt hay sấy dưới mặt trời, thời gian sấy ngắn hơn, nhiệt độ sấy thấp hơn so với sấy bơm nhiệt bởi nhiệt được sinh ra từ đèn hồng ngoại. Tia hồng ngoại xuyên qua tôm, đồng thời sinh ra năng lượng bức xạ hồng ngoại tác động lên nước trong tôm, lúc này nước sẽ dao động và sinh động năng, dẫn đến sự va chạm và sinh nhiệt. Khi nhiệt sinh ra dẫn đến sự phân tách và khuếch tán nước từ tâm sản phẩm ra bề mặt sản phẩm đồng đều. Quá trình sấy sẽ nhanh hơn, sự biến đổi xấu chất lượng sản phẩm ít hơn, khả năng tái hydrat hóa sau sấy cao hơn [9]. Khả năng tái hydrate hóa sẽ đánh giá khả năng phá vỡ cấu trúc thịt tôm và biến tính protein, khả năng tái hydrate của thực phẩm sấy càng cao, đồng nghĩa cấu trúc cơ thịt ít bị phá hủy và protein cơ thịt ít bị biến tính. Thực phẩm sấy có khả năng tái hydrate cao sẽ góp phần gia tăng chất lượng cảm quan và cảm vị của người tiêu dùng [10].

Vì các lý do nêu trên, nghiên cứu này tập trung vào tối ưu hóa sấy tôm đất bằng công nghệ sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại và so sánh chất lượng với sấy bơm nhiệt cũng như sấy bằng năng lượng mặt trời với mục tiêu chính là khả năng tái hydrate của tôm sấy.

*Tác giả liên hệ: Email: hoangha.huji@gmail.com

Effect of the temperature, the wind speed, and the sorbitol concentration on the rehydration ability of shrimp *Metapenaeus ensis* drying by using infrared radiation-assisted heating pump

Thi Hong Anh Le¹, Thai Ha Hoang^{1*}, Thi Thao Minh Nguyen¹,
Van Phang Vo², Xuan Cuong Dang¹

¹Industrial University of Ho Chi Minh city,

12 Nguyen Van Bao Street, Ward 4, Go Vap District, Ho Chi Minh City, Vietnam

²Economics Department of Can Gio district, Ho Chi Minh city,

Luong Van Nho Street, Giong Ao Quarter, Can Thanh Town, Can Gio District, Ho Chi Minh City, Vietnam

Received 10 September 2021; revise 4 October 2021; accepted 8 October 2021

Abstract:

The paper focused on optimising the drying conditions of shrimps *Metapenaeus ensis* according to Box-Wilson's multi-factor first-order model based on the objective function of rehydration rate. Shrimp bought in Ca Mau city and dried by infrared radiation-assisted heat pump technology. Sensory, physical (rehydration capacity, impurities, and water activity), chemical (total nitrogen and total protein), and microbiological (total aerobic microorganisms, *E. coli* parameters, *Coliforms*, *Salmonella*, *V. cholerae*, and *S. aureus*) were evaluated on dried shrimp by 3 methods (infrared radiation-assisted heat pump, heat pump, and solar energy). Experiments showed that the equation $Y = 57.08 + 1.92 \cdot X_1 + 1.15 \cdot X_2 - 1.05 \cdot X_3 + 0.35 \cdot X_1 X_2 + 0.95 \cdot X_1 X_3 - 0.625 \cdot X_2 X_3$ exhibited the correlation relationship between rehydration rate (Y, %) and influencing factors (drying temperature (X_1), wind speed (X_2), and sorbitol concentration (X_3), in which drying temperature (X_1) affects the drying time stronger than other factors. Optimal drying conditions were sorbitol 6.3%, drying temperature (57.5°C), wind speed (2.1 m/s), and drying time (5.38 hours). Shrimp dried under optimal conditions has the highest rehydration rate of 57.88%, the shortest drying time, and higher sensory quality and food safety and hygiene than air drying and drying under the sun.

Keywords: Box-Wilson, drying, greasyback shrimp, infrared radiation, heat pump.

Classification number: 2.11

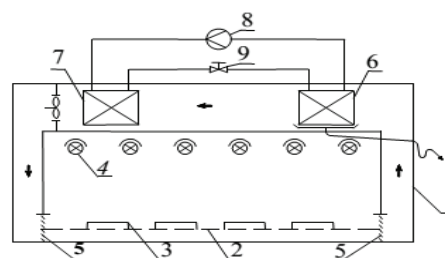
2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu nghiên cứu

Tôm đất tươi có độ ẩm ban đầu 70% và khối lượng 250-300 con/kg, được mua tại thành phố TP Cà Mau, tỉnh Cà Mau. Tôm được vận chuyển trong thùng xốp cách nhiệt có đá ở nhiệt độ dưới 10°C về phòng thí nghiệm Trường Đại học Công nghiệp Thực phẩm TP Hồ Chí Minh trong thời gian không quá 20 giờ và được rửa sạch bằng nước muối 1% trong 5 phút nhằm loại bỏ tạp chất. Sau đó, tôm được ngâm trong sorbitol 2-12% tùy theo từng thí nghiệm trong thời gian 30 phút, mục đích để tôm đất khô có khả năng tái hydrat hóa (khả năng tái hydrat trở lại trạng thái gần giống ban đầu) và giữ màu tự nhiên. Tiếp theo, tôm được chần ở 90°C trong thời gian 15 giây, để ráo và sấy bơm nhiệt phối hợp bức xạ hồng ngoại đến độ ẩm 24±0,3%. Dung dịch sorbitol tinh khiết do hãng Merck (Đức) cung cấp.

2.2. Thiết bị sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại

Thiết bị sử dụng trong nghiên cứu là của Đức (cân phân tích, dụng cụ đo độ ẩm) và của Trường Đại học Công nghiệp Thực phẩm TP Hồ Chí Minh chế tạo (thiết bị chần, thiết bị sấy bơm nhiệt phối hợp bức xạ hồng ngoại) đã được kiểm định. Thiết bị sấy bơm nhiệt phối hợp bức xạ hồng ngoại hoạt động theo nguyên lý: Không khí ẩm được quạt hút ra từ buồng sấy được làm lạnh và tách ẩm bằng giàn lạnh, sau đó được gia nhiệt bằng giàn nóng đến nhiệt độ nhất định rồi thổi qua bề mặt nguyên liệu kết hợp với gia nhiệt nguyên liệu năng lượng phát ra từ các đèn bức xạ hồng ngoại. Không khí được tuần hoàn. Thiết bị hoạt động với thông số năng suất 8 kg tôm /m², công suất của các bóng đèn hồng ngoại 4,2 kW, tự động điều chỉnh nhiệt độ với sai số ±0,1°C và vận tốc gió với sai số ±0,1 m/s. Sơ đồ cấu tạo thiết bị sấy được thể hiện ở hình 1.



Hình 1. Thiết bị sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại.
1: vỏ tủ sấy; 2: giá đỡ nguyên liệu dạng lưới; 3: nguyên liệu; 4: đèn hồng ngoại; 5: bộ phận phân phối gió; 6: dàn lạnh; 7: dàn ngưng (dàn nóng); 8: máy nén lạnh; 9: van tiết lưu.

2.3. Phương pháp nghiên cứu

Bố trí thí nghiệm nghiên cứu ảnh hưởng đồng thời của 3 yếu tố vào: nhiệt độ sấy Z_1 (°C), Vận tốc gió Z_2 (m/s) và nồng độ sorbitol Z_3 (%) và đến tỷ lệ tái hydrat hoá tôm đất

sau khi sấy Y (%) theo phương án quy hoạch thực nghiệm bậc 1 của Box-Wilson và ma trận thí nghiệm (bảng 2) với miền biến thiên (bảng 1). Số lượng thí nghiệm theo phương án này tính theo công thức sau [11]:

$$N = 2^m + N_0 \quad (1)$$

trong đó: 2^m là số thí nghiệm ở mức trên và dưới (m là số yếu tố ảnh hưởng); N_0 là số thí nghiệm ở mức trung tâm. Số yếu tố đầu vào m bằng 3 và số thí nghiệm trung tâm $N_0=3$, số thí nghiệm tương ứng $N=2^3+3=11$ (2). Biến thực Z_1, Z_2, Z_3 chuyển sang biến mã không thứ nguyên X_1, X_2, X_3 theo công thức sau:

$$X_i = \frac{Z_i - Z_{i0}}{\Delta Z_i} \quad (2)$$

$$\Delta Z_i = \frac{Z_{it} - Z_{id}}{2} \quad (3)$$

trong đó: X_i : biến mã hoá của yếu tố thứ i ($i=1\div3$); Z_i, Z_{it}, Z_{id} : biến thực của yếu tố thứ i ở mức trên, mức cơ sở và mức dưới; ΔZ_i : khoảng biến thiên của yếu tố thứ i ; Z_{it}, Z_{i0}, Z_{id} có giá trị mã hóa -1, 0 và 1. Miền biến thiên của các nhân tố tác động tìm điểm tối ưu được dựa vào kinh nghiệm nghiên cứu của nhóm tác giả và kết quả của các công bố trước đây [12-14], cụ thể mức biến thiên, khoảng biến thiên và giá trị mã hoá của của các yếu tố được lựa chọn theo bảng 1.

Bảng 1. Mức biến thiên, khoảng biến thiên và biến mã hoá của các yếu tố Z_i .

Các mức	Các yếu tố ảnh hưởng		
	Z_1 (°C) Nhiệt độ	Z_2 (m/s) Vận tốc gió	Z_3 (%) Nồng độ sorbitol
Mức trên (+1)	60	3	12
Mức cơ sở (0)	55	2	7
Mức dưới (-1)	50	1	2
Khoảng biến thiên ΔZ_i	5	1	5

Phương trình của hàm mục tiêu tỷ lệ tái hydrat hóa Y biểu diễn dạng bậc 1 [15]:

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^m b_i x_i + \sum_{i=1}^{m-1} \sum_{j=i+1}^m b_{ij} x_i x_j \quad (4)$$

2.4. Phương pháp xác định một số thông số của quá trình sấy

Nhiệt độ dòng khí sấy được xác định bằng thiết bị đo nhiệt độ điện tử hiện số mã hiệu SGK-MF-904 (Hồng Kông), khoảng đo -40÷200°C, sai số 0,5°C. Vận tốc gió được xác định bằng thiết bị đo tốc độ gió Testo 405 - V₁ (Đức).

Độ ẩm vật liệu sấy được xác định bằng phương pháp sấy đến khối lượng không đổi ở 105°C. Mức độ biến đổi độ ẩm trong quá trình sấy được tính theo công thức thực nghiệm sau [2]:

$$W_2 (\%) = 100 - [G_1 \times (100 - W_1)] / G_2$$

trong đó: G_1, G_2 là khối lượng của nguyên liệu trước và sau khi sấy (g); W_1, W_2 là độ ẩm của nguyên liệu trước và sau khi sấy (%). Thời gian sấy là khoảng thời gian thực hiện một mẻ sấy được tính từ lúc bắt đầu sấy đến khi sản phẩm đạt độ khô theo yêu cầu công nghệ 20% và được xác định bằng đồng hồ đo thời gian thông dụng.

Tỷ lệ tái hydrat hóa H_w (%): cân 20 g (m_1) tôm đất đã được sấy khô cho vào 250 ml nước cất. Sau 15 phút vớt tôm đất ra, để ráo nước trong 5 phút và cân khối lượng mẫu tôm đất đã ngâm nước (m_2). Tỷ lệ tái hydrat hóa của tôm đất tính theo công thức sau [2]:

$$H_w (\%) = (m_2 - m_1) / m_1$$

Chất lượng cảm quan của tôm đất khô được đánh giá theo phương pháp cho điểm với thang điểm 20 mô phỏng theo TCVN 3215-79. Hội đồng đánh giá gồm 7 thành viên, bảng điểm cảm quan được xây dựng 6 bậc theo thang điểm 0÷5 điểm.

Định lượng protein và nitơ tổng số theo Tiêu chuẩn Việt Nam TCVN 3705:1990.

Xác định tổng số vi sinh vật hiếu khí (Kl/g) theo TCVN 5367:1991; *E. coli* (CFU/g) theo TCVN 7924-2008; *Coliforms* (CFU/g) theo TCVN 4882:2007; *Salmonella* sp. (CFU/g) theo TCVN 4829:2005; *Vibrio cholerae* (CFU/g) theo TCVN 7905-1:2008; *Staphylococcus aureus* (CFU/g) theo TCVN 4830-1:2005.

2.5. Phân tích dữ liệu

Mỗi nghiệm thức được lặp lại 3 lần. Phân tích thống kê, ANOVA và tối ưu hóa bằng phần mềm Statgraphics centurion XVI và Excel 2010.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Tối ưu hóa sấy tôm đất

Các kết quả khảo sát miền nghiên cứu tối ưu nồng độ sorbitol từ 2 đến 14%, vận tốc gió thay đổi trong khoảng 1-3 m/s và nhiệt độ sấy trong khoảng 50÷60°C cho thấy, khi tăng nồng độ sorbitol, kéo dài thời gian sấy, chất lượng cảm quan và tỷ lệ tái hydrat hóa của tôm sấy càng cao. Nhưng khi đưa nồng độ sorbitol hơn 14% thì chất lượng cảm quan và tỷ lệ tái hydrat hóa của tôm sấy thấp hơn so với nồng độ sorbitol 2-12%. Tốc độ gió lớn hơn 3 m/s, tôm sấy có tỷ lệ tái hydrat hóa và chất lượng cảm quan thấp hơn khi sấy tôm với tốc độ gió 1-3 m/s. Nhiệt độ sấy 55°C cho tôm khô có chất lượng cảm quan và tỷ lệ tái hydrat đạt mức cao hơn so với các nhiệt độ khác. Vì vậy, trong nghiên cứu này miền tối ưu đã được tiến hành như phân bố thí nghiệm và kết quả cho thấy, ma trận và kết quả thí nghiệm được ghi ở bảng 2. Giá trị thí nghiệm hàm tỷ lệ tái hydrat hóa sấy Y là trung bình cộng của 3 lần thí nghiệm lặp lại. Tỷ lệ tái hydrat hóa tôm đất sấy tìm điểm tối ưu dao động từ 53 đến 61,20%.

Bảng 2. Ma trận và kết quả thí nghiệm theo mô hình bậc 1 của Box-Wilson.

Thí nghiệm	Z ₁	Z ₂	Z ₃	X ₁	X ₂	X ₃	X ₁ X ₂	X ₁ X ₃	X ₂ X ₃	X ₁ X ₂ X ₃	Y (%)
1	50	1	2	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	58,00
2	50	1	12	-1	-1	1	+1	-1	-1	+1	53,30
3	50	3	2	-1	1	-1	-1	+1	-1	+1	58,60
4	50	3	12	-1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	57,00
5	60	1	2	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	53,00
6	60	1	12	1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	61,20
7	60	3	2	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	55,70
8	60	3	12	1	1	1	+1	+1	+1	+1	59,80
9	55	2	7	0	0	0	0	0	0	0	58,30
10	55	2	7	0	0	0	0	0	0	0	58,28
11	55	2	7	0	0	0	0	0	0	0	58,30

Sai số chuẩn của tất cả các mẫu đều nhỏ hơn 5% với mức thống kê có ý nghĩa ($p < 0,05$), đồng nghĩa với tỷ lệ tái hydrat hóa sản phẩm sấy bị ảnh hưởng bởi cả 3 yếu tố đầu vào là nồng độ sorbitol, nhiệt độ sấy và vận tốc gió. Trong đó, nhiệt độ sấy ($b_1 = 1,92$) có tác động mạnh nhất đến tỷ lệ tái hydrat hóa sản phẩm sấy, tiếp đến vận tốc gió ($b_2 = 1,15$) và sau cùng là nồng độ sorbitol ($b_3 = -1,05$) ($p < 0,05$). Nhiệt độ sấy càng cao, vận tốc gió càng cao và nồng độ sorbitol ngâm nguyên liệu sấy càng thấp dẫn đến tỷ lệ tái hydrat hóa cao. Mô hình thực nghiệm và mô hình tiên đoán đều đưa ra kết quả hàm bậc 1 có ý nghĩa về mặt thống kê ($p < 0,05$), do đó giữa lý thuyết và thực nghiệm là phù hợp và đảm bảo độ tin cậy trong nghiên cứu thực nghiệm. Mô hình sấy tuân theo phương trình tuyến tính bậc 1, thời gian sấy càng dài, chất lượng cảm quan của tôm đất càng giảm, khả năng tái hydrat hóa cũng giảm. ANOVA mô hình đáp ứng cũng chỉ ra mối tương quan chặt chẽ giữa các yếu tố tác động đã nghiên cứu lên hàm mục tiêu Y ($R^2 > 0,9$).

Bảng 3. ANOVA mô hình đáp ứng.

Hệ số	Giá trị b	Giá trị thực	Giá trị p
Hằng số	b_0	57,08	$< 0,0001^*$
A: nhiệt độ sấy (X_1)	b_1	1,92	0,0083
B: vận tốc gió (X_2)	b_2	1,15	0,0138
C: nồng độ sorbitol (X_3)	b_3	-1,05	0,0152
$X_1 X_2$	b_{12}	0,35	0,0454
$X_1 X_3$	b_{13}	0,95	0,0167
$X_2 X_3$	b_{23}	-0,625	0,0255

Sau khi tính toán và kiểm tra, đảm bảo sự tương thích của mô hình toán với thực nghiệm, mô hình toán là phương trình hồi quy dạng tuyến tính:

$$Y = 57,08 + 1,92 \cdot X_1 + 1,15 \cdot X_2 - 1,05 \cdot X_3 + 0,35 \cdot X_1 X_2 + 0,95 \cdot X_1 X_3 - 0,625 \cdot X_2 X_3 \quad (5)$$

Đạo hàm riêng đối với mỗi yếu tố X_i và cho bằng 0 được hệ 3 phương trình tuyến tính với giá trị tối ưu dạng mã của các yếu tố vào X_1 , X_2 , và X_3 như sau:

$$\begin{cases} X_1 = 0,5 \\ X_2 = 0,05 \\ X_3 = -0,15 \end{cases} \quad (6)$$

Thay các giá trị X_1 , X_2 và X_3 từ công thức (6) vào (5) xác định được giá trị tối ưu của tỷ lệ tái hydrat hóa là $Y = 57,88\%$. Chuyển sang giá trị thực của các yếu tố X_i theo công thức:

$$Z_i = X_i \cdot \Delta Z_i + Z_i^0 \quad (7)$$

Thay giá trị X_1 , X_2 và X_3 từ công thức (6) vào (7), có giá trị tối ưu dạng thực của các yếu tố vào như sau:

$$Z_1 = 0,5 \cdot 5 + 50 = 57,5^\circ\text{C} \quad (8)$$

$$Z_2 = -0,35 \cdot 1 + 2 = 2,1 \text{ m/s} \quad (9)$$

$$Z_3 = -0,15 \cdot 5 + 7 = 6,3\% \quad (10)$$

Như vậy, chế độ tối ưu sấy tôm đất bằng phương pháp sấy phối hợp bơm nhiệt và bức xạ hồng ngoại như sau: nồng độ sorbitol 6,3%, nhiệt độ không khí trong buồng sấy $57,5^\circ\text{C}$ và tốc độ dòng khí sấy 2,1 m/s. Ứng với chế độ sấy tối ưu, tỷ lệ tái hydrat hóa đạt giá trị cao nhất $Y_{\max} = 57,88\%$. Trên cơ sở các thông số tối ưu, nồng độ sorbitol 6,3%, nhiệt độ không khí trong buồng sấy $57,5^\circ\text{C}$ và tốc độ dòng khí sấy 2,1 m/s, thí nghiệm lặp lại cho thấy, sai số giữa tính toán và thực nghiệm đối với các hàm: tỷ lệ tái hydrat hóa H_w là 1,001% (nhỏ hơn 5%), kết quả xác định thông số tối ưu quá trình sấy tôm đất đảm bảo độ tin cậy (bảng 4).

Bảng 4. Kết quả thí nghiệm sấy lặp lại tại các thông số tối ưu.

Thí nghiệm	Nhiệt độ dòng khí sấy ($Z_1, ^\circ\text{C}$)	Vận tốc gió ($Z_2, \text{m/s}$)	Nồng độ sorbitol ($Z_3, \%$)	Thời gian sấy (τ, h)	Tỷ lệ tái hydrat hóa ($H_w, \%$)	Chất lượng cảm quan (Q, điểm)
1	57,5	2,1	6,3	5,37	57,31	18,38
2	57,5	2,1	6,3	5,38	57,15	18,36
3	57,5	2,1	6,3	5,38	57,21	18,28
Giá trị trung bình				5,38	57,22	18,32

Thời gian sấy (τ, h) và chất lượng cảm quan (Q, điểm) của tôm đất khô có giá trị tương ứng 5,38 giờ và 18,32 điểm, phù hợp về mặt công nghệ và thực tiễn khi phân tích so sánh trong điều kiện của Việt Nam, cũng như các công bố trên thế giới về sấy tôm đất bằng công nghệ sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại [6, 8]. Sự khác biệt về vận tốc gió

so với công bố trên thế giới có thể do hàm ẩm trong dòng khí, đặc tính nguyên liệu tôm đất (chất lượng tôm, vùng sinh trưởng, giai đoạn tôm được khai thác, kỹ thuật khai thác và bảo quản tôm đất).

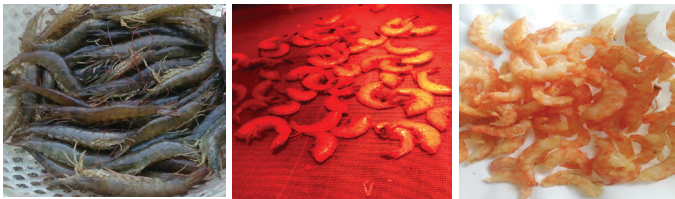
3.2. Chất lượng sản phẩm tôm đất khô

Sau khi tìm được điều kiện tối ưu sấy tôm đất bằng công nghệ sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại, tiến hành đánh giá chất lượng tôm đất khô song hành với tôm đất được sấy bằng không khí nóng và sấy dưới mặt trời. Chất lượng sản phẩm tôm đất khô giảm dần theo thứ tự: sấy bằng bơm nhiệt phối hợp bức xạ hồng ngoại, sấy bằng không khí nóng và sấy dưới mặt trời (bảng 5). Tôm sấy bằng bơm nhiệt phối hợp bức xạ hồng ngoại có chất lượng tốt nhất cả

Bảng 5. Điều kiện sấy và chất lượng của sản phẩm tôm đất khô.

Thông số sấy	Đơn vị tính	Điều kiện sấy		
		Sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại	Sấy bằng không khí nóng	Sấy dưới mặt trời
Nồng độ sorbitol	%	6,3	6,3	6,3
Nhiệt độ sấy	°C	57,5	55-70°C	33-36°C
Vận tốc gió	m/s	2,1	1,2 m/s	
Độ ẩm tôm ban đầu	%	70,00	70,00	70,00
Độ ẩm tôm sau khi sấy	%	24±0,3%	24±0,3%	26±0,3%
Chỉ tiêu cảm quan		Chất lượng cảm quan		
Màu sắc		Màu đỏ cam, sau khi ngâm nước có màu đỏ rất giống tươi khi chín	Màu đỏ cam, sau khi ngâm nước có màu khá giống tươi khi chín	Màu đỏ hơi nhạt hơn, sau khi ngâm nước có màu nhạt hơn tươi khi chín
Mùi		Mùi thơm đặc trưng của sản phẩm tôm khô, không có mùi lạ	Mùi thơm đặc trưng của tôm khô, không có mùi lạ, hơi có mùi hôi khét	Mùi thơm đặc trưng của tôm khô truyền thống, không có mùi lạ, hơi có mùi hôi khét
Vị		Ngọt đậm	Ngọt dịu	Ít ngọt
Trạng thái		Toàn thân tôm khô đều, dẻo và mềm, bề mặt phẳng, không mốc, không lẫn tạp chất.	Toàn thân tôm ít khô đều, dẻo hơi cứng, bề mặt phẳng, không mốc, không lẫn tạp chất.	Toàn thân tôm khô ít đều, dai, cứng, hơi bị xơ, bề mặt phẳng, không mốc, không lẫn tạp chất.
Chỉ tiêu vật lý		Kết quả vật lý		
Tỷ lệ tái hydrat hóa	%	57,88±1,02	50,02±1,04	45,78±1,07
Lượng tạp chất	%	0	0	0
Hoạt độ nước		0,81±0,03	0,83±0,03	0,83±0,04
Thời gian	h	5,38	6,5	16
Chỉ tiêu hóa học		Kết quả hóa học		
Nitơ tổng số	%	8,53±0,04	8,53±0,04	8,53±0,04
Protein thô	%	51±0,09	51±0,09	51±0,09
Chỉ tiêu vi sinh vật		Kết quả vi sinh vật		
Tổng số vi sinh vật hiếu khí	CFU/g	2,0x10 ²	2,5x10 ²	3,3x10 ²
E. coli	KI/g	-	-	-
Coliforms	KI/g	-	-	-
Samonella	KI/g	-	-	-
V. cholerae	KI/g	-	-	-
S. aureus	KI/g	-	-	-

Ghi chú: “-”: không phát hiện.



a) Tôm đất tươi b) Tôm đất trong thiết bị sấy phối hợp bơm nhiệt và bức xạ hồng ngoại c) Tôm đất khô

Hình 2. Quá trình sấy tôm đất bằng bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại.

về cảm quan, vật lý, hóa học cũng như vi sinh vật, điều này cũng được khẳng định trong các công bố trước đây [6, 8]. D. Yun và cs (2011) [6] chỉ ra rằng, cấu trúc vi mô của sợi cơ tôm được làm khô bằng tia hồng ngoại tương tự như mẫu tươi. Tôm sấy khô bằng tia hồng ngoại ít co ngót khi sấy khô, màu sắc tươi sáng hơn và khả năng bù nước tốt hơn các sản phẩm sấy bằng công nghệ chỉ bơm nhiệt. Tôm khô có giá trị đỏ và vàng cao hơn, nhưng độ đậm nhạt (L) thấp hơn tôm thô. Sự khác biệt đáng kể nào về giá trị protein giữa tất cả các mẫu đã sấy khô đã không tìm thấy [6, 8].

Vi khuẩn hiếu khí của tôm khô trong không khí được làm nóng tăng sau khi sấy, nhưng tỷ lệ tăng thấp hơn ở tôm sấy bằng công nghệ bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại. Độ bền cắt và độ xuyên thấu của tôm khô hồng ngoại xa tương đối thấp hơn. Ngoài ra, sấy tôm bằng tia hồng ngoại xa tiêu thụ ít năng lượng hơn so với sấy bằng không khí nóng [7].

Trong nghiên cứu này, tôm đất được sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại có chất lượng rất tốt và đảm bảo tiêu chuẩn vệ sinh an toàn thực phẩm theo quy định hiện hành của Bộ Y tế, hoàn toàn có thể triển khai ở quy mô công nghiệp hoặc chuyển giao công nghệ cho người dân để đáp ứng nhu cầu về chất lượng sản phẩm ngày càng cao của người tiêu dùng trong nước và trên thế giới (hình 3). Ngoài sản phẩm tôm, công nghệ sấy bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại được ứng dụng nhiều trong lĩnh vực công nghệ sau thu hoạch góp phần đảm bảo chất lượng sản phẩm có nguồn gốc tự nhiên.

4. Kết luận

Thực nghiệm đã thiết lập được phương trình tuyến tính $Y = 57,08 + 1,92 \cdot X_1 + 1,15 \cdot X_2 - 1,05 \cdot X_3 + 0,35 \cdot X_1 \cdot X_2 + 0,95 \cdot X_1 \cdot X_3 - 0,625 \cdot X_2 \cdot X_3$ để biểu diễn mối quan hệ giữa tỷ lệ tái hydrat hóa Y với nhiệt độ sấy X_1 , tốc độ gió X_2 và nồng độ sorbitol X_3 , trong đó nhiệt độ sấy X_1 là yếu tố có ảnh hưởng lớn nhất đến tỷ lệ tái hydrat hóa. Tỷ lệ tái hydrat

hóa 57,88% khi giá trị các yếu tố đầu vào tương ứng nồng độ sorbitol 6,3%, nhiệt độ sấy 57,5°C và tốc độ gió 2,1 m/s. Tôm đất sấy ở điều kiện tối ưu này tỷ lệ tái hydrat hóa cao, thời gian sấy ngắn, đạt chất lượng cảm quan, vệ sinh an toàn thực phẩm và có chất lượng dinh dưỡng vượt trội so với các phương pháp sấy bằng không khí nóng và phơi nắng.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Seafood Research Institute (2018), *Report on results of investigation of Vietnam's seafood resources for the period 2011-2015*, 26 pages (in Vietnamese).
- [2] N.T.M. Trang, V.N. Boi, N.T. Huong, et al. (2015), "Research on optimization of drying process of sea grapes (*Caulerpa lentillifera* J. Agardh) using freeze drying method combined with infrared radiation", *Journal of Fisheries Science and Technology*, **2**, pp.133-139 (in Vietnamese).
- [3] D.T. Hieu, N.D. Nghia (2005), "Research on the optimal drying mode for dried anchovy products using the combined infrared and heat pump drying method", *Journal of Fisheries Science and Technology*, **2**, pp.8-11 (in Vietnamese).
- [4] D.T. Hieu, N.D. Nghia (2007), "Some research results on the application of infrared drying equipment combined with cold drying to dry peeled ground shrimp for export", *Journal of Science, Technology and Economic Information Fisheries*, **5**, pp.24-26 (in Vietnamese).
- [5] D.T. Hieu (2013), *Research on Changes in Chemical Composition, Physical Properties and Propose Measures to Improve The Quality of Infrared-Dried Green Anchovies (*Spratelloides Gracilis*) for Export*, Doctoral Thesis, Nha Trang University (in Vietnamese).
- [6] Y. Deng, Y. Liu, B. Qian, et al. (2011), "Impact of far-infrared radiation-assisted heat pump drying on chemical compositions and physical properties of squid (*Illex illecebrosus*) fillets", *European Food Research and Technology*, **232**, pp.761-768, DOI: 10.1007/s00217-011-1441-9.
- [7] T.H. Kang, H.G. Hong, H.Y. Jeon (2012), "Drying characteristics of squids according to far infrared and heated air drying conditions", *Journal of Biosystems Engineering*, **36(2)**, pp.109-115, DOI: 10.5307/JBE.2011.36.2.109.
- [8] Y. Wang, M. Zhang, A.S. Mujumdar, et al. (2014), "Drying and quality characteristics of shredded squid in an infrared-assisted convective dryer", *Drying Technology*, **32(15)**, pp.1828-1839, DOI: 10.1080/07373937.2014.952379.
- [9] A. Tamás, K. Benedek (2016), "Investigation of hot air and infrared assisted freeze drying of apple", *J. Food Process Preserv.*, **40(2)**, pp.257-269.
- [10] M.K. Krokida, C. Philippopoulos (2005), "Rehydration of dehydrated foods", *Drying Technol.*, **23(4)**, pp.799-830, DOI: 10.1111/jfpp.12603.
- [11] Y. Mahmoud, M.J. Seid (2017), "Applications of response surface methodology in the food industry processes", *Food Bioproc. Tech.*, **10**, pp.413-433, DOI: 10.1007/s11947-016-1855-2.
- [12] F.W. Rong, L.W. Renn (1998), "Optimization of far infrared heat dehydration of shrimp using RSM", *J. Food Sci.*, **63(1)**, pp.80-83, DOI: 10.1111/j.1365-2621.1998.tb15680.x.
- [13] T. Supawan, N. Walangkana, T. Yutthana, et al. (2008), "Drying strategy of shrimp using hot air convection and hybrid infrared radiation/hot air convection", *J. Sci. & Tech.*, **5(1)**, pp.77-100.
- [14] L.T.H. Anh, D.H. Quan, L.T. Hai, et al. (2021), "Study on the drying condition optimisation of the heating pump and the infrared radiation for the snakehead fish *Channa maculata*", *Vietnam Journal of Science and Technology - MOST*, **63(5)**, pp.55-59 (in Vietnamese).
- [15] P. Dov, L.G. Maria (2009), *Post-Harvest Pathology*, Springer Science & Business Media, 212pp.

QUY ĐỊNH VỀ BÀI BÁO ĐĂNG TẢI TRÊN TẠP CHÍ

Yêu cầu chung

Bài báo gửi đăng trên Tạp chí phải là bài báo nguyên thủy (chưa được công bố trước đó). Tác giả không được gửi đăng bài báo trên các tạp chí khác cho đến khi có quyết định xét duyệt của Ban Biên tập.

Bài báo dài không quá 10 trang (bao gồm cả bảng biểu, ghi chú, tài liệu tham khảo và phụ lục); font chữ: Times New Roman; cỡ chữ 13; khổ giấy A4, lề trên 2 cm, lề dưới 2 cm, lề trái 3 cm, lề phải 2 cm.

Bài báo gửi qua Hệ thống gửi bài trực tuyến tại địa chỉ https://b.vjst.vn/index.php/ban_b/about/submissions hoặc có thể gửi trực tiếp đến Tạp chí (Phòng 507, số 113 Trần Duy Hưng, phường Trung Hòa, quận Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam) hoặc qua hòm thư điện tử: khoahocvacaongnghevietnam@most.gov.vn.

Cấu trúc của các loại bài báo khác nhau có thể thay đổi tùy theo loại hình nghiên cứu và nội dung của bài báo. Sau đây là chi tiết các thành phần chính của bài báo.

Tên bài báo

- Tên bài báo được viết bằng tiếng Việt và tiếng Anh, trên trang đầu của bài báo, in đậm, không gạch chân hay viết nghiêng.
- Tên bài báo phải ngắn gọn, rõ ràng và phù hợp với nội dung bài báo.
- Phía dưới tên bài báo là tên tác giả không viết chức danh và học hàm, học vị. Nếu có nhiều tác giả làm việc ở các cơ quan khác nhau thì tên tác giả được đánh số ^(1,2,...) ở phía trên. Dấu hoa thị (*) chỉ tác giả liên hệ, được viết ở cuối trang đầu tiên của bài báo.
- Khi liệt kê cơ quan công tác của tác giả, cần nêu rõ tên cơ quan và địa chỉ cơ quan (số nhà, tên đường, phường, quận, thành phố, quốc gia) bằng tiếng Việt và tiếng Anh.

Tóm tắt

Tóm tắt bằng tiếng Việt và tiếng Anh (khoảng 160-250 từ). Nêu được mục đích, phương pháp nghiên cứu chính, kết quả nghiên cứu và kết luận chủ yếu. Từ khóa bằng cả tiếng Việt và tiếng Anh theo thứ tự alphabet (ít nhất 3 từ khóa). Chỉ số phân loại (theo hướng dẫn).

1. Đặt vấn đề/Dẫn nhập/Mở đầu

Định nghĩa vấn đề; tóm lược vấn đề nghiên cứu đã được công bố trong và ngoài nước, nêu mục tiêu nghiên cứu và giải thích sự lựa chọn đề tài và mục tiêu nghiên cứu để thấy được tính thời sự, tính khoa học và sự cần thiết của vấn đề nghiên cứu.

2. Đối tượng/Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

Đối tượng nghiên cứu cần trình bày tiêu chuẩn lựa chọn, đặc điểm đối tượng nghiên cứu. Phương pháp nghiên cứu cần nêu rõ cách tiếp cận nghiên cứu, loại hình nghiên cứu, phương pháp đo lường, công thức tính cỡ mẫu, phương pháp xử lý số liệu, mô tả kỹ các kỹ thuật tiến hành trong nghiên cứu; các quan điểm, lập luận, ý kiến tranh luận, các dẫn chứng...

3. Kết quả

Trình bày đầy đủ, khách quan các kết quả thu được sau nghiên cứu, các kết quả này phải phục vụ cho mục tiêu nghiên cứu. Các số liệu phải chính xác và khớp với nhau.

Phân kết quả nghiên cứu chỉ trình bày các kết quả nghiên cứu của đề tài, không giải thích, so sánh và bàn luận.

4. Bàn luận (phần này có thể gộp với phần kết quả)

Chủ yếu bàn luận các vấn đề liên quan đến mục tiêu đề tài. Nhận xét, đánh giá một cách khách quan các kết quả nghiên cứu, có so sánh với các tác giả khác để khẳng định hoặc phủ định những hiểu biết đã có, qua đó nêu được những điểm mới và đóng góp của đề tài. Dự báo hướng nghiên cứu tiếp và khả năng ứng dụng các kết quả nghiên cứu vào thực tiễn.

5. Kết luận

Nêu kết quả nghiên cứu chủ yếu của đề tài có tính khái quát liên quan đến mục tiêu nghiên cứu, đề xuất các vấn đề tiếp tục nghiên cứu.

LỜI CẢM ƠN (nếu có)

Tác giả cảm ơn các tổ chức/cá nhân đã tài trợ kinh phí hoặc hỗ trợ cho nghiên cứu.

Phụ lục (nếu có)

Đăng tải bảng số liệu, thông tin để hỗ trợ thêm cho nội dung bài báo.

Chú thích và tài liệu tham khảo

Chú thích được đánh số theo thứ tự xuất hiện ^(1, 2, 3,...) và được trình bày ngay ở cuối trang viết (footnote). Các tài liệu tham khảo được đánh số theo thứ tự xuất hiện để chỉ dẫn chúng được trích dẫn ở đâu trong bài báo. Số thứ tự được đánh trong ngoặc vuông, ví dụ: [3] với một hoặc [2, 5, 7-9] với nhiều số chỉ dẫn.

- Lưu ý:
- Đối với trích dẫn trong bài báo: tài liệu tham khảo có nhiều hơn một tác giả chỉ để tên tác giả đầu tiên và cộng sự, viết tắt là cs, ví dụ: T.V. Nguyen và cs (năm xuất bản) [thứ tự trong danh mục tài liệu tham khảo].
 - Đối với danh mục tài liệu tham khảo cuối bài: tài liệu tham khảo bằng tiếng Anh, các tài liệu không phải tiếng Anh cần được dịch sang tiếng Anh và chú thích ở cuối câu, ví dụ: (in Vietnamese), (in French)...
 - Tài liệu tham khảo là các đường link cần bổ sung ngày truy cập.

Tác giả (Năm xuất bản), "Tên tài liệu được trích dẫn", *Tên nguồn*, **tập(số)**, trang/số trang/trang đầu-trang cuối (nếu có), số DOI (nếu có), URL (nếu có), ngày truy cập (ghi rõ ngôn ngữ nào nếu không phải tài liệu bằng tiếng Anh).

Tác giả: là tác giả/các tác giả của tài liệu được tham khảo, trích dẫn: liệt kê đầy đủ tên tác giả (chữ viết tắt đưa lên trước) với những tài liệu tham khảo có ≤3 tác giả; liệt kê 3 tác giả đầu tiên và theo sau là "et al." khi có từ 4 tác giả trở lên.

Năm xuất bản: năm xuất bản của tài liệu được tham khảo, trích dẫn.

Tên tài liệu được trích dẫn: là tên bài báo, chương/phần sách... (chỉ viết hoa chữ cái đầu, trừ tên riêng và sau dấu hai chấm), viết trong ngoặc kép.

Tên nguồn có thể là tên tạp chí, tên sách, hay tên tài liệu gốc của tài liệu được trích dẫn (phần này được *in nghiêng*), viết hoa chữ cái đầu tiên của mỗi từ chính.

Tập(số): dành cho nguồn trích là tạp chí, sách hoặc các xuất bản phẩm khác (phần này **in đậm**).

Trang/số trang/trang đầu-trang cuối phản ánh nơi cư trú của tài liệu được trích dẫn trong tài liệu nguồn.

Nếu có ≥2 tài liệu tham khảo do cùng tác giả đầu tiên và cùng năm công bố, thì các tài liệu tham khảo này cần được đánh dấu a, b... sau năm xuất bản (ví dụ: 1986a, 1986b...).

Nếu có một số tài liệu tham khảo có cùng 1 bài báo được trích dẫn có số trang khác nhau thì cần trích dẫn thêm số trang, ví dụ: A. Amber (1982, p.39).

Chi tiết vui lòng xem thêm tại: https://b.vjst.vn/index.php/ban_b/quy-dinh-bai-viet.

Các yêu cầu khác

- Bài viết không đạt yêu cầu, Toà soạn không trả lại bản thảo.
- Bài viết chỉ được đăng khi phản biện nhận xét về chất lượng bài báo đồng ý cho đăng.
- Bản quyền: tác giả đồng ý trao bản quyền bài viết (bao gồm cả phần tóm tắt) cho Ban Biên tập Tạp chí.

Quy định này áp dụng từ năm 2022 trở đi.

PHÂN LOẠI LĨNH VỰC KHOA HỌC

1. Khoa học tự nhiên

- 1.1. Toán học và thống kê
- 1.2. Khoa học máy tính và thông tin
- 1.3. Vật lý
- 1.4. Hóa học
- 1.5. Khoa học trái đất và môi trường
- 1.6. Khoa học sự sống
- 1.7. Khoa học nano
- 1.8. Khoa học tính toán
- 1.9. Các lĩnh vực khác của khoa học tự nhiên

2. Khoa học kỹ thuật và công nghệ

- 2.1. Kỹ thuật dân dụng; kỹ thuật kiến trúc; kỹ thuật xây dựng; kỹ thuật kết cấu và đô thị; kỹ thuật giao thông vận tải; kỹ thuật thủy lợi; kỹ thuật địa chất công trình
- 2.2. Kỹ thuật điện, kỹ thuật điện tử, kỹ thuật thông tin
- 2.3. Kỹ thuật cơ khí, chế tạo máy
- 2.4. Kỹ thuật hóa học
- 2.5. Kỹ thuật vật liệu và luyện kim
- 2.6. Kỹ thuật y học
- 2.7. Kỹ thuật môi trường
- 2.8. Công nghệ sinh học công nghiệp
- 2.9. Công nghệ nano
- 2.10. Kỹ thuật thực phẩm và đồ uống
- 2.11. Các lĩnh vực khác của khoa học kỹ thuật và công nghệ

3. Khoa học y - dược

- 3.1. Y học cơ sở
- 3.2. Y học lâm sàng
- 3.3. Y học dự phòng
- 3.4. Dược học
- 3.5. Các lĩnh vực khác của khoa học y - dược

4. Khoa học nông nghiệp

- 4.1. Trồng trọt
- 4.2. Chăn nuôi
- 4.3. Thú y
- 4.4. Lâm nghiệp
- 4.5. Thủy sản
- 4.6. Công nghệ sinh học trong nông nghiệp, thủy sản
- 4.7. Các lĩnh vực khác của khoa học nông nghiệp

5. Khoa học xã hội và nhân văn

- 5.1. Tâm lý học
- 5.2. Kinh tế và kinh doanh
- 5.3. Khoa học giáo dục
- 5.4. Xã hội học
- 5.5. Pháp luật
- 5.6. Khoa học chính trị
- 5.7. Địa lý kinh tế và xã hội
- 5.8. Thông tin đại chúng và truyền thông
- 5.9. Lịch sử và khảo cổ học
- 5.10. Ngôn ngữ học và văn học
- 5.11. Triết học, đạo đức và tôn giáo
- 5.12. Nghiên cứu về khu vực và quốc tế
- 5.13. Các lĩnh vực khác của khoa học xã hội và nhân văn

TẠP CHÍ KHOA HỌC VÀ CÔNG NGHỆ VIỆT NAM

Vietnam Journal of Science and Technology - MOST

Volume 65 - Number 1 - January 2023

Tính năng mới của phần mềm BIOKEYS: Hiển thị hình ảnh đặc điểm trong hộp thoại định loại.

Nguyễn Văn Sinh, Nguyễn Thị Thanh Hương, Nguyễn Hùng Mạnh

Nghiên cứu quá trình trích ly siêu âm hàm lượng tổng phenolic, flavonoid và hoạt tính chống oxy hóa từ lá cây dây thìa canh (*Gymnema sylvestre*).

Nguyễn Tân Thành, Nguyễn Thị Uyên Nhi, Đinh Thị Trường Giang, Trương Chiến Thắng, Bùi Xuân Hưng

Đặc điểm hình thái giới tính loài cà cuống *Lethocerus indicus* (Lepeletier et Serville, 1825) (Hemiptera: Belostomatidae) tại Lào.

Sakkouna Phommavongsa, Nguyễn Phan Hoàng Anh, Vũ Quang Mạnh

Tương quan giữa chiều rộng ngang đầu với tuổi ấu trùng của một ngô *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae) và một số đặc điểm hình thái các pha phát triển của chúng.

Nguyễn Văn Dương, Khuất Đăng Long, Vì Thị Xuân Thủy

Phân lập và tuyển chọn các chủng vi khuẩn *Lactobacillus* sinh gamma aminobutyric acid cao từ thực phẩm lên men truyền thống.

Ngô Đại Hùng, Trần Quốc Tuấn, Nguyễn Thị Nhật Hằng, Huỳnh Anh Tuấn, Võ Thị Kim Thu, Nguyễn Thanh Bình, Ngô Đại Nghiệp, Võ Thanh Sang

Nghiên cứu giải pháp hồi phục và tăng cường trữ lượng nước cho các mạch lỵ trên địa bàn tỉnh Điện Biên.

Nguyễn Huy Vương, Trần Văn Quang, Bùi Lê Khánh, Vũ Quốc Công, Phạm Tuấn

Nghiên cứu đề xuất giải pháp IoT linh hoạt với mạng truyền thông vô tuyến và cảm biến đo lường, điều khiển.

Cô Như Vãn, Lê Hùng Lân, Trần Ngọc Tú, Lê Hoàng Nam

Thiết kế chế tạo đầu đo nhấp nháy sử dụng tinh thể CsI(Tl) ghép nối với mảng nhân quang silicon.

Nguyễn Văn Sỹ, Đặng Quang Thiệu, Nguyễn Thanh Hùng

Ảnh hưởng của quá trình xử lý hóa học với các tác nhân khác nhau lên hình thái và tính chất sợi chuối.

Nguyễn Vũ Việt Linh

Nghiên cứu, thử nghiệm đánh giá vật liệu chống cháy dùng cho nhiên liệu rắn hỗn hợp hoạt động tin cậy trong khoảng nhiệt độ -50÷50°C.

Trần Hữu Thành, Nguyễn Văn Hùng, Nguyễn Đức Long, Đoàn Văn Điệp

Nghiên cứu chức năng hóa bề mặt trong suốt có khả năng chống băng tuyết: Một cách tiếp cận mới.

Nguyễn Thanh Bình

Nghiên cứu sự ảnh hưởng của chế độ sấy và hàm lượng bột từ hạt đậu đen (*Vigna cylindrica*) nảy mầm để sản xuất bánh quy giàu GABA.

Trần Thị Ngọc Mai, Huỳnh Phương Quyên, Nguyễn Thái Ngọc Uyên

Ảnh hưởng của nhiệt độ sấy, vận tốc gió và nồng độ sorbitol lên khả năng tái hydrat hoá của tôm *Metapenaeus ensis* sấy bằng bơm nhiệt kết hợp bức xạ hồng ngoại.

Lê Thị Hồng Anh, Hoàng Thái Hà, Nguyễn Thị Thảo Minh, Võ Văn Phẳng, Đặng Xuân Cường

1 New functionality of BIOKEYS software: Displaying character pictures in identification dialogboxes.

Van Sinh Nguyen, Thi Thanh Huong Nguyen, Hung Manh Nguyen

6 Ultrasonic extraction of total phenolics, total flavonoids, and antioxidant activities from *Gymnema sylvestre*.

Tan Thanh Nguyen, Thi Uyen Nhi Nguyen, Thi Truong Giang Dinh, Chien Thang Truong, Xuan Hung Bui

12 Morphological sexual characteristics of the giant water bug *Lethocerus indicus* (Lepeletier et Serville, 1825) (Hemiptera: Belostomatidae) in Lao PDR.

Sakkouna Phommavongsa, Phan Hoang Anh Nguyen, Quang Manh Vu

16 Correlation between the head width and larval instars of *Sitophilus zeamais* (Coleoptera: Curculionidae), and some morphological characteristics of its developmental stages.

Van Duong Nguyen, Dang Long Khuat, Thi Xuan Thuy Vi

20 Isolation and selection of high gamma aminobutyric acid-producing *Lactobacillus* strains from traditional fermented foods.

Dai Hung Ngo, Quoc Tuan Tran, Thi Nhat Hang Nguyen, Anh Tuan Huynh, Thi Kim Thu Vo, Thanh Binh Nguyen, Dai Nghiep Ngo, Thanh Sang Vo

26 Effective solutions to restore and increase water reserves for springs in Dien Bien province.

Huy Vuong Nguyen, Van Quang Tran, Le Khanh Bui, Quoc Cong Vu, Tuan Pham

32 Research and propose flexible IoT solutions with radio communication networks and sensors for measurement, control.

Nhu Van Co, Hung Lan Le, Ngoc Tu Tran, Hoang Nam Le

38 Design and manufacture of scintillation detector using CsI(Tl) crystal coupled with silicon photomultipliers.

Van Sy Nguyen, Quang Thieu Dang, Thanh Hung Nguyen

44 Effects of the chemical treatment process with different agents on the morphology and properties of banana fibres.

Vu Viet Linh Nguyen

49 Research, test and evaluate fireproof materials for mixed solid fuels operating reliably in the temperature range -50÷50°C.

Huu Thanh Tran, Van Hung Nguyen, Duc Long Nguyen, Van Diep Doan

55 A study on the functionalisation of transparent anti-icing surface: A new approach.

Thanh Binh Nguyen

61 Study the effect of drying conditions and flour content of germinated black bean (*Vigna cylindrica*) on the production of GABA-rich cookies.

Thi Ngoc Mai Tran, Phuong Quyen Huynh, Thai Ngoc Uyen Nguyen

67 Effect of the temperature, the wind speed, and the sorbitol concentration on the rehydration ability of shrimp *Metapenaeus ensis* drying by using infrared radiation-assisted heating pump.

Thi Hong Anh Le, Thai Ha Hoang, Thi Thao Minh Nguyen, Van Phang Vo, Xuan Cuong Dang