

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

TẬP 66, SỐ 10DB, THÁNG 10 NĂM 2024
VOLUME 66, NUMBER 10DB, OCTOBER 2024
SỐ ĐẶC BIỆT KỶ NIỆM 40 NĂM THÀNH LẬP VIỆN ỨNG DỤNG CÔNG NGHỆ

TẠP CHÍ & KHOA HỌC CÔNG NGHỆ

Vietnam Journal of Science and Technology - MOST VIỆT NAM



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 Nghiêm - 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

Phó Tổng biên tập

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

Ban biên tập

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

Lê Thị Tuyết Hạnh - 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 Nuan - 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

Deputy Editor-in-Chief

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

Managing Editors

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

Le Thi Tuet Hanh - 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

LỜI NÓI ĐẦU

Viện Ứng dụng Công nghệ (NACENTECH) trực thuộc Bộ Khoa học và Công nghệ tiền thân là Viện Nghiên cứu Công nghệ Quốc gia. Viện là đơn vị nghiên cứu đa ngành, đa lĩnh vực; nghiên cứu các công nghệ tiên tiến, công nghệ cao ứng dụng vào công nghiệp và an ninh, quốc phòng... Hằng năm, các công bố khoa học của Viện đều được đăng trên các tạp chí uy tín trong và ngoài nước, đặc biệt là Tạp chí Khoa học và Công nghệ Việt Nam (bản B).

Tạp chí Khoa học và Công nghệ Việt Nam số tháng 10 năm 2024 là số đặc biệt nhân dịp kỷ niệm 40 năm thành lập Viện Ứng dụng Công nghệ. Các bài báo được tuyển chọn, sàng lọc để đại diện cho các hướng nghiên cứu trọng tâm của Viện: công nghệ vi điện tử - tin học, công nghệ sinh học, công nghệ quang điện tử, công nghệ laser, công nghệ vật liệu, công nghệ tự động hóa, ương tạo doanh nghiệp khoa học công nghệ...

Nhân dịp kỷ niệm 40 năm thành lập Viện, chúng tôi xin gửi lời cảm ơn sâu sắc tới các đồng chí Lãnh đạo Bộ Khoa học và Công nghệ, Lãnh đạo Viện, các thể hệ cán bộ, viên chức, người lao động của Viện qua các thời kỳ đã cống hiến, xây dựng để có được Viện như ngày hôm nay. Bên cạnh đó, chúng tôi cũng cảm ơn sự ủng hộ, phối hợp của các đơn vị quản lý của Bộ và đặc biệt là sự phối hợp của Tạp chí Khoa học và Công nghệ Việt Nam trong việc xuất bản và giới thiệu các công trình khoa học của Viện.

Chúng tôi cũng xin chân thành cảm ơn các nhà khoa học đã phối hợp triển khai, góp ý kiến, phản biện cho các công trình khoa học được đăng trong Tạp chí lần này, đồng thời mong muốn tiếp tục nhận được sự hợp tác sâu rộng hơn nữa trong các lĩnh vực nghiên cứu ứng dụng, phát triển công nghệ của Viện.

Trân trọng!

VIỆN ỨNG DỤNG CÔNG NGHỆ
VIỆN TRƯỞNG



TS Hoàng Ngọc Nhân

Ứng dụng SLAM và tính toán song song GPU trên Jetson Orin cho ước lượng vị trí máy ảnh 3D thời gian thực

Nguyễn Ngọc Tú*, Trần Xuân Thịnh

Trung tâm Quang điện tử, Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 29/7/2024; ngày chuyển phản biện 1/8/2024; ngày nhận phản biện 8/8/2024; ngày chấp nhận đăng 27/8/2024

Tóm tắt:

Ước lượng vị trí của máy ảnh trong không gian 3D có nhiều ứng dụng quan trọng trong các hệ thống quét 3D và robot di động. Trong bài báo này, nhóm tác giả nghiên cứu phương pháp ước lượng vị trí của máy ảnh trong không gian 3D bằng thuật toán SLAM và sử dụng sức mạnh tính toán của GPU trên máy tính nhúng Jetson Orin nhằm phát triển các ứng dụng định vị trong thời gian thực. Bằng cách triển khai các thuật toán visual odometry trên nền tảng CUDA, kết quả của thực nghiệm đã đạt được tốc độ xử lý nhanh hơn đáng kể và độ chính xác cao hơn so với các phương pháp dựa trên CPU và cho thấy sự cải thiện hiệu suất đáng kể trong các kịch bản thời gian thực, cũng như tiềm năng ứng dụng trong robot tự hành và công nghệ quét 3D. Hệ thống xử lý hiệu quả việc trích xuất và so khớp đặc trưng sử dụng các mô tả nhị phân, tối ưu hóa quy trình thông qua tính toán song song trên GPU. Nghiên cứu cung cấp đánh giá chi tiết về độ chính xác và tốc độ của hệ thống, nêu bật những lợi thế của việc sử dụng GPU trên hệ nhúng trong ước lượng vị trí của máy ảnh 3D giúp cho các nghiên cứu thiết kế, chế tạo các thiết bị quét 3D cầm tay ngoài trời nhỏ gọn mà vẫn đáp ứng được thời gian thực.

Từ khóa: máy ảnh thời gian thực, ORB-SLAM GPU, robot, SLAM, SLAM 3D, visual odometry, visual SLAM.

Chỉ số phân loại: 1.1, 1.2, 2.2

Real-time 3D camera pose estimation using SLAM and GPU parallel computing on Jetson Orin

Ngoc Tu Nguyen*, Xuan Thinh Tran

Center for Optoelectronics, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

Received 29 July 2024; revised 8 August 2024; accepted 27 August 2024

Abstract:

Estimating the position of a camera in 3D space has numerous important applications in 3D scanning systems and mobile robotics. In this article, the authors investigate a method for estimating the camera's position in 3D space using the simultaneous localisation and mapping (SLAM) algorithm, leveraging the computational power of the graphics processing unit (GPU) on the Jetson Orin embedded computer to develop real-time localisation applications. By implementing visual odometry algorithms on the compute unified architecture (CUDA) platform, experimental results demonstrated a significantly faster processing speed and higher accuracy compared to CPU-based methods, showing remarkable performance improvements in real-time scenarios. This underscores the potential for application in autonomous robotics and 3D scanning technology. The system efficiently processes feature extraction and matching using binary descriptors, optimising the workflow through parallel computations on the GPU. The research provides a detailed assessment of the accuracy and speed of the system, highlighting the advantages of utilising GPUs on embedded systems for 3D camera position estimation, thereby facilitating the design and fabrication of compact outdoor handheld 3D scanning devices that can still meet real-time requirements.

Keywords: ORB-SLAM GPU, real-time camera, robot, SLAM, SLAM 3D, visual odometry, visual SLAM.

Classification numbers: 1.1, 1.2, 2.2

*Tác giả liên hệ: Email: ngoctu@cfoc.vn

1. Đặt vấn đề

Ước lượng vị trí của máy ảnh trong không gian 3D là một yếu tố then chốt trong nhiều ứng dụng hiện đại như robot tự hành, thực tế ảo và quét 3D. Độ chính xác và tốc độ của quá trình này ảnh hưởng trực tiếp đến hiệu suất của các hệ thống. Trong các nghiên cứu trước đây, các thuật toán ước lượng vị trí [1] và lập bản đồ đồng thời (SLAM) [2, 3] dựa trên CPU gặp hạn chế về tốc độ xử lý, đặc biệt khi xử lý các dữ liệu ảnh lớn và phức tạp. Với sự phát triển của công nghệ GPU, khả năng tính toán song song mạnh mẽ của nó mang lại tiềm năng lớn để cải thiện tốc độ và độ chính xác của các thuật toán này.

Trong nghiên cứu này, tập trung vào việc sử dụng GPU để tăng tốc độ và cải thiện độ chính xác của các thuật toán ước lượng vị trí máy ảnh trong không gian 3D. Đặc biệt, sử dụng các thuật toán Visual Odometry, triển khai trên nền tảng CUDA để tận dụng khả năng tính toán song song của GPU.

Một trong những thách thức lớn của các hệ thống SLAM là xử lý khối lượng lớn dữ liệu hình ảnh một cách hiệu quả. Các nghiên cứu trước đây đã chỉ ra rằng, việc sử dụng GPU trong xử lý ảnh có thể mang lại hiệu quả cao hơn nhiều so với CPU. Ví dụ, ORB-SLAM3 sử dụng các descriptor nhị phân như ORB (Oriented FAST and Rotated BRIEF) và các kỹ thuật như FAST đã giúp giảm thời gian tính toán mà vẫn duy trì độ chính xác cao [4]. Sự kết hợp giữa các thuật toán này và khả năng xử lý mạnh mẽ của GPU mang lại khả năng thực hiện các phép tính phức tạp trong thời gian thực, mở ra nhiều ứng dụng tiềm năng trong các lĩnh vực như robot tự hành, thực tế ảo, và các hệ thống nhận dạng hình ảnh tiên tiến.

Việc sử dụng GPU không chỉ tăng tốc độ xử lý mà còn mở ra cơ hội để triển khai các thuật toán phức tạp hơn mà trước đây không khả thi trên CPU do hạn chế về tài nguyên và thời gian tính toán. Trong môi trường quét 3D không gian lớn, việc ước lượng vị trí chính xác và kịp thời là cực kỳ quan trọng để đảm bảo độ tin cậy của dữ liệu 3D khi ghép nối các mảng không gian lại thành một mô hình hoàn chỉnh. Khả năng xử lý thời gian thực của GPU giúp ứng dụng quét 3D có thể phản ứng nhanh chóng với các thay đổi trong môi trường, từ đó cải thiện hiệu suất và độ tin cậy của hệ thống.

Trong bài báo này, các tác giả trình bày về phương pháp ứng dụng GPU cho thuật toán ước lượng vị trí, bao gồm các bước thu thập dữ liệu, triển khai thuật toán, và các kết quả thử nghiệm. Bên cạnh đó, cũng thảo luận về các thách thức và hạn chế của phương pháp này, cũng như những ứng dụng tiềm năng trong tương lai. Nghiên cứu này không chỉ đánh giá hiệu suất của các hệ thống hiện có mà còn mở ra hướng đi mới cho việc ứng dụng công nghệ GPU trong lĩnh vực ước lượng vị trí và lập bản đồ 3D.

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Mô hình quán tính - trực quan máy ảnh và IMU

Theo nghiên cứu do R.M. Artal và cs (2015) [5], đầu vào cho mô hình quán tính - trực quan là luồng các phép đo IMU và khung hình của máy ảnh. Dựa trên mô hình lỗ nhỏ của máy ảnh thông thường có chức năng chiếu $\pi: R^3 \rightarrow \Omega$ biến đổi các điểm 3D $X_c \in R^3$ trong hệ tham chiếu camera C, thành các điểm 2D trên mặt phẳng ảnh $X_c \in \Omega \subset R^2$:

$$\pi(X_c) = \begin{bmatrix} f_u \frac{x_c}{z_c} + c_u \\ f_v \frac{y_c}{z_c} + c_v \end{bmatrix}, X_c = [X_c \ Y_c \ Z_c]^T \quad (1)$$

trong đó, $[f_u f_v]^T$ là tiêu cự và $[c_u c_v]^T$ là tâm điểm trong thông số nội của camera đã được hiệu chuẩn. Chức năng chiếu này không xem xét đến độ méo do ống kính máy ảnh tạo ra. Khi trích xuất các điểm chính trên hình ảnh sẽ hủy biến dạng tọa độ của chúng để chúng có thể khớp với các điểm được chiếu bằng cách sử dụng (1).

IMU, có tham chiếu được ký hiệu là B, đo gia tốc a_B và vận tốc góc ω_B của cảm biến trong những khoảng thời gian đều đặn Δt , thường ở hàng trăm Hz. Cả hai phép đo đều bị ảnh hưởng, ngoài nhiễu cảm biến, do độ lệch b_a và b_g thay đổi chậm của gia tốc kế và con quay hồi chuyển tương ứng. Hơn nữa, gia tốc kế chịu tác dụng của trọng lực g_w và người ta cần trừ đi tác dụng của nó để tính chuyển động. Sự phát triển riêng biệt của định hướng IMU $R_{WB} \in SO(3)$, vị trí wP_B và vận tốc wV_B , trong hệ tham chiếu thế giới W, có thể được tính như sau:

$$\begin{aligned} R_{WB}^{k+1} &= R_{WB}^k \text{Exp} \left((\omega_B^k - b_g^k) \Delta t \right) \\ wV_B^{k+1} &= wV_B^k + g_w \Delta t + R_{WB}^k (a_B^k - b_a^k) \Delta t \\ wP_B^{k+1} &= wP_B^k + wV_B^k \Delta t + \frac{1}{2} g_w \Delta t^2 + \frac{1}{2} R_{WB}^k (a_B^k - b_a^k) \Delta t^2 \end{aligned} \quad (2)$$

Chuyển động giữa hai khung hình chính liên tiếp có thể được xác định theo sự tích hợp trước ΔR , Δv và Δp từ tất cả các phép đo ở giữa, sử dụng quá trình tích hợp IMU gần đây được mô tả:

$$\begin{aligned} R_{WB}^{i+1} &= R_{WB}^i \Delta R_{i,i+1} \text{Exp} \left((J_{\Delta R}^g b_g^i) \right) \\ wV_B^{i+1} &= wV_B^i + g_w \Delta t_{i,i+1} + R_{WB}^i (\Delta v_{i,i+1} + J_{\Delta v}^g b_g^i + J_{\Delta v}^a b_a^i) \\ wP_B^{i+1} &= wP_B^i + wV_B^i \Delta t_{i,i+1} + \frac{1}{2} g_w \Delta t_{i,i+1}^2 + \frac{1}{2} R_{WB}^i (\Delta p_{i,i+1} + J_{\Delta p}^g b_g^i + J_{\Delta p}^a b_a^i) \end{aligned} \quad (3)$$

trong đó, Jacobians $J_{(\cdot)}^g$ và $J_{(\cdot)}^a$ giải thích xấp xỉ bậc một về tác động của việc thay đổi độ lệch mà không cần tính toán lại một cách rõ ràng các giá trị tiền tích hợp. Cả tiền tích hợp và Jacobian đều có thể được tính toán lặp đi lặp lại một cách hiệu quả khi các phép đo IMU xuất hiện.

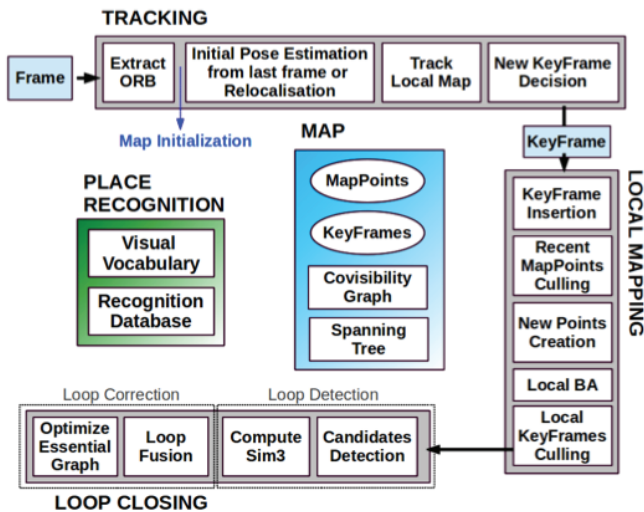
Camera và IMU được cố định với nhau, tạo thành hệ thống và phép biến đổi $T_{CB} = [R_{CB} | {}_C p_B]$ giữa các hệ quy chiếu của chúng đã biết từ quá trình hiệu chuẩn.

2.2. Thuật toán ước lượng vị trí trong SLAM

Thuật toán ước lượng vị trí là một phần quan trọng trong các hệ thống SLAM (Simultaneous Localization and Mapping), giúp xác định vị trí của máy ảnh trong không gian 3D. Một trong những thuật toán phổ biến nhất cho nhiệm vụ này là ORB-SLAM3 [2], sử dụng các đặc trưng ORB (Oriented FAST and Rotated BRIEF) [6] để phát hiện và mô tả các điểm đặc trưng trên hình ảnh. ORB-SLAM3 hoạt động dựa trên việc trích xuất các điểm đặc trưng từ các khung hình liên tiếp, sau đó so sánh và kết hợp chúng để ước lượng sự di chuyển của máy ảnh. Quá trình này bao gồm ba bước chính: phát hiện điểm đặc trưng, theo dõi và kết hợp các điểm này, và tối ưu hóa vị trí và bản đồ môi trường. ORB-SLAM3 sử dụng các descriptor nhị phân [4], giúp giảm thiểu thời gian tính toán và tăng cường hiệu suất, đặc biệt khi triển khai trên nền tảng GPU. Điều này cho phép hệ thống xử lý và cập nhật vị trí của máy ảnh trong thời gian thực, đáp ứng yêu cầu cao về độ chính xác và tốc độ trong các ứng dụng như robot tự hành và thực tế ảo. Sự kết hợp giữa các thuật toán phát hiện điểm đặc trưng hiệu quả và khả năng xử lý mạnh mẽ của GPU đã tạo nên một bước tiến lớn trong việc cải thiện hiệu suất và độ tin cậy của các hệ thống ước lượng vị trí.

2.2.1. Cấu trúc của chương trình ORB-SLAM

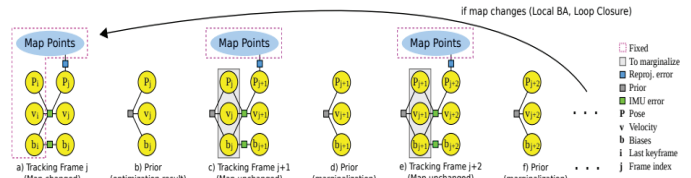
Hình 1 là tổng quan của ORB-SLAM, sử dụng các kỹ thuật tiên tiến để theo dõi và tái tạo bản đồ môi trường. Thư viện này được thiết kế để hoạt động hiệu quả trong nhiều điều kiện khác nhau, từ các môi trường trong nhà đến ngoài trời, và trong các tình huống di chuyển nhanh chóng (GalvezTRO12) [4].



Hình 1. Tổng quan của một hệ thống ORB-SLAM [5].

Các hệ thống SLAM truyền thống thường dựa vào các thuật toán như FAST và BRIEF để trích xuất và mô tả các đặc trưng của ảnh. Ví dụ, các nghiên cứu của D.G. López và cs (2012) [4] đã chỉ ra rằng, sử dụng các túi từ nhị phân giúp nhận diện vị trí nhanh chóng trong các chuỗi hình ảnh, từ đó tăng hiệu suất của hệ thống [6] (GalvezTRO12). Phương pháp này không chỉ tăng tốc độ mà còn giảm thiểu sai sót trong việc nhận diện vị trí, điều này đặc biệt quan trọng trong các ứng dụng yêu cầu độ chính xác cao và thời gian thực như robot tự hành và thực tế ảo.

i) Theo dõi (Tracking): Tính năng theo dõi quán tính trực quan chịu trách nhiệm theo dõi tư thế cảm biến, vận tốc và độ lệch IMU ở tốc độ khung hình. Điều này cho phép dự đoán tư thế của máy ảnh rất đáng tin cậy, thay vì sử dụng mô hình chuyển động đặc biệt như trong monocular system ban đầu. Sau khi dự đoán được tư thế của máy ảnh, các điểm trên bản đồ cục bộ sẽ được chiếu và khớp với các điểm chính trên khung. Sau đó, tối ưu hóa khung j hiện tại bằng cách giảm thiểu lỗi chiếu lại đặc trưng của tất cả các điểm trùng khớp và thời gian lỗi IMU. Việc tối ưu hóa này khác nhau tùy thuộc vào bản đồ có được cập nhật hay không bởi Luồng Local Mapping hoặc Loop Closing (hình 2).



Hình 2. Sự phát triển của việc tối ưu hóa trong chuỗi theo dõi [5].

ii) Bản đồ hóa cục bộ (Local Mapping): Chuỗi bản đồ hóa cục bộ thực hiện BA (gói điều chỉnh) cục bộ sau khi chèn khóa khung hình mới. Nó tối ưu hóa N khóa khung hình cuối (của sổ cục bộ) và tất cả các điểm mà N khung hình chính đó nhìn thấy. Tất cả các khung hình chính khác chia sẻ quan sát về các điểm cục bộ (tức là được kết nối trong biểu đồ khả năng hiển thị với bất kỳ khung hình chính cục bộ nào), nhưng không có trong cửa sổ cục bộ, đóng góp vào tổng chi phí nhưng được cố định trong quá trình tối ưu hóa (của sổ cố định). Khung hình chính $N+1$ luôn được bao gồm trong cửa sổ cố định vì nó hạn chế trạng thái IMU.

iii) Đóng vòng lặp (Loop Closing): Luồng đóng vòng lặp nhằm mục đích giảm độ trôi tích lũy trong quá trình thăm dò, khi quay trở lại khu vực đã được lập bản đồ. Mô-đun nhận dạng địa điểm khớp khung hình chính gần đây với khung hình chính trong quá khứ. Sự trùng khớp này được xác thực bằng cách tính toán một phép biến đổi rigid body (cơ thể cứng) để căn chỉnh các điểm khớp giữa các khung hình chính. Cuối cùng, việc tối ưu hóa được thực hiện để giảm sai số tích lũy trong quỹ đạo. Việc tối ưu hóa này có thể rất tốn kém trong các bản đồ lớn, do đó chiến lược là thực hiện tối ưu hóa biểu đồ tư thế, giúp giảm độ phức tạp

vì cấu trúc bị bỏ qua và thể hiện sự hội tụ tốt. Ngược lại với ORB-SLAM ban đầu, thực hiện tối ưu hóa biểu đồ tư thế trên 6 bậc tự do (DoF) thay vì 7 DoF, vì có thể quan sát được tỷ lệ. Biểu đồ tư thế này bỏ qua thông tin IMU, không tối ưu hóa vận tốc hoặc độ lệch IMU. Do đó, điều chỉnh vận tốc bằng cách xoay chúng theo hướng đã sửa của khung hình chính liên quan. Mặc dù điều này không tối ưu nhưng độ lệch và vận tốc phải chính xác cục bộ để tiếp tục sử dụng thông tin IMU ngay sau khi tối ưu hóa sơ đồ. Sau đó, thực hiện BA (gói điều chỉnh) đầy đủ trong một luồng song song nhằm tối ưu hóa tất cả các trạng thái, bao gồm cả vận tốc và độ lệch.

2.2.2. Thuật toán phát hiện keypoints và mô tả đặc trưng

i) Thuật toán FAST: Là một phương pháp phát hiện đặc trưng hiệu quả và nhanh chóng trong lĩnh vực xử lý ảnh và thị giác máy tính, nổi bật với khả năng xác định các điểm đặc trưng một cách chính xác và tốc độ cao [7] hơn so với thuật toán SIFT [8] và SUSFT [9]. Thuật toán này bắt đầu bằng cách chọn một điểm trung tâm trong hình ảnh và so sánh cường độ của điểm này với cường độ của các điểm ảnh nằm trên một vòng tròn có bán kính 3 điểm ảnh xung quanh điểm trung tâm.

Nhờ vào tính đơn giản và hiệu quả của thuật toán, FAST trở thành một công cụ mạnh mẽ trong nhiều ứng dụng thị giác máy tính, bao gồm theo dõi đối tượng, nhận dạng hình ảnh, và đặc biệt là trong các hệ thống SLAM dùng trong robot tự hành. Trong các hệ thống SLAM, việc phát hiện nhanh chóng và chính xác các điểm đặc trưng là yếu tố quan trọng để xây dựng bản đồ và định vị robot trong môi trường. Thuật toán FAST cũng thường được kết hợp với các thuật toán mô tả đặc trưng khác như BRIEF hoặc ORB để tạo ra các vector đặc trưng mô tả chính xác và hiệu quả cho các điểm đặc trưng được phát hiện.

ii) Mô tả bằng BRIEF: Là một trong những phương pháp quan trọng và phổ biến trong lĩnh vực thị giác máy tính, được sử dụng để biểu diễn các điểm đặc trưng trên hình ảnh dưới dạng chuỗi bit nhị phân [10]. Đây là một công cụ mạnh mẽ và đơn giản, đặc biệt phù hợp cho các ứng dụng yêu cầu tính nhanh và độ tin cậy cao như nhận diện đối tượng, theo dõi vật thể và xây dựng bản đồ 3D trong hệ thống SLAM.

Quá trình tạo ra mô tả đặc trưng bằng BRIEF bắt đầu bằng việc chọn các điểm ảnh quan tâm từ hình ảnh, thường thông qua các thuật toán phát hiện điểm nổi bật như FAST hoặc ORB. Sau khi các điểm ảnh quan tâm được xác định, một vùng xung quanh mỗi điểm ảnh này với kích thước (ví dụ, pixel) sẽ được chọn để phân tích.

Trong vùng này, một tập hợp các cặp điểm ngẫu nhiên được chọn ra. Mỗi cặp điểm này được đại diện bởi hai tọa độ (x_i, y_i) và (x'_i, y'_i) . Số lượng các cặp điểm thường được

xác định trước và là một tham số của phương pháp, chẳng hạn $n=256$ cặp. Với mỗi cặp điểm, độ sáng của các điểm ảnh tại hai tọa độ này sẽ được so sánh. Nếu độ sáng tại tọa độ (x_i, y_i) nhỏ hơn độ sáng tại tọa độ (x'_i, y'_i) , kết quả so sánh sẽ là 1, ngược lại sẽ là 0. Kết quả của các phép so sánh này tạo thành một vector nhị phân với độ dài n bit, ví dụ 256 bit, biểu diễn mô tả đặc trưng cho điểm ảnh quan tâm.

Các chuỗi bit mô tả được tạo ra từ BRIEF không chỉ thực hiện nhanh chóng mà còn đảm bảo độ chính xác và tin cậy, thích hợp cho việc nhận diện các điểm đặc trưng trong các điều kiện khác nhau của hình ảnh, bao gồm cả sự biến đổi hình học và điều kiện chiếu sáng.

iii) Mô tả nhị phân bằng ORB: Là một phương pháp quan trọng trong thị giác máy tính, được sử dụng để biểu diễn các điểm đặc trưng trên hình ảnh dưới dạng chuỗi bit nhị phân [6]. ORB kết hợp giữa hai thành phần chính là thuật toán FAST và BRIEF, để cung cấp một cách tiếp cận hiệu quả và nhanh chóng cho việc nhận diện và mô tả các điểm đặc trưng.

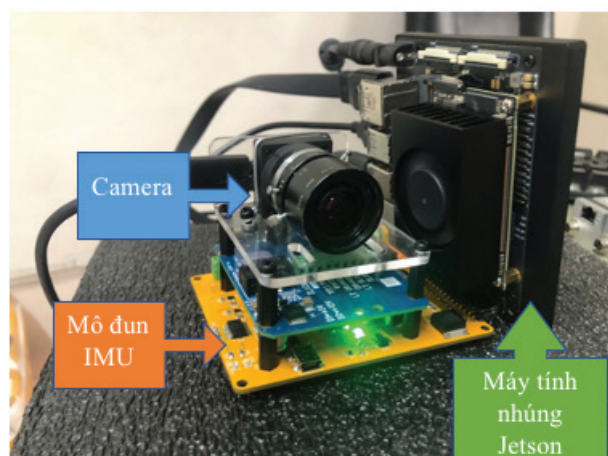
Thuật toán FAST được sử dụng để nhanh chóng phát hiện các điểm đặc trưng trên hình ảnh, dựa trên việc so sánh độ sáng của các điểm ảnh trong một vùng xung quanh. Sau khi các điểm đặc trưng được phát hiện, ORB sử dụng thuật toán BRIEF để tạo ra mô tả nhị phân cho từng điểm đặc trưng. Quá trình này bao gồm việc so sánh từng cặp điểm ảnh lân cận và ghi lại kết quả dưới dạng chuỗi bit, biểu diễn các đặc điểm quan trọng của điểm đặc trưng dựa trên sự khác biệt giữa các giá trị điểm ảnh.

Mô tả nhị phân bằng ORB nổi bật với tính nhanh chóng và độc lập với mô hình, giúp cho thuật toán có thể áp dụng hiệu quả trong các hệ thống thời gian thực và trong các điều kiện biến đổi hình học của hình ảnh. Đồng thời, ORB cũng mang lại độ tin cậy cao và khả năng hoạt động ổn định trong các ứng dụng như nhận diện đối tượng, theo dõi vật thể và trong hệ thống xây dựng bản đồ 3D như SLAM.

3. Thí nghiệm và cài đặt

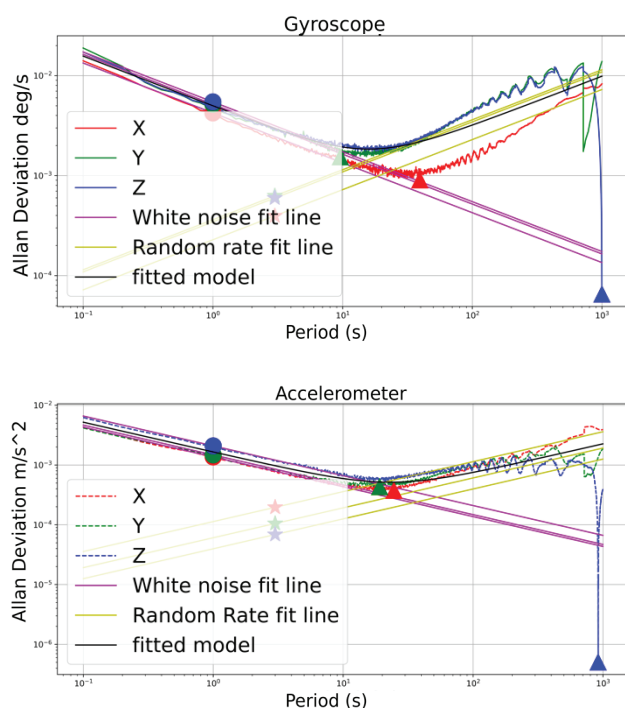
3.1. Hiệu chuẩn máy ảnh và IMU

Hệ thực nghiệm cấu hình gồm: 1 camera USB 3.0, global shutter, độ phân giải 1920x1200 điểm ảnh, 1 cảm biến IMU VN-100s, cùng với một máy tính Jetson ORIN NX 16G, hệ điều hành Ubuntu 20.04 và ROS Noetic (hình 3). Để hiệu chỉnh camera và IMU sử dụng công cụ Kalibr do J. Rehder và cs (2016) [11] phát triển. Quá trình cài đặt bao gồm việc cài đặt các phụ thuộc cần thiết, clone repository của Kalibr từ GitHub và build Kalibr cũng như cấu hình môi trường làm việc.

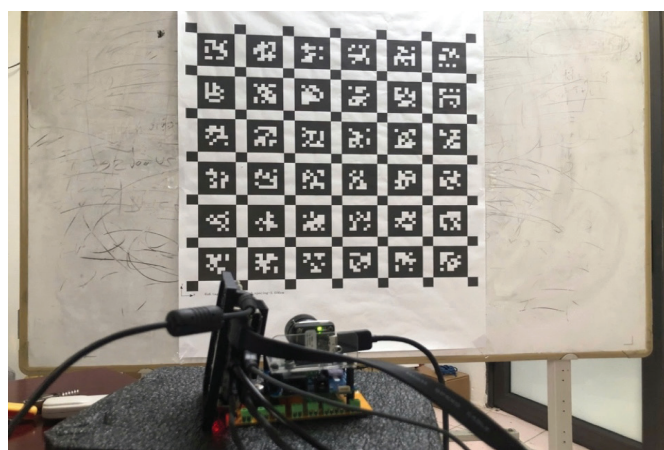


Hình 3. Hệ thí nghiệm phần cứng.

Tiến hành thu thập dữ liệu từ camera (sử dụng gói công cụ camera_aravis: `roslaunch camera_aravis camera_aravis.launch`) và IMU (sử dụng gói công cụ imu_vn_100: `roslaunch imu_vn_100 vn_100_cont.launch`). Đảm bảo rằng cả camera và IMU đều đã được kết nối và ROS master đã được khởi động, sử dụng công cụ rosbag để ghi lại dữ liệu (`rosbag record -O camera-imu-data.bag/imu/imu/Basler/Basler/image_raw`). Dữ liệu từ camera được thu thập bằng cách ghi lại topic `/Basler/Basler/image_raw` trong khi dữ liệu từ IMU (hình 4) được ghi lại từ topic `/imu/imu`. Để đảm bảo tính đồng bộ, thực hiện ghi lại dữ liệu đồng thời từ cả hai thiết bị bằng cách ghi lại cả hai topic cùng lúc.

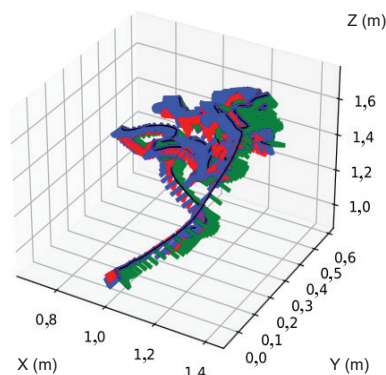


Hình 4. Biểu đồ nhiễu nền Gyroscope và Accelerometer của IMU VN-100S.

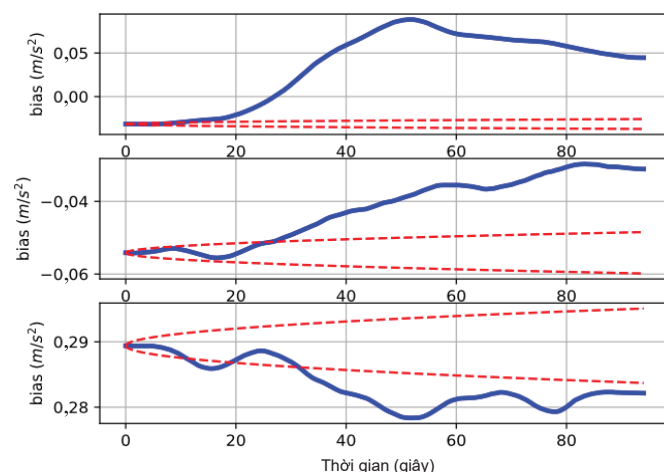


Hình 5. Hiệu chỉnh với kalibr dùng aprilgrid với thông số: Rows: 6, Cols: 6, Size: 0,098 (m), Spacing 0,0294 (m).

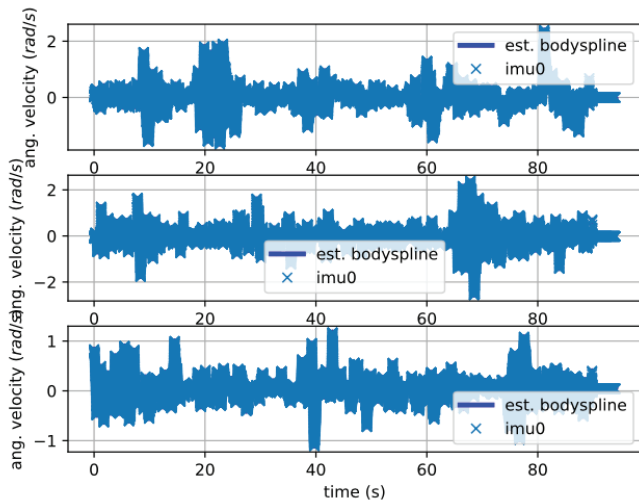
Cấu hình cho Kalibr chứa thông tin về các tham số của camera và IMU và thông số mẫu aprilgrid (hình 5). Quá trình hiệu chỉnh được thực hiện bằng cách sử dụng Kalibr với các file cấu hình và dữ liệu đã thu thập (`roslaunch kalibr kalibr_calibrate_imu_camera -cam cam_calc.yaml-target aprilgrid_6x6.yaml-imu imu_vn100s.yaml-bag camera-imu-data.bag`). Kalibr xuất ra file kết quả hiệu chỉnh (hình 6-11).



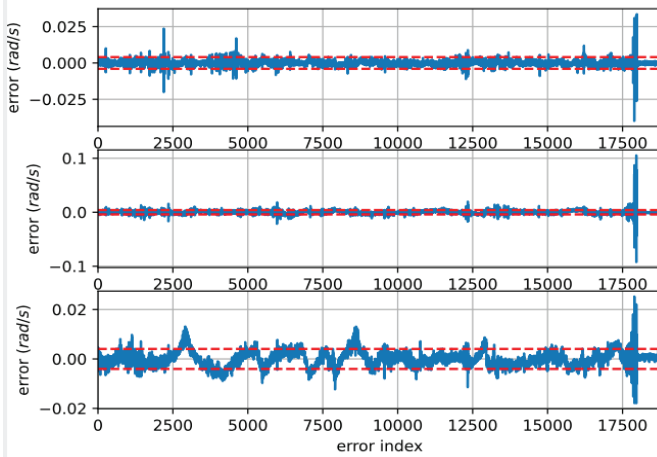
Hình 6. Tư thế ước tính của camera và IMU trong không gian 3 chiều (X, Y, Z).



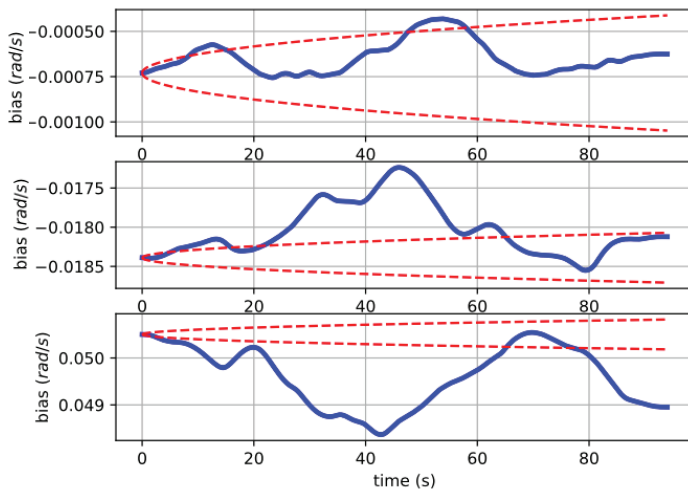
Hình 7. Độ lệch gia tốc ước tính của các trục X, Y, Z theo thời gian (IMU frame).



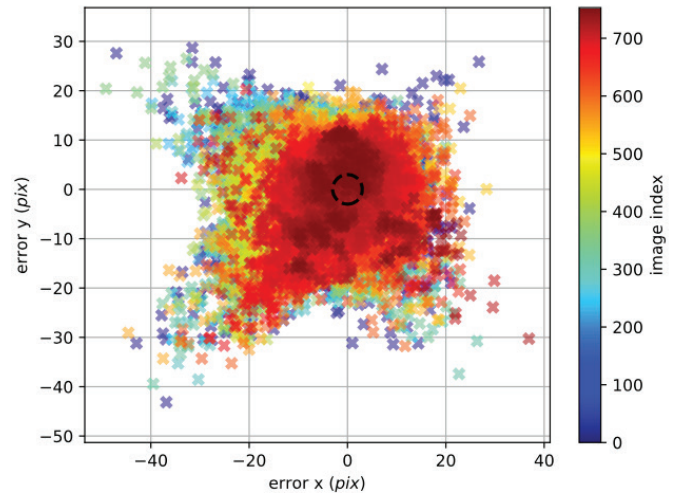
Hình 8. So sánh vận tốc góc dự đoán và đo được (body frame).



Hình 9. Lỗi vận tốc góc của IMU.



Hình 10. Ước tính độ lệch con quay hồi chuyển (khung IMU).



Hình 11. Biểu đồ lỗi phép chiếu các điểm trên mẫu aprilgrid của camera.

Cuối cùng, sử dụng tập kết quả hiệu chỉnh để cấu hình hệ thống ORB-SLAM3. Điều này đảm bảo rằng, dữ liệu từ camera và IMU đã được hiệu chỉnh trước khi sử dụng trong quá trình xây dựng bản đồ 3D. Quá trình này giúp đảm bảo tính chính xác và hiệu quả của hệ thống trong việc tạo ra bản đồ 3D từ dữ liệu thu thập được. Bảng 1 thông số hiệu chuẩn của camera để thực hiện khử méo ảnh và xác định tọa độ điểm 3D của các Keypoints, bảng 2 là thông số ma trận chuyển vị giữa camera và IMU để ước lượng tư thế của camera, bảng 3 là thông số đặc tính của cảm biến IMU nhằm loại bỏ nhiễu nền.

Bảng 1. Bảng thông số hiệu chuẩn của camera.

Thông số	Fx	Fy	Cx	Cy	k1	k2	P1	P2
Giá trị	1361,6673	1364,9869	952,5862	592,1588	-0,2407	0,17603	0,0004	-0,0002

Bảng 2. Bảng thông số ma trận chuyển vị giữa camera và IMU.

Thông số	R			T	
Giá trị	-0,01271982	-0,03139764	0,99942603	0,12018051	
	0,99983075	0,01288734	0,01312984	-0,03879424	
	-0,01329219	-0,25934957	0,0312284	-0,04984265	
	0	0	0	1	

Bảng 3. Bảng thông số xác định đặc tính của IMU VN-100S.

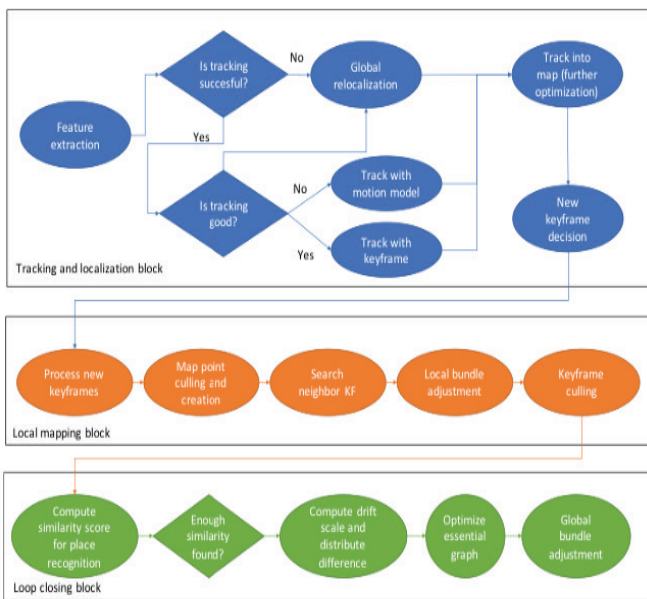
Thông số	NoiseGyro	NoiseAcc	GyroWalk	AccWalk	Frequency (Hz)
Giá trị	9,53685e-05	0,002086	1,0934e-05	0,000195764	400

3.2. Thực nghiệm

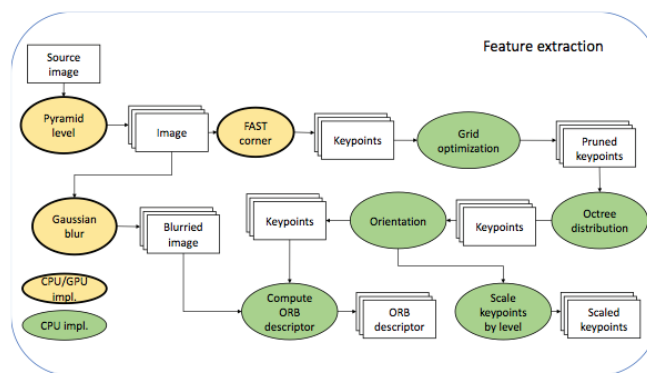
Sơ đồ các khối chương trình được thực hiện tương tự như trong ORB-SLAM theo hình 12, 13. Trong đó, khối chức năng màu vàng (sơ đồ khối hình 13) có thể được thực thi trên cả GPU và CPU, pyramid level thực hiện tạo các mức độ phân giải (cấu hình 8 độ phân giải giảm mẫu) trước khi sử dụng để phát hiện điểm đặc trưng từ ảnh (FAST Corner) và bộ lọc Gaussian Blur có tác dụng làm mờ hình

ảnh để giảm thiểu các chi tiết không cần thiết và nhiễu trong dữ liệu hình ảnh trước khi thực hiện các bước xử lý tiếp theo, như phát hiện và mô tả các điểm đặc trưng với ORB.

Tiến hành thực nghiệm với dữ liệu ảnh từ máy ảnh, IMU với lần lượt sử dụng các phương pháp tính toán Keypoints FAST và trích xuất đặc trưng ORB (sử dụng GPU và CPU theo hình 14 và khối các chức năng ORB-SLAM2 hình 15) và các thông số theo bảng 1, 2, 3, 4 thực thi để so khớp và tìm điểm tương đồng nhằm ước lượng vị trí của hệ máy ảnh-IMU trong không gian 3D (*roslun ORB_SLAM3 Mono_Inertial ./Vocabulary/ORBvoc.txt ./Examples/ROS/ORB_SLAM3/cam_imu.yaml*).



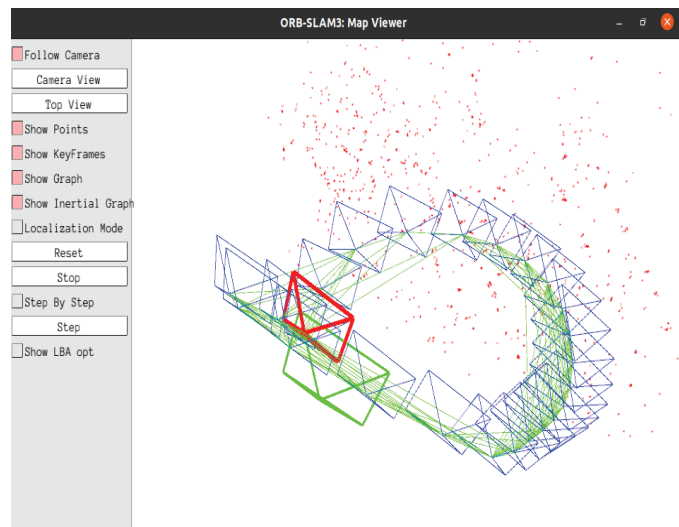
Hình 12. Các khối chức năng trong chương trình ORB-SLAM2 [12].



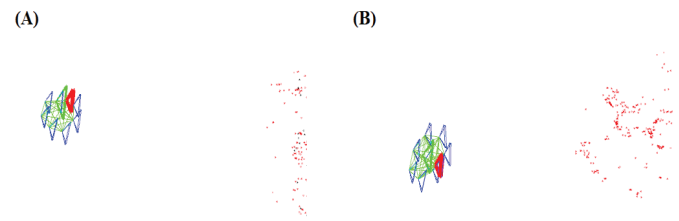
Hình 13. Sơ đồ khối xử lý cho 2 trường hợp dùng CPU và GPU [9] cho tính toán keypoints và trích xuất đặc trưng.

Bảng 4. Cài đặt thông số cho ORB-SLAM.

Thông số	nFeatures	scaleFactor	nLevels	iniThFAST	minThFAST
Giá trị	2000	1,2	8	20	7



Hình 14. Ước lượng vị trí của máy ảnh trong không gian 3D.



Hình 15. Vị trí của camera quỹ đạo hình tròn bán kính 0,5 m trên GPU (A) và CPU (B).

4. Kết quả và bàn luận

Hình 16 thể hiện kết quả được tính toán xử lý trên GPU. Mỗi khung hình được thực hiện theo các bước tính toán Keypoints bằng phương pháp FAST, tính toán mô tả đặc trưng ORB, ước lượng tư thế máy ảnh với dữ liệu thu được từ IMU. Sau khi tìm được các điểm tương đồng tiến hành xác định vị trí của hệ máy ảnh-IMU trong không gian 3D: các điểm màu đỏ là các điểm tương đồng giữa các khung hình, các ô màu xanh nước biển (blue) thể hiện tư thế của máy ảnh trong không gian 3D, các đường màu đỏ là thể hiện quỹ đạo di chuyển của máy ảnh trong không gian 3D (hình 14).

Kết quả thực nghiệm khi sử dụng 2 chế độ CPU và GPU cho thấy: khi sử dụng GPU, tốc độ xử lý của hệ thống (độ phân giải 1920x1200) đạt trung bình 31,5 FPS nhanh hơn so với 9,3 FPS trên CPU.

Để đánh giá sai số ước lượng vị trí của camera, thực hiện di chuyển camera theo quỹ đạo hình tròn, bán kính 0,5 m, xác định tâm đường tròn và ước lượng đường kính trung bình từ tập dữ liệu tọa độ điểm của camera trong không gian (hình 15). Hình 15A là quỹ vị trí của camera xử lý trên GPU với sai số trung bình là 0,017 m và hình 15B là quỹ đạo vị trí thực hiện cùng tập dữ liệu thực thi trên CPU với sai số trung bình 0,039 m.



Hình 16. Các điểm tương đồng (màu xanh) được phát hiện giữa 2 khung hình liên tiếp sau khi tính toán các Keypoint bằng FAST và so khớp đặc trưng ORB.

Từ thực nghiệm đánh giá hiệu suất của thuật toán SLAM trên CPU và GPU, chúng ta có thể thấy, GPU cho hiệu suất cao hơn cũng như đem lại độ chính xác hơn trên Jetson Orin NX. Kết quả này hoàn toàn có thể đáp ứng yêu cầu xử lý thời gian thực cho ước lượng vị trí của máy ảnh, với chi phí thấp và phát triển cho nhiều ứng dụng.

5. Kết luận

Từ nghiên cứu về ước lượng vị trí máy ảnh trong không gian 3D thông qua thuật toán OLB-SLAM3 sử dụng GPU trên nền tảng Jetson Orin, cho thấy những tiến bộ đáng kể trong cả tốc độ xử lý và độ chính xác vị trí so với thực hiện trên CPU. Việc áp dụng sức mạnh tính toán của GPU đã cho phép triển khai các thuật toán Visual Odometry một cách hiệu quả, ưu điểm của OLB-SLAM3 trên GPU gồm: i) Tốc độ xử lý cao: Sử dụng GPU giúp cải thiện tốc độ tính toán thông qua xử lý song song, rất cần thiết cho các ứng dụng thời gian thực; ii) Độ chính xác được cải thiện: Thực nghiệm chỉ ra rằng, phương pháp này đạt được độ chính xác cao hơn trong việc ước lượng vị trí so với các phương pháp dựa trên CPU; iii) Hệ thống có khả năng đáp ứng tốt trong các tình huống phức tạp, cho phép các kịch bản đa dạng trong không gian 3D. Nhược điểm gồm: i) Việc tối ưu hóa thuật toán cho GPU có thể tốn nhiều thời gian và công sức hơn so với các phương pháp dựa trên CPU; ii) Mặc dù Jetson Orin mạnh mẽ, nhưng vẫn có giới hạn về tài nguyên so với các cụm GPU chuyên dụng, có thể ảnh hưởng đến khả năng mở rộng của hệ thống. Để cải thiện hiệu suất của OLB-SLAM3, các hướng nghiên cứu có thể tập trung vào: i) Tối ưu hóa thuật toán: Nghiên cứu các phương pháp tối ưu hóa hơn nữa cho thuật toán SLAM, nhằm giảm thiểu độ trễ trong quá trình xử lý và cải thiện độ chính xác; ii) Mở rộng tính khả thi: Tìm

kiếm các kiến trúc GPU khác, hoặc thậm chí là các giải pháp kết hợp đa dạng hơn, chẳng hạn như sử dụng máy học để cải thiện khả năng nhận diện và so khớp đặc trưng.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được thực hiện nhờ sự tài trợ từ đề tài cấp Bộ Khoa học và Công nghệ: “Nghiên cứu thiết kế, chế tạo thiết bị Lidar 3D cầm tay quét hiện trường”. Các tác giả xin chân thành cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] S. Jung, S. Park, K.T. Lee (2021), “Pose tracking of moving sensor using monocular camera and IMU sensor”, *KSII Transactions on Internet and Information Systems*, **15**(8), pp.3011-3024, DOI: 10.3837/tiis.2021.08.017.
- [2] C. Campos, R. Elvira, J.J.G. Rodríguez, et al. (2021), “ORB-SLAM3: An accurate open-source library for visual-inertial and multimap SLAM”, *IEEE Transactions on Robotics*, **37**(6), pp.1874-1890, DOI: 10.1109/TRO.2021.3075644.
- [3] A. Aguiar, F. Santos, A.J. Sousa, et al. (2019), “FAST-FUSION: An improved accuracy omnidirectional visual odometry system with sensor fusion and GPU optimization for embedded low cost hardware”, *Applied Sciences*, **9**(24), DOI: 10.3390/app9245516.
- [4] D.G. López, J.D. Tardós (2012), “Bags of binary words for fast place recognition in image sequences”, *IEEE Transactions on Robotics*, **28**(5), pp.1188-1197, DOI: 10.1109/TRO.2012.2197158.
- [5] R.M. Arta, J.M.M. Montiel, J.D. Tardós (2015), “ORB-SLAM: A versatile and accurate monocular SLAM system”, *IEEE Transactions on Robotics*, **31**(5), pp.1147-1163, DOI: 10.1109/TRO.2015.2463671.
- [6] E. Rublee, V. Rabaud, K. Konolige, et al. (2011), “ORB: An efficient alternative to SIFT or SURF”, *2011 International Conference on Computer Vision*, pp.2564-2571, DOI: 10.1109/ICCV.2011.6126544.
- [7] E. Rosten, T. Drummond (2006), “Machine learning for high-speed corner detection”, *Computer Vision - ECCV 2006*, Springer, **3951**, DOI: 10.1007/11744023_34.
- [8] D. Lowe (2004), “Distinctive image features from scale-invariant keypoints”, *International Journal on Computer Vision (IJCV)*, **60**, pp.91-110, DOI: 10.1023/B:VISI.0000029664.99615.94.
- [9] H. Bay, T. Tuytelaars, L.V. Gool (2006), “SURF: Speeded up robust features”, *Computer Vision - ECCV 2006*, Springer, **3951**, DOI: 10.1007/11744023_32.
- [10] M. Calonder, V. Lepetit, C. Strecha, et al. (2010), “BRIEF: Binary robust independent elementary features”, *Computer Vision - ECCV 2010*, Springer, pp.778-792, DOI: 10.1007/978-3-642-15561-1_56.
- [11] J. Rehder, J. Nikolic, T. Schneider, et al. (2016), “Extending kalibr: Calibrating the extrinsics of multiple IMUs and of individual axes”, *2016 IEEE International Conference on Robotics and Automation (ICRA)*, pp.4304-4311, DOI: 10.1109/ICRA.2016.7487628.
- [12] S. Aldegheri, N. Bombieri, D.D. Bloisi, et al. (2016), “Data flow ORB-SLAM for real-time performance on embedded GPU boards”, *2019 IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems (IROS)*, pp.5370-5375, DOI: 10.1109/IROS40897.2019.8967814.

Nghiên cứu, thiết kế hệ thống giám sát thời gian thực xe nâng hàng trong nhà máy sử dụng công nghệ băng thông siêu rộng

Nguyễn Quốc Hưng¹, Nguyễn Văn Dũng², Trần Hùng Mạnh¹, Nguyễn Hoàng Long¹, Trần Hà³, Nguyễn Văn Đưa^{1*}

¹Trung tâm Công nghệ Vi điện tử và Tin học, Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

²Công ty TNHH Phần mềm FPT, 10 Phạm Văn Bạch, phường Dịch Vọng, quận Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

³Trung tâm Ươm tạo Công nghệ và Doanh nghiệp Khoa học Công nghệ, Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 26/7/2024; ngày chuyển phân biên 1/8/2024; ngày nhận phân biên 20/8/2024; ngày chấp nhận đăng 24/8/2024

Tóm tắt:

Hệ thống định vị thời gian thực (real-time locating system - RTLS) được ứng dụng rộng rãi trong các nhà máy giúp xác định, theo dõi và giám sát thời gian thực vị trí không gian của các thực thể được gắn thẻ bên trong nhà máy. Bằng cách cung cấp dữ liệu thời gian thực, RTLS nâng cao quy trình ra quyết định, cho phép phản ứng nhanh hơn với các điều kiện thay đổi và cải thiện an toàn trong môi trường sản xuất. Bài báo trình bày về nghiên cứu và thiết kế hệ thống quản lý, theo dõi thời gian thực các phương tiện di chuyển tại kho hàng trong nhà máy sử dụng công nghệ băng thông siêu rộng ultra-wideband (UWB) độ chính xác cao. Trong nghiên cứu này, hệ phần cứng và phần mềm được nhóm nghiên cứu tiến hành thiết kế và xây dựng. Hệ thống phần cứng định vị bao gồm các bộ xử lý trung tâm (anchor) và các thẻ (tag) định vị được gắn trên vật cần giám sát. Phần mềm quản lý giám sát được xây dựng trên nền tảng web có chức năng giám sát thời gian thực vật thể di chuyển, hiển thị lịch sử, tần suất di chuyển và cảnh báo khi thiết bị đi vào vùng cấm. Kết quả thử nghiệm cho thấy, hệ thống hoạt động ổn định với diện tích vùng thử nghiệm là 400 m² (với 4 anchor) và 1.200 m² (với 8 anchor), sai số vị trí nhỏ hơn 50 cm.

Từ khóa: băng thông siêu rộng, hệ thống định vị thời gian thực, xe nâng hàng.

Chỉ số phân loại: 1.2, 2.2, 2.3

Research and design of a real-time forklift monitoring system in factories using ultra-wideband technology

Quoc Hung Nguyen¹, Van Dung Nguyen², Hung Manh Tran¹, Hoang Long Nguyen¹,
Ha Tran³, Van Dua Nguyen^{1*}

¹Center for Microelectronics and Information Technology, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

²FPT Software Company Limited, 10 Pham Van Bach Street, Dich Vong Ward, Cau Giay District, Hanoi, Vietnam

³Nacentech Technology and Business Incubator Center, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

Received 26 July 2024; revised 20 August 2024; accepted 24 August 2024

Abstract:

Real-time locating system (RTLS) is widely used in factories to identify, track, and monitor the real-time spatial location of tagged entities within the factory premises. By providing real-time data, RTLS enhances decision-making processes, enabling faster responses to changing conditions and improving safety within the manufacturing environment. This article presents the research and design of an advanced system for managing and monitoring the real-time movement of vehicles within a factory's warehouse using ultra-wideband (UWB) technology, known for its high precision in positioning applications. In this study, the authors designed and built both hardware and software components. The hardware system comprises central processing units (acting as anchors) and positioning tags attached to the monitored items. The management software, built on a web platform, includes functions to monitor the real-time movement of objects, display history, track movement frequency, and issue alerts when devices enter restricted areas. Test results show that the system operates stably in a test area of 400 m² (with 4 anchors) and 1,200 m² (with 8 anchors), with a position error of less than 50 cm.

Keywords: forklift, real-time locating system, ultra-wideband.

Classification numbers: 1.2, 2.2, 2.3

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

1. Đặt vấn đề

Ngày nay, việc ứng dụng công nghệ vào quản lý tập trung và số hóa nhà máy công nghiệp đã và đang giúp nâng cao năng suất vượt trội với các đơn vị áp dụng. Trong đó, giải pháp công nghệ định vị thời gian thực RTLS (real-time locating system) được ứng dụng rộng rãi vì những hiệu quả mang lại như: cập nhật thông tin một cách trực tiếp và nhất quán, nâng cao công tác quản lý nhà máy, đặc biệt ở các khâu sản xuất và lưu kho bãi nhờ việc theo dõi thời gian thực các đối tượng trong một phạm vi nhất định, từ đó có được thông tin chính xác về vị trí và tình trạng của đối tượng cần theo dõi, phát hiện ra các điểm nghẽn trong quy trình sản xuất để kịp thời cải tiến. Theo thống kê, chi phí bốc dỡ hàng hóa trong kho lớn dành cho xe nâng chiếm đến hơn 55% tổng chi phí vận hành của toàn bộ nhà kho [1, 2]. Đặc biệt trong những nhà kho cỡ vừa và lớn (diện tích trên 3000 m²), ngoài việc theo dõi và quản lý được số lượng nhập và xuất kho, việc tìm kiếm chính xác vị trí hàng hóa cần bốc dỡ, tránh sai sót trong quá trình xuất nhập cũng được quan tâm đặc biệt.

Trong việc quản lý kho hàng tại nhà máy hiện nay, công nghệ RTLS được dùng để quản lý vào/ra, di chuyển của một đối tượng (ví dụ như xe nâng, xe tự hành, người lao động) trong một không gian xác định. Các thông tin được định danh với đối tượng đó khi được phát hiện vào vùng hoạt động của thiết bị RTLS sẽ được cập nhật lên hệ thống quản lý tập trung. Việc giám sát đối tượng di chuyển trong kho hàng của nhà máy (như xe nâng, xe tự hành...) là vấn đề quan trọng giúp nâng cao hiệu quả giám sát, giảm tiêu hao và nâng cao hiệu suất lao động [1].

Hiện nay, một số công nghệ xác định vị trí chính xác trong nhà đã được áp dụng, như công nghệ định vị dựa vào cường độ sóng (received signal strength indicator - RSSI) bằng cách ứng dụng sóng Wi-Fi, sóng Bluetooth,... Phương pháp này sử dụng hệ thống định vị dựa trên Wi-Fi xác định vị trí của các thiết bị có Wi-Fi được kích hoạt (ví dụ: điện thoại thông minh, máy tính bảng) và thẻ Wi-Fi. Độ chính xác khi sử dụng công nghệ RSSI để định vị chỉ đạt $\pm 3-5$ m trong điều kiện lý tưởng trong nhà [3]. Độ chính xác định vị có thể đạt được phụ thuộc vào các điều kiện như phản xạ trong hành lang và sự che chắn của tín hiệu từ các bức tường hoặc cơ thể của chính người dùng. Do đó, công nghệ này không phù hợp để áp dụng tạo ra một hệ RTLS đòi hỏi độ chính xác cao và chống nhiễu tốt. Bên cạnh các phương pháp đã nêu, hệ thống định vị trong nhà cricket cũng được nhiều nhóm quan tâm nghiên cứu [4-6]. Cricket là một dịch vụ hỗ trợ định vị kết hợp giữa sóng RF và sóng siêu âm. Hệ thống cricket đo khoảng cách giữa thiết bị phát tín hiệu không dây, cố định (beacon) và thiết bị nhận tín hiệu (listener) dựa trên kỹ thuật đo thời gian chênh lệch của tín hiệu đến (TDOA - time difference of arrival) giữa tín hiệu radio (RF) và tín hiệu siêu âm và tính toán tọa độ của đối tượng. Với phương pháp này, hệ thống này có thể đạt được độ chính xác định vị nhỏ hơn 10 cm. Tuy nhiên, hệ thống cricket có hạn chế hơn về khả năng mở rộng hệ thống so với công nghệ định vị sử dụng UWB.

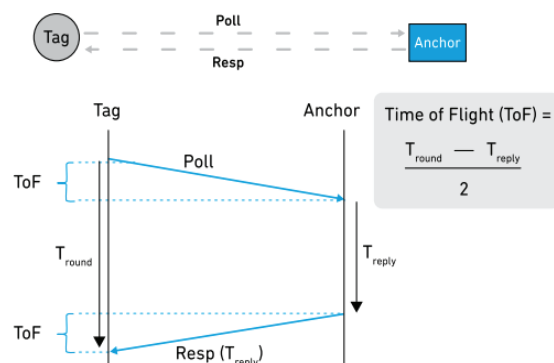
Việc ứng dụng UWB trong định vị, giám sát xe nâng hàng hoặc xe tự hành (AGV - automated guided vehicle) trong nhà máy có nhiều ưu điểm như: tốc độ truyền dẫn cao, tiêu thụ năng lượng thấp và khả năng miễn nhiễm đa đường cao [7]. Nhiều nghiên cứu đã chỉ ra việc ứng dụng công nghệ định vị UWB trong giám sát xe nâng, AGV có thể giúp giám sát thời gian thực thiết bị và giúp đảm bảo an toàn trong nhà máy sản xuất [2, 8]. Trong nghiên cứu này, nhóm nghiên cứu tập trung vào thiết kế, chế tạo hệ thống bao gồm phần mềm và phần cứng thiết bị định vị sử dụng công nghệ băng thông rộng UWB và phương pháp định vị TWR (two way ranging). Hệ thống được tiến hành thử nghiệm và đánh giá độ ổn định, độ chính xác trong điều kiện môi trường không có vật cản và trong môi trường nhà máy.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Phương pháp định vị TWR

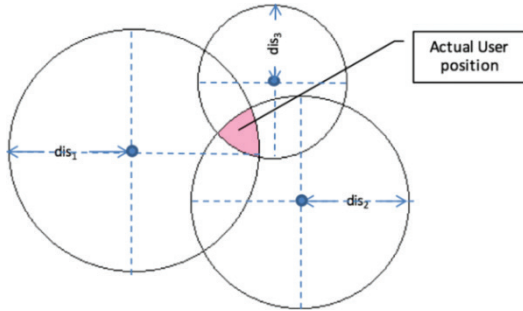
Trong các phương pháp định vị hiện nay, có bốn phương pháp thường được sử dụng là PDOA (phase difference of arrival), TDOA (time difference of arrival), TWR (two way ranging) và RSS (received signal strength). Trong đó, phương pháp PDOA và TDoA cho ra vị trí chính xác và ổn định hơn phương pháp TWR. Tuy nhiên, để thực hiện hai phương pháp trên cần có phần cứng tốt hơn và đảm bảo đồng bộ chính xác thời gian ở các thiết bị. Bên cạnh đó, việc tính toán và xử lý sẽ phức tạp hơn. Vì vậy, trong nghiên cứu này, nhóm nghiên cứu lựa chọn phương pháp định vị TWR và sử dụng bộ lọc Kalman để xử lý dữ liệu.

Phương pháp TWR sử dụng thời gian truyền sóng của một tín hiệu giữa hai thiết bị thẻ (tag) và thiết bị mỏ neo (anchor), nguyên lý hoạt động được thể hiện ở hình 1. Quá trình giao tiếp được chia ra làm hai phần: (1) Tag thực hiện gửi một bản tin truy vấn (poll) đến một hoặc nhiều anchor; (2) Anchor sau khi nhận được bản tin poll sẽ phản hồi lại bản tin (bản tin resp) cho tag. Các mốc thời gian khi bắt đầu truyền và nhận các bản tin sẽ được lưu lại để tính được thời gian bay của bản tin, sau đó nhân với tốc độ của ánh sáng để thu được khoảng cách giữa hai thiết bị: $d = ToF \times c$. Trong đó, d là khoảng cách; ToF là thời gian truyền dữ liệu tín hiệu từ tag đến anchor; c là tốc độ ánh sáng.



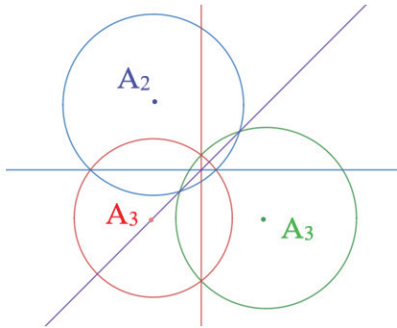
Hình 1. Minh họa hoạt động của TWR [9].

Phương pháp này chỉ yêu cầu các thiết bị xác định được thời gian truyền nhận tín hiệu chính xác, không yêu cầu các thiết bị cần đồng bộ thời gian với nhau. Khi biết được ít nhất ba khoảng cách tới ba anchor khác nhau, tag có thể tính được tọa độ của nó bằng phương pháp trilateration (hình 2).



Hình 2. Phương pháp trilateration.

Trong trường hợp lý tưởng, khoảng cách đo được chính xác giao điểm của ba đường tròn chính là vị trí cần tìm. Còn trong trường hợp có sai số, ba đường tròn sẽ không cắt nhau tại cùng một điểm mà cắt nhau từng đôi một. Lúc này, vị trí của vật nằm trong vùng giao nhau giữa ba đường tròn. Để chọn được tọa độ trong vùng này ta sẽ tiến hành biến đổi hệ phương trình đường tròn sang hệ phương trình đường thẳng (hình 3). Kết quả của hệ phương trình sẽ là tọa độ cần tính.



Hình 3. Minh họa tính toán của phương pháp trilateration.

Giả sử vị trí của ba mốc đặt cùng độ cao có tọa độ lần lượt là $A_1(x_1, y_1, z_0)$, $A_2(x_2, y_2, z_0)$, $A_3(x_3, y_3, z_0)$. Khoảng cách từ đối tượng đến ba mốc lần lượt là r_1, r_2, r_3 . Từ đó thu được hệ phương trình:

$$\begin{cases} (x - x_1)^2 + (y - y_1)^2 + (z - z_0)^2 = r_1^2 \\ (x - x_2)^2 + (y - y_2)^2 + (z - z_0)^2 = r_2^2 \\ (x - x_3)^2 + (y - y_3)^2 + (z - z_0)^2 = r_3^2 \end{cases} \quad (1)$$

Khai triển hệ phương trình (1) ta thu được phương trình đường thẳng là giao điểm của các đường tròn:

$$\begin{cases} 2x(x_1 - x_2) + 2y(y_1 - y_2) = r_2^2 - r_1^2 - x_1^2 + x_2^2 - y_1^2 + y_2^2 \\ 2x(x_1 - x_3) + 2y(y_1 - y_3) = r_3^2 - r_1^2 - x_1^2 + x_3^2 - y_1^2 + y_3^2 \end{cases} \quad (2)$$

Giải hệ phương trình (2) bằng phương pháp Cramer ta được phương trình (3):

$$\begin{cases} Ax + By = C \\ Dx + Ey = F \end{cases} \quad (3)$$

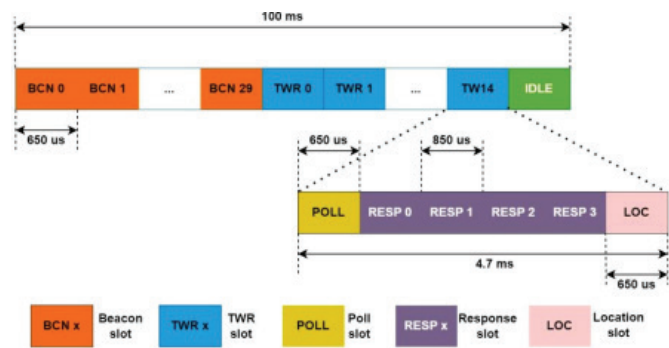
Như vậy tọa độ của đối tượng là:

$$\begin{cases} x = \frac{CE - FB}{EA - BD} \\ y = \frac{CD - AF}{BD - AE} \end{cases} \quad (4)$$

2.2. Phương pháp đa truy cập người dùng (time division multiple access - TDMA)

Hệ thống được thiết kế với nhiều tag và anchor truyền nhận dữ liệu bằng phương pháp TWR. Do đó, tại mỗi thời điểm, mỗi tag sẽ chủ động gửi các gói tin request đến anchor cụ thể, thu thập các tín hiệu phản hồi về từ các anchor đó và gửi đến hệ thống server để tính toán vị trí. Do các tag và anchor cùng hoạt động trên một dải tần số giống nhau, nên để hoạt động đồng thời, tránh xung đột đường truyền dẫn đến lỗi gói tin, gây nhiễu và giảm độ chính xác, nhóm nghiên cứu đã tiến hành giải quyết vấn đề trên bằng cách sử dụng phương pháp TDMA. TDMA sử dụng trong thiết kế này nhằm chia sẻ tài nguyên thời gian trên cùng một kênh truyền, điều phối hoạt động của từng thiết bị theo từng khoảng thời gian quy định. Từ đó, tại mỗi thời điểm chỉ có một thiết bị được phép truyền/nhận dữ liệu. Giúp khắc phục hoàn toàn vấn đề xung đột đường truyền, giúp hệ thống có thể mở rộng khả năng hoạt động đồng thời nhiều thiết bị.

Phương pháp này quy định tất cả các thiết bị trong mạng phải hoạt động theo một khung truyền chính (superframe - SF) được giữ nhịp bởi một thiết bị anchor chính (hình 4). Các khung SF này được chia thành các khe thời gian nhỏ (slot) và mỗi slot được quy định chức năng, độ dài cụ thể và được các thiết bị đăng ký. Các thiết bị sau khi đã đăng ký slot mới được phép truyền/nhận gói tin trong mạng. Trong đó, khoảng thời gian các anchor được phép truyền/nhận các gói tin để đồng bộ thời gian với anchor chính được gọi là beacon slot (BCN slot), khoảng thời gian các tag được phép truyền/nhận các gói tin TWR với các anchor được gọi là TWR slot.

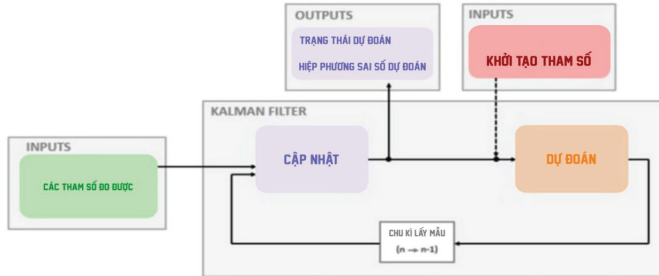


Hình 4. Cấu trúc khung truyền chính của hệ thống.

Trong thiết kế này, các khung SF được giữ một độ dài cố định, căn cứ theo tần số cập nhật của hệ thống, thông thường là 100 ms với tần số cập nhật là 10 Hz. Giả sử độ dài thời gian tối thiểu của 1 BCN slot và TWR slot lần lượt là T_{BCN} (ms) và T_{TWR} (ms), số lượng tag và anchor lần lượt là N_{tag} và N_{anchor} , ta có thể tính được tần số (F) cập nhật của hệ thống theo phương trình:

$$F = \frac{1000}{N_{Anchor} \times T_{BCN} + N_{Tag} \times T_{TWR}} \quad (5)$$

2.3. Bộ lọc Kalman



Hình 5. Sơ đồ khối của bộ lọc Kalman [10].

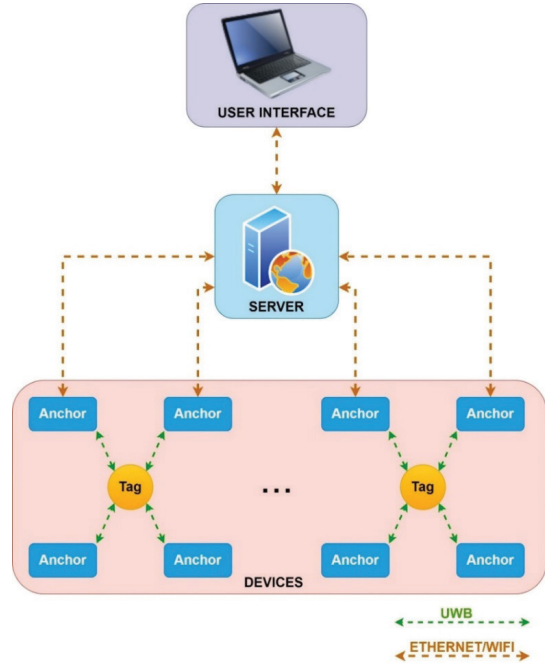
Thông thường, dữ liệu tính toán vị trí của tag không ổn định do ảnh hưởng của nhiễu và vật cản. Do đó, bộ lọc Kalman đơn giản được sử dụng để xử lý lại tọa độ của tag, nhằm nâng cao độ chính xác và ổn định của kết quả đo. Cấu trúc của bộ lọc Kalman đơn giản được mô tả trong hình 5.

Nguyên lý hoạt động của bộ lọc Kalman đơn giản [10] được thể hiện thông qua ba quá trình chính. Quá trình khởi tạo bộ lọc được thiết lập một lần duy nhất khi bắt đầu sử dụng, với việc thiết lập các giá trị ban đầu cho các biến trạng thái và ma trận hiệp phương sai. Tiếp theo, trong giai đoạn dự đoán, bộ lọc dựa trên trạng thái hiện tại và mô hình chuyển động để dự đoán trạng thái tiếp theo, đồng thời cập nhật ma trận hiệp phương sai dựa trên thông tin hiện tại và của quá trình chuyển đổi. Cuối cùng, trong quá trình cập nhật, bộ lọc tích hợp dữ liệu đo thực tế với các dự đoán trước đó để cải thiện ước lượng trạng thái. Độ lợi Kalman được tính toán, sử dụng để điều chỉnh ước lượng trạng thái và cập nhật ma trận hiệp phương sai nhằm tăng độ chính xác và ổn định của kết quả đo lường.

Trong thiết kế này, bộ lọc Kalman được sử dụng nhằm ổn định giá trị tính toán vị trí của tag thông qua phép tính trilateration của phương pháp TWR. Các tính toán vị trí bằng trilateration và bộ lọc Kalman đơn giản được chạy trên Server của hệ thống.

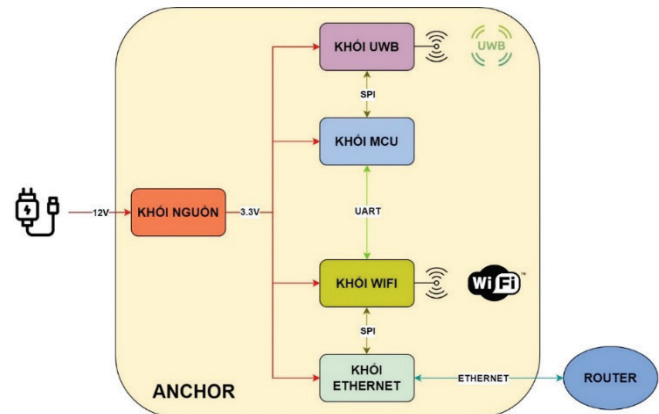
2.4. Thiết kế hệ thống

Mô hình hoạt động của hệ thống (hình 6) gồm hệ thiết bị phần cứng (bao gồm anchor và tag) và phần mềm quản lý giám sát. Trong đó, tag được gắn trên đối tượng hoặc người cần được theo dõi vị trí. Thiết bị định vị giao tiếp với anchor và tính toán vị trí của chúng dựa trên thời gian truyền nhận dữ liệu của tín hiệu. anchor là các thiết bị cố định trong không gian, được đặt ở vị trí đã biết trước và được sử dụng giao tiếp với tag xung quanh. Các anchor được đặt sao cho vùng phủ sóng UWB chồng lấn, đủ để có thể xác định vị trí của thiết bị định vị và hạn chế ảnh hưởng của vật cản nhất có thể. Dữ liệu từ các tag và anchor được gửi đến hệ thống xử lý và phân tích để tính toán vị trí thời gian thực. Kết quả có thể được hiển thị trên giao diện người dùng, bản đồ hoặc tích hợp với các hệ thống khác.



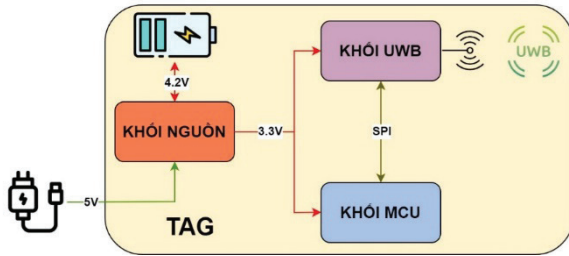
Hình 6. Mô hình hoạt động hệ thống sử dụng công nghệ UWB.

Hình 7 thể hiện sơ đồ khối của thiết bị anchor. Trong thiết kế này, mô đun DWM1000 sử dụng chip DW1000 của Qorvo được lựa chọn để sử dụng cho việc truyền nhận tín hiệu UWB. DWM1000 hỗ trợ hai phương pháp định vị là TWR và TDOA cho độ chính xác lên đến 10 cm. Module hỗ trợ 4 kênh truyền từ 3.5 GHz đến 6.5 GHz và giao tiếp với khối xử lý trung tâm qua giao thức SPI. Vi xử lý STM32F407VET6 được lựa chọn sử dụng để phục vụ tính toán, xử lý dữ liệu từ module DWM1000 trả về. Bên cạnh đó, thiết bị anchor có sử dụng đồng thời kết nối Wifi và Ethernet cho việc truyền nhận dữ liệu lên Server. Nguồn điện cung cấp cho thiết bị là nguồn một chiều 12 V.



Hình 7. Sơ đồ khối thiết bị anchor.

Hình 8 thể hiện sơ đồ khối của thiết bị tag. Trong thiết kế này, khối UWB sử dụng module DWM1000, vi xử lý trung tâm STM32F407VET6 được lựa chọn là khối xử lý trung tâm (MCU) cho thiết bị tag. Thiết bị tag sử dụng nguồn pin có chức năng sạc xả tích hợp trên mạch.

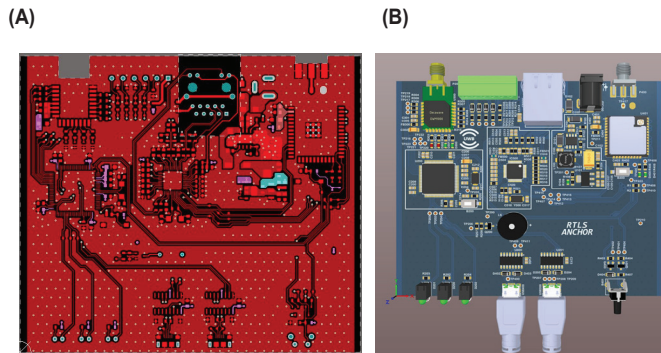


Hình 8. Sơ đồ khối thiết bị tag.

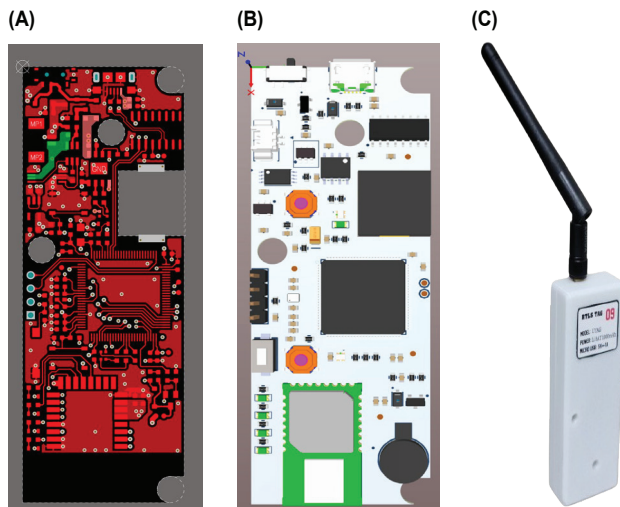
Trong hệ thống này, phần mềm quản lý và giám sát được thiết kế trên nền tảng WEB APP và sử dụng giao thức message queuing telemetry transport (MQTT) làm giao thức truyền nhận dữ liệu từ anchor về server. Phần mềm có các chức năng hiển thị bản đồ nhà máy, vị trí lắp đặt của các anchor; hiển thị vị trí thời gian thực các tag; hiển thị lịch sử quãng đường di chuyển của tag trên bản đồ.

3. Kết quả và bàn luận

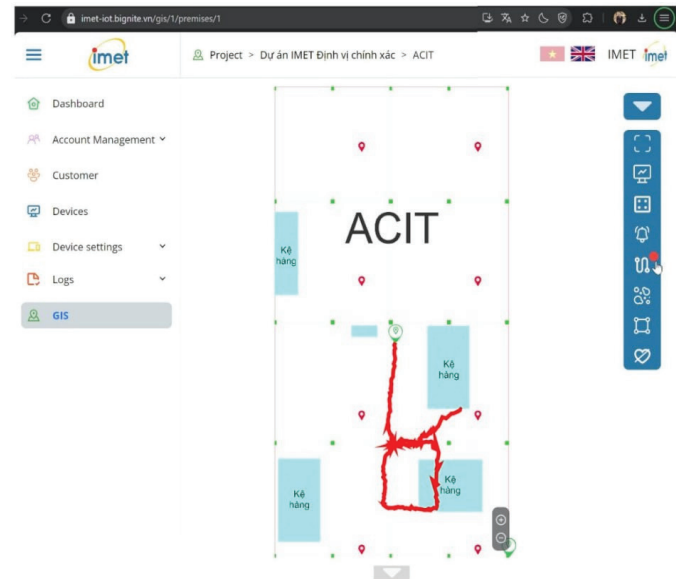
Hình 9 và 10 thể hiện bản vẽ mạch in, bản vẽ thiết kế 3D và thiết bị anchor, tag được nhóm thiết kế và chế tạo. Hình 11 thể hiện giao diện phần mềm theo dõi, giám sát và quản lý tại trung tâm.



Hình 9. Hình ảnh mạch in (A), thiết kế 3D (B).



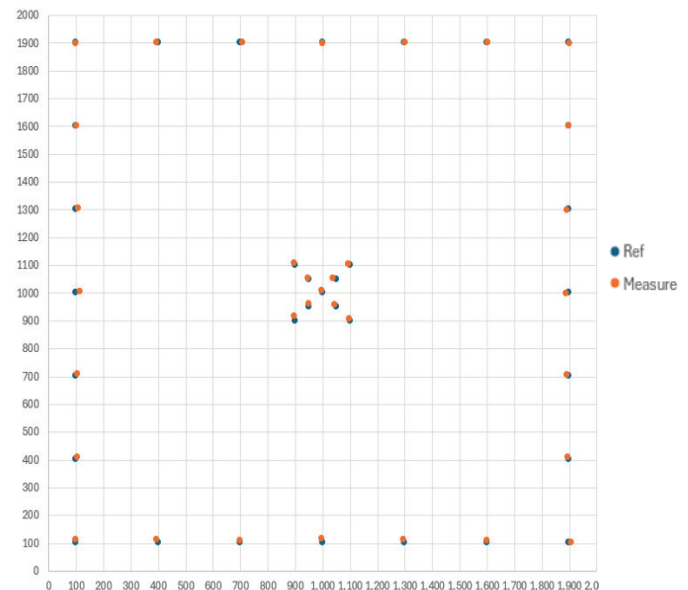
Hình 10. Hình ảnh mạch in (A), thiết kế 3D (B), thiết bị tag (C).



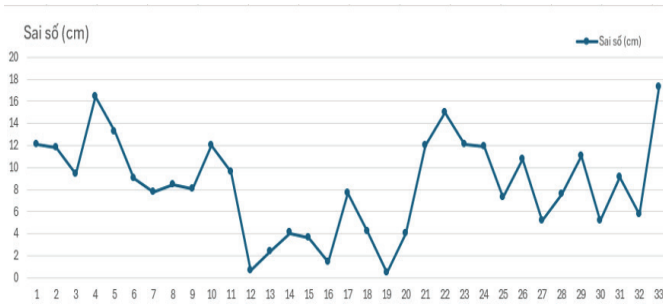
Hình 11. Giao diện phần mềm theo dõi, giám sát và quản lý.

3.1. Thử nghiệm 1: Thử nghiệm đánh giá sai số của thiết bị tag ở trạng thái tĩnh, trong môi trường không vật cản

Trong thử nghiệm này, nhóm tiến hành lắp đặt 4 anchor tại 4 góc của hình vuông có kích thước 20x20 m, cách mặt đất 1,5 m. Các thiết bị tag sau đó được di chuyển đến các điểm đo tĩnh theo các đường hình vuông kích thước 19x19 m, đồng tâm với hình vuông đặt 4 anchor, mỗi điểm cách nhau 3 m. Thực hiện tiến hành đo 05 lần cho các điểm đo và ghi nhận kết quả trả về từ phần mềm. Hình 12 và 13 thể hiện kết quả trả về giữa giá trị đo được và giá trị thực. Kết quả thử nghiệm cho thấy, sai số lớn nhất của vị trí đo thiết bị trả về với vị trí thực tế không vượt quá 20 cm.



Hình 12. Kết quả hình vẽ thể hiện tương quan giữa giá trị vị trí tag trả về (chấm màu đỏ) và vị trí thực tế (chấm màu xanh).

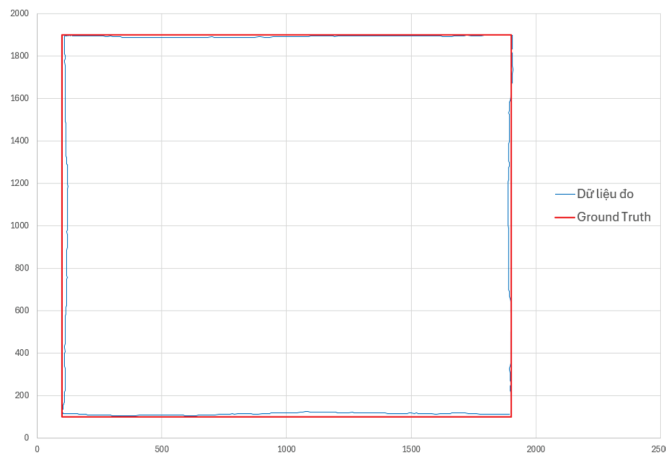


Hình 13. Đồ thị đánh giá sai số vị trí giữa thiết bị trả về và vị trí thực tế.

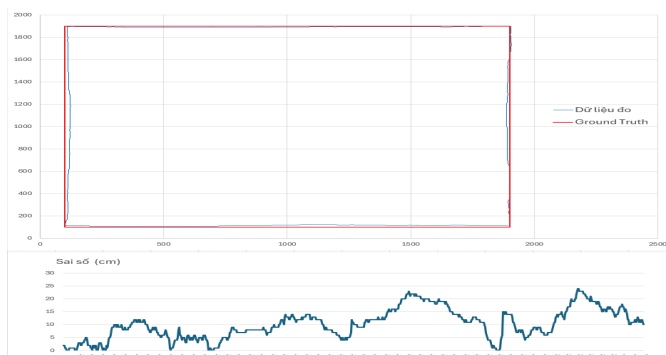
3.2. Thử nghiệm 2: Thử nghiệm đánh giá sai số của thiết bị tag ở trạng thái di chuyển, trong môi trường không vật cản

Trong thử nghiệm này, nhóm tiến hành đánh giá sai số của thiết bị khi di chuyển. Tiến hành lắp đặt 4 anchor tại 4 góc của hình vuông có kích thước 20x20 m và cách mặt đất 1,5 m. Thiết bị tag được di chuyển theo đường kẻ sẵn là các cạnh hình vuông kích thước 19x19 m, đồng tâm với hình vuông đặt 4 anchor. Giá trị thời gian thực dữ liệu trả về được nhóm ghi nhận và tiến hành đánh giá sai số của hệ thống.

Hình 14 và 15 thể hiện kết quả và sai số giữa thiết bị trả về và giá trị tham chiếu. Kết quả cho thấy, khi tag di chuyển theo đường tham chiếu cố định, thiết bị trả về có sai số không quá 25 cm.



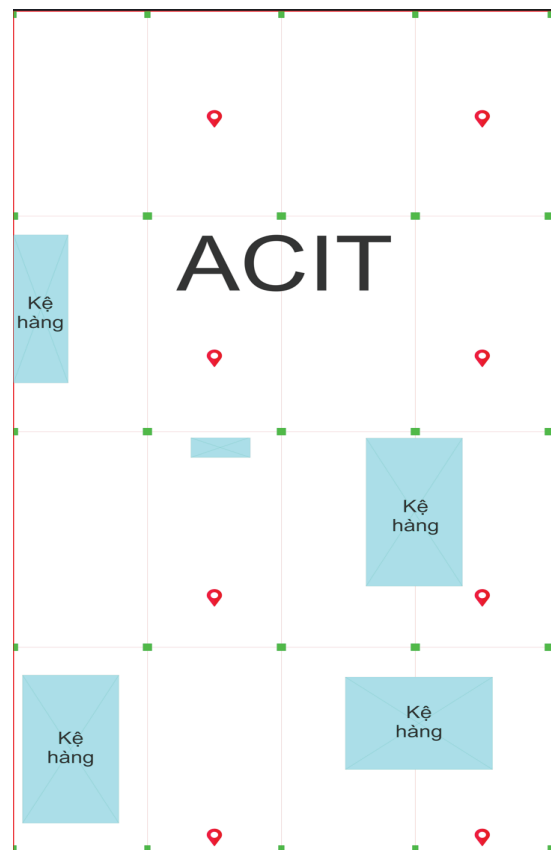
Hình 14. Kết quả hình vẽ thể hiện tương quan giữa giá trị trả về từ thiết bị tag (đường màu xanh) và đường tham chiếu (đường màu đỏ).



Hình 15. Sai số vị trí khi thiết bị tag di chuyển.

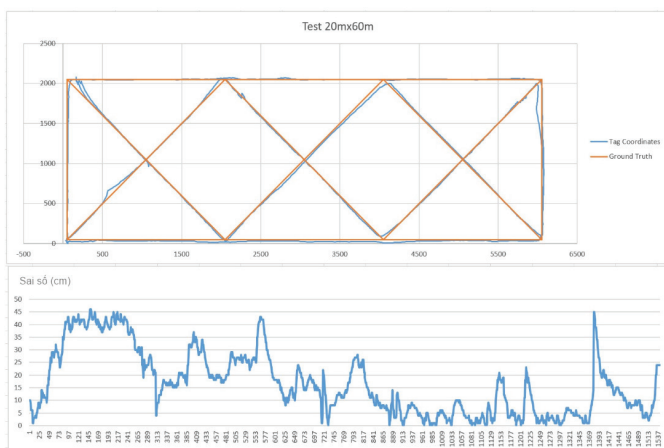
3.3. Thử nghiệm 3: Tiến hành thử nghiệm đánh giá hoạt động hệ thống trong môi trường nhà kho

Nhóm nghiên cứu tiến hành thử nghiệm hệ thống tại nhà kho T3, Công ty Cổ phần Kỹ thuật Công nghiệp Á Châu (AICT) tại Lô CN1-11B-3, khu CNC1, Khu Công nghệ cao Hòa Lạc, huyện Thạch Thất, TP Hà Nội. Vị trí lắp đặt 8 anchor được lắp đặt như trên hình 16. Các anchor được đặt cách nhau lần lượt 20 m, phạm vi định vị là 20x60 m. Chiều cao anchor là 5 m. Thiết bị tag được gắn trên cột cao 1,5 m và di chuyển theo đường biên đã định sẵn trên sàn. Đối với thử nghiệm xe nâng hàng, thiết bị tag được gắn trên nóc xe nâng hàng và di chuyển trong nhà máy với tốc độ nhỏ hơn 5 km/h. Kết quả vị trí được thể hiện trên phần mềm quản lý.

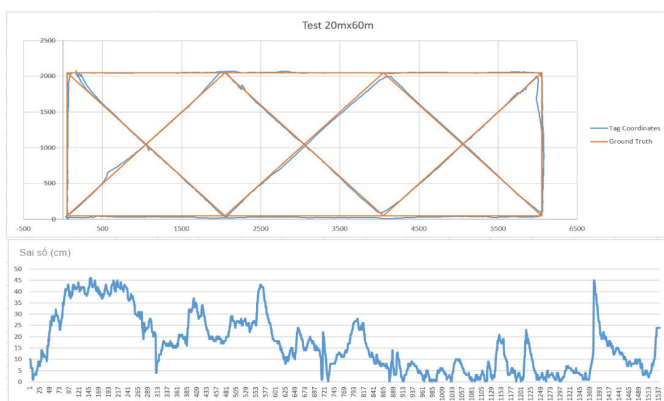


Hình 16. Bản đồ mặt bằng nhà kho T3.

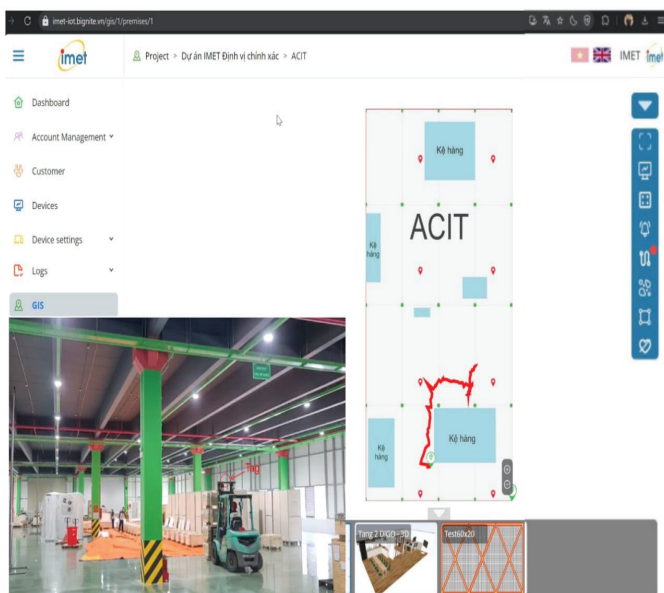
Nhận xét: kết quả thử nghiệm khi di chuyển tag theo đường tham chiếu màu cam (hình 17) và đồ thị sai số giữa thiết bị trả về với đường tham chiếu (hình 18) cho thấy trong môi trường nhà xưởng, có vật cản và không gian rộng thì sai số vị trí lớn nhất đạt 45 cm. Khi tiến hành lắp đặt lên xe nâng di chuyển với tốc độ nhỏ hơn 5 km/h, theo dõi trên phần mềm, hệ thống hoạt động ổn định (hình 19). Trong một số trường hợp, với các kệ hàng cao trên 1,5 m, che chắn tầm nhìn giữa tag và anchor thì kết quả trả về vị trí chậm và có sai lệch nhiều so với vị trí thực tế.



Hình 17. Hình ảnh tương quan giữa kết quả định vị trả về (đường màu xanh) với đường thử nghiệm tham chiếu (màu cam).



Hình 18. Sai số giữa giá trị thiết bị trả về so với đường thử nghiệm tham chiếu.



Hình 19. Lắp đặt vị trí tag lên xe nâng và theo dõi di chuyển trên phần mềm.

4. Kết luận

Bài báo trình bày về nghiên cứu, thiết kế hệ thống định vị thời gian thực cho xe nâng hàng sử dụng công nghệ định vị UWB. Hệ thống được thử nghiệm trong môi trường không có vật cản và trong môi trường nhà máy cho kết quả hệ thống hoạt động ổn định, diện tích bao phủ đạt đến 400 m² (với 4 anchor) và 1.200 m² (với 8 anchor). Sai số vị trí thử nghiệm nhỏ hơn 50 cm. Kết quả thử nghiệm cho thấy, hệ thống hoàn toàn đáp ứng để ứng dụng vào quản lý xe nâng trong nhà máy, giúp hỗ trợ tốt hơn công tác quản lý, vận hành xe nâng. Trong thời gian tới, nhóm nghiên cứu sẽ tiếp tục phát triển các thuật toán xử lý trong trường hợp có vật cản và nghiên cứu sử dụng phương pháp định vị TDOA để nâng cao độ chính xác, kéo dài thời gian hoạt động cho thiết bị tag.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được tài trợ bởi đề tài cấp Bộ Khoa học và Công nghệ: “Nghiên cứu, ứng dụng công nghệ băng thông siêu rộng (ultra-wideband - UWB) độ chính xác cao trong quản lý theo dõi giám sát thời gian thực các phương tiện di chuyển tại kho hàng trong nhà máy” theo Hợp đồng số 12/2023/HĐ-ĐTCB ngày 20/02/2023. Các tác giả xin trân trọng cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] E. Bottani, R. Montanari, M. Rinaldi, et al. (2015), *Intelligent Techniques in Engineering Management: Theory and Applications*, Springer International Publishing: Cham, Switzerland, pp.645-667, DOI: 10.1007/978-3-319-17906-3.
- [2] A. Motroni, A. Buffi, A. Nepa (2021), “Forklift tracking: Industry 4.0 implementation in large-scale warehouses through UWB sensor fusion”, *Appl. Sci.*, **11**(22), DOI: 10.3390/app112210607.
- [3] G. Oguntala, R.A. Alhameed, S. Jones, et al. (2018), “Indoor location identification technologies for real-time IoT-based applications: An inclusive survey”, *Comput. Sci. Rev.*, **30**, pp.55-79, DOI: 10.1016/j.cosrev.2018.09.001.
- [4] Z. Zou, Z. Wang, H. Xie, et al. (2018), “Indoor vehicle navigation by cricket location system with position estimation”, *IEEE International Conference on RFID Technology & Application (RFID-TA)*, pp.1-6, DOI: 10.1109/RFID-TA.2018.8552769.
- [5] N.B. Priyantha, A. Chakraborty, H. Balakrishnan, et al. (2020), “The cricket location-support system”, *Proceedings of The 6th Annual International Conference on Mobile Computing and Networking*, **6**(11), pp.32-43, DOI: 10.1145/345910.345917.
- [6] A.L. Crețu-Sîrcu, H. Schiøler, J.P. Cederholm, et al. (2022), “Evaluation and comparison of ultrasonic and UWB technology for Indoor localization in an industrial environment”, *Sensors*, **22**(8), DOI: 10.3390/s22082927.
- [7] L. Zhao, E.T. Psota, L.C. Perez (2014), “A comparison between UWB and TDOA systems for smart space localization”, *IEEE Int. Conf. Electro. Inf. Technol.*, pp.79-83, DOI: 10.3390/s22082927.
- [8] L.Z. Cadenas, I. Velez, J.E. Sierra-Garcia (2021), “UWB-based safety system for autonomous guided vehicles without hardware on the Infrastructure”, *IEEE Access*, pp.96430-96443, DOI: 10.1109/ACCESS.2021.3094279.
- [9] Qorvo (2024), “Ultra-wideband case study: Shedding more light on UWB”, <https://www.qorvo.com/design-hub/blog/ultra-wideband-case-study-shedding-more-light-on-uw-b>, accessed 24 June 2024.
- [10] K. Filter (2024), *Kalman Filter in One Dimension*, <https://www.kalmanfilter.net/kalman1d.html>, accessed 24 June 2024.

Hệ thống tự động giám sát dòng rò trên thiết bị chống sét van

Hoàng Ngọc Nhân, Đặng Quang Thạch*, Lê Mạnh Hùng

Viện 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 26/7/2024; ngày chuyển phản biện 1/8/2024; ngày nhận phản biện 21/8/2024; ngày chấp nhận đăng 23/8/2024

Tóm tắt:

Chống sét van là thiết bị được sử dụng phổ biến trong các trạm biến áp để bảo vệ lưới điện, thiết bị điện trước tác động của sét. Chất lượng của thiết bị chống sét van chủ yếu được đánh giá thông qua đo và phân tích dòng rò qua thiết bị chống sét. Độ lớn của thành phần điện trở trong dòng điện rò được coi là tỷ lệ với mức độ xuống cấp của khối ZnO, hoặc thiết bị chống sét van bị bẩn trên bề mặt. Thiết bị không đảm bảo yêu cầu phải được vệ sinh bề mặt hoặc thay thế, nhằm đảm bảo an toàn và tránh tổn hao cho lưới điện. Bài báo này đề xuất một giải pháp giám sát, cảnh báo trực tuyến cho thiết bị chống sét trên cơ sở số hóa tín hiệu tương tự, truyền thông, phân tích, lưu trữ giá trị dòng điện rò qua thiết bị chống sét van. Giải pháp này đã được thử nghiệm trong dải đo từ 0÷30mA, cho sai số tương đối lớn nhất 3%. Truyền thông LoRa năng lượng thấp kết hợp với mạng 4G giúp giám sát từ xa giá trị dòng rò, đáp ứng nhu cầu cảnh báo sớm, hỗ trợ công tác vận hành các trạm biến áp, đặc biệt tại các trạm biến áp không người trực.

Từ khóa: chống sét van, đo dòng rò, IoT, LoRa, mạng cảm biến không dây, 4G.

Chỉ số phân loại: 1.3, 2.2

Automatic system for monitoring leakage current on valve surge arrester

Ngoc Nhan Hoang, Quang Thach Dang*, Manh Hung Le

*National Center for Technological Progress, Vietnam Ministry of Science and Technology,
25 Le Thanh Tong Street, Phan Chu Trinh Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam*

Received 26 July 2024; revised 21 August 2024; accepted 23 August 2024

Abstract:

A valve surge arrester is a device commonly used in substations to protect power grids and electrical equipment from the effects of lightning. The quality of the valve surge arrester is evaluated by measuring and analysing the leakage current of the surge arrester. The magnitude of the resistive component in the leakage current is considered proportional to the degree of degradation of the ZnO block, or dirty's surface of the valve surge arrester. Equipment that does not meet the requirements must have its surface cleaned or replaced to ensure safety and avoid loss to the power grid. This article proposes an online monitoring and warning solution for surge arrester devices based on digitising analogue signals, communicating, analysing, and storing the value of the leakage current of the surge arrester device. This solution got a maximum relative error of 3% when tested in the measurement range from 0÷30 mA. Low power long-range (LoRa) communication and 4G networks allow the leakage current value to be monitored remotely, meeting the needs of early warning and support for the operation of transformer stations, especially at unmanned substations.

Keywords: IoT, leakage current measurement, long-range (LoRa), valve surge arrester, wireless sensor networks, 4G.

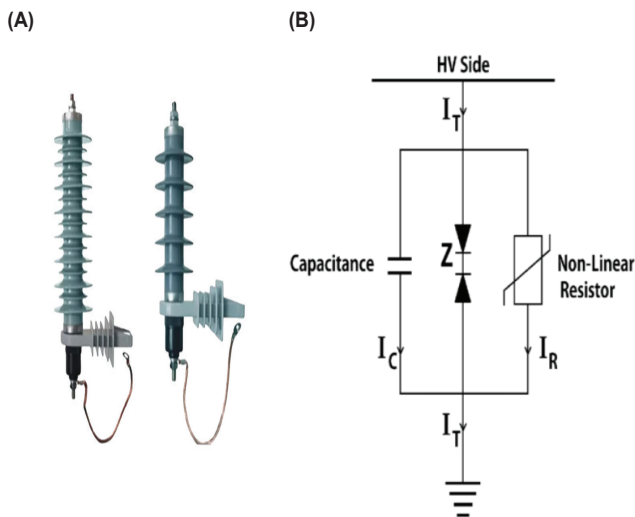
Classification numbers: 1.3, 2.2

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

1. Đặt vấn đề

Chống sét van ZnO không khe hở được sử dụng phổ biến ở các trạm biến áp 110÷500kV. Ở trạng thái làm việc bình thường, khối vật liệu ZnO trong chống sét van có giá trị điện trở rất lớn, khi đó dòng rò xoay chiều chạy qua nó có giá trị rất bé (khoảng vài trăm micro Ampe). Khi có sét, nhờ tính chất nhiệt điện của vật liệu, khối ZnO chuyển sang chế độ dẫn điện giúp đưa dòng điện sét về vị trí tiếp địa nhằm bảo vệ lưới điện [1].

Trong quá trình vận hành, chất lượng của thiết bị chống sét van được đánh giá thông qua đo và phân tích dòng rò tổng (I_T) qua khối ZnO (hình 1). Dòng điện rò nói trên là tổng của 2 dòng thành phần: điện dung (I_C) và điện trở (I_R), ($I_T = I_C + I_R$). Độ lớn của thành phần điện trở trong dòng điện rò tổng, đặc biệt là thành phần hài bậc ba, được xác định là tỷ lệ với mức độ xuống cấp của khối ZnO [1]. Khi dòng rò tăng sẽ dẫn đến các vấn đề như: tăng tổn hao trên lưới, nghiêm trọng hơn, nếu dòng rò tăng quá giới hạn cho phép sẽ làm hỏng thiết bị do tác động của nhiệt dẫn đến sự cố như nổ vỏ bọc bằng gốm, sự cố chạm đất.



Hình 1. Mô hình dòng điện qua chống sét van. (A) Chống sét van thực tế; (B) Mô hình dòng điện rò qua chống sét van.

Thông thường, ở cấp điện áp 220 kV, chống sét van mới xuất xưởng có giá trị dòng điện rò xoay chiều tổng <1 mA. Trong giai đoạn hoạt động bình thường, giá trị dòng rò ≤1,5 mA. Khi dòng rò nằm trong phạm vi từ 1,5÷3 mA, là lúc thiết bị làm việc ở vùng cảnh báo, đây cũng là dấu hiệu của sự suy giảm chất lượng các phần tử ZnO, khi đó thiết bị cần được kiểm tra để xác định nguyên nhân thay đổi tính chất dẫn điện. Các chống sét van có dòng rò >3 mA cần phải thay thế ngay để đảm bảo điều kiện vận hành của lưới điện.

Trong thực tế, việc kiểm tra dòng rò qua chống sét van được tiến hành định kỳ, tuy nhiên vẫn tiềm ẩn nguy cơ thiết bị suy giảm chất lượng không được phát hiện, thay thế kịp

thời giữa các lần kiểm tra. Do đó, vấn đề đặt ra là cần có giải pháp giám sát, cảnh báo dòng rò theo thời gian thực, giải pháp này cần có một số tính năng chính sau:

- Đo dòng rò qua chống sét van theo thời gian thực và số hóa kết quả đo phục vụ truyền thông, xử lý, lưu trữ trên máy tính.

- Gửi kết quả đo dòng rò, trạng thái hoạt động của thiết bị đo và bản tin cảnh báo sự cố đến người vận hành qua mạng truyền thông không dây cục bộ và mạng Internet.

- Để đơn giản và thuận lợi cho việc lắp đặt, thiết bị đo nên sử dụng pin làm nguồn cung cấp, vì vậy cần lựa chọn giải pháp thiết kế phần cứng và chế độ làm việc tối ưu cho tiết kiệm năng lượng để thiết bị có thể hoạt động độc lập trong thời gian dài.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1 Đối tượng, vật tư phục vụ nghiên cứu

- *Đối tượng nghiên cứu:* Hệ thống giám sát dòng rò qua chống sét van ZnO, được sử dụng tại các trạm biến áp 110÷500kV.

- *Vật tư phục vụ nghiên cứu:* Vật tư phục vụ chế tạo thiết bị gồm một số linh kiện điện tử chính sau:

- + IC chuyển đổi tương tự/số: Độ phân giải 12 bit, tốc độ lấy mẫu 200 ksp/s;

- + Vi điều khiển: 32 bit, tích hợp các giao diện: I²C, SPI, UART/USART;

- + Module SIM: Mạng 3G/4G LTE-TDD/ LTE-FDD/ HSPA+/GSM/GPRS/EDGE, tốc độ truyền dữ liệu LTE 10 Mbps, HSPA 40 Mbps, UART 115200 bps;

- + Module truyền thông LoRa: Giao diện SPI, tốc độ truyền dữ liệu 300 Kbps, tần số làm việc: 433 MHz

- + PIN lithium 18650 điện áp 3.7 V/3500 mA;

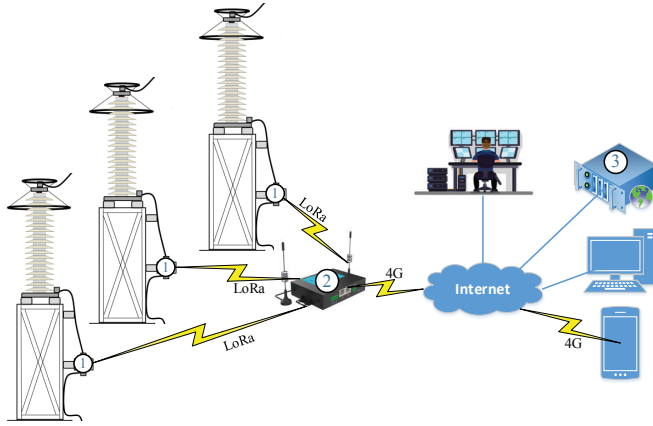
- + Một số linh kiện điện tử thông dụng khác.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Để giải quyết vấn đề giám sát dòng rò qua chống sét van nêu trên, có nhiều phương pháp khác nhau được sử dụng để giám sát chất lượng chống sét van, ví dụ: phương pháp đo trường điện từ [2, 3], phương pháp đo và kiểm tra nhiệt độ [4, 5], phương pháp phân tích đặc tuyến điện áp-dòng điện [6], phương pháp tổn thất điện năng [7, 8], giám sát từ xa và tính toán thành phần điện trở trong dòng điện rò [9], phương pháp đo các thành phần điện trở và điện dung của dòng rò [10-13].

Trong quy trình vận hành thực tế, các hoạt động giám sát, kiểm tra chống sét van chủ yếu căn cứ vào giá trị dòng rò tổng để quyết định thực hiện các hoạt động về bảo trì, sửa

chữa, thay thế thiết bị. Trên cơ sở đó, trong nghiên cứu này, nhóm tác giả đã chế tạo và thử nghiệm hệ thống giám sát, cảnh báo dòng rò có cấu trúc như trong hình 2.

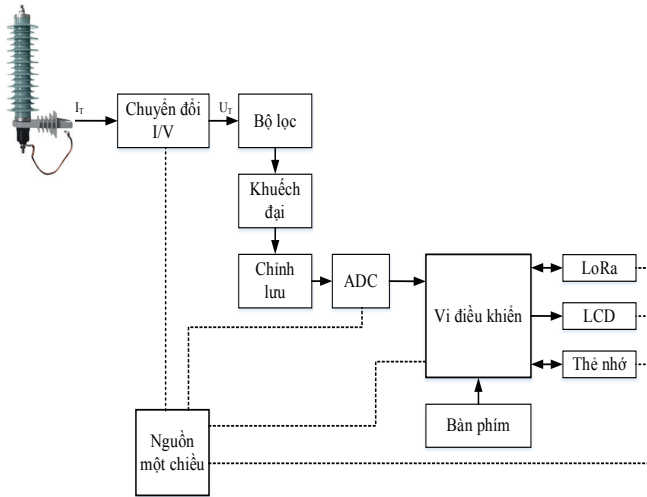


Hình 2. Cấu trúc hệ thống giám sát dòng rò chống sét van.

Hệ thống gồm các thành phần chính sau: (1) Thiết bị đo dòng rò; (2) Thiết bị trung tâm; (3) Phần mềm giám sát.

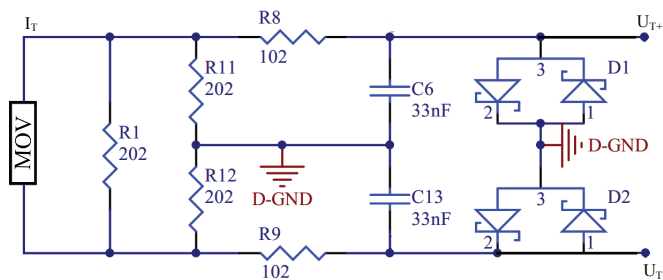
Thiết bị đo dòng rò:

Cấu trúc thiết bị đo dòng rò được minh họa trong hình 3.



Hình 3. Sơ đồ khối thiết bị đo dòng rò.

Dòng rò xoay chiều (I_T) chạy qua chống sét van được chuyển đổi thành tín hiệu điện áp xoay chiều U_{T+} , U_{T-} (hình 4).



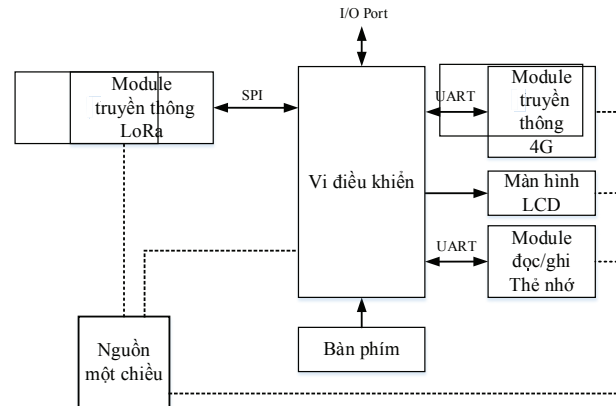
Hình 4. Mạch chuyển đổi dòng điện thành điện áp.

Tín hiệu xoay chiều U_{T+} , U_{T-} được đưa qua bộ lọc tần số, mạch khuếch đại, mạch chỉnh lưu để chuyển đổi thành điện áp một chiều, sau khi được chuẩn hóa, tín hiệu một chiều được chuyển đổi thành dữ liệu số nhờ bộ ADC. Kết quả số hóa được vi điều khiển tính toán để xác định giá trị dòng rò tương ứng. Giá trị của dòng rò được đưa đến các giao diện đầu ra gồm: màn hình LCD, module truyền thông LoRa và bộ điều khiển lưu trữ thẻ nhớ.

Mạch chuyển đổi dòng điện/điện áp sử dụng điện trở (metal oxide varistor - MOV), trong điều kiện bình thường, giá trị điện của MOV là vô cùng lớn (tương đương trạng thái hở mạch), khi có sét, giá trị điện của MOV chuyển về mức rất nhỏ (tương đương trạng thái ngắn mạch) để dẫn dòng điện sét chạy qua nhánh này về đất.

Thiết bị đo được thiết kế để làm việc ở chế độ tiết kiệm năng lượng, các thiết bị ngoại vi chỉ làm việc khi được yêu cầu: LCD hiển thị tại chỗ chỉ được bật khi người dùng nhấn nút; module truyền thông chuẩn LoRa sử dụng năng lượng thấp, đồng thời được cấu hình để truyền dữ liệu đến thiết bị trung tâm theo tần suất phù hợp; việc lưu trữ vào thẻ nhớ chỉ được thực hiện đối với các gói dữ liệu không gửi được đến thiết bị trung tâm do lỗi truyền thông của mạng LoRa... Mạch sử dụng pin, trong điều kiện bình thường, mạch có thể làm việc liên tục trong 6 tháng.

Thiết bị trung tâm



Hình 5. Sơ đồ khối thiết bị trung tâm.

Thiết bị trung tâm có cấu trúc như hình 5, được lắp đặt trong phòng điều khiển tại các trạm biến áp, kết nối với các thiết bị đo dòng rò qua mạng không dây LoRa, thu nhận số liệu từ các thiết bị đo sau đó chuyển tiếp về phần mềm giám sát qua mạng Internet. Ngoài đóng vai trò gateway, thiết bị trung tâm còn có thể thực hiện các chức năng giám sát cục bộ tại trạm biến áp.

Màn hình LCD hiển thị các số liệu nhận từ thiết bị đo dòng rò, gồm: giá trị dòng rò, mức điện áp của pin, trạng thái làm việc của các thiết bị, trạng thái mạng truyền thông... Thiết bị có giao diện kết nối với màn hình HMI, cho phép theo dõi dữ liệu trực quan tại phòng điều khiển trung tâm.

Bàn phím kết hợp với màn hình LCD là kênh giao tiếp với người sử dụng, hỗ trợ người dùng cài đặt cấu hình thiết bị trung tâm. Bình thường, trên màn hình LCD sẽ hiển thị các thông số đo và trạng thái hoạt động hiện thời của các thiết bị, người sử dụng có thể chọn các chế độ hiển thị khác nhau bằng cách nhấn phím tương ứng, ví dụ yêu cầu đọc số liệu hiện thời từ một thiết bị đo cụ thể.

Module truyền thông LoRa thu nhận dữ liệu từ các thiết bị đo qua mạng LoRa, sau đó đưa về vi điều khiển qua giao diện kết nối SPI. Tại vi điều khiển, dữ liệu được đưa đến các giao diện đầu ra gồm: module truyền thông 4G, màn hình LCD và bộ điều khiển lưu trữ thẻ nhớ.

Thiết bị trung tâm được trang bị nguồn dạng UPS, gồm pin có thể sạc lại được và bộ sạc tự động, nguồn điện cho phép thiết bị làm việc ngay cả trong tình huống mất điện lưới trong 24 giờ.

Module truyền thông 4G được dùng để truyền dữ liệu về phần mềm giám sát qua mạng Internet.

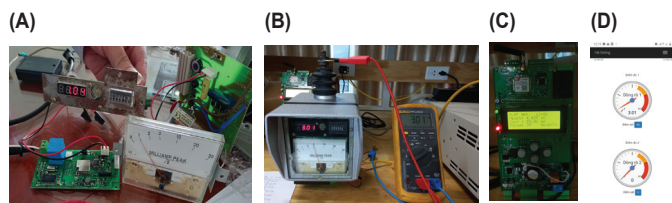
Lưu trữ dữ liệu vào thẻ nhớ được thực hiện đồng thời với việc gửi dữ liệu về phần mềm giám sát như một hình thức lưu trữ dự phòng. Khi thẻ nhớ đầy, các tệp dữ liệu cũ sẽ bị ghi đè. Trung bình dữ liệu được lưu trữ trên thẻ nhớ khoảng 30 ngày trước khi bị xóa.

Phần mềm giám sát

Phần mềm giám sát điều khiển được phát triển trên cơ sở ứng dụng nền tảng IoT mã nguồn mở thingsboard. Các chức năng chính của phần mềm bao gồm: thu nhận, lưu trữ, xử lý dữ liệu từ các thiết bị trung tâm qua mạng Internet; trực quan hóa dữ liệu; cảnh báo sự cố; quản lý thiết bị và quản lý người sử dụng. Thiết bị trung tâm và phần mềm giám sát trao đổi dữ liệu bằng giao thức MQTT. Dữ liệu và các thông tin quản lý hệ thống được lưu trữ trong cơ sở dữ liệu MongoDB. Số liệu dòng rò và trạng thái của thiết bị đo, thiết bị trung tâm được hiển thị bằng nhiều dạng trực quan như đồ thị, biểu tượng... Các dấu hiệu bất thường và sự cố được cảnh báo theo các kịch bản được định nghĩa trên ứng dụng. Người sử dụng có thể truy nhập phần mềm bằng trình duyệt web trên máy tính PC hoặc điện thoại thông minh.

3. Kết quả

Hình 6 thể hiện một số kết quả thiết kế, chế tạo, thử nghiệm hệ thống giám sát dòng rò chống sét van, trong đó: hình 6A là bản mạch thiết bị đo. Hình 6B là thiết bị đo dòng rò đã lắp ráp hoàn thiện và đang được kiểm tra; hình 6C là bản mạch thiết bị trung tâm; hình 6D là phần mềm giám sát trên nền tảng web có giao diện tương thích điện thoại thông minh chạy hệ điều hành android hoặc IOS.



Hình 6. Thiết bị giám sát dòng rò chống sét van.

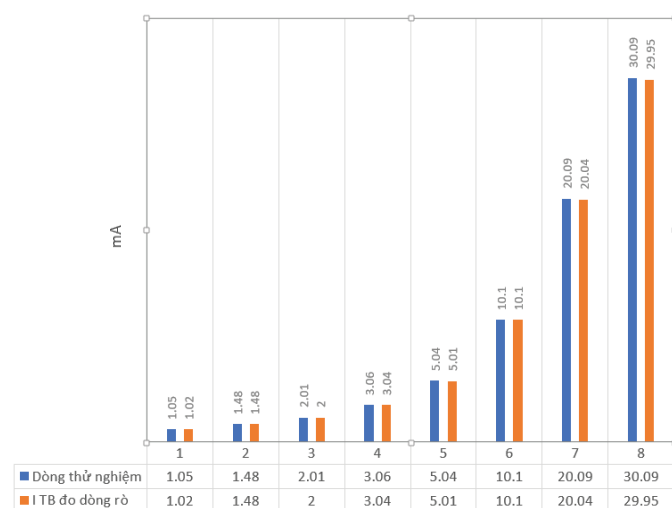
Hệ thống trên được chế tạo, thử nghiệm thực hiện tốt các chức năng yêu cầu, kết quả cụ thể như sau:

- *Chức năng đo dòng rò*: Kết quả thử nghiệm bằng máy tạo dòng chuẩn cho thấy, ở dải đo 0-30 mA sai số đo dòng rò của thiết bị đo < 3%.

Số liệu trong bảng 1 là kết quả thử nghiệm đo dòng rò. Trong phép thử này, cột “Dòng điện thử nghiệm” (1) được tạo bằng bộ nguồn chuẩn California instruments AMETEK model 2001RP; cột “Kim chỉ” (2) là giá trị quan sát được trên đồng hồ kim chỉ; cột “TB đo dòng rò” (3) là kết quả đo bằng thiết bị chế tạo trong nghiên cứu này; các cột “TB trung tâm” (4) và “Phần mềm giám sát” (5) lần lượt là giá trị hiển thị tại thiết bị trung tâm và phần mềm giám sát. Hình 7 là đồ thị so sánh kết quả đo dòng điện bằng thiết bị chế tạo trong nghiên cứu này và giá trị dòng điện tạo ra bằng bộ nguồn chuẩn.

Bảng 1. Kết quả thử nghiệm đo dòng rò.

TT	Dòng điện thử nghiệm	Kim chỉ	TB đo dòng rò	TB trung tâm	Phần mềm giám sát
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
1	1,05	1,02	1,02	1,02	1,02
2	1,48	1,48	1,48	1,48	1,48
3	2,01	2	2	2	2
4	3,06	3	3,04	3,04	3,04
5	5,04	5	5,01	5,01	5,01
6	10,1	10	10,1	10,1	10,1
7	20,09	20	20,04	20,04	20,04
8	30,09	29	29,95	29,95	29,95



Hình 7. So sánh kết quả thử nghiệm đo dòng điện.

- Chức năng truyền thông LoRa: Ở khoảng cách [100 m] tỷ lệ mất gói tin $< 0,1\%$.
- Chức năng truyền thông 4G: Tỷ lệ gói tin phải truyền lại $< 0,1\%$.
- Các chức năng hiển thị, tương tác với người sử dụng hoạt động đúng yêu cầu.
- Chức năng ghi thẻ nhớ hoạt động đúng yêu cầu.
- Mức tiêu thụ pin của thiết bị đo dòng rò ở mức như tính toán ban đầu.

4. Bàn luận

Hệ thống giám sát, cảnh báo dòng rò qua thiết bị chống sét van trong nghiên cứu này được thiết kế, chế tạo trên cơ sở tích hợp kỹ thuật đo và số hóa dòng điện rò tổng cùng với các giải pháp truyền thông LoRa, IoT bước đầu chứng minh được khả năng hỗ trợ, nâng cao hiệu quả hoạt động kiểm tra, bảo trì, sửa chữa thiết bị chống sét van tại các trạm biến áp. Kết quả nghiên cứu này là cơ sở để triển khai các bước tiếp theo như ứng dụng các phương pháp phân tích và tách thành phần dòng rò điện trở, điện dung nhằm xác định chính xác nguyên nhân dẫn đến suy giảm chất lượng chống sét van, từ đó có biện pháp xử lý phù hợp nhất.

Bằng việc ứng dụng các giải pháp IoT, trong quá trình hoạt động, hệ thống giám sát, cảnh báo dòng rò chống sét van sẽ tạo ra lượng dữ liệu đủ lớn, khi đó có thể ứng dụng các giải pháp học máy giúp triển khai các phương pháp chẩn đoán, dự báo nhằm xác định chế độ bảo trì phù hợp cho hệ thống.

5. Kết luận

Hệ thống giám sát, cảnh báo dòng rò chống sét van được thiết kế, chế tạo trong nghiên cứu này đóng góp một giải pháp ứng dụng công nghệ, kỹ thuật thu thập, số hóa, truyền thông, xử lý, lưu trữ dữ liệu theo thời gian thực để giải quyết một bài toán trong thực tế. Các tính năng hữu ích mà giải pháp đem lại có thể kể đến bao gồm:

- Xác định được tình trạng làm việc của chống sét van theo thời gian thực, hỗ trợ xử lý kịp thời, phòng tránh sự cố liên quan đến chống sét van, hạn chế xảy ra sự cố đột ngột gây nổ ở thiết bị chống sét, tránh những rủi ro, nguy hiểm cho người vận hành, giảm thiểu hư hỏng đến các thiết bị lân cận.
- Thu thập, lưu trữ số liệu trong cả quá trình hoạt động, giúp chẩn đoán, tìm nguyên nhân, phát hiện sớm các dấu hiệu nhiễm bẩn, ẩm hoặc thoái hóa của các phần tử ZnO trong chống sét van. Từ đó thực hiện các hoạt động phù hợp như: kiểm tra online, thử nghiệm bổ trợ offline, bảo dưỡng hoặc thay thế.
- Trên cơ sở xác định được trạng thái làm việc của thiết bị chống sét, giúp đơn vị vận hành chủ động xây dựng kế hoạch bảo trì, bảo dưỡng phù hợp, tối ưu hóa chi phí, thời gian, nhân lực, đồng thời góp phần nâng cao độ tin cậy, an toàn cho mạng lưới điện.

LỜI CẢM ƠN

Giải pháp giới thiệu trong bài báo này là một số kết quả nghiên cứu thuộc nhiệm vụ khoa học và công nghệ cấp Bộ “Nghiên cứu thiết kế chế tạo hệ thống giám sát trực tuyến dòng rò cho chống sét van” do Viện Ứng dụng Công nghệ chủ trì. Tập thể tác giả xin trân trọng cảm ơn Bộ Khoa học và Công nghệ đã tạo điều kiện thuận lợi để nhóm tác giả thực hiện nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] M. Khodsuz, M. Mirzaie (2015), “Evaluation of ultraviolet ageing, pollution and varistor degradation effects on harmonic contents of surge arrester leakage current”, *IET Sci. Measurement Technol.*, **9**(8), pp.979-986.
- [2] K.L. Wong (2006), “Electromagnetic emission based monitoring technique for polymer ZnO surge arresters”, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **13**(1), pp.181-190, DOI: 10.1109/TDEI.2006.1593416.
- [3] J. Xu, A. Kubis, K. Zhou, et al. (2013), “Electromagnetic field and thermal distribution optimisation in shell-type traction transformers”, *IET Electr. Power Appl.*, **7**(8), pp.627-632, DOI: 10.1049/iet-epa.2013.0112.
- [4] C.A.L. Almeida, A.P. Braga, S. Nascimento, et al. (2009), “Intelligent thermographic diagnostic applied to surge arresters: A new approach”, *IEEE Trans. Power Delivery*, **24**(2), pp.751-757, DOI: 10.1109/TPWRD.2009.2013375.
- [5] E.T.W. Neto, E.G.D. Costa, M.J.A. Maia (2009), “Artificial neural networks used for ZnO arresters diagnosis”, *IEEE Trans. Power Delivery*, **24**(3), pp.1390-1395, DOI: 10.1109/TPWRD.2009.2013402.
- [6] C. Heinrich, V. Hinrichsen (2001), “Diagnostics and monitoring of metal-oxide surge arresters in high-voltage networks-comparison of existing and newly developed procedures”, *IEEE Trans. Power Delivery*, **16**(1), pp.138-143, DOI: 10.1109/61.905619.
- [7] L.T. Coffeen, J.E. McBride (1991), “High voltage AC resistive current measurements using a computer-based digital watts technique”, *IEEE Trans. Power Delivery*, **6**(2), pp.550-556, DOI: 10.1109/61.131111.
- [8] K.P. Pramod, U.L. Bombale (2017), “Leakage current measurement and health monitoring of surge arresters”, *Int. J. Latest Trends Eng. Technol.*, **8**(4-1), pp.143-148, DOI: 10.21172/1.841.25.
- [9] V. Vončina, J. Pihler, M. Milanović (2021), “Extracting the resistive current component from a surge arrester’s leakage current without voltage reference”, *Sensors*, **21**(4), DOI: 10.3390/s21041257.
- [10] I.A. Metwally (2011), “Performance of distribution-class surge arresters under dry and artificial pollution conditions”, *Electr. Eng.*, **93**, pp.55-62, DOI: 10.1007/s00202-010-0193-z.
- [11] Z.N. Stojanović, Z.M. Stojković (2013), “Evaluation of MOSA condition using leakage current method”, *Electrical Power and Energy Syst.*, **52**, pp.87-95, DOI: 10.1016/j.ijepes.2013.03.027.
- [12] B. Dolnik, J. Briančin (2017), *Monitoring of Leakage Current on HV Surge Arrester as Pollution Indicator of External Insulation*, 18th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE), IEEE, Piscataway, NJ, pp.1-6.
- [13] M.H. Teymourian, S. Seyyedbarzegar, M. Khodsuz (2023), “Harmonic analysis of metal oxide surge arrester leakage current considering fan-shaped type pollution effect”, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, **31**(3), pp.1547-1556, DOI: 10.1109/TDEI.2023.3343677.

Nghiên cứu ảnh hưởng của lớp Ti tới độ ổn định của cảm biến cộng hưởng plasmon bề mặt loại đo dòng cấu trúc ITO/aSi:H/Ti/Au

Vũ Xuân Mạnh¹, Lê Hồng Minh¹, Lê Văn Bé², Nguyễn Huy Tiệp³, Lê Việt Cường^{3*}

¹Viện 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

²Trường Cao đẳng Sư phạm Kiên Giang, 449 Nguyễn Chí Thanh, phường Rạch Sỏi, TP Rạch Giá, tỉnh Kiên Giang, Việt Nam

³Trường Đại học Công nghệ, Đại học Quốc gia Hà Nội, 144 Xuân Thủy, phường Dịch Vọng Hậu, quận Cầu Giấy, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 26/7/2024; ngày chuyển phân biện 1/8/2024; ngày nhận phân biện 20/8/2024; ngày chấp nhận đăng 23/8/2024

Tóm tắt:

Cảm biến dựa trên cộng hưởng plasmon bề mặt hay cảm biến cộng hưởng plasmon bề mặt (SPR) đã được chứng minh là có độ nhạy cao trong việc phát hiện sự thay đổi chiết suất của môi trường xảy ra gần bề mặt cảm biến. Tuy nhiên, các cảm biến SPR hiện nay phải kết hợp với một hệ thống quang học bên ngoài, bao gồm các cảm biến quang và hệ thống dịch chuyển chính xác, để đo lường sự thay đổi cả về cường độ và vị trí của ánh sáng phản xạ. Đây là hạn chế chính của các cảm biến hiện nay, khiến chúng không linh hoạt và khó áp dụng trong các xét nghiệm tại chỗ. Hạn chế này đã được chúng tôi khắc phục trong nghiên cứu này, bằng cách tích hợp một cảm biến quang (photodiode) dạng màng mỏng ngay dưới lớp vật liệu plasmonic. Cụ thể, các cảm biến SPR do chúng tôi đề xuất có cấu trúc đế thủy tinh/lớp điện cực trong suốt ITO (200 nm)/lớp Si vô định hình pha tạp hydro (100 nm)/Ti (10 nm)/Au (50 nm), có thể hoạt động tương tự các cảm biến SPR phổ biến hiện nay có cấu trúc dựa trên cấu hình Kretschmann. Nguyên lý hoạt động của cảm biến SPR do chúng tôi đề xuất và tác động của lớp Ti tới độ ổn định của cảm biến cũng được thảo luận trong bài báo này.

Từ khóa: cảm biến SPR, cấu hình Kretschmann, cộng hưởng plasmon bề mặt.

Chỉ số phân loại: 1.3, 2.5

Study on the effect of Ti layer on the stability of electrical measuring surface plasmon resonance sensors with ITO/aSi:H/Ti/Au structure

Xuan Manh Vu¹, Hong Minh Le¹, Van Be Le², Huy Tiep Nguyen³, Viet Cuong Le^{3*}

¹National Center for Technological Progress, Ministry of Science and Technology,
25 Le Thanh Tong Street, Phan Chu Trinh Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam

²Kien Giang Teacher Training College, 449 Nguyen Chi Thanh Street, Rach Soi Ward, Rach Gia City, Kien Giang Province, Vietnam

³University of Engineering and Technology, Vietnam National University - Hanoi, 144 Xuan Thuy Street, Dich Vong Hau Ward, Cau Giay District, Hanoi, Vietnam

Received 26 July 2024; revised 20 August 2024; accepted 23 August 2024

Abstract:

Surface plasmon resonance-based sensors, or surface plasmon resonance (SPR) sensors, have been demonstrated to possess high sensitivity in detecting refractive index changes in the medium occurring near the surface of the sensor. However, current SPR sensors must be coupled with an external optical system, including photodetectors and precise displacement systems, to measure changes in both the intensity and position of the reflected light. This is the main disadvantage of current SPR sensors, rendering them non-portable and challenging to apply in on-site experiments. In this study, we have overcome this limitation by integrating a thin-film photodiode directly beneath the plasmonic material layer. Specifically, the SPR sensors we propose have a structure of glass substrate/indium tin oxide (ITO) layer (200 nm)/hydrogenated amorphous Si layer (100 nm)/Ti (10 nm)/Au (50 nm), which can operate similarly to conventional SPR sensors based on the Kretschmann configuration. The operating principle of our proposed SPR sensor and the impact of the Ti layer on the sensor's stability will be discussed in this article.

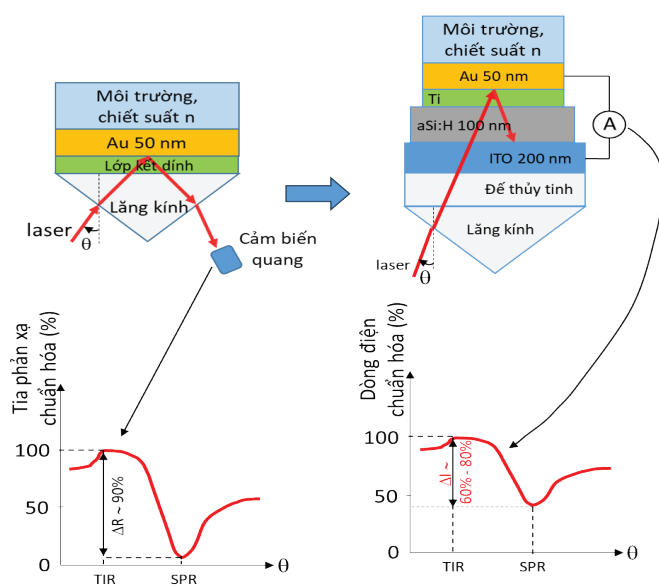
Keywords: Kretschmann configuration, SPR sensor, surface plasmon resonance.

Classification numbers: 1.3, 2.5

*Tác giả liên hệ: Email: cuonglv@vnu.edu.vn

1. Đặt vấn đề

Các cảm biến cộng hưởng plasmon bề mặt (SPR) dựa trên cấu hình Kretschmann (hình 1, bên trái), đã được triển khai thành công trong nhiều thiết bị thương mại và được sử dụng rộng rãi trong các lĩnh vực như khoa học đời sống, chẩn đoán y khoa, phân tích thực phẩm và nghiên cứu môi trường [1-7]. Cảm biến có cấu tạo đơn giản, chỉ bao gồm một lớp vật liệu plasmonic, thường là vàng (Au) dày 50 nm [4-8] được lắng đọng trên một lăng kính thông qua một lớp kết dính mỏng crôm (Cr) hoặc titan (Ti). Tuy nhiên, thiết bị hoàn chỉnh cần phải có hệ thống quang học lớn và phức tạp bên ngoài cảm biến, để xác định vị trí và cường độ của ánh sáng phản xạ, tại mặt chuyển tiếp giữa lớp kết dính và lớp Au, lộ ra khỏi lăng kính (hình 1, bên trái). Hệ thống quang học này, khiến thiết bị phân tích sử dụng cảm biến SPR hiện nay có kích thước lớn, hạn chế tính kinh tế, khả năng di động, và tiềm năng sử dụng trong các xét nghiệm tại chỗ.



Hình 1. Minh họa cảm biến dựa trên cộng hưởng plasmon bề mặt cấu hình Kretschmann phổ biến hiện nay (hình trái), cảm biến dựa trên cộng hưởng plasmon bề mặt loại đo dòng do nhóm nghiên cứu đề xuất (hình phải). TIR là góc phản xạ toàn phần, dựa trên cộng hưởng plasmon bề mặt là góc xảy ra hiện tượng cộng hưởng plasmon bề mặt.

Tham khảo sự phát triển của các cảm biến quang (photodiode) dạng màng mỏng hiện nay, các bước tiến trong việc tích hợp các photodiode vào bên trong cảm biến SPR của các nhóm nghiên cứu [9-11], tiếp nối các nghiên cứu gần đây của chúng tôi [12], trong nghiên cứu này, chúng tôi đề xuất các cảm biến SPR dựa trên cấu hình Kretschmann với một photodiode tích hợp gồm một lớp điện cực trong suốt ô-xít thiếc indium (ITO) và lớp Si vô định hình pha tạp hydro (aSi:H) được đặt bên dưới lớp vật liệu plasmonic Au (hình 1, bên phải). Điều đặc biệt là, thay vì lắng đọng các lớp ITO, aSi:H, Au trực tiếp trên lăng kính tương tự như các nhóm nghiên cứu khác hoặc như các cảm biến SPR

thông thường hiện nay, chúng tôi chỉ lắng đọng lớp aSi:H, Au trên một đế thủy tinh thương mại đã được phủ lớp ITO dày 200 nm (sau đây gọi là đế thủy tinh/ITO) bằng phương pháp phún xạ. Cấu trúc đế thủy tinh/ITO/aSi:H/Au được gọi là chip cảm biến. Việc sử dụng các chip cảm biến này cho phép việc chế tạo được thuận lợi hơn, các chip cảm biến cũng dễ dàng tích hợp với các loại lăng kính khác nhau, kể cả lăng kính có chiết suất thấp hơn chiết suất của đế thủy tinh, và thuận tiện cho việc tái sử dụng. Lớp aSi:H đóng vai trò quan trọng trong việc hấp thụ photon và tạo ra dòng quang điện tương ứng với sự thay đổi của ánh sáng phản xạ tại mặt chuyển tiếp giữa lớp aSi:H và lớp Au. Lớp aSi:H được lựa chọn do nhiệt độ chế tạo thấp, hệ số hấp thụ cao trên một dải rộng của bước sóng từ cận cực tím đến cận hồng ngoại [13]. Lớp ITO đóng vai trò như một điện cực, hình thành chuyển tiếp Schottky với lớp aSi:H, và cho phép hầu hết ánh sáng tới đi qua [14]. Lớp Au vừa đóng vai trò là điện cực vừa là lớp vật liệu plasmonic.

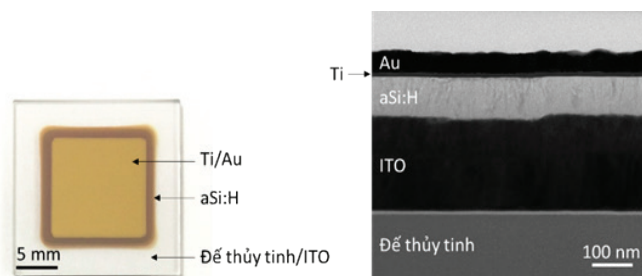
Tuy nhiên, do lớp Au có độ kết dính kém và không bền với lớp aSi:H, vì vậy bên cạnh các chip cảm biến có cấu trúc đế thủy tinh/ITO/aSi:H/Au, chúng tôi cũng chế tạo các chip cảm biến có cấu trúc đế thủy tinh/ITO/aSi:H/Ti (10 nm)/Au để đảm bảo sự kết dính giữa lớp Au và aSi:H. Trong trường hợp này, lớp aSi:H sẽ hấp thụ photon và tạo ra dòng quang điện tương ứng với sự thay đổi của ánh sáng phản xạ tại mặt chuyển tiếp giữa lớp Ti và lớp Au. Mặc dù, việc thêm bất kỳ lớp vật liệu nào phía dưới lớp Au sẽ làm cho hiệu ứng SPR kém hiệu quả hơn [15], nhưng việc thêm lớp aSi:H và lớp Ti trong các chip cảm biến của chúng tôi có thể đem đến một hiệu quả về mặt cấu hình của thiết bị và độ ổn định của cảm biến. Các phân tích dưới đây sẽ làm sáng tỏ điều này. Cần lưu ý ở đây là lớp Ti cần mỏng nhất có thể, để không làm suy giảm hiệu ứng SPR nhưng vẫn cần đảm bảo sự kết dính bền và ổn định cho lớp Au và lớp aSi:H [15]. Điều này chủ yếu phụ thuộc vào công nghệ chế tạo và trang thiết bị sử dụng. Đối với nghiên cứu này, chúng tôi đã sử dụng thiết bị phún xạ để chế tạo các lớp màng aSi:H, Ti và Au. Thực tế, chúng tôi đã cố gắng chế tạo các cảm biến có lớp Ti dày 2 và 5 nm, tuy nhiên các lớp màng này không hình thành một màng liên tục và đồng đều với thiết bị sẵn có của chúng tôi. Do đó, lớp Au không bám dính tốt với lớp aSi:H thông qua các lớp Ti này. Kết quả là các cảm biến có lớp Ti dày 2 và 5 nm có độ bền và độ ổn định kém, tương tự như các cảm biến không có lớp Ti. Vì vậy, trong nghiên cứu này chúng tôi chỉ đưa ra các kết quả so sánh với mẫu có cấu trúc ITO/aSi:H/Au và ITO/aSi:H/Ti (10 nm)/Au.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

Đế thủy tinh/ITO được sản xuất bởi Công ty Geomatec, chi nhánh Trung Quốc, gồm lớp thủy tinh có chiết suất 1,51, kích thước bề mặt 19,5×19,5 mm, chiều dày 1,1 mm; và lớp ITO dày 200 nm, điện trở suất khoảng 225 $\mu\Omega\cdot\text{cm}$, độ truyền qua khoảng 80% với ánh sáng khả kiến. Lớp vật liệu aSi:H được chế tạo từ bia vật liệu Si loại n có điện trở suất

xấp xỉ 88 $\Omega\cdot\text{cm}$ được sản xuất bởi Công ty Kurt J. Lesker (Đức). Lớp vật liệu Ti và Au được chế tạo lần lượt từ các bia vật liệu Ti và Au được sản xuất bởi Công ty MSE Supplies LLC (Hoa Kỳ). Các bia vật liệu đều có đường kính 5,08 cm và độ tinh khiết 99,999%.

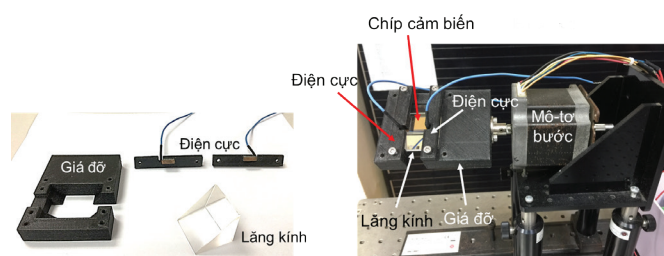
Các lớp vật liệu được chế tạo bằng hệ phun xạ AJA ATC 2000-F (Hoa Kỳ). Các đế thủy tinh/ITO sạch được đưa vào buồng chân không ở áp suất 9×10^{-6} Pa. Quá trình lắng đọng lớp aSi:H diễn ra ở nhiệt độ phòng, trong môi trường khí gồm 15,6 sccm argon và 0,5 sccm hydrogen, thông qua một mặt nạ. Công suất, áp suất và thời gian phun xạ lần lượt là 100 W, $2,7 \times 10^{-1}$ Pa, và 4300 giây. Sau khi lắng đọng lớp aSi:H, đế thủy tinh/ITO/aSi:H được ủ nhiệt bằng lò ủ ngoài, tại nhiệt độ 250°C, dưới áp suất khí quyển trong 60 phút. Sau đó, đế thủy tinh/ITO/aSi:H được đưa trở lại buồng chân không của hệ phun xạ để lắng đọng lớp Au dày 50 nm, thông qua một mặt nạ khác để thu được các chip cảm biến có cấu trúc đế thủy tinh/ITO (200 nm)/aSi:H (100 nm)/Au (50 nm). Lớp Au có chiều dày 50 nm cho hiệu ứng SPR tốt nhất với ánh sáng có bước sóng khoảng 670 nm. Lớp ITO với chiều dày 200 nm cho điện cực dẫn điện tốt và ổn định ngay cả khi đã được ủ ở nhiệt độ 250°C, đồng thời vẫn cho khoảng 80% ánh sáng khả kiến truyền qua. Trong khi đó, theo nghiên cứu của chúng tôi, lớp aSi:H dày 100 nm vừa hấp thụ tốt ánh sáng để tạo ra dòng quang điện lớn, vừa cho phép một phần ánh sáng truyền tới lớp Au để kích thích hiện tượng SPR xảy ra mạnh. Đối với các chip cảm biến có cấu trúc đế thủy tinh/ITO (200 nm)/aSi:H (100 nm)/Ti (10 nm)/Au (50 nm), lớp Ti được lắng đọng trên lớp aSi:H trước khi lắng đọng lớp Au. Quá trình lắng đọng các lớp Ti, Au diễn ra tại nhiệt độ phòng, trong môi trường chỉ có khí Argon với lưu lượng 16 sccm và áp suất $2,7 \times 10^{-1}$ Pa. Lớp Ti và lớp Au được lắng đọng bằng nguồn phun xạ một chiều, với công suất lần lượt là 50 và 10W, thời gian lắng đọng lần lượt là 490 giây và 2030 giây. Cuối cùng, các chip cảm biến thu được có hình dạng và cấu trúc như hình 2.



Hình 2. Ảnh bề mặt (trái) và ảnh TEM mặt cắt (phải) của chip cảm biến có cấu trúc đế thủy tinh/ITO (200 nm)/aSi:H (100 nm)/Ti (10 nm)/ Au (50 nm) [14].

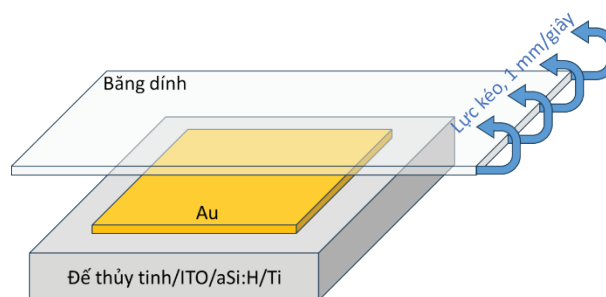
Độ dày của các lớp màng trong chip cảm biến được xác định bằng các phép đo hiển vi điện tử truyền qua (TEM), sử dụng thiết bị JEM-2100F (Jeol). Để phân tích hiện tượng

SPR, chúng tôi gắn chip cảm biến lên lăng kính có chiết suất 1,78 thông qua lớp dầu Silicon 08816-05000 (Toyota). Lăng kính và chip cảm biến được cố định chắc chắn trong một giá đỡ tự chế, và được gắn lên một mô-tơ bước (hình 3). Chip cảm biến được kết nối với thiết bị đo điện Keithley 2400-LV để đo dòng quang điện, với một điện cực kết nối với lớp Au và một điện cực khác kết nối với lớp ITO. Lăng kính được chiếu sáng bằng ánh sáng phân cực p từ mô-đun phát laser (Thorlabs) với bước sóng 670 nm, công suất chiếu 4 mW, và đường kính điểm sáng là 1 mm. Góc tới của ánh sáng (góc θ trong hình 1) được thay đổi bằng cách quay toàn bộ hệ thống giá đỡ và lăng kính, trong khi nguồn phát laser được giữ cố định. Không khí với chiết suất xấp xỉ 1 là môi trường trên các chip cảm biến trong các phép đo này.



Hình 3. Các bộ phận để cố định chip cảm biến (trái), chip cảm biến cùng giá đỡ được gắn vào mô-tơ bước nhằm thay đổi góc tới của ánh sáng chiếu vào lăng kính (phải).

Để thảo luận về nguyên lý làm việc của chip cảm biến, tức khả năng hấp thụ ánh sáng phản xạ tại mặt phân cách giữa lớp aSi:H hoặc lớp Ti và lớp Au của lớp aSi:H và chuyển nó thành dòng quang điện, cũng như thảo luận về độ ổn định, độ bền của chip cảm biến, các phép đo dòng-thế (I-V) bằng thiết bị Keithley 2400-LV cũng được thực hiện. Ngoài ra, độ kết dính và hình thái học bề mặt của lớp Au trên lớp aSi:H cũng được kiểm tra theo thời gian, bằng phương pháp băng keo (tape test) và kính hiển vi điện tử quét sử dụng thiết bị S-3400N (Hitachi). Trong phương pháp băng keo, chúng tôi đã sử dụng băng dính Magic của hãng 3M Scotch, có chiều rộng 12,7 mm, để dán lên một nửa bề mặt lớp Au. Sau đó, sử dụng nhíp kẹp chặt toàn bộ một đầu của băng dính để kéo băng dính theo góc 180° với tốc độ khoảng 1 mm/giây (hình 4).

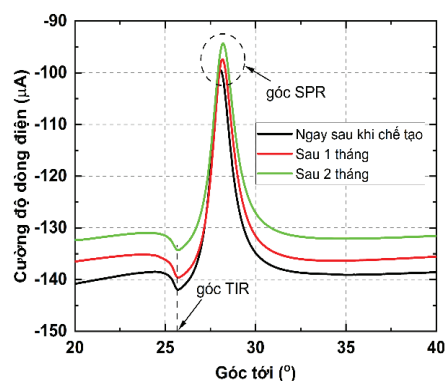
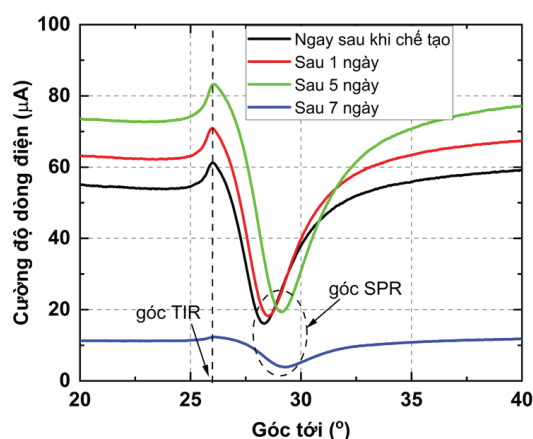


Hình 4. Hình minh họa băng dính dán lên lớp Au được bóc ra khỏi lớp Au với tốc độ 1 mm/giây, bằng lực kéo theo góc 180° (hướng từ phải sang trái).

3. Kết quả và bàn luận

Hình 5 là kết quả đo sự phụ thuộc của cường độ dòng quang điện vào góc tới của ánh sáng đối với các chip cảm biến, theo thời gian. Có thể thấy rằng, hình dạng của các đồ thị này giống với đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của cường độ tia phản xạ vào góc tới của ánh sáng, với góc phản xạ toàn phần (góc TIR) và góc cộng hưởng plasmon bề mặt (góc SPR) đặc trưng, như thu được trong các cảm biến SPR truyền thống. Nguyên nhân của việc sinh ra dòng điện và sự phụ thuộc của cường độ dòng điện vào góc tới của ánh sáng đã được chúng tôi giải thích chi tiết trong nghiên cứu gần đây của chúng tôi [12]. Có hai điểm khác biệt rõ rệt khi so sánh tín hiệu dòng quang điện của hai loại chip cảm biến. Thứ nhất, tín hiệu dòng quang điện của các chip cảm biến cấu trúc ITO/aSi:H/Au thay đổi nhanh theo thời gian, cả về cường độ dòng điện và vị trí góc SPR; trong khi đó, tín hiệu dòng quang điện của các chip cảm biến cấu trúc ITO/aSi:H/

trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Au bị bong tróc, hình thành các hạt và lỗ lớn chỉ sau bảy ngày chế tạo; trong khi, lớp Au trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au hầu như không có sự thay đổi nào sau hai tháng chế tạo. Sự kết dính và độ bền của lớp Au trong các chip cảm biến còn được thể hiện thông qua phép thử băng keo, với các kết quả được thể hiện trong hình 7. Theo đó, một đoạn băng keo được dán lên bề mặt của lớp Au, sau đó được kéo ra với một lực cố định. Các kết quả cho thấy, lớp Au lắng đọng trực tiếp trên lớp aSi:H, trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Au, bám dính tốt với lớp aSi:H ngay sau khi chế tạo (lớp Au còn nguyên vẹn sau khi bóc lớp băng keo). Tuy nhiên, sau 7 ngày, khi được kiểm tra lại cũng bằng phương pháp băng kéo, lớp Au đã bị lột ra khỏi lớp aSi:H gần như toàn bộ khi kéo lớp băng kéo ra. Trong khi đó, lớp Au vẫn nguyên vẹn trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au, sau rất nhiều lần dán và bóc lớp băng keo. Sự kết dính kém và suy giảm chất lượng nhanh chóng theo thời gian của lớp Au trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Au, có

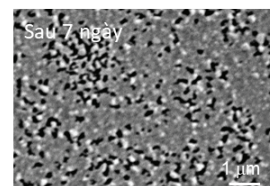
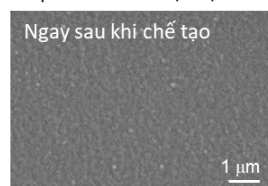


Hình 5. Đồ thị sự phụ thuộc của dòng quang điện vào góc tới của ánh sáng của chip cảm biến, cấu trúc ITO/aSi:H/Au (trái) và của chip cảm biến cấu trúc ITO/aSi:H/Ti/Au (phải), đo theo thời gian.

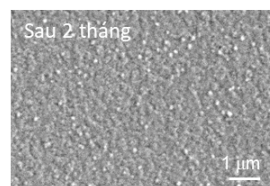
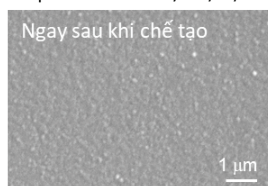
Ti/Au lại ổn định trong một thời gian dài, cường độ dòng điện và góc SPR thay đổi không đáng kể theo thời gian. Thứ hai, đó là sự đảo ngược của tín hiệu dòng điện, nhưng xét về giá trị tuyệt đối, thì cường độ dòng điện do các chip cảm biến cấu trúc ITO/aSi:H/Ti/Au sinh ra lớn hơn hẳn so với cường độ dòng điện do các chip cảm biến cấu trúc ITO/aSi:H/Au, xét trong cùng một chế độ đo.

Sự khác biệt thứ nhất có thể được giải thích bởi sự kết dính kém của lớp Au trên lớp aSi:H ngay sau khi chế tạo, và sự suy giảm chất lượng của lớp Au trong chip cảm biến cấu trúc ITO/aSi:H/Au. Trong khi đó, lớp Au trong chip cảm biến cấu trúc ITO/aSi:H/Ti/Au lại rất bền theo thời gian và dính chắc vào lớp aSi:H thông qua lớp kết dính Ti. Thực vậy, các ảnh hiển vi điện tử quét (SEM), theo dõi hình thái học bề mặt của lớp Au theo thời gian trong hai loại chip cảm biến, được thể hiện trong hình 6 đã cho thấy lớp Au

Chip cảm biến ITO/aSi/Au

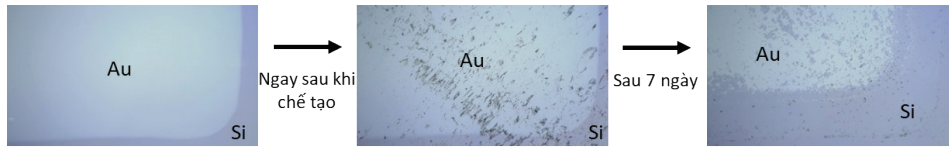


Chip cảm biến ITO/aSi/Ti/Au

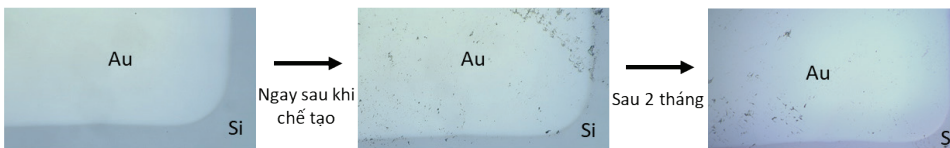


Hình 6. Ảnh SEM bề mặt lớp Au theo thời gian trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Au (trên) và trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au (dưới).

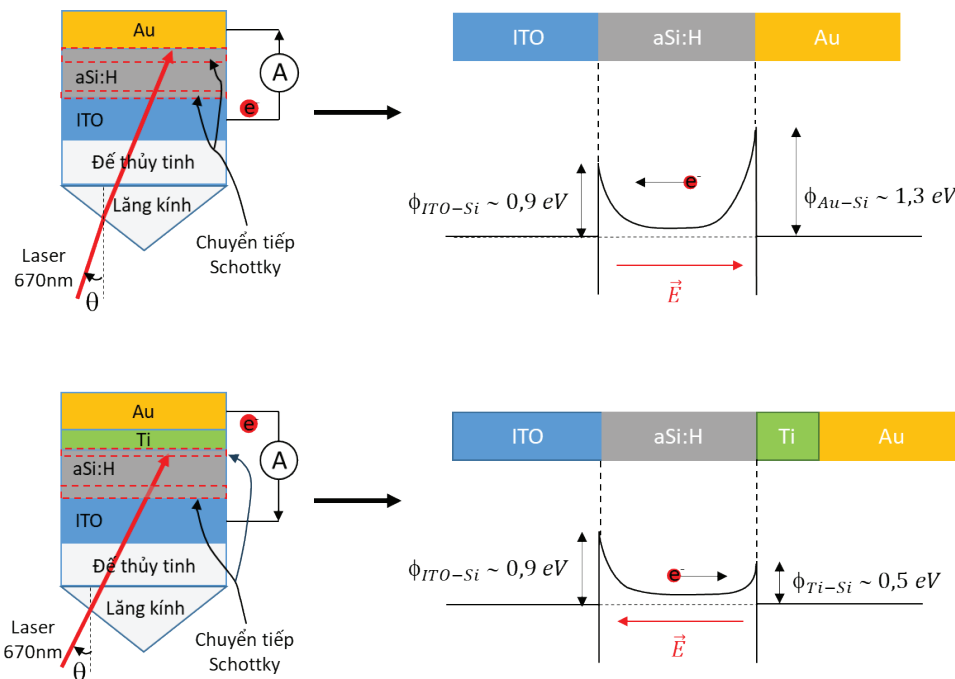
Chíp cảm biến ITO/aSi/Au



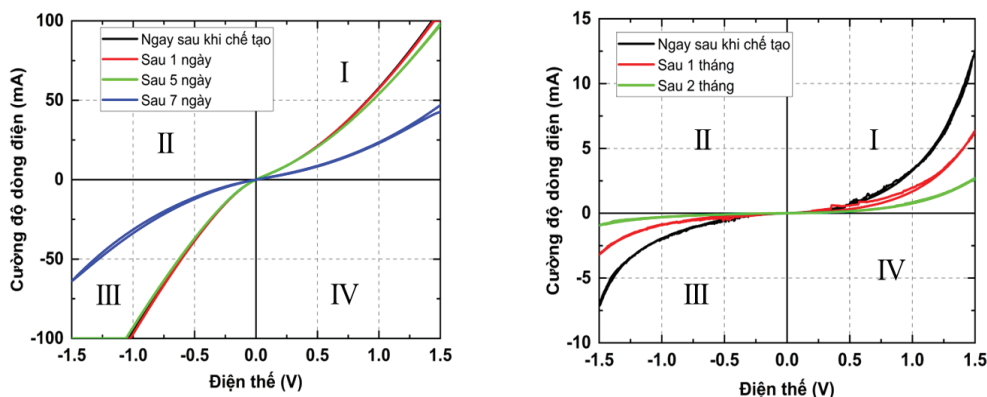
Chíp cảm biến ITO/aSi/Ti/Au



Hình 7. Ảnh bề mặt lớp Au trong chíp cảm biến ITO/aSi:H/Au (trên) và trong chíp cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au (dưới) chụp bằng kính hiển vi quang học sau các phép thử bằng keo.



Hình 8. Mô hình vùng năng lượng giả thiết hình thành trong các chíp cảm biến với hai chuyển tiếp Schottky.



Hình 9. Đồ thị I-V của chíp cảm biến ITO/aSi:H/Au (trái) và chíp cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au (phải) đo theo thời gian.

thể làm cho tiếp xúc điện giữa lớp aSi:H và Au trở nên kém và không ổn định, do đó tín hiệu điện do chíp cảm biến sinh ra bị suy biến mạnh trong một thời gian ngắn.

Sự khác biệt thứ hai có thể được giải thích bởi các chuyển tiếp Schottky được hình thành trong các chíp cảm biến. Dựa vào thông tin về công thoát của các kim loại điển hình và ái lực của Si trong tài liệu [16], chúng tôi đã vẽ mô hình vùng năng lượng cho các chíp cảm biến như hình 8. Theo đó, lớp aSi:H sẽ hình thành chuyển tiếp Schottky với cả lớp ITO và lớp Ti, cũng như với lớp Au, với độ cao các hàng rào Schottky giả thuyết như trong hình 8. Từ hình vẽ, có thể thấy, trong chíp cảm biến ITO/aSi:H/Au, chiều cao hàng rào Schottky ở chuyển tiếp aSi:H-Au lớn hơn chiều cao hàng rào Schottky ở chuyển tiếp aSi:H-ITO, điều này dẫn tới một điện trường nội trong lớp aSi:H hướng từ lớp ITO sang lớp Au. Kết quả là, điện tử được tạo ra do lớp aSi:H hấp thụ photon của ánh sáng sẽ di chuyển về phía lớp ITO. Trong khi đó, với chíp cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au, chiều cao hàng rào Schottky ở chuyển tiếp aSi:H-Ti nhỏ hơn chiều cao hàng rào Schottky ở chuyển tiếp aSi:H-ITO, điều này dẫn tới một điện trường nội trong lớp aSi:H hướng từ lớp Ti sang lớp ITO. Kết quả là, điện tử được tạo ra do lớp aSi:H hấp thụ photon của ánh sáng sẽ di chuyển về phía lớp Au. Điều này khiến cho chiều của dòng quang điện được tạo ra trong hai loại chíp cảm biến ngược chiều nhau. Do đó, đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của dòng quang điện vào góc tới

của ánh sáng của hai loại chip cảm biến bị ngược nhau như trong hình 5 ở trên. Các hàng rào thế Schottky trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au thấp hơn trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Au, cùng với sự kết dính tốt của lớp Au trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au, có thể là nguyên nhân dẫn đến cường độ dòng quang điện được tạo ra trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au lớn hơn cường độ dòng quang điện được tạo ra trong chip cảm biến ITO/aSi:H/Au.

Kết quả của các phép đo I-V được thể hiện trong hình 9 đã chứng minh cho các lập luận của chúng tôi ở trên. Cả hai loại chip cảm biến đều sở hữu các đường I-V không thể hiện rõ ràng đặc trưng tuyến tính cũng như đặc trưng chỉnh lưu điện. Quan sát kỹ, chúng ta có thể thấy, dòng điện tăng nhanh theo thế trong góc phần tư thứ III với chip cảm biến ITO/aSi:H/Au, trong khi dòng điện tăng nhanh theo thế trong góc phần tư thứ I với chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au. Ngoài ra, các đồ thị I-V của chip cảm biến ITO/aSi:H/Ti/Au, đặc biệt là đồ thị I-V đo sau hai tháng chế tạo, thể hiện được đặc trưng chỉnh lưu điện tốt hơn so với đồ thị I-V của chip cảm biến ITO/aSi:H/Au. Điều này cho thấy mẫu chế tạo được chưa thực sự tối ưu về tính chất điện mặc dù có độ bền cơ học tốt. Do đó, nếu tối ưu được quá trình chế tạo, có thể chúng ta sẽ tạo được ra chuyển tiếp ITO/aSi:H/Ti có tính chất chỉnh lưu điện tốt và ổn định ngay sau khi chế tạo. Điều này sẽ góp phần tăng độ nhạy của cảm biến [12].

4. Kết luận

Bằng cách tích hợp các lớp màng mỏng ITO/aSi:H dưới lớp Au trong cảm biến SPR dựa trên cấu hình Kretschmann truyền thống, chúng tôi đã chế tạo thành công các chip cảm biến SPR loại đo dòng. Các chip cảm biến này có thể tạo ra được tín hiệu điện thay đổi theo góc tới của ánh sáng, tương tự như tín hiệu về cường độ của tia phản xạ trong các cảm biến SPR truyền thống. Ảnh hưởng của lớp kết dính Ti giữa lớp aSi:H và lớp Au đã được đánh giá và giải thích. Theo đó, sự xuất hiện của lớp Ti, làm cho tín hiệu điện bị đảo chiều nhưng có cường độ lớn hơn. Ngoài ra, lớp Ti cũng giúp cho cấu hình vật lý của cảm biến bền hơn theo thời gian, qua đó tín hiệu điện thu được cũng ổn định hơn. Tuy nhiên, như đã được báo cáo nhiều trong các nghiên cứu về cảm biến SPR, việc thêm bất kì lớp kết dính nào cũng sẽ làm cho hiệu ứng SPR yếu đi, dẫn đến độ nhạy của cảm biến thấp. Vì vậy, chiều dày của lớp Ti cần được lựa chọn sao cho vừa đảm bảo độ nhạy của cảm biến, vừa đảm bảo độ bền và độ ổn định của cảm biến.

LỜI CẢM ƠN

Công trình nghiên cứu được tài trợ bởi đề tài nghiên cứu cấp Bộ Khoa học và Công nghệ do Viện Ứng dụng Công nghệ chủ trì: "Nghiên cứu, thiết kế, chế tạo cảm biến trường

phân tán (evanescent field sensor) nhạy chiết suất để xác định hàm lượng ethylene oxide sử dụng trong bảo quản thực phẩm", mã số 15/2023/HĐ-ĐTCB.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] E. Kretschmann, H. Raether (2014), "Notizen: Radiative decay of non radiative surface plasmons excited by light", *Zeitschrift Für Naturforschung A*, **23(12)**, pp.2135-2136, DOI: 10.1515/zna-1968-1247.
- [2] A.S. Lambert, S.N. Valiulis, A.S. Malinick, et al. (2020), "Plasmonic biosensing with aluminium thin films under the Kretschmann configuration", *Analytical Chemistry*, pp.8654-8659, DOI: 10.1021/acs.analchem.0c01631.
- [3] Y.V. Stebunov, D.I. Yakubovsky, D.Y. Fedyanin, et al. (2018), "Superior sensitivity of copper-based plasmonic biosensors", *Langmuir*, **34(15)**, pp.4681-4687, DOI: 10.1021/acs.langmuir.8b00276.
- [4] V. Yesudasu, H.S. Pradhan, R.J. Pandya (2021), "Recent progress in surface plasmon resonance based sensors: A comprehensive review", *Heliyon*, **7(3)**, DOI: 10.1016/j.heliyon.2021.e06321.
- [5] S. Das, R. Devireddy, M.R. Gartia (2023), "Surface plasmon resonance (SPR) sensor for cancer biomarker detection", *Biosensors*, **13(3)**, DOI: 10.3390/bios13030396.
- [6] Bruker (2024), *Surface Plasmon Resonance for High-Throughput Analysis*, <https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/surface-plasmon-resonance.html>, accessed 5 June 2024.
- [7] Cytivalifesciences (2024), *Biacore™ T200*, <https://www.cytivalifesciences.com/en/us/shop/protein-analysis/spr-label-free-analysis/spr-systems/biacore-t200-p-05644>, accessed 5 June 2024.
- [8] Sprpages (2024), *SPR Theory*, <https://www.sprpages.nl/spr-overview/spr-theory>, accessed 5 June 2024.
- [9] Y. Ajiki, T. Kan, K. Matsumoto, et al. (2018), "Electrically detectable surface plasmon resonance sensor by combining a gold grating and a silicon photodiode", *Applied Physics Express*, **11(2)**, DOI: 10.7567/APEX.11.022001.
- [10] A. Lotfiani, M. Ghanaatshoar, S.M. Mohseni (2019), "Miniaturized optoelectronic SPR sensor based on integrated planar waveguide and MIM hot-electron photodetector", *IEEE Transactions on Electron Devices*, **66(12)**, pp.5215-5220, DOI: 10.1109/TED.2019.2950297.
- [11] Y.C. Huang, S.F. Wang, B.C. Chen, et al. (2023), "Towards cost-effective and lightweight surface plasmon resonance biosensing for H5N1 avian influenza virus detection: Integration of novel near-infrared organic photodetectors", *Sensors and Actuator B: Chemical*, **400**, DOI: 10.1016/j.snb.2023.134898.
- [12] H.T. Nguyen, C.T. Tran, H.H. Nguyen, et al. (2024), "Surface plasmon resonance sensor with photodiode integrated beneath plasmonic layer", *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, **9(2)**, DOI: 10.1016/j.jsamd.2024.100711.
- [13] Y. Zhao, X. Zhang, B. Yan (2019), "Hydrogenated amorphous silicon thin film", *Handbook of Photovoltaic Silicon*, Springer, pp.639-692, DOI: 10.1007/978-3-662-56472-1_27.
- [14] N.H. Tiep, N.D. Hieu, B.D. Tu, et al. (2023), "Effect of annealing temperature on I-V curves of ITO/aSi:H junction", *The Proceedings of The 4th International Workshop on Advanced Materials and Devices*, pp.153-156 (in Vietnamese).
- [15] S. Ekgasit, C. Thammacharoen, F. Yu, et al. (2005), "Influence of the metal film thickness on the sensitivity of surface plasmon resonance biosensors", *Applied Spectroscopy*, **59(5)**, pp.661-667, DOI: 10.1366/0003702053945994.
- [16] D.A. Neamen (2012), *Semiconductor Physics and Devices: Basic Principles*, 4th Edition, McGraw-Hill, New York, 784pp.

Nghiên cứu kết hợp quá trình nitrat hóa bán phần - khử nitrat hóa bằng vật liệu sinh khối dạng hạt ứng dụng trong xử lý nước thải giàu amoni

Nguyễn Văn Tuyền, Bùi Thị Thủy Ngân, Đoàn Văn Hưởng, Nguyễn Thị Mai Linh, Chu Xuân Quang*

Trung tâm Công nghệ Vật liệu, Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 26/7/2024; ngày chuyển phản biện 31/7/2024; ngày nhận phản biện 5/8/2024; ngày chấp nhận đăng 22/8/2024

Tóm tắt:

Quá trình nitrat hóa bán phần (PN) - khử nitrat hóa sử dụng giá thể dạng hạt gel được thử nghiệm để xử lý nước thải giàu amoni. Trước khi thử nghiệm, quá trình thích nghi của bùn hoạt tính được thực hiện để thúc đẩy sự phát triển của các vi sinh vật oxy hóa amoni. Tiếp đó, để đánh giá hiệu quả xử lý của quá trình nitrat hóa bán phần, sinh khối vi sinh vật được vận hành theo cơ chế của quá trình sinh trưởng lơ lửng. Cuối cùng là quá trình xử lý nước thải giàu amoni bằng việc kết hợp quá trình PN - khử nitrat hóa bằng vật liệu sinh khối dạng hạt. Kết quả thu được, trong giai đoạn thích nghi, tỷ lệ tích lũy nitrat (NAR) lên tới 95,32%, hiệu quả xử lý các chất tương đối cao khi sử dụng bùn hoạt tính lơ lửng và sinh khối dạng hạt. Hiệu suất xử lý nhu cầu oxy hóa học (COD), amoni (NH_4^+) trong hai giai đoạn lần lượt là 98,04 và 92,04% đối với bùn hoạt tính; 97,53 và 93,22% đối với sinh khối dạng hạt. Kết quả cho thấy, việc kết hợp quá trình PN - khử nitrat hóa bằng vật liệu sinh khối dạng hạt có tiềm năng lớn để xử lý nước thải giàu amoni.

Từ khóa: bể xử lý theo mẻ, khử nitrat hóa, nitrat hóa bán phần, nước thải giàu amoni, sinh khối dạng hạt.

Chỉ số phân loại: 1.4, 2.7, 2.8

Research on combining partial nitrification - denitrification process with granular biomass materials for application in ammonium-rich wastewater treatment

Van Tuyen Nguyen, Thi Thuy Ngan Bui, Van Huong Doan, Thi Mai Linh Nguyen, Xuan Quang Chu*

Center for Advanced Materials and Environmental Technology, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

Received 26 July 2024; revised 5 August 2024; accepted 22 August 2024

Abstract:

The process of partial nitrification combined with denitrification using granular biomass materials was studied to evaluate the ability to treat ammonium-rich wastewater. First, acclimation of activated sludge was performed to promote the growth of ammonium-oxidising microorganisms. Next, to evaluate the treatment efficiency of the partial nitrification process after the microorganisms have adapted, the suspended activated sludge biotechnology with intermittent aeration was performed. Finally, the process of treating ammonium-rich wastewater by combining the partial nitrification - denitrification process with granular biomass was carried out. The obtained results showed that in the adaptation phase, the nitrate accumulation rate (NAR) is up to 95.32%, and the treatment efficiency of substances is relatively high when using suspended activated sludge and granular biomass material. The treatment efficiency of chemical oxygen demand (COD) and NH_4^+ (ammonium) in the two stages was 98.04 and 92.04%, respectively, for activated sludge; 97.53 and 93.22%, respectively, for granular biomass. The results exhibited that the combination of partial nitrification - denitrification process using granular biomass materials has great potential for treating ammonium-rich wastewater.

Keywords: ammonium-rich wastewater, denitrification, granular biomass, partial nitrification, sequencing batch reactor.

Classification numbers: 1.4, 2.7, 2.8

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

1. Đặt vấn đề

Amoni luôn là chất ô nhiễm được quan tâm nhiều khi tính toán thiết kế công trình xử lý nước thải có nồng độ amoni cao như nước rỉ rác, nước thải chăn nuôi... Amoni khi thất thoát ra ngoài môi trường có thể ảnh hưởng tới môi trường tự nhiên và tác động tiêu cực tới sự sống của con người và các sinh vật. Bên cạnh đó, nồng độ giới hạn của amoni trong tiêu chuẩn nước thải được kiểm soát ngày một chặt chẽ hơn nhằm giảm thiểu nguy cơ gây phú dưỡng nguồn nước [1].

Các công nghệ sinh học luôn được ưu tiên lựa chọn do hiệu quả về mặt chi phí và hiệu quả xử lý so với các công nghệ hóa lý khác. Các công nghệ sinh học dùng bùn hoạt tính như thiếu khí/hiếu khí (A/O), kỵ khí/thiếu khí, hiếu khí (A2/O) đang được sử dụng phổ biến tại Việt Nam. Tuy nhiên, khả năng loại bỏ tổng nitơ đối với những loại nước thải có nồng độ amoni cao giá trị nhu cầu oxy hóa học (BOD) thấp như nước rỉ rác của các quá trình xử lý sinh học này không cao. Kết quả, chi phí vận hành cao do nhu cầu năng lượng cho sục khí để quá trình nitrat hóa diễn ra và phải bổ sung thêm nguồn carbon cho giai đoạn khử nitrat. Ngoài ra, một vấn đề của các hệ thống này đó chính là các vi khuẩn, vi sinh vật sẽ bị rửa trôi một phần trong quá trình xử lý. Các nghiên cứu trước đây cho thấy, việc duy trì được một lượng lớn các vi khuẩn này trong bể phản ứng là rất cần thiết để xử lý nitơ trong các loại nước thải có tải trọng ô nhiễm nitơ cao. Một số công nghệ cải tiến đã được nghiên cứu và phát triển như công nghệ MBR (công nghệ xử lý sinh học bằng màng lọc) hay MBBR (công nghệ bùn hoạt tính áp dụng kỹ thuật vi sinh bám dính trên giá thể chuyển động). Tuy nhiên, các kết quả nghiên cứu cho thấy, những công nghệ này phù hợp với nước thải có giá trị nitơ ở mức thấp. Khác với các phương pháp trên, quá trình PN kết hợp khử nitrat hóa được nghiên cứu và phát triển để xử lý nước thải có amoni cao nhưng tỷ lệ carbon/nitơ (C/N) thấp. Ưu điểm của công nghệ làm giảm nhu cầu năng lượng cho sục khí, lượng bùn dư thấp giúp giảm phát sinh chất thải rắn, bên cạnh đó hiệu suất xử lý amoni đảm bảo yêu cầu [2].

Hiện nay, kỹ thuật cố định sinh khối vi sinh vật được chú ý nhờ có những ưu điểm vượt trội như: sinh khối khó bị rửa trôi, cố định dưới dạng hạt nên vi sinh vật sẽ được bảo vệ, dễ dàng được tái sử dụng. Polyvinyl alcohol (PVA) thường được lựa chọn làm vật liệu cho quá trình cố định sinh khối [3, 4]. Tuy nhiên, do đặc tính cơ học kém nên cần bổ sung các chất gia cường kích thước nano [5]. Graphen oxit (GO) có nhiều tiềm năng cho mục đích này bởi tính chất cơ học tốt, siêu tương thích sinh học, diện tích bề mặt riêng lớn.

Như vậy, công nghệ nitrit hóa bán phần hay sinh khối dạng hạt cũng đã dành được sự quan tâm của các nhà khoa học. Các công nghệ đã và đang được nghiên cứu phát triển để phù hợp với điều kiện của Việt Nam. Tuy nhiên, với quá trình PN, việc nghiên cứu chủ yếu mới dừng ở việc xác định các yếu tố ảnh hưởng, cũng như thông số vận hành thích hợp với nước thải thường là nước thải tổng hợp, hoặc nước thải pha loãng và kết quả xử lý vẫn chưa cao. Ngoài ra, các nghiên cứu vẫn chưa xét đến tính biến động trong thành phần của nước thải thực tế khi các yếu tố tự nhiên thay đổi như: mùa, nhiệt độ, lượng mưa. Việc duy trì sự ổn định của hệ thống trước sự biến đổi về đặc tính của nước thải cũng là một điểm quan trọng khi lựa chọn công nghệ xử lý. Với những ưu điểm đã được giới thiệu, sử

dụng sinh khối dạng hạt có thể nâng cao tính ổn định của quá trình xử lý sinh học của các công trình xử lý nước, từ đó đạt được hiệu quả xử lý mong muốn. Vì vậy, trong nghiên cứu này, công nghệ sinh học trên cơ sở bùn hoạt tính và sinh khối dạng hạt sẽ được tập trung nghiên cứu phát triển để xử lý nước thải có nồng độ amoni cao, phù hợp với Việt Nam.

2. Nguyên vật liệu và phương pháp nghiên cứu

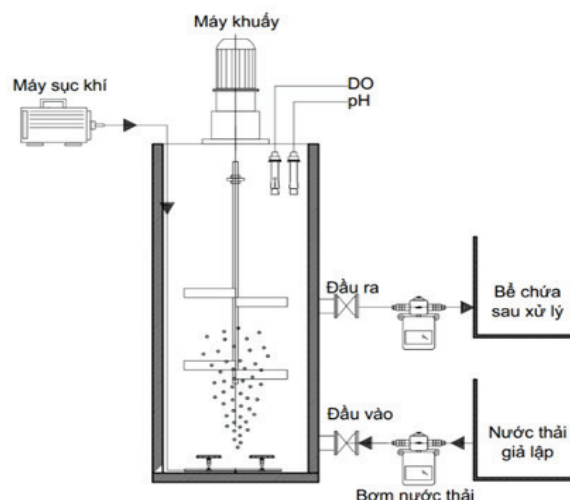
2.1. Nguyên vật liệu

Nước thải giả lập được tạo từ các hóa chất sau: amoni clorua (NH_4Cl), glucose ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$), natri hydrocacbonat (NaHCO_3).

Các chất dinh dưỡng và vi lượng thiết yếu cho vi sinh vật cũng được bổ sung bao gồm: $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$; $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$; $\text{NaMoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; $\text{NaSeO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$; H_3BO_3 .

2.2. Mô hình thí nghiệm

Hình 1 mô tả sơ đồ tổng quát hệ thống xử lý bằng quá trình PN trong đó sử dụng sinh khối dạng hạt gel.



Hình 1. Mô hình thí nghiệm xử lý nước thải sử dụng trong nghiên cứu.

Bình xử lý có thể tích làm việc hữu ích là $0,005 \text{ m}^3$ (5 l) với các kích thước chiều dài $\times$ chiều rộng $\times$ chiều cao = $150 \text{ mm} \times 150 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$ (hình 1). Hệ thống đĩa sục khí được đặt dưới đáy bể xử lý nhằm cung cấp oxy cho vi sinh vật sinh trưởng và phát triển trong giai đoạn hiếu khí. Thiết bị khuấy trộn sử dụng trong giai đoạn thiếu khí. Chế độ vận hành được kiểm soát bằng cách sử dụng bộ hẹn giờ được kết nối với bơm sục khí, bơm hút. Các cảm biến đo pH, nhiệt độ và nồng độ oxy hòa tan cũng được sử dụng.

Nguyên lý vận hành của hệ xử lý: hệ thống xử lý vận hành theo công nghệ bùn hoạt tính xử lý theo mẻ SBR với 4 công đoạn chính: làm đầy - sục khí - lắng - rút nước. Thể tích nước trao đổi tại mỗi chu kỳ vận hành là $0,0025 \text{ m}^3$ (2,5 l) tương đương 50% thể tích bể.

2.3. Quy trình thực nghiệm

Ở giai đoạn đầu, nghiên cứu đã tiến hành giai đoạn thích nghi và phát triển quá trình PN trong bể xử lý theo mẻ (SBR). Bể phản

ứng SBR dòng chảy liên tục có thể tích 5 l đã được sử dụng. Nồng độ DO được duy trì trong khoảng 0,5-1 mg/l. Chế độ vận hành: làm đầy: 15 phút; phản ứng: 655 phút; lắng: 40 phút; rút nước: 10 phút. Trong khi đó, nồng độ NH_4^+ tăng dần trong khoảng 50-150 mg N/l.

Sau khi hệ thống đạt trạng thái ổn định, nghiên cứu tiếp tục khảo sát ảnh hưởng của chế độ sục khí gián đoạn tới hiệu quả của quá trình PN - khử nitrat hóa. Chế độ vận hành trong giai đoạn này: 2 tiếng sục khí và 2 tiếng dừng sục. Các thời gian khác của quy trình vận hành bao gồm lắng và rút nước tương tự như thí nghiệm 1, với thời gian mỗi chu kỳ xử lý là 12 tiếng. Nồng độ NH_4^+ -N tăng dần trong khoảng 10-200 mg/l.

Cuối cùng, nghiên cứu kết hợp quá trình nitrat hóa bán phần-khử nitrat hóa sử dụng giá thể dạng hạt gel chế tạo từ PVA/GO. Hỗn hợp gồm PVA (5%) và GO (1%) được phối trộn với bùn hoạt tính có thể tích tương đương để tạo thành nguyên liệu chế tạo hạt gel. Hỗn hợp sau đó được nhỏ giọt vào dung dịch boric axit bão hòa để tạo hạt. Hạt gel được rửa bằng nước sạch và bảo quản ở 4°C trước khi sử dụng. Nồng độ amoni tăng dần từ 10 lên 200 mg/l để đánh giá khả năng xử lý amoni. Quy trình vận hành sẽ tương tự với quá trình nitrat hóa bán phần trên.

2.4. Phương pháp phân tích

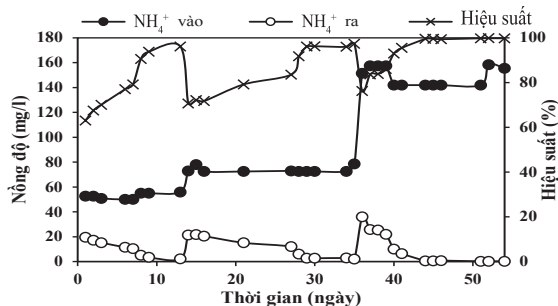
PH và nồng độ oxy hòa tan (DO) được xác định bằng máy đo đa chỉ tiêu (HQ40d, Hach, Hoa Kỳ). Chỉ tiêu COD, NH_4^+ , NO_3^- , NO_2^- đo bằng máy quang phổ UV-VIS theo các phương pháp SMEWW 5220-D, SMEWW 4500-NH₃, SMEWW 4500NO₃⁻, SMEWW 4500-NO₂⁻ [6]. Chỉ tiêu SS được xác định theo TCVN 6625:2000. Độ kiềm được xác định theo TCVN 6636-1:2000.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Kết quả giai đoạn thích nghi và phát triển quá trình nitrat hóa bán phần trong bể xử lý theo mẻ

Diễn biến nồng độ của amoni, nitrit, nitrat trong giai đoạn thích nghi được thể hiện trên hình 2 và hình 3.

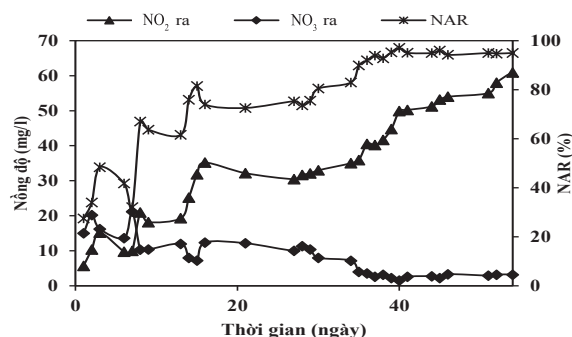
Giá trị amoni đầu vào tăng dần từ 50 tới 150 mg/l. Dựa vào đồ thị hình vẽ nhận thấy, trong ba ngày đầu tiên giá trị amoni đầu ra tương đối cao, tại ngày thứ 3, NH_4^+ -N đầu ra là 15,2 mg/l, hiệu suất xử lý chỉ đạt 70,08%.



Hình 2. Hiệu suất xử lý amoni trong giai đoạn thích nghi.

Trong những ngày tiếp theo, hiệu suất xử lý tăng dần, tới ngày thứ 13, hiệu suất xử lý đạt 96,16%, giá trị amoni đầu ra chỉ còn 2,15 mg/l. Khi tăng giá trị amoni đầu vào lên 75 mg/l, hiệu suất xử lý

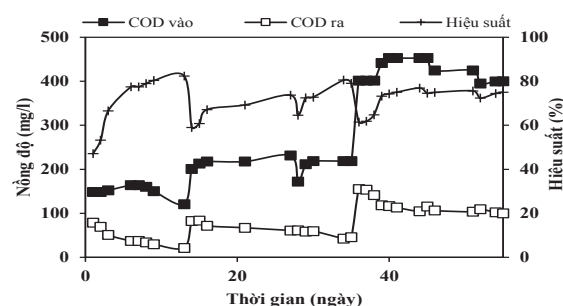
giảm xuống 70,68%, và tăng tới giá trị 97,32%, giá trị NH_4^+ -N đầu ra 2,1 mg/l. Hiện tượng này đã được quan sát lần nữa khi nồng độ NH_4^+ -N đầu vào là 150 mg/l. Giá trị nồng độ NO_2^- , NO_3^- đầu ra và tỷ lệ NAR được thể hiện trên hình 3. Có thể thấy, trong khoảng thời gian đầu của quá trình vận hành, giá trị nitrat đầu ra còn tương đối cao, nguyên nhân có thể là do các vi khuẩn oxy hóa nitrit (NOB) chưa bị ức chế hoàn toàn, lượng lớn NO_2^- tạo thành tác dụng với oxy hòa tan còn dư trong bể nên thích hợp cho sự phát triển của NOB tạo ra NO_3^- [7].



Hình 3. Diễn biến nồng độ nitrit, nitrat và tỷ lệ tích lũy nitrit trong giai đoạn thích nghi.

Sau 8 ngày vận hành, NAR tăng lên 67,02% và sau đó tiếp tục tăng dần, sau 55 ngày vận hành thì tỷ lệ tích lũy nitrit đã đạt giá trị tương đối cao 95,24%. Có thể thấy, vi khuẩn AOB hoạt động mạnh tạo ra lượng lớn nitrit còn các vi khuẩn NOB đã bị ức chế, nên giá trị nitrat đầu ra thấp. Điều này chứng tỏ quá trình PN đang diễn ra hiệu quả.

Dựa trên kết quả phân tích, quá trình đã khởi động thành công với tỷ lệ tích lũy nitrit ban đầu là 27,54%. Sau 50 ngày vận hành ổn định, khi nồng độ amoni là 150 mg/l, giá trị NAR đã tăng lên 95,24% và hiệu suất xử lý amoni ở nồng độ cao đã đạt là 99,84%.



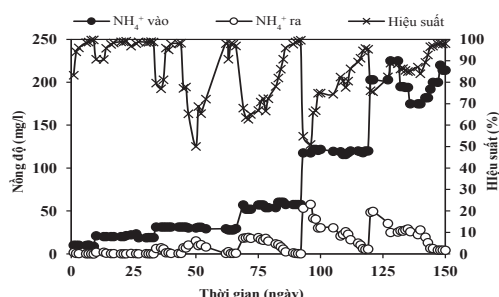
Hình 4. Hiệu quả xử lý nhu cầu oxy hóa học trong giai đoạn thích nghi.

Giá trị COD trong giai đoạn thích nghi tăng dần từ 150 mg/l tới 450 mg/l. Nhận thấy, hiệu suất xử lý COD trong giai đoạn này chưa cao. Khi đầu vào là 150 mg/l, ban đầu hiệu suất xử lý 47,09% trong ngày đầu tiên và tăng dần lên 72,61% tại ngày 13, giá trị COD 41,2 mg/l. Khi tăng giá trị COD đầu vào lên 225 mg/l, hiệu suất giảm xuống 59,03% sau đó tăng dần 79,09% tại ngày thứ 35 của quá trình vận hành. Khi COD đầu vào được tăng lên 450 mg/l, hiệu suất cũng giảm nhẹ nhưng tiếp tục tăng trở lại và đạt 75%, giá trị COD đầu ra 100 mg/l.

Các kết quả cho thấy, quá trình PN đã được vận hành thành công. Bể SBR được chuyển qua quy trình vận hành gián đoạn để vận hành quá trình PN.

3.2. Hiệu quả của quá trình nitrat hóa bán phần - khử nitrat hóa với bùn hoạt tính lơ lửng

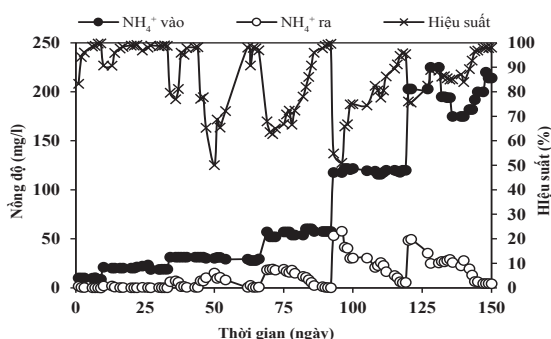
Hình 5 thể hiện hiệu quả xử lý amoni với hệ bùn hoạt tính lơ lửng. Giá trị amoni đầu vào tăng dần từ 10 mg/l tới 200 mg/l. Trong giai đoạn đầu, khi nồng độ $\text{NH}_4^+\text{-N}$ đầu vào 10-30 mg/l, hiệu suất xử lý đạt 99,77; 98,74; 96,95% khi giá trị amoni đầu vào tương ứng là 10; 20; 30 mg/l.



Hình 5. Hiệu suất xử lý amoni với hệ bùn hoạt tính lơ lửng.

Khi tăng giá trị amoni đầu vào lên 60 mg/l, giá trị amoni đầu ra tăng cao, hiệu suất xử lý giảm xuống thấp trong những ngày đầu, sau đó hiệu suất xử lý tăng dần trong những ngày tiếp theo và đạt 99,62% vào ngày thứ 92, $\text{NH}_4^+\text{-N}$ đầu ra chỉ còn 0,22 mg/l. Hiệu suất xử lý lại tiếp tục giảm mạnh trong những ngày đầu và tăng dần vào những ngày tiếp theo khi tăng giá trị amoni đầu vào lên 120 mg/l và 200 mg/l. Nguyên nhân là do những ngày đầu khi tăng lên một nồng độ amoni mới, vi sinh vật cần khoảng thời gian nhất định để có thể thích nghi với môi trường mới, nên trong thời gian này hiệu suất xử lý sẽ giảm xuống. Sau đó, khi đã thích nghi với môi trường, hiệu suất xử lý sẽ tăng dần [8].

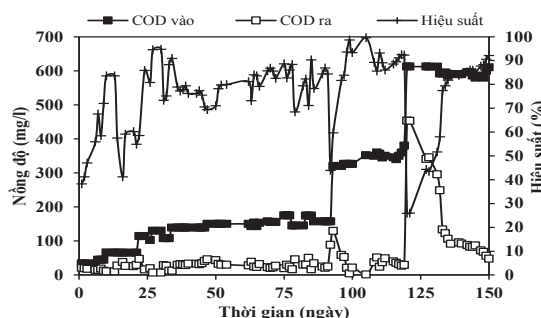
Diễn biến nồng độ của nitrit và nitrat với hệ bùn hoạt tính lơ lửng được thể hiện trên hình 6.



Hình 6. Diễn biến nồng độ amoni, nitrat và nitrit với hệ bùn hoạt tính lơ lửng.

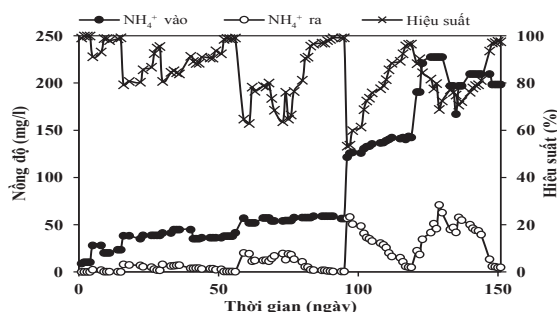
Nhận thấy, khi nồng độ amoni đầu vào 10-30 mg/l, cả ba giá trị là amoni, nitrit và nitrat đầu ra đều thấp. Cho thấy, hiệu quả xử lý cao. Do đã có giai đoạn vi sinh vật thích nghi ban đầu, nên khi giá trị đầu vào còn thấp thì các vi sinh vật xử lý hiệu quả các chất. Khi tiếp tục tăng giá trị amoni lên 60, 120, 200 mg/l, tại những ngày đầu, giá trị nitrit đầu ra ở mức cao.

Hiệu suất xử lý COD với hệ bùn hoạt tính lơ lửng được thể hiện trên hình 7. Dựa vào đồ thị nhận thấy, hiệu suất xử lý tăng dần. Giá trị COD đầu vào dao động 30-600 mg/l. Hiệu suất xử lý COD tăng từ 38,24% lên 72,03% từ ngày thứ nhất tới ngày thứ 9. Sau đó, hiệu suất giảm nhẹ khi tăng giá trị COD đầu vào lên 60 mg/l. Khi tăng COD lên các giá trị cao hơn, hiệu suất bị giảm xuống đầu mỗi giai đoạn, nhưng sau đó lại tăng trở lại, đạt hiệu suất xử lý cao. Hiệu suất xử lý đạt 92,14% khi giá trị COD đầu vào là 600 mg/l, lúc này giá trị COD đầu ra là 48 mg/l. Như vậy, có thể thấy, xử lý nước thải giàu amoni bằng quá trình PN - khử nitrat hóa với hệ bùn hoạt tính lơ lửng trong nghiên cứu này đã mang lại hiệu quả xử lý cao, các giá trị đầu ra amoni, nitrit, nitrat và COD đều đáp ứng tiêu chuẩn đề ra.



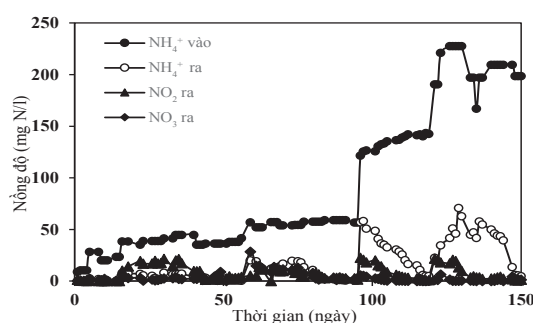
Hình 7. Hiệu suất xử lý nhu cầu oxy hóa học với hệ bùn hoạt tính lơ lửng.

3.3. Hiệu quả của quá trình nitrat hóa bán phần - khử nitrat hóa với sinh khối dạng hạt



Hình 8. Hiệu suất xử lý amoni trong giai đoạn sử dụng sinh khối dạng hạt.

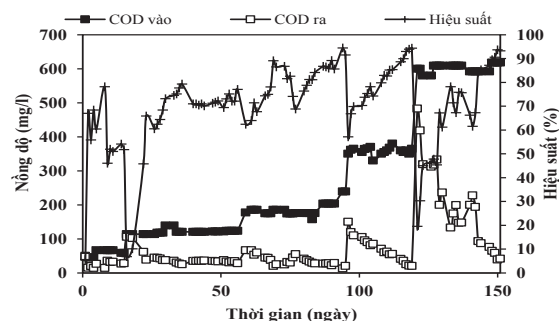
Trong giai đoạn đầu khi nồng độ amoni đầu vào ở khoảng 10-20 mg/l, nồng độ amoni ở đầu ra thấp, hiệu quả xử lý amoni tăng cao, đến 99,98%. Trong giai đoạn này, amoni được xử lý tốt, đạt hiệu quả cao. Trong giai đoạn sau, khi nồng độ amoni đầu vào tăng lên 40 mg/l, nồng độ amoni ở đầu ra tăng cao hơn so với giai đoạn đầu, nhưng không chênh lệch nhiều, hiệu quả chuyển hóa amoni vẫn ở mức cao khoảng 97%. Khi tăng giá trị amoni đầu vào lên lần lượt 60, 120 và 200 mg/l, hiệu suất chuyển hóa amoni giảm mạnh trong những ngày đầu, sau đó hiệu suất tăng dần trong những ngày tiếp theo cho tới cuối giai đoạn. Trong một nghiên cứu của American Public Health Association (2005) [6] cho thấy, hiệu suất xử lý cũng bị suy giảm khi tăng nồng độ amoni từ 90 lên 250 mg/l trong bể xử lý [6]. Vi sinh vật có thể đã cần thời gian nhất định để thích nghi với điều kiện môi trường mới. Hiệu suất xử lý đã đạt 99,15%, 96,49% và 97,53% tại cuối các giai đoạn với amoni đầu vào là 60, 120 và 200 mg/l.



Hình 9. Diễn biến nồng độ amoni, nitrat và nitrit trong giai đoạn sử dụng sinh khối dạng hạt.

Nồng độ NO_2^- và NO_3^- đầu ra được thể hiện trên hình 9. Có thể nhận thấy, khi nồng độ amoni đầu vào còn thấp, 10-20 mg/l thì giá trị NO_2^- , NO_3^- đầu ra cũng tương đối thấp. Khi giá trị amoni đầu vào tăng lên 40 mg/l (từ ngày thứ 16 của quá trình vận hành), giá trị nitrit đầu ra tương đối cao từ ngày 16 tới ngày 36, sau đó giá trị nitrit giảm dần từ ngày 40 tới ngày 56 (giảm từ 9,76 mg/l xuống còn 3,99 mg/l). Điều tương tự cũng xảy ra khi tăng giá trị amoni đầu vào lên 60, 120, 200 mg/l. Trong những ngày đầu của từng giai đoạn, giá trị nitrit đầu ra tương đối cao, sau một thời gian xử lý, khi vi sinh vật đã thích nghi được với sự thay đổi của nồng độ amoni thì hiệu suất xử lý tăng trở lại.

Hiệu suất xử lý COD trong giai đoạn sử dụng sinh khối dạng hạt được thể hiện trên hình 10. Giá trị COD đầu vào trong nghiên cứu tăng dần từ 30 lên 600 mg/l, tăng tương ứng khi tăng nồng độ amoni. Nhận thấy, với giá trị COD trong khoảng 30-60 mg/l, nhìn chung, giá trị COD đầu ra thấp mặc dù hiệu suất xử lý không cao, do giá trị COD đầu vào tương đối thấp. Tiếp tục tăng COD lên các giá trị cao hơn, hiệu suất xử lý có xu hướng giảm trong những ngày đầu, sau đó tăng dần tới cuối giai đoạn, giá trị đầu ra của COD thấp.



Hình 10. Hiệu suất xử lý COD trong giai đoạn sử dụng sinh khối dạng hạt.

Khi COD đầu vào tăng lên mức cao nhất là 600 mg/l, trong những ngày đầu hiệu suất giảm mạnh hơn so với các giai đoạn trước. Nguyên nhân có thể do nồng độ COD đầu vào cao (tăng hơn so với giai đoạn trước đó gần 2 lần), sự thay đổi lớn về nồng độ dẫn tới vi sinh vật không kịp thích nghi, hiệu quả xử lý giảm nhanh chóng. Trong những ngày tiếp theo, hiệu suất đã tăng lên tuy nhiên có những ngày giá trị COD đầu ra vẫn còn cao, phải tới ngày thứ 23 (giai đoạn diễn ra từ ngày 121 tới ngày 151) hiệu suất ổn định và tăng cao đạt 84,31%. Ngày 151 hiệu suất đã tăng lên 93,22%, giá trị COD đầu ra 42 mg/l.

Như vậy, có thể thấy kết hợp quá trình PN - khử nitrat hóa bằng vật liệu sinh khối dạng hạt đã mang lại hiệu quả xử lý cao, khi giá trị amoni và COD đầu vào tăng lên 200 và 600 mg/l, hiệu quả xử lý của hệ thống cao, các giá trị nitrit, nitrat, amoni, COD đều thấp, đạt được tiêu chuẩn đã đề ra.

4. Kết luận

Nghiên cứu kết hợp quá trình PN và khử nitrat hóa bằng giá thể dạng hạt gel để xử lý nước thải giàu amoni đã mang lại hiệu quả xử lý cao. Sau 55 ngày vận hành trong bể SBR dòng chảy liên tục, vi sinh vật đã thích nghi được với môi trường DO thấp (0,5-2 mg/l), tỷ lệ tích lũy nitrit thu được cao đạt 95%. Kết quả xử lý nước thải giàu amoni trong hai môi trường là bùn hoạt tính lơ lửng và sinh khối dạng hạt đều cho hiệu quả xử lý amoni, nitrit, nitrat, COD tương đối cao, đáp ứng được tiêu chuẩn đầu ra.

Với những ưu điểm mà công nghệ PN khử nitrat hóa kết hợp với sinh khối dạng hạt mang lại, việc nghiên cứu ứng dụng trong xử lý nước thải giàu amoni với quy mô phòng thí nghiệm đã bước đầu thành công. Các kết quả nghiên cứu với nước thải giả lập tạo tiền đề cho nghiên cứu sâu hơn với các loại nước thải thực tế. Công nghệ này có tiềm năng lớn trong ứng dụng xử lý nước thải giàu amoni như nước rỉ rác, nước thải chăn nuôi...

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được thực hiện trong khuôn khổ đề tài cấp Bộ Khoa học và Công nghệ năm 2023-2024 “Nghiên cứu chế tạo vật liệu sinh khối hoạt tính dạng hạt và ứng dụng trong xử lý nước thải giàu amoni” do Trung tâm Công nghệ Vật liệu, Viện Ứng dụng Công nghệ chủ trì thực hiện. Nhóm tác giả xin trân trọng cảm ơn Bộ Khoa học và Công nghệ đã cấp kinh phí cho nhiệm vụ này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] N.V. Suc (2012), *Wastewater Treatment Technology*, Vietnam National University Ho Chi Minh City Press (in Vietnamese).
- [2] F. Ding, D. Liang, Y. Wu, et al. (2020), “Effect of C/N on partial nitrification in an MBBR at low temperature”, *Environ. Sci.: Water Res. Technol.*, **6**, pp.3391-3399, DOI: 10.1039/D0EW00654H.
- [3] N.T. Minh, M. Choi, N. Park, et al. (2020), “Critical design factors for polyvinyl alcohol hydrogel entrapping ammonia-oxidizing bacteria: Biomass loading, distribution of dissolved oxygen, and bacterial liability”, *Environ. Eng. Res.*, **26**(2), DOI: 10.4491/eer.2020.010.
- [4] Y. Wang, Y. Liu, M. Feng, et al. (2018), “Study of the treatment of domestic sewage using PVA gel beads as a biomass carrier”, *Journal of Water Reuse and Desalination*, **8**(3), pp.340-349, DOI: 10.2166/wrd.2017.181.
- [5] C.A. Tao, Z. Hao, W. Fang, et al. (2017), “Mechanical properties of graphene oxide/polyvinyl alcohol composite film”, *Polym. Polym. Compos.*, **25**(1), pp.11-16, DOI: 10.1177/096739111702500102.
- [6] American Public Health Association (2005), *Standard Methods for The Examination of Water and Wastewater*, **21**, 317pp.
- [7] P.K. Lieu, F. Kenji (2008), “Development of a novel nitrogen removal process using anammox reaction”, *Hue University Journal of Science*, **117**(48), pp.109-118 (in Vietnamese).
- [8] X. Liu, M. Kim, G. Nakhla (2017), “Operational conditions for successful partial nitrification in a sequencing batch reactor (SBR) based on process kinetics”, *Environmental Technology*, **38**(6), pp.694-704, DOI: 10.1080/09593330.2016.1209246.

Xác định thành phần hóa học và bước đầu đánh giá hoạt tính kháng khuẩn của tinh dầu sả Java (*Cymbopogon winterianus* Jowitt.) ở huyện Tây Giang, tỉnh Quảng Nam

Mã Thị Bích Thảo^{1*}, Nguyễn Phương¹, Trần Hà¹, Nguyễn Thị Hồng¹, Bùi Bích Thùy¹, Hoàng Văn Tuấn², Trịnh Tất Cường³, Phùng Phương Anh¹

¹Trung tâm Ươm tạo Công nghệ và Doanh nghiệp Khoa học Công nghệ,

Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

²Trường Đại học Phenikaa, phường Yên Nghĩa, quận Hà Đông, Hà Nội, Việt Nam

³Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội, 334 đường Nguyễn Trãi, phường Thanh Xuân Trung, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 24/7/2024; ngày chuyển phản biện 26/7/2024; ngày nhận phản biện 12/8/2024; ngày chấp nhận đăng 22/8/2024

Tóm tắt:

Từ lâu, sả đã được sử dụng nhiều để trị các bệnh cảm cúm, cảm lạnh thông thường. Đã có một số nghiên cứu trong và ngoài nước về thành phần hóa học và hoạt tính sinh học của loài này. Tuy nhiên, vẫn chưa có báo cáo về thành phần hóa học và hoạt tính kháng khuẩn của cây sả trồng tại huyện Tây Giang, tỉnh Quảng Nam, Việt Nam. Mục tiêu của nghiên cứu này hướng tới xác định thành phần hóa học của tinh dầu sả hương Tây Giang bằng sắc ký khí kết hợp với khối phổ (GC-MS) và bước đầu đánh giá khả năng kháng khuẩn đối với ba chủng vi khuẩn: *B. subtilis*, *Salmonella* và *E. coli* bằng phương pháp khuếch tán đĩa thạch của tinh dầu sả hương Tây Giang (*Cymbopogon winterianus* Jowitt.). Kết quả phân tích đã xác định được 26 cấu tử có trong thành phần của tinh dầu sả hương Tây Giang, trong đó ba thành phần chính là citronellal (48,84%), citronellol (9,73%) và geraniol (19,75%). Hơn nữa, nghiên cứu cho thấy tinh dầu sả hương Tây Giang biểu hiện hoạt tính kháng khuẩn trên 2 chủng là *B. subtilis* và *E. coli* với giá trị MIC là 48,15 mg/ml, trong đó hoạt tính kháng khuẩn biểu hiện mạnh hơn trên chủng *E. coli* và không biểu hiện kháng khuẩn đối với chủng *Salmonella*. Những kết quả này góp phần tạo thêm ứng dụng cho tinh dầu sả hương Tây Giang, khai thác tiềm năng và nâng cao giá trị của loại cây này.

Từ khóa: citronellal, citronellol, geraniol, kháng khuẩn, thành phần tinh dầu, sả hương Tây Giang.

Chỉ số phân loại: 1.4, 3.5

Determination of chemical composition and preliminary assessment of antibacterial activity of Java Citronella essential oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt.) in Tay Giang district, Quang Nam province

Thi Bích Thao Ma^{1*}, Phuong Nguyen¹, Ha Tran¹, Thi Hong Nguyen¹, Bích Thủy Bùi¹, Van Tuan Hoang², Tat Cuong Trinh³, Phuong Anh Phung¹

¹Science and Technology Business and Technology Incubation Center, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

²Phenikaa University, Yen Nghia Ward, Ha Dong District, Hanoi, Vietnam

³University of Science, Vietnam National University - Hanoi, 334 Nguyen Trai Street, Thanh Xuan Trung Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

Received 24 July 2024; revised 12 August 2024; accepted 22 August 2024

Abstract:

For a long time, lemongrass has been used to treat flu and common colds. There have been a number of domestic and foreign studies on the chemical composition and biological activities of this species. However, there are still no reports on the chemical composition and antibacterial activity of lemongrass grown in Tay Giang district, Quang Nam province, Vietnam. The aim of this research is to determine the chemical composition of Tay Giang lemongrass essential oil using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and initially evaluate the antibacterial ability of three bacterial strains of Tay Giang lemongrass essential oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt.): *B. subtilis*, *Salmonella*, and *E. coli* by agar disk diffusion method. The analysis results identified 26 constituents in the composition of Tay Giang lemongrass essential oil with three main components being citronellal (48.84%), citronellol (9.73%), and geraniol (19.75%). Furthermore, the study showed that Tay Giang lemongrass essential oil exhibited antibacterial activity on two strains, *B. subtilis* and *E. coli* with a minimum inhibitory concentration (MIC) value of 48.15 mg/ml, in which the antibacterial activity is stronger on strain *E. coli* and did not show antibacterial activity on *Salmonella* strain. These results contribute to creating more applications for Tay Giang lemongrass essential oil, exploiting the potential and enhancing the value of this plant.

Keywords: antimicrobial, citronellal, citronellol, essential oil components, geraniol, Tay Giang lemongrass.

Classification numbers: 1.4, 3.5

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

1. Đặt vấn đề

Chi Sả ở nước ta có khoảng 15 loài trong đó 2 loại sả được trồng phổ biến nhất là sả chanh - Lemongrass (*Cymbopogon citratus* Stapf) và sả Java - Citronella (*Cymbopogon winterianus* Jowitt) [1]. Cây sả hương Tây Giang là tên gọi địa phương tại huyện Tây Giang, tỉnh Quảng Nam, thuộc loài *Cymbopogon winterianus* Jowitt. Tinh dầu sả hương Tây Giang chứa nhiều cấu tử khác với sả Java được trồng ở nơi khác. Tuy nhiên, sả hương Tây Giang chưa được nghiên cứu sâu để tăng khả năng ứng dụng trong chăm sóc sức khỏe cộng đồng.

Cây sả ở huyện Tây Giang phát triển tốt ở độ cao trên 600 m, càng cao lượng tinh dầu tích tụ trong lá càng lớn. Cây sả rất phù hợp với 10 xã ở huyện Tây Giang, tổng diện tích trồng sả hiện tại là 110 ha với 195 hộ dân, dự kiến sẽ phát triển trên toàn huyện với tổng diện tích 550 ha, nâng số hộ dân tham gia lên 650 hộ, đạt khoảng 16.650 tấn lá sả/ha/năm. Hàm lượng tinh dầu trong lá sả hương Tây Giang cao gấp 4 lần so với cây sả khác. Đây là giống sả có hàm lượng tinh dầu cao, chất lượng tinh dầu tốt nên rất cần nghiên cứu để ứng dụng cho việc chăm sóc sức khỏe cộng đồng.

Nhiều nghiên cứu về tinh dầu sả đã chỉ ra rằng, tinh dầu sả có khả năng kháng lại một số vi sinh vật, đặc biệt là vi khuẩn gây bệnh [2]. Việc sử dụng kết hợp các loại tinh dầu với các hợp chất chiết từ thực vật trong các sản phẩm là một xu hướng phát triển trong công nghiệp dược hiện đại. Các nghiên cứu trong và ngoài nước cho thấy khả năng kháng được vi khuẩn gram âm, vi khuẩn gram dương, nấm men, nấm mốc của nhiều loại tinh dầu sả khác nhau [2, 3]. Tính kháng khuẩn của tinh dầu được chứng minh là do sự hiện diện của một số hoạt chất như citral, geraniol, phenol, terpen và aldoketone [4]. Nhiều công bố đã cho thấy, các loại tinh dầu sả có khả năng ức chế một số loại vi khuẩn, chống oxy hóa, chống viêm, giải cảm, ngăn cản phát triển của côn trùng... Do vậy, tinh dầu sả đã được ứng dụng trong một số sản phẩm như: nước rửa tay, nước xịt côn trùng, tinh dầu massage, nước xịt khử mùi...

Xu hướng ngày nay là sử dụng các sản phẩm có nguồn gốc tự nhiên, thân thiện môi trường và an toàn cho người sử dụng. Nhóm tác giả đã tiến hành nghiên cứu xác định thành phần hóa học và đánh giá khả năng kháng một số vi khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang, từ đó đề xuất hướng ứng dụng tinh dầu sả trong các sản phẩm dược phẩm, mỹ phẩm, thực phẩm. Những kết quả thu được sẽ góp phần xây dựng dữ liệu khoa học, định hướng cho việc khai thác và sử dụng có hiệu quả cây sả hương trồng tại huyện Tây Giang, tỉnh Quảng Nam.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Lá và thân sả hương Tây Giang lấy tại xã Tr'Hy, huyện Tây Giang, tỉnh Quảng Nam. Chọn 03 chủng vi khuẩn thường gặp trong tự nhiên là: *B. subtilis*, *Salmonella* và *E. coli* làm đối tượng nghiên cứu. Chủng gốc được cung cấp từ Trung tâm Ươm tạo Công nghệ và Doanh nghiệp Khoa học Công nghệ - Viện Ứng dụng Công nghệ. Môi trường nuôi cấy LB (*Luria Bertani*) 1 lít: Agar (20 g), peptone (10 g); cao nấm men (10 g); NaCl (5 g), nước cất vừa đủ.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Phương pháp chưng cất: Lá và thân sả hương Tây Giang được chưng cất trên hệ thống thiết bị chưng cất lôi cuốn hơi nước TBCC-50 (hình 1) với các thông số như sau: nhiệt độ 116°C, áp suất 1,2 atm, thời gian 126 phút, tiến hành ngưng tụ ở 40°C và đưa vào thiết bị phân ly tách tinh dầu sả thô. Sau đó, tinh dầu sả thô được tách nước bằng Na_2SO_4 khan, tiến hành lọc thu được tinh dầu sả hương Tây Giang khan [5].



Hình 1. Hệ thống thiết bị chưng cất lôi cuốn hơi nước TBCC-50.

Phương pháp xác định hàm lượng và thành phần cấu tử có trong tinh dầu sả hương Tây Giang: Hàm lượng và thành phần cấu tử có trong tinh dầu sả hương Tây Giang được xác định bằng phương pháp sắc ký khí kết hợp khối phổ (GC-MS) [6]. Sử dụng cột mao quản HP5-MS (60 m x 0,25 mm x 0,25 μm), khí mang: He. Inlet: 250°C, chương trình nhiệt độ (60-240°C, tăng 4°C/phút), năng lượng ion hóa 70 eV, quét mảnh 35-450 m/z. Điều kiện sắc ký khí nối ghép detector ion hóa ngọn lửa (GC-FID): Cột mao quản HP5-MS (60 m x 0,25 mm x 0,25 μm), khí mang: He. Inlet: 250°C, chương trình nhiệt độ (60-240°C, tăng 40/phút), khí mang N_2 , khí

đốt O₂ và H₂. Ngân hàng phổ HPCH1607, W09N08, NIST chemistry WebBook. Hàm lượng và thành phần cấu tử (%) trong tinh dầu sả là phần trăm diện tích pic của các cấu tử so với tổng diện tích các chất bay hơi của tinh dầu sả.

Phương pháp thử nghiệm hoạt tính kháng khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang:

Chuẩn bị mẫu: Dầu dừa tinh khiết có khả năng hòa tan hoàn toàn tinh dầu sả hương Tây Giang, là môi trường thuận lợi cho sự phát triển của vi sinh vật, đồng thời không làm ảnh hưởng đến kết quả nghiên cứu. Nhóm nghiên cứu tiến hành sử dụng dầu dừa tinh khiết làm dung môi pha loãng. Tiến hành khảo sát khả năng kháng khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang ở các thang nồng độ pha loãng lần lượt 5, 10, 20 và 40 lần tương ứng với nồng độ tinh dầu sả hương Tây Giang trong dầu dừa tinh khiết ở nồng độ: 192,6, 96,3, 48,15 và 24,075 mg/ml. Tinh dầu sả hương Tây Giang sử dụng trong thí nghiệm có tỷ trọng 0,963 g/ml.

Thử nghiệm hoạt tính kháng khuẩn [7]: Chủng vi khuẩn được hoạt hóa trước ở 37°C trong 24 giờ ở môi trường LB. Nhỏ 100 µl dịch vi khuẩn đã hoạt hóa lên bề mặt thạch đĩa petri chứa môi trường LB, trải đều. Tiến hành đục lỗ thạch đường kính 6 mm trên đĩa, sau đó cho 50 µl tinh dầu sả hương Tây Giang vào giếng thạch khuếch tán vào môi trường, mang ủ đĩa petri ở 37°C sau 24 giờ, có thể quan sát xuất hiện vòng kháng khuẩn và đọc kết quả. Kích thước vòng kháng khuẩn D chính là khoảng mà vi khuẩn không phát triển được. Kích thước vòng kháng khuẩn càng lớn thì khả năng kháng khuẩn của tinh dầu càng cao và ngược lại. Hoạt tính kháng khuẩn được đánh giá bằng cách đo đường kính (ĐK) vòng ức chế vi sinh vật bằng công thức:

$$ĐK = D - d \text{ (mm)}$$

trong đó: D là đường kính vòng vô khuẩn, d là đường kính lỗ thạch. Thí nghiệm lặp lại 3 lần và lấy giá trị bán kính trung bình.

Phương pháp xử lý số liệu: Kết quả được xử lý bằng phần mềm Excel 2010, các thí nghiệm được lặp lại 3 lần (n=3).

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Xác định thành phần hóa học của tinh dầu sả hương Tây Giang

Kết quả xác định thành phần hóa học của tinh dầu sả hương Tây Giang bằng GC-MS, được thể hiện trên bảng 1.

Bảng 1. Thành phần chính của tinh dầu sả hương Tây Giang.

STT	Thành phần	Hàm lượng (%)	TCVN 11426: 2016 (Hàm lượng chính tối thiểu %)
1	Limonene	3,53	2,0
2	Linalool	0,60	
3	Citronellal	48,84	31,0
4	Isopulegol (iso-)	0,16	
5	Isopulegol (neoiso-)	0,38	
6	Decanal	0,12	
7	Citronellol	9,73	8,5
8	Neral	0,65	
9	Nerol	0,19	
10	Geraniol	19,75	20,0
11	Geranial	0,88	
12	Citronellyl acetate	1,51	
13	Chavibetol (m-Eugenol)	0,79	
14	Geranyl acetate	2,24	
15	Elemene (cis-b-)	0,81	
16	Germacrene D	1,31	
17	Murolene (a-)	0,21	
18	Cadinene (g-)	0,24	
19	Cadinene (d-)	0,81	
20	Elemol	3,09	
21	Scapanol	2,13	
22	Eudesmol (g-)	0,18	
23	Cadinol (epi-a-)	0,20	
24	Cadinol (a-)	0,95	
25	Eudesmol (a-)	0,16	
26	Farnesol <E,E>	0,12	
	Total	99,55	

Bảng 1 cho thấy, có 26 thành phần được tìm thấy trong tinh dầu sả hương Tây Giang trong nghiên cứu này. Trong thành phần của tinh dầu sả hương Tây Giang chứa hàm lượng citronellal (48,84%) và geraniol (19,75%) nhiều nhất. Đây là 2 hoạt chất có nhiều dược tính sinh học, thường được sử dụng trong các sản phẩm thương mại như nến, nước hoa, mỹ phẩm, xà phòng và hương liệu [7]. Trong lĩnh vực dược phẩm, citronellal và geraniol đang được quan tâm bởi các hoạt tính sinh học có khả năng ức chế tốt trên các dòng ung thư phổi và ung thư gan [8]. Bên cạnh 2 hoạt chất chính trên,

trong tinh dầu sả hương Tây Giang còn một số thành phần khác cũng được tìm thấy: citronellol (9,73%), limonene (3,53%), geranyl acetate (2,24%), citronellyl acetate (1,51%)... Các thành phần chính: citronellal, citronellol và geraniol có sự tương đồng với một số báo cáo trước đây [8, 9]. K.A.F. Rodrigues và cs (2013) [10] đã khảo sát thành phần hóa học của tinh dầu loài *Cymbopogon winterianus* Jowitt. ở Brazil và phát hiện có 42 cấu tử. Tuy nhiên, cấu tử chính của tinh dầu là: citronellal (26,5%), geraniol (16,2%) và citronellol (7,3%) lại thấp hơn so với tinh dầu sả hương Tây Giang. So sánh 03 cấu tử chính có trong tinh dầu sả hương Tây Giang với TCVN 11426:2016 cho thấy, hàm lượng citronellol cao hơn tiêu chuẩn (8,5%), geraniol gần ngang bằng tiêu chuẩn (20%), hàm lượng citronella cao hơn so với tiêu chuẩn (31%) [11].

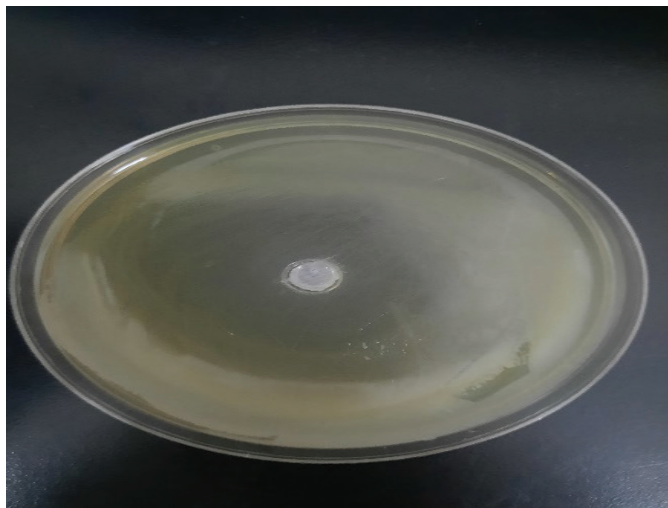
3.2. Khảo sát hoạt tính kháng khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang

Kết quả khảo sát hoạt tính kháng khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang được trình bày trong bảng 2, hình 2-5.

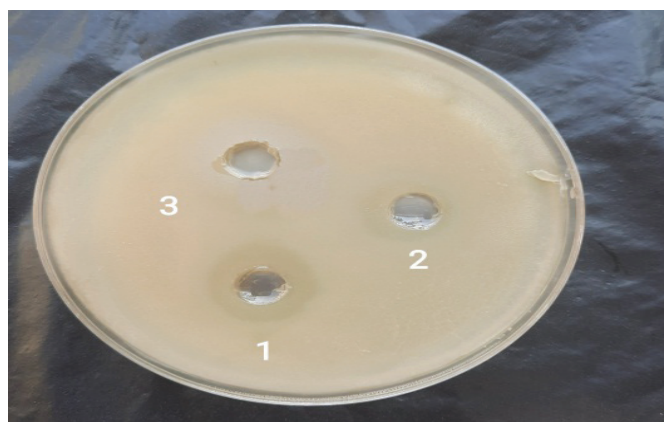
Bảng 2. Kết quả khảo sát hoạt tính kháng khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang.

Mẫu	Nồng độ tinh dầu sả (mg/ml)	Đường kính vòng vô khuẩn (mm)		
		<i>E. coli</i>	<i>B. subtilis</i>	<i>Salmonella</i>
1	192,6	33,8±0,1	26,7±0,1	-
2	96,3	15,6±0,1	12,9±0,1	-
3	48,15	9,7±0,1	7,2±0,1	-
4	24,075	-	-	-

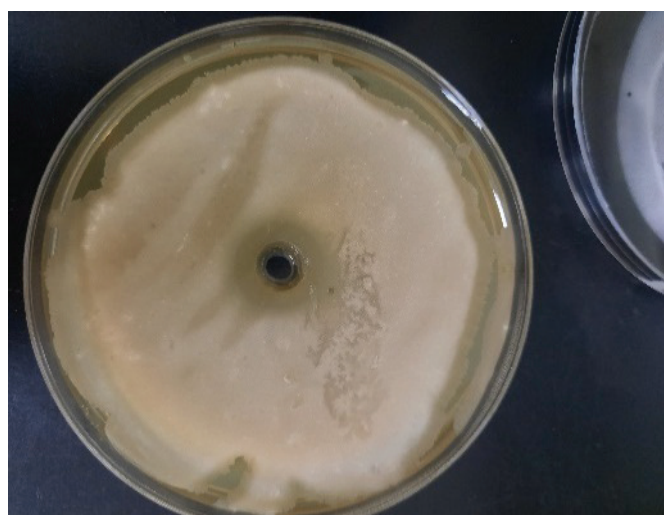
Ghi chú: - : không xuất hiện vòng kháng khuẩn.



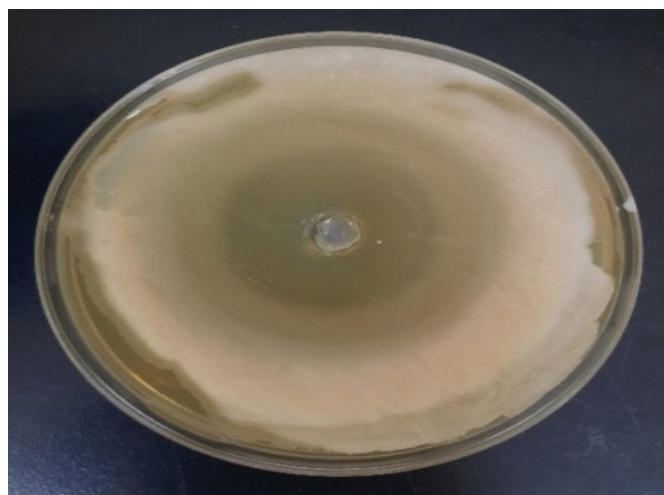
Hình 2. Vòng kháng khuẩn được tạo ra bởi tinh dầu sả hương Tây Giang trên chủng vi khuẩn *E. coli* ở nồng độ 192,6 mg/ml.



Hình 3. Vòng kháng khuẩn được tạo ra bởi tinh dầu sả hương Tây Giang trên chủng vi khuẩn *E. coli* (96,3 mg/ml (1); 48,15 mg/ml (2); 24,075 mg/ml (3)).



Hình 4. Vòng kháng khuẩn được tạo ra bởi tinh dầu sả hương Tây Giang trên chủng vi khuẩn *B. subtilis* ở nồng độ 192,6 mg/ml.



Hình 5. Vòng kháng khuẩn được tạo ra bởi tinh dầu sả hương Tây Giang trên chủng vi khuẩn *B. subtilis* ở nồng độ 48,15 mg/ml.

Từ kết quả bảng 2 và các hình 2-5 cho thấy, tinh dầu sả hương Tây Giang có tác dụng kháng khuẩn trên chủng *E. coli* và *B. subtilis* ở các nồng độ 192,6, 96,3 và 48,15 mg/ml. Giá trị MIC được xác định là 48,15 mg/ml đối với cả 2 chủng vi khuẩn. Ở nồng độ 24,075 mg/ml, tinh dầu sả hương Tây Giang không có tác dụng kháng khuẩn trên chủng *E. coli* và *B. subtilis*. Kết quả bảng 2 cho thấy, tinh dầu sả hương Tây Giang không có tác dụng kháng khuẩn trên chủng *Salmonella*. Kết quả nghiên cứu phù hợp với kết quả của M.I. Naik và cs (2010) [3] khi nghiên cứu về tinh dầu sả Java ở Ấn Độ cũng có khả năng ức chế 2 chủng vi khuẩn là *E. coli* và *B. subtilis*, với giá trị MIC là 60 mg/ml. Điều này cho thấy, tinh dầu sả hương Tây Giang có tiềm năng về các chất có hoạt tính kháng khuẩn rất lớn, có thể ứng dụng tốt để điều trị kháng viêm.

4. Kết luận

Nghiên cứu này đã xác định được các thành phần hóa học và bước đầu xác định hoạt tính kháng một số chủng vi khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang. Tinh dầu sả hương Tây Giang chứa 26 cấu tử, trong đó có 2 cấu tử chính là citronellal và geraniol có nhiều dược tính sinh học. Tinh dầu sả thể hiện hoạt tính kháng khuẩn trên 2 chủng là *B. subtilis* và *E. coli*, với giá trị MIC là 48,15 mg/ml, trong đó hoạt tính kháng khuẩn biểu hiện mạnh hơn trên chủng *E. coli* và không kháng chủng *Salmonella*. Kết quả này bước đầu cung cấp thêm thông tin về khả năng kháng khuẩn của tinh dầu sả hương Tây Giang, làm cơ sở cho các nghiên cứu và ứng dụng sau này.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu được thực hiện từ nhiệm vụ khoa học và công nghệ cấp quốc gia: “Nghiên cứu phát triển bền vững cây sả hương Tây Giang, Quảng Nam theo chuỗi giá trị”, mã số ĐTĐL.CN-20/20. Nhóm tác giả xin trân trọng cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] D.T. Loi (1962), *Vietnamese Medicinal Plants and Medicines*, Science and Technics Publishing House, 688pp (in Vietnamese).
- [2] V.T.T. Le, N.T. Nhan (2021), “Determination of chemical composition and antibacterial activity of Java lemongrass essential oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt) in Dak Lak province”, *TNU Journal of Science and Technology*, **226(16)**, pp.171-177, DOI: 10.34238/tnu-jst.4897 (in Vietnamese).
- [3] M.I. Naik, B.A. Fomda, E. Jaykumar, et al. (2010), “Antibacterial activity of lemongrass (*Cymbopogon citratus*) oil against some selected pathogenic bacteria”, *Asian. Pac. J. Trop. Med.*, **3(7)**, pp.535-538, DOI: 10.1016/S1995-7645(10)60129-0.
- [4] M. Saleem, N. Afza, M.A. Anwar, et al. (2003). “Chemistry and biological significance of essential oils *C. Citratus* from Pakistan”, *Natural Product Research*, **17(3)**, pp.159-163, DOI: 10.1080/1478641031000104118.
- [5] M.T.B. Thao, N. Phuong, T. Ha, et al. (2022), “Optimisation of distillation process parameters for extraction of Tay Giang citronella essential oil by direct steam distillation method”, *Vietnam Journal of Science and Technology*, **64(10DB)**, pp.56-62, DOI: 10.31276/VJST.64(10DB).56-62 (in Vietnamese).
- [6] R.P. Adams (2017), *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry*, Department Baylor University, ISBN-13 978-1932633214.
- [7] D.Q. Trung, V.V. Hanh, L.T. Anh (2022), “Isolation and characterization of indigenous bacteria for products processing biological products for aquaculture products in Bach Long, Nam Dinh province”, *Can Tho University Journal of Science*, **58(2)**, pp.94-100, DOI: 10.22144/ctu.jvn.2022.125 (in Vietnamese).
- [8] Vietnam Pharmacopoeia IV (2009), *Appendix 12, 13*, page PL-141 (in Vietnamese).
- [9] Vietnam Pharmacopoeia III (2002), *Appendix 9*, page PL-141 (in Vietnamese).
- [10] K.A.F. Rodrigues, C.N. Dias, F.M. Amaral, et al. (2013), “Molluscicidal and larvicidal activities and essential oil composition of *Cymbopogon winterianus*”, *Pharmaceutical Biology*, **51(10)**, pp.1293-1297.
- [11] Vietnam Ministry of Science and Technology (2016), *TCVN 11426:2016 (ISO 3848:2016), Java Lemongrass Essential Oil (Essential Oil of Citronella, Java Type)* (in Vietnamese).

Nghiên cứu phân lập và tuyển chọn các chủng vi sinh vật trong tương truyền thống Việt Nam có khả năng sinh amylase và protease cao

Đông Thị Hoàng Anh¹, Đặng Thị Hoài Thương^{1,2}, Nguyễn Hồng Minh³, Phan Diệp Tú¹, Nguyễn Minh Nam⁴, Lê Thị Hoàng Yến^{1*}

¹Trung tâm Sinh học Thực nghiệm, Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

²Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội, 334 Nguyễn Trãi, phường Thanh Xuân Trung, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

³Trung tâm Nghiên cứu Nguồn gen, Trường Đại học Phenikaa, phường Yên Nghĩa, quận Hà Đông, Hà Nội, Việt Nam

⁴Viện Ứng dụng Công nghệ, 25 Lê Thánh Tông, phường Phan Chu Trinh, quận Hoàn Kiếm, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 30/7/2024; ngày chuyển phản biện 2/8/2024; ngày nhận phản biện 19/8/2024; ngày chấp nhận đăng 22/8/2024

Tóm tắt:

Nghiên cứu này nhằm đánh giá đa dạng vi sinh vật trong tương truyền thống Việt Nam dựa vào số lượng chủng phân lập, từ đó tuyển chọn các chủng có hoạt tính cao nhất làm giống khởi động. Từ 12 mẫu tương thu thập tại Hà Nội, Hưng Yên, Hà Nam và Nghệ An, 85 chủng vi sinh vật (45 chủng vi khuẩn, 30 chủng vi nấm, bốn chủng xạ khuẩn và sáu chủng nấm men) đã được phân lập. Trong khi 54,11% chủng không có khả năng sinh cả hai loại enzyme amylase và protease bằng phương pháp cấy điểm, thì chỉ có 8,23% chủng (bảy chủng) sinh cả hai enzyme ở mức mạnh (D-d >15 mm). Cả bảy chủng này được định danh qua phân tích hình thái học và giải trình tự rDNA vùng ITS đối với nấm và vùng 16S đối với vi khuẩn. Sàng lọc thứ cấp hoạt tính enzyme bằng phương pháp khuếch tán trên thạch, hai chủng *Aspergillus oryzae* BD3-5 và *Bacillus subtilis* BD3-7 được lựa chọn làm giống khởi động dựa vào hoạt tính amylase và protease cao nhất (20-26 mm) và (16-18 mm). Bổ sung 1% (v/v) BD3-5 vào lên men mốc - giai đoạn koji làm tăng hàm lượng đường tổng số 1,8 lần; bổ sung BD3-7 vào lên men nước đậu tương làm tăng hàm lượng protein tổng số 3,0 lần so với mẫu đối chứng.

Từ khóa: amylase, *Aspergillus oryzae*, *Bacillus subtilis*, protease, tương.

Chỉ số phân loại: 1.6, 2.10

Study on isolation and selection of high amylase and protease microbes in traditional Vietnamese soy sauce

Thi Hoang Anh Dong¹, Thi Hoai Thuong Dang^{1,2}, Hong Minh Nguyen³, Diep Tu Phan¹, Minh Nam Nguyen⁴, Thi Hoang Yen Le^{1*}

¹Center for Experimental Biology, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

²Faculty of Biology, University of Science, Vietnam National University - Hanoi, 334 Nguyen Trai Street, Thanh Xuan Trung Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

³Genetic Resources Research Center, Phenikaa University, Yen Nghia Ward, Ha Dong District, Hanoi, Vietnam

⁴National Center for Technological Progress, 25 Le Thanh Tong Street, Phan Chu Trinh Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam

Received 30 July 2024; revised 19 August 2024; accepted 22 August 2024

Abstract:

The aims of this study were to evaluate the microbial diversity in traditional Vietnamese soy sauce based on the number of isolated strains and to select strains with the highest activity using as starter cultures. From 12 soy sauce samples collected in Hanoi, Hung Yen, Ha Nam, and Nghe An, 85 microbial strains (45 bacteria, 30 fungi, 04 actinomycetes, and 6 yeasts) were isolated. While 54.11% of the strains did not exhibit enzyme production by the spot inoculation method, only 8.23% of the strains (07 strains) produced both enzymes at high levels (D-d >15 mm). These 07 strains were identified through morphological analysis and sequencing of the ITS region for fungi and the 16S region for bacteria, and their enzyme activity was further screened using the agar well diffusion method. *Aspergillus oryzae* BD3-5 and *Bacillus subtilis* BD3-7 were selected as starter cultures due to their safety and highest amylase and protease activity: 20-26 mm and 16-18 mm. Adding 1% (v/v) BD3-5 to rice fermentation during the koji stage increased the total sugar content 1.8 times; adding 1% (v/v) BD3-7 to soybean liquid fermentation increased the total protein content 3.0 times compared to the control sample.

Keywords: amylase, *Aspergillus oryzae*, *Bacillus subtilis*, protease, soy sauce.

Classification numbers: 1.6, 2.10

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

1. Đặt vấn đề

Tương là một loại gia vị truyền thống lên men từ đậu nành được sử dụng trong ẩm thực Việt, cũng như nhiều quốc gia vùng Á Đông. Hương vị của tương là sự kết hợp của các nguyên liệu bao gồm gạo, đậu tương, muối và nước, cùng hoạt động trao đổi chất của hệ vi sinh vật trong quá trình lên men. Trong đó, hoạt động sinh enzyme amylase và protease cao của các vi sinh vật là điều kiện tiên quyết cho một mẻ tương ngon. Hiện nay, sản xuất tương tại các làng nghề chủ yếu dựa trên kinh nghiệm dân gian từ các hộ gia đình. Quá trình lên men chủ yếu dựa vào nguồn vi sinh vật trong tự nhiên, mang tính ngẫu nhiên. Vì vậy, chất lượng các mẻ tương thường không đồng đều, thời gian bảo quản ngắn. Bên cạnh đó, sự có mặt của một số vi sinh vật không mong muốn như *Aspergillus flavus*, *A. parasiticus*, *A. fumigatus*, *Bacillus cereus* trong tương, có thể sản sinh độc tố gây hại cho sức khỏe con người [1]. Chính vì vậy, nghiên cứu này nhằm tuyển chọn các chủng vi sinh vật an toàn, sinh amylase và protease cao làm giống khởi động, định hướng ứng dụng trong sản xuất tương truyền thống an toàn, chất lượng cao.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Thu thập mẫu và phân lập vi sinh vật

12 mẫu tương được thu thập tại các làng nghề làm tương truyền thống tại các địa điểm Hà Nội, Hưng Yên, Hà Nam và Nghệ An. Vi sinh vật được phân lập từ các mẫu tương bằng phương pháp Koch trên môi trường thạch PDA, NA, MRS, LCA, Czapek (Nissui, Nhật Bản) [2].

2.2. Định danh vi sinh vật

Phương pháp phân tích trình tự gen rDNA: DNA của các chủng vi sinh vật được tách chiết bằng kit của hãng PrepMan Ultra (Applied Biosystems, Hoa Kỳ). Trình tự đoạn gen (rDNA vùng ITS) được khuếch đại với cặp mồi ITS1 và ITS4. Vùng gen 16S rDNA được khuếch đại bằng cặp mồi 27F và 1495R. Trình tự gen của các chủng phân tích được so sánh với các trình tự gen có sẵn trên ngân hàng gen NCBI, sử dụng phương pháp Blast Search và phần mềm Clustal X [3]. Cây phát sinh chủng loại được xây dựng dựa vào thuật toán NJ [4].

Phương pháp quan sát hình thái học: Quan sát khuẩn lạc và cơ quan sinh sản của nấm, đánh giá, phân tích dựa vào so sánh kết quả quan sát so với các tài liệu tham khảo về phân loại nấm [5].

2.3. Phương pháp sàng lọc và đánh giá hoạt tính amylase và protease

2.3.1. Sàng lọc sơ bộ hoạt tính amylase và protease bằng phương pháp cấy điểm

Các chủng vi sinh vật phân lập được hoạt hóa trên môi trường thạch PDA (Nissui, Nhật Bản) ở 25°C, 3-5 ngày sau đó cấy chấm điểm (hoặc cấy vạch - đối với vi khuẩn) trên đĩa thạch có bổ sung cơ chất 0,1% để ở nhiệt độ phòng trong 2-5 ngày. Nhuộm lugol - đối với hoạt tính amylase và quan sát kích thước vòng phân hủy xung quanh khuẩn lạc. Hoạt tính protease được biểu hiện bằng kích thước vòng trong xung quanh khuẩn lạc.

$$\text{ĐKPG} = D - d \text{ (mm)}$$

trong đó: D: đường kính vòng trong xung quanh (mm), d: đường kính khuẩn lạc (mm).

2.3.2. Xác định hoạt tính amylase và protease bằng phương pháp khuếch tán trên thạch

Các chủng vi sinh vật được nuôi bằng máy lắc với môi trường PDB (Nissui, Nhật Bản) có bổ sung 0,2% cơ chất (tinh bột hoặc casein) nuôi cấy từ 2-5 ngày, tốc độ 150 vòng/phút, nhiệt độ phòng, thu được enzyme thô, nhỏ vào giếng trên thạch đĩa chứa 0,1% tinh bột (đối với amylase) 0,1% casein (đối với protease), để ủ ấm 5-6 giờ. Kiểm tra hoạt tính amylase và protease bằng phương pháp đo đường kính vòng phân giải.

2.4. Phương pháp sử dụng các chủng vi sinh vật hữu ích nhằm nâng cao chất lượng tương

Bổ sung 1% (v/v) giống khởi động vào giai đoạn lên men mốc (koji) và giai đoạn ủ chua (moromi) đối với vi khuẩn. Kiểm tra chất lượng bán thành phẩm sau 3 tuần lên men dựa vào phân tích hàm lượng đường và protein tổng số có trong mẫu.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Thu thập mẫu và phân lập các chủng vi sinh vật trong sản phẩm tương truyền thống

12 mẫu tương truyền thống đã được thu thập tại các địa điểm khác nhau trên địa bàn Hà Nội, Hà Nam, Hưng Yên và Nghệ An. Sau đó, chúng tôi tiến hành phân lập các chủng vi sinh vật có trong các mẫu tương này bằng phương pháp pha loãng, trên các môi trường NA, MRS, PDA, LCA, Czapek ở các nồng độ pha loãng 10^3 - 10^5 . Kết quả được trình bày ở bảng 1.

Bảng 1. Đa dạng vi sinh vật có trong các mẫu tương truyền thống.

Số lượng khuẩn lạc (CFU/ml)							
Địa điểm	STT	Tên mẫu tương	Vi khuẩn	Nấm mốc	Nấm men	Xạ khuẩn	Tổng
Hà Nội	1	Trung Thành	$9,5 \times 10^4$	0	0	0	$9,5 \times 10^4$
	2	Bình Đà	$8,4 \times 10^4$	$2,4 \times 10^4$	0	0	$1,0 \times 10^5$
	3	Trọng Tinh	$2,5 \times 10^7$	$1,7 \times 10^{+6}$	0	0	$2,6 \times 10^7$
	4	Cự Hồng	$5,0 \times 10^7$	$3,9 \times 10^4$	0	0	$5,0 \times 10^7$
	5	Phụ Khang	$1,0 \times 10^8$	$2,0 \times 10^6$	$5,0 \times 10^5$	0	$1,02 \times 10^8$
	6	Móng Phụ	$8,3 \times 10^7$	$5,1 \times 10^7$	$9,9 \times 10^5$	$5,0 \times 10^5$	$1,3 \times 10^8$
	7	Đường Lâm	$8,8 \times 10^7$	$4,2 \times 10^6$	0	0	$9,2 \times 10^7$
	8	Mẫu nhà dân thường	$1,6 \times 10^8$	$5,0 \times 10^5$	0	0	$1,6 \times 10^8$
	9	Mẫu bán thành phẩm	$1,0 \times 10^8$	$7,0 \times 10^4$	0	0	$1,0 \times 10^8$
Hưng Yên	10	Triệu Sơn	$3,4 \times 10^6$	$1,0 \times 10^6$	0	0	$4,4 \times 10^6$
Hà Nam	11	Mẫu nhà dân thường	$4,5 \times 10^4$	$1,0 \times 10^4$	0	0	$5,5 \times 10^4$
Nghệ An	12	Mẫu nhà dân thường	$5,4 \times 10^8$	0	0	0	$5,4 \times 10^8$

Kết quả bảng 1 cho thấy, khu hệ vi sinh vật trong các mẫu tương truyền thống ở Việt Nam rất đa dạng. Hầu hết các mẫu đều xuất hiện cả 4 loại vi sinh vật thông thường, bao gồm nấm mốc, nấm men, vi khuẩn và xạ khuẩn. Tất cả các mẫu tương đều có sự xuất hiện của vi khuẩn, 10/12 mẫu (83,33%) xuất hiện nấm mốc, 2/12 mẫu (16,67%) phát hiện có nấm men. Xạ khuẩn là loại hiếm gặp nhất, chỉ xuất hiện duy nhất trên một mẫu (8,3%). Trong số 12 mẫu nghiên cứu thì mẫu

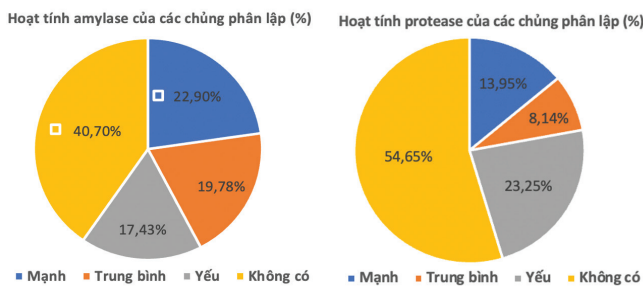
tương Mông Phụ, Hà Nội có hệ vi sinh đa dạng và mật độ khuẩn lạc cao nhất, gồm cả 4 loại vi sinh vật, hàm lượng đạt 10^5 - 10^7 CFU/ml. Mẫu tương Nghệ An và tương Trung Thành chỉ xuất hiện vi khuẩn, với tổng số lượng khuẩn lạc đạt khoảng 10^5 - 10^8 (CFU/ml).

Kết quả này tương đồng với một số kết quả trước đó của N.T. Vu và cs (2016) [6], cho rằng độ đa dạng vi sinh vật trong 14 mẫu tương thu thập từ Bản Yên Nhân, Cụ Đà và Nam Đàn đạt 10^6 - 10^8 (CFU/ml). Hoặc trong nghiên cứu của W.Y. Jung và cs (2016) [7], mật độ vi khuẩn trong tương Doenjang là $4,1 \times 10^7$ CFU/g, mật độ nấm mốc đạt $7,9 \times 10^4$ CFU/g.

3.2. Đánh giá hoạt tính amylase và protease dựa vào phương pháp cấy điểm

Dựa vào sự khác nhau về hình thái khuẩn lạc trên từng mẫu, 45 chủng vi khuẩn, 30 chủng vi nấm, 4 chủng xạ khuẩn và 6 chủng nấm men đã được lựa chọn cho các thí nghiệm tiếp theo.

Toàn bộ 85 chủng vi sinh vật phân lập được sàng lọc hoạt tính thông qua phương pháp cấy điểm. Kết quả cho thấy, có điểm khác biệt giữa hoạt tính của khu hệ vi sinh vật trong tương Việt Nam và tương Hàn Quốc. Hầu hết các vi sinh vật trong tương Hàn Quốc đều thể hiện hoạt tính amylase và protease (110/112 chủng), nhưng mức độ thể hiện yếu, đường kính vòng phân giải nhỏ hơn 10 mm ($10 \geq D-d > 5$ mm) [8]. Ngược lại, trong tương Việt Nam, chỉ 59, 30 và 45,35% số chủng vi sinh vật biểu hiện hoạt tính amylase và protease, nhưng mức độ biểu hiện mạnh, lần lượt là 22,90 và 13,95%. Đặc biệt, có 8,23% (7 chủng) sinh đồng thời cả 2 loại enzyme mạnh, được lựa chọn cho các nghiên cứu tiếp theo (hình 1).



Hình 1. Hoạt tính amylase và protease của các chủng phân lập.

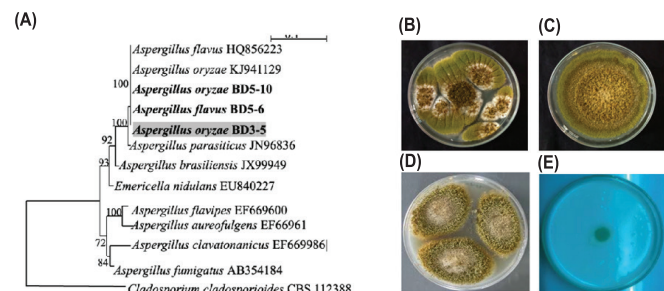
3.3. Định danh chủng vi sinh vật sinh amylase và protease cao

Trong số 7 chủng vi sinh vật đã lựa chọn ở trên, dựa vào quan sát hình thái học, 3 chủng có ký hiệu BD5-10, BD5-6 và BD3-5 là nấm sợi, 4 chủng BD3-7, BD5-3, BD3-3, BD5-5 là vi khuẩn. Các chủng này tiếp tục được phân loại bằng phương pháp phân tích hình học phân tử, dựng cây phát sinh chủng loại dựa vào phân tích trình tự gen rDNA vùng ITS (đối với nấm) và rDNA 16S (đối với vi khuẩn).

3.3.1. Đối với nấm sợi

Nghiên cứu phân tích và xây dựng cây chủng loại phát sinh của các chủng nấm sợi được lựa chọn ở trên dựa vào phân tích hình thái học và phân tích trình tự rDNA vùng ITS. Kết quả cho thấy, BD5-10, BD5-6 và BD3-5 đều nằm trên cùng một nhánh với *A. oryzae/A. flavus* (hình 2). Đây là 2 loài dễ nhầm lẫn khi phân tích bằng rDNA genome và hình thái học. Tuy nhiên, theo A.K. Maren

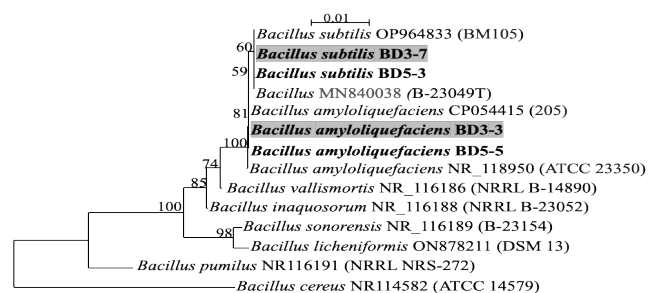
(2002) [5], khi phân loại hình thái học một cách kỹ lưỡng thì việc phân biệt 2 loài này là hoàn toàn có thể. BD5-10, BD5-6, BD3-5 khi được nuôi cấy trong các môi trường khác nhau: CYA25, MEA, CY20S, CY37 và CZ đều có hình thái khuẩn lạc bông xốp, phát triển nhanh, kích thước đạt 5-7 cm sau 5-7 ngày nuôi cấy, thể bình 1-2 tầng, kích thước 20-50 μ m. Tuy nhiên, bào tử của BD5-6 có hình cầu, đồng đều, kích thước 3-6 μ m. Trong khi bào tử BD3-5, BD5-10 không đồng đều về kích thước, hình cầu đến gần cầu, hình trứng, hình ovan, kích thước 4-8,5 μ m. Trên môi trường CYA, 37°C, BD5-6, có màu xanh ôliu đậm, hình thành hạch nấm màu nâu sẫm dày đặc (hình 2A), chủng BD3-5, BD5-10 có màu vàng cau, khi già ngả sang màu vàng nâu, không sinh hạch nấm (hình 2B, 2C, 2D). So sánh các kết quả này với khóa phân loại của chi *Aspergillus* [5], chúng tôi kết luận BD3-5 và BD5-10 thuộc về loài *A. oryzae*, BD5-6 thuộc về loài *A. flavus*. Kiểm tra khả năng sinh độc tính của BD3-5 và BD5-10 trên môi trường thạch nước dừa đều không phát hiện aflatoxin (hình 2E).



Hình 2. Định danh và đánh giá độ an toàn sinh học đối với các chủng nấm *A. oryzae/A. flavus*. (A) Cây phát sinh chủng loại của BD5-10, BD5-6, BD3-5 và các loài có quan hệ họ hàng gần gũi dựa vào phân tích trình tự gen rDNA vùng ITS, các giá trị bootstrap >40% được thể hiện trên cây, *Cladosporium cladosporioides* được sử dụng làm nhóm ngoài, bar=0,1; (B) Hình thái chủng BD5-6 (CYA37); (C) Hình thái chủng BD3-5 (CYA37); (D) Hình thái chủng BD5-10 (CYA37); (E) Chủng BD3-5 trên môi trường nước cốt dừa sau 5 ngày nuôi cấy.

3.3.2. Đối với vi khuẩn

Các chủng vi khuẩn lựa chọn được nghiên cứu phân tích và xây dựng cây phát sinh chủng loại dựa vào phân tích trình tự rDNA vùng 16S. Kết quả cho thấy, BD3-7 và BD5-3 nằm trên cùng một nhánh với chủng *B. subtilis* OP964833 (BM105); BD3-3 và BD5-5 nằm trên cùng một nhánh với các chủng *Bacillus amyloliquefaciens* NR-118950 (ATCC 23350) (hình 3).



Hình 3. Cây phát sinh của BD3-7, BD5-3, BD3-3, BD5-5 và các loài có quan hệ họ hàng gần gũi dựa vào phân tích trình tự gen 16S. Các giá trị bootstrap >40% được thể hiện trên cây, *Bacillus cereus* NR 114582 (ATCC 14579) được sử dụng làm nhóm ngoài, bar=0,1.

Theo hướng dẫn số 90/679/EWG ngày 26/11/1990 của Cộng đồng châu Âu về an toàn sinh học [2], so sánh với danh mục các vi sinh vật an toàn của CHLB Đức và Cộng đồng châu Âu cho thấy, các loài vi khuẩn *B. subtilis*, *B. amyloliquefaciens* và *A. oryzae* thuộc nhóm có độ an toàn cao (cấp độ I). Vì vậy, các chủng vi sinh vật lựa chọn trên là những chủng bảo đảm an toàn sinh học, có thể sử dụng trong sản xuất thực phẩm.

3.4. Xác định hoạt tính protease và amylase bằng phương pháp khuếch tán trên thạch

7 chủng vi sinh vật tuyển chọn trên được nuôi cấy bằng máy lắc trên môi trường PDB, bổ sung 0,1% tinh bột và casein. Hoạt tính enzyme protease và amylase được đánh giá dựa trên đường kính vòng phân giải tinh bột và casein. Kết quả được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 2. Khả năng phân giải tinh bột và casein của các chủng tuyển chọn.

Thứ tự	Ký hiệu chủng	Phân loại	Đường kính vòng phân giải (mm)	
			Tinh bột	Casein
1	BD5-10	<i>A. oryzae</i>	20±2	19±3
3	BD3-5	<i>A. oryzae</i>	26±3	25±3
4	BD3-7	<i>B. subtilis</i>	16±2	18±2
5	BD5-3	<i>B. subtilis</i>	14±3	12±2
6	BD3-3	<i>B. amyloliquefaciens</i>	8±2	11±3
7	BD5-5	<i>B. amyloliquefaciens</i>	12±2	18±2

Kết quả bảng 2 cho thấy, *A. oryzae* BD3-5 thể hiện hoạt tính cao nhất cho khả năng phân giải tinh bột và casein, đường kính vòng phân giải tinh bột và casein lần lượt là 26 và 25 mm. *B. subtilis* BD3-7 là chủng vi khuẩn có kích thước vòng phân giải lớn nhất trong số 4 chủng lựa chọn D-d = 16-18 mm. Kết quả này tương đồng với nghiên cứu của T.V.A. Nguyen (2010) [9] khi phân lập 52 chủng nấm mốc phân lập từ các mẫu koji được thu thập từ Hưng Yên, Hà Nội và Nghệ An. Kết quả nghiên cứu trước đó cũng tìm ra được một chủng *A. oryzae* MT21 có hoạt tính amylase và protease lần lượt đạt là 21 và 26 mm [9]. Tuy nhiên, tại Việt Nam chưa có nghiên cứu nào đánh giá về đa dạng cũng như hoạt tính của các chủng vi khuẩn trong tương.

3.5. Sử dụng các chủng vi sinh vật hữu ích nhằm nâng cao chất lượng tương

2 chủng *A. oryzae* BD3-5 và *B. subtilis* BD3-7 được nuôi cấy ở các điều kiện thích hợp nhất, thu sinh khối tươi và bổ sung 1% (v/v) vào giai đoạn koji và moromi. Kiểm tra chất lượng bán sản phẩm tương này sau 3 tuần ủ men dựa vào phân tích hàm lượng đường tổng số và protein tổng số có trong mẫu (bảng 3).

Như vậy, có sự khác biệt giữa bổ sung giống khởi động và không bổ sung giống khởi động cho mỗi giai đoạn lên men. Trong giai đoạn lên men koji, hàm lượng đường tổng số tăng gấp 1,8 lần trong mẫu có bổ sung *A. oryzae* BD3-5 so với mẫu không bổ sung, hàm lượng protein tổng số cũng tăng lên 6,3 lần. Ở giai đoạn moromi, hàm lượng protein tổng số trong mẫu bổ sung *B. subtilis* BD3-7 tăng 3 lần so với mẫu không bổ sung, đồng thời hàm lượng đường cũng gia tăng từ 0 lên 1,12 mg/ml. Như vậy, trong quá trình

Bảng 3. Hàm lượng protein và đường có trong mẫu lên men koji và moromi.

Mẫu phân tích	Chỉ tiêu phân tích	
	Lượng đường tổng số trong mẫu (mg/ml)	Protein tổng số (µg/ml)
Đối chứng moromi (ủ chua tự nhiên)	0	41,96
<i>B. subtilis</i> BD3-7 được bổ sung vào giai đoạn moromi	1,02	132,64
Đối chứng koji (lên men mốc tự nhiên)	0,6	5,2
<i>A. oryzae</i> BD3-5 được bổ sung vào giai đoạn koji	1,12	33,15

lên men tương, sự có mặt của đường và protein là nguyên liệu chính cho phản ứng sinh hóa từ đó cấu thành hương vị, chất lượng của mẻ tương. *A. oryzae* BD3-5 và *B. subtilis* BD3-7 là 2 giống khởi động hiệu quả cho quá trình sản xuất tương.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã phân lập và tuyển chọn được 2 chủng *A. oryzae* BD3-5 và *B. subtilis* BD3-7 có khả năng sinh tổng hợp amylase và protease cao từ các mẫu tương truyền thống. Khi bổ sung 1% (v/v) giống khởi động cho mỗi quá trình lên men, hàm lượng đường và protein tổng số có sự gia tăng rõ rệt. Trong đó, ở giai đoạn koji, chủng BD3-5 làm tăng hàm lượng đường lên 1,6 lần và hàm lượng protein lên 1,8 lần so với không bổ sung. Giai đoạn moromi, hàm lượng protein cũng tăng gấp 3 lần so với khi không bổ sung.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] V.T. Doan, T.X. Dang, T.V.H. Le, et al. (2018), "Fungal and aflatoxin contamination in soybean paste collected from Ban village, Hung Yen province, Vietnam", *American Journal of Microbiology and Biotechnology*, **5**(2), pp.25-28.
- [2] EUR-Lex Access to European Law (1990), *Council Directive 90/679/EEC of 26 November 1990 on The Protection of Workers From Risks Related to Exposure to Biological Agents at Work (Seventh Individual Directive Within The Meaning of Article 16 (1) of Directive 89/391/EEC)*, <http://data.europa.eu/eli/dir/1990/679/oj>, accessed 15 June 2024.
- [3] M. Kimura (1980), "A simple method for estimating evolution rates of base substitutions through comparative studies of nucleotide sequences", *Journal of Molecular Evolution*, **16**(2), pp.111-120, DOI: 10.1007/BF01731581.
- [4] N.M. Saitou (1987), "The neighbor joining method: A new method for reconstructing phylogenetic tree", *Molecular Biology and Evolution*, **4**(4), pp.406-425, DOI: 10.1093/oxfordjournals.molbev.a040454.
- [5] A.K. Maren (2002), *Identification of Common Aspergillus Species*, Centraalbureau voor Schimmelcultures, Utrecht, The Netherlands, 116pp.
- [6] N.T. Vu, T.V.A. Nguyen (2016), "Ethnic fermented foods and beverages of Vietnam", *Ethnic Fermented Foods and Alcoholic Beverages of Asia*, pp.383-409, DOI: 10.1007/978-81-322-2800-4_15.
- [7] W.Y. Jung, J.Y. Jung, H.J. Lee, et al. (2016), "Functional characterization of bacterial communities responsible for fermentation of Doenjang: A traditional Korean fermented soybean paste", *Frontiers in Microbiology*, **185**, pp.112-120, DOI: 10.3389/fmicb.2016.00827.
- [8] J.H. Baek, K.K. So, Y.H. Ko, et al. (2014), "Mycoflora and enzymatic characterization of fungal isolates in commercial Meju, starter for a Korean traditional fermented soybean product", *Mycobiology*, **42**(3), pp.291-295, DOI: 10.5941/MYCO.2014.42.3.291.
- [9] T.V.A. Nguyen (2010), *Research on Technology and Equipment for Producing Microbial Products for Application in Industrial Production of Traditional Fermented Foods*, Code KC.07.12/06-10, State-level project report (in Vietnamese).

Phân lập và tuyển chọn các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* có khả năng đối kháng vi khuẩn *Ralstonia pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây bệnh héo xanh trên cây dưa leo

Lê Thanh Bình^{1, 2, 3*}, Trương Minh Ngọc³, Võ Đình Quang³, Phan Thị Phụng Trang^{1, 2}

¹Trung tâm Khoa học và 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

²Đại học Quốc gia TP Hồ Chí Minh, 227 Nguyễn Văn Cừ, phường 4, quận 5, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

³Chi nhánh Viện Ứng dụng Công nghệ tại TP Hồ Chí Minh, 366A Trường Chinh, phường 13, quận Tân Bình, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Ngày nhận bài 30/7/2024; ngày chuyển phân biện 2/8/2024; ngày nhận phân biện 19/8/2024; ngày chấp nhận đăng 22/8/2024

Tóm tắt:

Dưa leo là cây rau ăn quả ngắn ngày, được canh tác phổ biến ở Đồng bằng sông Cửu Long (ĐBSCL), mang lại kinh tế ổn định cho nhiều hộ nông dân. Bệnh héo xanh do vi khuẩn *Ralstonia pseudosolanacearum* gây ra, là bệnh xảy ra phổ biến và gây hại nặng trên cây dưa leo. Nghiên cứu này được thực hiện nhằm mục tiêu phân lập và tuyển chọn một số chủng xạ khuẩn có khả năng đối kháng vi khuẩn bệnh ở điều kiện phòng thí nghiệm. Trong nghiên cứu này, 125 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* phân lập từ các mẫu đất thu thập ở ĐBSCL được sử dụng để đánh giá khả năng đối kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum*. Bằng phương pháp đối kháng trực tiếp và gián tiếp trên đĩa thạch, 03 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS18.2, DS30.6, DS32.8 thể hiện khả năng đối kháng mạnh chống lại vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây bệnh héo xanh trên cây dưa leo, với đường kính vòng kháng khuẩn lần lượt tương ứng là 22,67; 24,44; 21,56 mm. Trong đó, chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS30.6 có đường kính vòng kháng khuẩn lớn nhất được định danh thông qua giải trình tự gen 16S rRNA và xác định thuộc loài *Streptomyces noursei* DS30.6. Chủng DS30.6 được đánh giá là vi sinh tiềm năng để nghiên cứu sản xuất chế phẩm sinh học phòng trị bệnh héo xanh trên cây dưa leo.

Từ khóa: bệnh héo xanh, dưa leo, hoạt tính kháng khuẩn, *Ralstonia solanacearum*, *Streptomyces noursei*.

Chỉ số phân loại: 1.6, 4.1, 4.6

Isolation and selection of *Streptomyces* strains with antagonistic activity against the *Ralstonia pseudosolanacearum* T2C-Rasto causing bacterial wilt disease in cucumber plants

Thanh Binh Le^{1, 2, 3*}, Minh Ngoc Truong³, Dinh Quang Vo³, Thi Phuong Trang Phan^{1, 2}

¹Center for Bioscience 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

²Vietnam National University - Ho Chi Minh City, 227 Nguyen Van Cu Street, Ward 4, District 5, Ho Chi Minh City, Vietnam

³Branch of National Center for Technological Progress in Ho Chi Minh City, 366A Truong Chinh Street, Ward 13, Tan Binh District, Ho Chi Minh City, Vietnam

Received 30 July 2024; revised 19 August 2024; accepted 22 August 2024

Abstract:

Cucumbers are short-term fruit vegetables that are widely cultivated in the Mekong delta, providing a stable income for many farming households. Bacterial wilt disease caused by *Ralstonia pseudosolanacearum* is a common and severely damaging disease in cucumber plants. This study was conducted to isolate and select some *Streptomyces* strains capable of resisting pathogenic bacteria under laboratory conditions. In this study, 125 *Streptomyces* strains were isolated from soil samples collected in the Mekong delta and used to test the antibacterial ability against *R. pseudosolanacearum*. By direct and indirect antagonism methods on agar dish, three *Streptomyces* strains, including DS18.2, DS30.6, and DS32.8, exhibited to be highly effective against *R. Pseudosolanacearum* T2C-Rasto, which causes bacterial wilt disease in cucumber plants, with inhibition zone diameters of 22.67, 24.44, and 21.56 mm, respectively. Among them, the *Streptomyces* DS30.6 strain with the best antagonistic activity was identified to be *Streptomyces noursei* by 16S rRNA gene sequencing. Strain DS30.6 is a potential microorganism for research and production of biological products to prevent and treat bacterial wilt disease in cucumber plants.

Keywords: antibacterial activity, bacterial wilt disease, cucumber plants, *Ralstonia solanacearum*, *Streptomyces noursei*.

Classification numbers: 1.6, 4.1, 4.6

*Tác giả liên hệ: Email: thanhbinhbio99@gmail.com

1. Đặt vấn đề

Dưa leo là cây rau ăn quả ngắn ngày, được canh tác phổ biến ở ĐBSCL, mang lại kinh tế ổn định cho nhiều hộ nông dân [1]. Tuy nhiên, bệnh héo xanh do vi khuẩn *R. solanacearum* gây hại là mối đe dọa đáng kể đối với năng suất dưa leo [2, 3]. Phương pháp xử lý bằng hóa học được sử dụng tạm thời để hạn chế tác hại bệnh nhưng không hiệu quả và gây hại môi trường, nên việc tìm kiếm các phương pháp kiểm soát bệnh bằng vi sinh vật được đánh giá cao [4]. Một số nghiên cứu cho thấy, xạ khuẩn thuộc chi *Streptomyces* có tiềm năng kiểm soát bệnh héo xanh và bệnh vi khuẩn khác trên nhiều loại cây trồng. *Streptomyces* UP1A-1 và *S. physcomitrii* có khả năng kiểm soát bệnh héo xanh do vi khuẩn *R. solanacearum* gây ra trên cây cà chua với hiệu quả phòng trị bệnh lần lượt là 96,80% và 63,60% [5, 6]. *S. alboflavus* TD-1 và *S. rochei* BT02 có khả năng đối kháng vi khuẩn *R. solanacearum* ở nồng độ ức chế tối thiểu (MIC) lần lượt là 3,125 mg/ml và 15,00 mg/ml [7, 8]. *S. maritimus* MSQ21 đối kháng vi khuẩn *R. solanacearum* cao nhất với đường kính vòng kháng khuẩn là 18,00 mm [9]. Ở Việt Nam, H.T. Giang và cs (2017) [10] đã tuyển chọn được 03 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* TT44, TT9 và TT11 có khả năng đối kháng với vi khuẩn *R. solanacearum* gây bệnh héo xanh trên khoai lang với đường kính vòng kháng khuẩn lần lượt là 9,02; 6,74; 6,50 mm. Theo N.T.N. Bích và cs (2020) [11], chủng xạ khuẩn *S. diastaticus* CC3.2 đối kháng vi khuẩn *Erwinia carotovora* cao nhất ở môi trường ISP3 sau 5 ngày nuôi lắc 200 vòng/phút ở nhiệt độ 30°C với đường kính vòng kháng khuẩn đạt 15,22 mm. Theo N.T.N. Anh và cs (2020) [12], chủng xạ khuẩn *S. virginiae* TT8.4 có khả năng đối kháng 3 loại vi sinh vật kiểm định *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus*, và *Escherichia coli* với đường kính vòng kháng khuẩn lần lượt là 20, 18 và 16 mm.

Nhiều nghiên cứu chỉ ra rằng, xạ khuẩn *Streptomyces* là tác nhân sinh học tiềm năng để kiểm soát bệnh do vi khuẩn, vi nấm gây hại trên cây trồng thông qua tiết kháng sinh, hoạt chất kích kháng thực vật, cộng sinh với thực vật [13, 14]. Tuy nhiên, chưa có nghiên cứu nào công bố về chủng xạ khuẩn *Streptomyces* đối kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* gây bệnh héo xanh trên dưa leo ở ĐBSCL.

Mục tiêu của nghiên cứu này nhằm phân lập và tuyển chọn được một số chủng xạ khuẩn thuộc chi *Streptomyces* có khả năng đối kháng chống lại vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây bệnh héo xanh trên dưa leo ở ĐBSCL.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Chủng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây bệnh héo xanh trên dưa leo ở ĐBSCL do phòng thí nghiệm thuộc Chi nhánh Viện Ứng dụng Công nghệ tại TP Hồ Chí Minh cung cấp [15]. Các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* được phân lập từ các mẫu đất rừng nguyên sinh, đất vườn dưa leo khỏe mạnh và đất không canh tác lâu năm ở ĐBSCL.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

Phân lập các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* từ các mẫu đất thu thập ở ĐBSCL: Pha loãng mẫu đất và cấy trải trên đĩa petri có chứa môi trường Gause-I. Nuôi ủ ở nhiệt độ 28°C trong 4-7 ngày để thu được các khuẩn lạc riêng lẻ. Trên mỗi mẫu đất, khuẩn lạc của xạ khuẩn được cấy 3 pha sang đĩa petri chứa môi trường Gause-I để làm thuần. Sau đó nuôi ở nhiệt độ 28°C trong 4-7 ngày, từ các khuẩn lạc được làm thuần cấy truyền sang ống thạch nghiêng chứa môi trường thạch nghiêng Gause-I, tiếp tục nuôi ở điều kiện trên trong 10-14 ngày. Xác nhận dòng xạ khuẩn *Streptomyces* dựa trên các đặc điểm hình thái và cấu trúc dưới kính hiển vi [16].

Đối kháng trực tiếp đặt thời thạch: Các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* được cấy rìa trên môi trường thạch Gause-I, ủ sau 7 ngày ở nhiệt độ 28°C. Sau đó đục thời thạch chứa khuẩn lạc xạ khuẩn với đường kính 7 mm. Nuôi cấy vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto trong môi trường SPA lỏng, pha loãng nồng độ 10^5 CFU/ml, hút 0,1 ml dịch nuôi cấy chứa vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto trải đều trên đĩa petri chứa môi trường SPA. Tạo những giếng nhỏ có đường kính khoảng 7 mm. Đặt các thời thạch chứa khuẩn lạc chủng xạ khuẩn *Streptomyces* vào tương ứng với các giếng đã đục từ trước trên đĩa môi trường. Sau đó ủ ở nhiệt độ 28°C trong 72 giờ cho vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto phát triển. Xác định các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* tạo được vòng kháng khuẩn. Từ kết quả sàng lọc hoạt tính đối kháng, các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* có khả năng ức chế mạnh vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto được tiến hành khảo sát sự đối kháng gián tiếp [3].

Đối kháng gián tiếp đục lỗ thạch: Chủng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto được nuôi cấy trong môi trường SPA lỏng, pha loãng nồng độ 10^5 CFU/ml, hút 0,1 ml dịch nuôi cấy chứa vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto trải đều trên đĩa petri chứa môi trường SPA. Các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* được cấy trên môi trường Gause-I lỏng, nuôi lắc 14 ngày ở nhiệt độ 28°C. Tạo những giếng nhỏ có đường kính 7 mm. Nhỏ 0,1 ml dịch nuôi cấy

chủng xạ khuẩn *Streptomyces* đã loại bỏ tế bào. Ủ đĩa ở 4°C trong 15 phút cho dịch trong giếng khuếch tán. Sau đó ủ ở nhiệt độ 28°C trong 48 giờ để vi khuẩn *R. pseudolanacearum* T2C-Rasto phát triển. Đo đường kính vòng kháng khuẩn xung quanh giếng. Thí nghiệm được lặp lại 3 lần đối với mỗi chủng chọn lọc và kết quả là giá trị trung bình cộng của các lần lặp lại. Tính kích thước vòng kháng khuẩn theo công thức: Kích thước vòng kháng khuẩn = D-d; trong đó: D là đường kính vòng kháng khuẩn (mm); d là đường kính lỗ (mm) [17].

Định danh chủng xạ khuẩn *Streptomyces* được tuyển chọn bằng giải trình tự gen 16S rRNA: Chủng xạ khuẩn *Streptomyces* được tiến hành giải trình tự gen 16S rRNA

bằng thiết bị ABI 3130/3500 tại Công ty TNHH Dịch vụ Thương mại Nam Khoa. So sánh độ tương đồng của trình tự 16S rRNA với dữ liệu trên GenBank bằng chương trình BLAST [18].

Xử lý số liệu: Sử dụng phương pháp thống kê phân tích ANOVA để đánh giá các số liệu thí nghiệm. Sử dụng phương pháp trắc nghiệm Duncan để so sánh trung bình. Các số liệu ghi nhận được xử lý bằng phần mềm SPSS phiên bản 19.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Phân lập các chủng có khả năng thuộc chi *Streptomyces* từ mẫu đất thu thập ở Đồng bằng sông Cửu Long

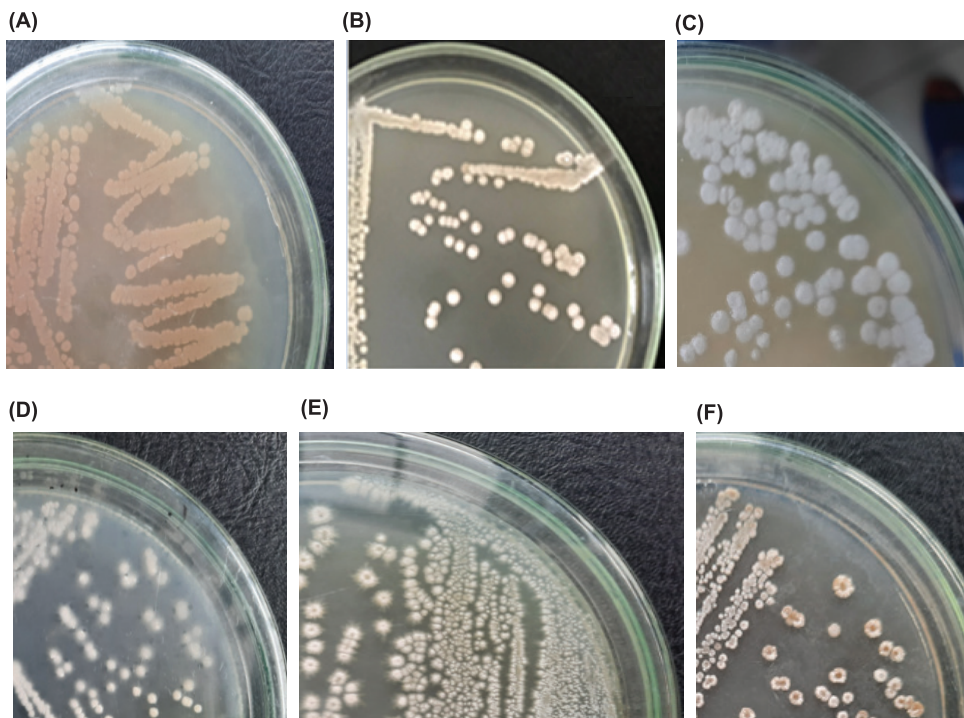
Bảng 1. Kết quả phân lập các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* từ các mẫu đất thu thập ở Đồng bằng sông Cửu Long.

TT	Địa điểm lấy mẫu	Số lượng mẫu	Loại đất	Số lượng xạ khuẩn (CFU/g đất)	Số chủng phân lập được
1	An Giang	40	Đất rừng nguyên sinh, đất vườn dưa leo khỏe mạnh, đất không canh tác lâu năm	$6,5 \times 10^6$	101
2	Đồng Tháp	5	Đất vườn dưa leo khỏe mạnh, đất không canh tác lâu năm	$3,2 \times 10^5$	12
3	Tiền Giang	3	Đất vườn dưa leo khỏe mạnh, đất không canh tác lâu năm.	$4,1 \times 10^5$	8
4	Long An	2	Đất vườn dưa leo khỏe mạnh, đất không canh tác lâu năm.	$1,3 \times 10^5$	4
Tổng cộng		50			125

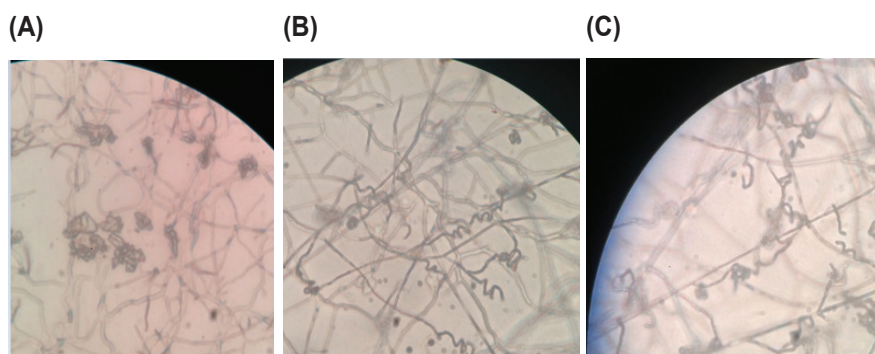
Từ 50 mẫu đất rừng nguyên sinh, đất vườn trồng dưa leo khỏe mạnh và đất không canh tác lâu năm thu thập ở ĐBSCL, đã phân lập và làm thuần được 125 chủng mang đặc điểm hình thái của xạ khuẩn như khuẩn lạc khô, bề mặt thô ráp, hơi xốp và có nhiều hình dạng và màu sắc đa dạng như màu xám nâu, vàng-cam, hồng... (bảng 1) [16].

Đối với màu sắc sợi khuẩn khí sinh, nhóm màu trắng có số lượng cao nhất 53/125 chủng chiếm 42,40%, tiếp đến nhóm màu xám 45/125 chủng chiếm 36%, nhóm màu nâu 20/125 chủng chiếm 16%, nhóm màu vàng - cam 5/125 chủng chiếm 4%, nhóm màu hồng 2/125 chủng chiếm 1,6% (hình 1).

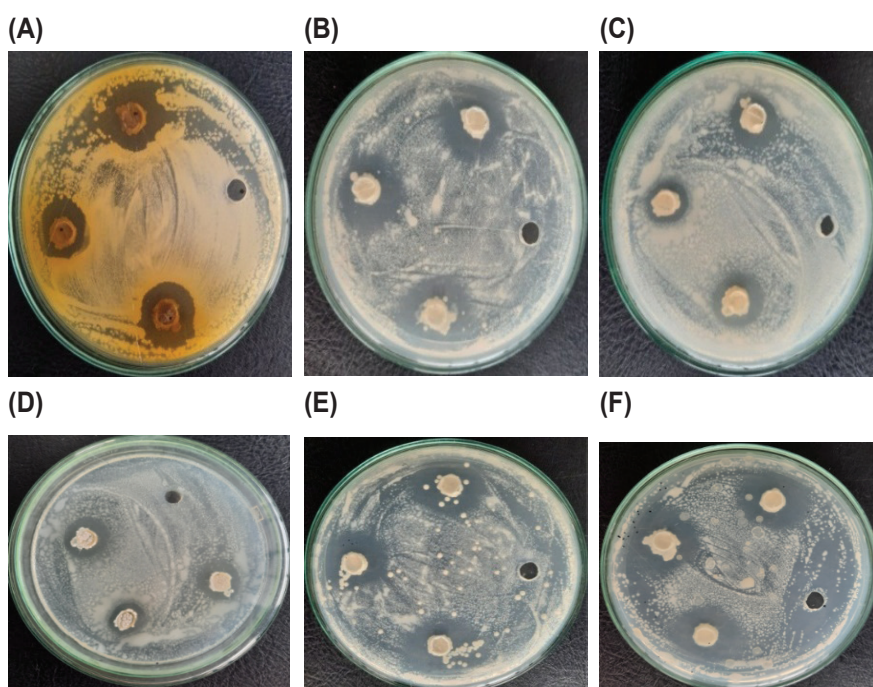
Tiến hành quan sát các chủng phân lập sau 7 ngày nuôi cấy trên môi trường Gause-I dưới kính hiển vi quang học có độ phóng đại vật kính 100 lần. Nhận thấy các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* phân lập được có đặc điểm hình dạng khuẩn ty, cuống sinh bào tử, hình dạng bào tử đặc trưng của xạ khuẩn. Đa số cuống sinh bào tử dạng thẳng, xoắn và bào tử được phát sinh bằng phân đốt (hình 2).



Hình 1. Kết quả phân lập một số chủng xạ khuẩn *Streptomyces*. (A) DS18.2, (B) DS30.6, (C) DS32.8, (D) DS12.5, (E) DS32.2, (F) DS33.19.



Hình 2. Sợi khuẩn khí sinh của một số chủng xạ khuẩn trên môi trường Gause-I sau 7 ngày nuôi cấy quan sát ở vật kính x100. (A) DS18.2; (B) DS30.6; (C) DS32.8.



Hình 3. Kết quả đối kháng trực tiếp của các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* phân lập với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto trên môi trường SPA sau 72 giờ ở 28°C. (A) Chủng DS18.2, (B) DS30.6, (C) DS32.8, (D) DS12.5, (E) DS32.2, (F) DS33.19.

Bảng 2. Kết quả đối kháng trực tiếp của một số chủng xạ khuẩn *Streptomyces* phân lập được với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto.

TT	Ký hiệu	Kích thước vòng kháng khuẩn (mm) (phương pháp đối kháng trực tiếp)
1	DS18.2	15,78 ^b ±1,06
2	DS30.6	18,44 ^a ±0,41
3	DS32.8	12,00 ^c ±0,53
4	DS12.5	12,67 ^c ±0,78
5	DS32.2	16,00 ^b ±0,78
6	S33.19	17,00 ^{ab} ±0,91

^{abcd}: Các ký tự theo hàng dọc khác nhau thể hiện sự khác biệt có ý nghĩa $p \leq 0,05$.

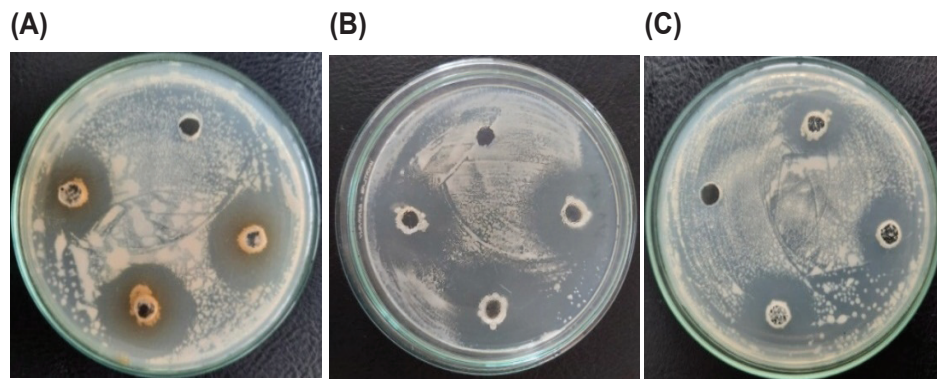
3.2. Kết quả đối kháng trực tiếp của các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto

Các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* phân lập được nuôi cấy ở 28°C trong 7 ngày bằng phương pháp cấy rìa trên môi trường Gause-I, sau đó được sử dụng để tiến hành thử đối kháng *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto bằng phương pháp đối kháng trực tiếp đặt thời thạch trên môi trường SPA. Kết quả sàng lọc cho thấy, có 82/125 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* phân lập được không có khả năng đối kháng chống lại vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto chiếm tỉ lệ là 65,6%, có 43 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* có khả năng đối kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* chiếm tỉ lệ là 34,4%. Trong đó, 6 chủng xạ khuẩn *Streptomyces*: DS18.2; DS30.6; DS32.8; DS12.5; DS32.2 và DS33.19 có khả năng đối kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto mạnh được tiếp tục sàng lọc qua phương pháp đối kháng gián tiếp (bảng 2, hình 3).

Kết quả thí nghiệm (bảng 2) cho thấy, cả 6 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* đều có khả năng đối kháng mạnh với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto và có sự khác biệt rõ rệt về khả năng đối kháng của từng chủng. Trong đó, 03 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* có khả năng đối kháng mạnh hơn với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto là chủng DS30.6, DS33.19, DS32.2 với kích thước vòng kháng khuẩn lần lượt tương ứng là 18,44; 17,00; 16,00 mm. Trong đó, chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS30.6 có khả năng đối kháng trực tiếp với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto mạnh nhất, có sự khác biệt hoàn toàn về mặt thống kê so với các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* còn lại. Các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* còn lại có kích thước vòng kháng khuẩn dao động 12,00-15,78 mm.

3.3. Kết quả đối kháng gián tiếp của các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto

Cả 6 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* được tuyển chọn trong đối kháng trực tiếp được đánh giá khả năng sinh hoạt chất đối kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum*



Hình 4. Kết quả sinh hoạt chất đối kháng của các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto trên môi trường SPA sau 48 giờ ở 28°C. (A) Chủng DS18.2, (B) DS30.6, (C) DS32.8.

Descriptions	Graphic Summary	Alignments	Taxonomy					
Sequences producing significant alignments								
Download Select columns Show 100								
☐ select all 15 sequences selected								
GenBank Graphics Distance tree of results MSA Viewer								
Description	Scientific Name	Max Score	Total Score	Query Cover	E value	Per. Ident	Acc. Len	Accession
☐ Streptomyces sp. strain AH11801 16S ribosomal RNA gene, partial sequence	Streptomyces sp.	2619	2619	100%	0.0	100.00%	1436	MH128096.1
☒ Streptomyces noursei strain CK-15 chromosome, complete genome	Streptomyces n...	2619	18332	100%	0.0	100.00%	9336218	CP026094.1
☐ Streptomyces sp. strain XT34 16S ribosomal RNA gene, partial sequence	Streptomyces sp.	2619	2619	100%	0.0	100.00%	1455	FP218372.1
☒ Streptomyces noursei strain XAS3 16S ribosomal RNA gene, partial sequence	Streptomyces n...	2619	2619	100%	0.0	100.00%	1526	OR889528.1
☒ Streptomyces noursei strain C27 chromosome, complete genome	Streptomyces n...	2619	18188	100%	0.0	100.00%	9827936	CP119144.1

Hình 5. Mức độ tương đồng trình tự nucleotide gen 16S rRNA của chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS30.6 trên GenBank (NCBI).

T2C-Rasto bằng phương pháp khuếch tán qua lỗ thạch thông qua dịch tiết ra của các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* trên môi trường Gause-I lỏng được nuôi ở 28°C trong 14 ngày. Kết quả thí nghiệm (bảng 3) cho thấy, cả 6 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* đều có khả năng sinh hoạt chất đối kháng mạnh với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto và có sự khác biệt rõ rệt ở từng chủng. Trong đó, 03 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* sinh hoạt chất đối kháng mạnh nhất là chủng DS30.6, DS32.8, DS18.2 với kích thước vòng kháng khuẩn lần lượt là 24,44; 21,56; 22,67 mm (hình 4). Các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* còn lại có kích thước vòng kháng khuẩn dao động 13,00-17,78 mm.

Bảng 3. Kết quả đối kháng gián tiếp của một số chủng xạ khuẩn *Streptomyces* với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto.

STT	Ký hiệu	Kích thước vòng kháng khuẩn (mm) (phương pháp đối kháng gián tiếp)
1	DS12.5	14,67 ^a ±0,53
2	DS18.2	22,67 ^{cd} ±0,65
3	DS30.6	24,44 ^d ±0,60
4	DS32.2	17,78 ^b ±1,13
5	DS32.8	21,56 ^{cd} ±0,69
6	DS33.19	13,00 ^a ±0,58

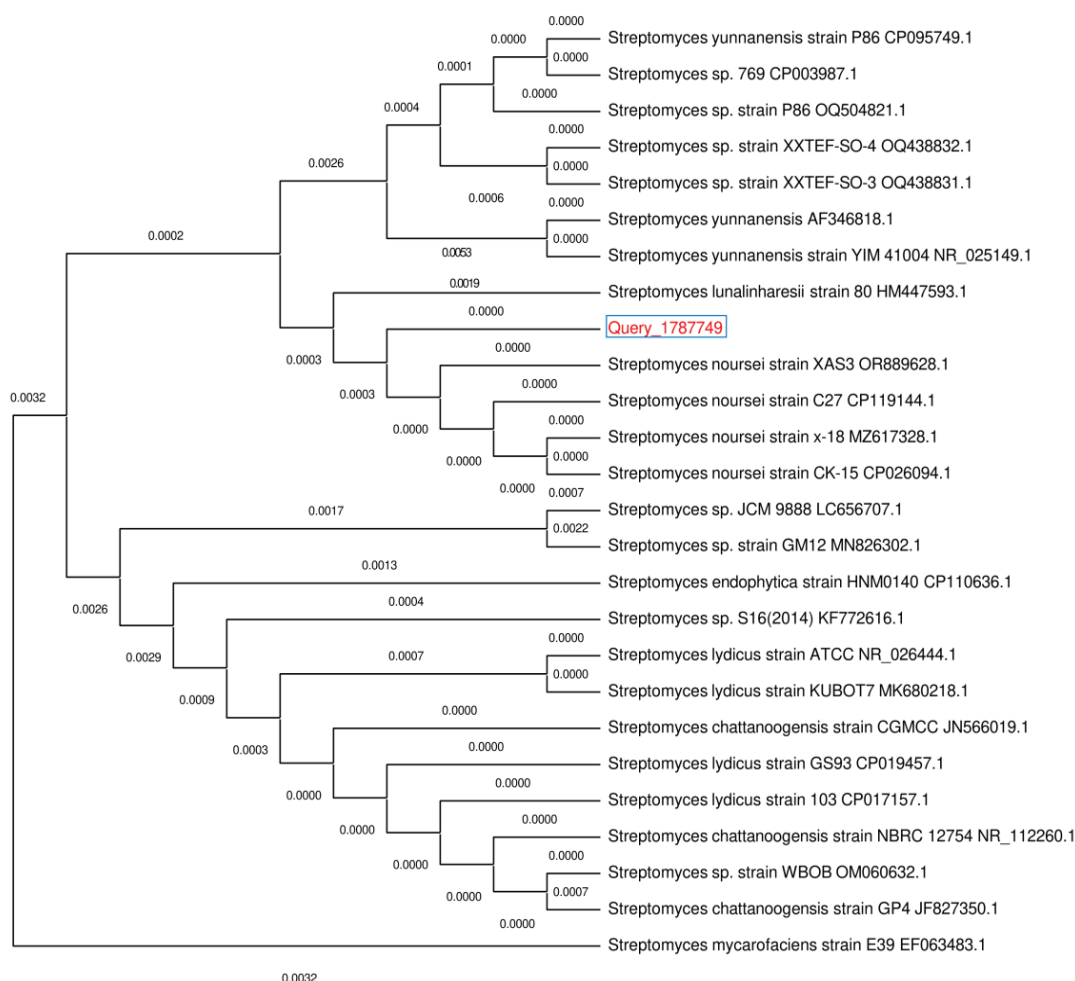
abcd: Các ký tự theo hàng dọc khác nhau thể hiện sự khác biệt có ý nghĩa $p \leq 0,05$.

Kết quả trên cho thấy, chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS30.6 có đường kính vòng kháng khuẩn cao nhất ở cả 02 thử nghiệm đánh giá đối kháng trực tiếp, gián tiếp và có sự khác biệt hoàn toàn về mặt thống kê. Đối chiếu với kết quả nghiên cứu của H.T. Giang và cs (2017) [10], đường kính vòng kháng vi khuẩn *R. solanacearum* gây bệnh héo xanh trên khoai lang của chủng *Streptomyces* TT44, TT9 và TT11 (lần lượt là 9,02; 6,74 và 6,50 mm) nhỏ hơn đường kính vòng kháng

vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây ra ở dưa leo của chủng *Streptomyces* DS30.6 (24,44 mm). Kết quả đối chiếu tương tự, đường kính vòng kháng vi khuẩn *R. solanacearum* gây bệnh héo xanh trên cà chua của chủng *Streptomyces maritimus* MSQ21 là 18,00 mm [8] và của chủng *Streptomyces* UT4A49 là 19,83 mm [18] nhỏ hơn đường kính vòng kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây ra ở dưa leo của chủng *Streptomyces* DS30.6. Ngược lại, đối chiếu với kết quả của R. Rado và cs (2015) [19], đường kính vòng kháng vi khuẩn *R. solanacearum* gây bệnh héo xanh trên cây khoai tây của 03 chủng *Actinomycetes* E7, E13, S25 23,00-40,00 mm cao hơn nhiều so với đường kính vòng kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây ra ở dưa leo của chủng *Streptomyces* DS30.6.

3.4. Kết quả định danh chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS 30.6 thông qua giải trình tự gen 16S rRNA

Từ kết quả trên, chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS30.6 có hoạt tính đối kháng cao nhất trong số các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* tuyển chọn, được tiến hành giải trình tự gen mã hóa 16S rRNA. Sau đó so sánh trình tự gen mã hóa 16S rRNA thu được với các trình tự gen mã hóa 16S rRNA trên



Hình 6. Cây phát sinh loài từ gen mã hóa trình tự 16S rRNA trên GenBank.

ngân hàng gen NCBI GenBank. Kết quả cho thấy, trình tự gen 16S rRNA của chủng *Streptomyces* S30.6 tương đồng với trình tự gen 16S rRNA của 03 chủng *S. noursei* CK-15, *S. noursei* XAS3 và *S. noursei* C27 với độ tương đồng là 100% (trình tự 1418 bp được dùng để so sánh) (hình 5). Vì vậy chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS 30.6 được đặt tên là *S. noursei* DS30.6.

Để làm rõ mối quan hệ giữa chủng xạ khuẩn *S. noursei* DS30.6 với các loài thuộc dòng này, cây phát sinh loài được thiết lập bằng phần mềm MEGA11, dựa vào trình tự gen 16S rRNA của các chủng thuộc loài *S. noursei*, lấy từ ngân hàng gen NCBI. Kết quả cho thấy, chủng xạ khuẩn *S. noursei* DS30.6 thu thập tại ĐBSCL nằm hoàn toàn trong nhánh tiến hóa của loài *S. noursei*, với khoảng cách khác biệt đáng tin cậy <0,005 (hình 6).

Chủng xạ khuẩn *S. noursei* được cho là tác nhân sinh học tiềm năng kiểm soát nấm *Aspergillus niger* trên cây thuốc và thảo mộc [20], kiểm soát 02 loại vi nấm *Colletotrichum*

acutatum và *Colletotrichum gloeosporioides* gây hại trên họ cây có múi [21]. Do đó, có thể xác định chủng *S. noursei* DS30.6 là chủng có ích, có tiềm năng trong việc kiểm soát bệnh héo xanh do vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây ra trên dưa leo ở ĐBSCL.

4. Kết luận

Trong nghiên cứu này, 125 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* được phân lập, trong đó 43 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* có khả năng đối kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto. Tuyển chọn được 03 chủng xạ khuẩn *Streptomyces* có khả năng đối kháng vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto mạnh là chủng *Streptomyces* S30.6, S18.2, S32.8 với kích thước vòng kháng khuẩn lần lượt là 24,44; 22,67; 21,56 mm. Chủng xạ khuẩn *Streptomyces* DS30.6 đối kháng mạnh nhất với vi khuẩn *R. pseudosolanacearum* T2C-Rasto, được xác định thuộc loài *Streptomyces noursei* dựa trên phân tích trình tự gen 16S rRNA.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] T.T.T. Giang, H.K. Toan, N.D. Thi, et al. (2021), “Study on the growth, development, yield and quality of some cucumber varieties in Thua Thien Hue province”, *Hue University of Agriculture and Forestry Journal of Agricultural Science and Technology*, **5**(3), pp.2555-2564 (in Vietnamese).
- [2] T.T.H. Hai, D.T. Thuy, N.T.T. Thuy, et al. (2018), “Aggressiveness and genetic diversity of *Ralstonia solanacearum* strains from tomato in Vietnam”, *Indian Phytopathol*, **71**(4), pp.599-610, DOI: 10.1007/s42360-018-0084-1.
- [3] L.T. Binh, N.B. Tho, T.M. Ngoc, et al. (2021), “Isolation and selection of antagonistic *Bacillus* sp. against *Ralstonia solanacearum* causing bacterial wilt disease in cucumber”, *Journal of Science Technology & Food - Ho Chi Minh City University of Food Industry*, **21**(4), pp.85-93 (in Vietnamese).
- [4] R. Saputra, T. Arwiyanto, A. Wibowo (2020), “Biological control of *Ralstonia solanacearum* causes of bacterial wilt disease with *Pseudomonas putida* and *Streptomyces* spp. on some tomato varieties”, *IOP Conf. Series: Earth and Environmental Science*, **515**, pp.1-6, DOI 10.1088/1755-1315/515/1/012007.
- [5] M. Kaari, J. Joseph, R. Manikkam, et al. (2022a), “Anti-biofilm activity and biocontrol potential of *Streptomyces* cultures against *Ralstonia solanacearum* on tomato plants”, *Indian Journal of Microbiology*, **62**(1), pp.32-39, DOI: 10.1007/s12088-021-00963-1.
- [6] X. Zhuang, C. Gao, C. Peng, et al. (2020), “Characterization of a novel endophytic actinomycete, *Streptomyces physcomitrii* sp. nov., and its biocontrol potential against *Ralstonia solanacearum* on tomato”, *Microorganisms*, **8**(12), DOI: 10.3390/microorganisms8122025.
- [7] Y. Xue, M. Yang, S. Li, et al. (2019), “The antibiotic activity and mechanisms of active metabolites (*Streptomyces alboflavus* TD-1) against *Ralstonia solanacearum*”, *Biotechnology Letters*, **41**, pp.1213-1222, DOI: 10.1007/s10529-019-02726-x.
- [8] H.N.T. Nguyen, T.T.M. Ha, T.T.D. Luong, et al. (2023), “Biological characteristics and ability of *Streptomyces rochei* BT02 to inhibit the *Ralstonia solanacearum* causing bacterial wilt disease”, *Vietnam Journal of Science and Technology - MOST*, **65**(7), pp.67-72, DOI: 10.31276/VJST.65(7).67-72 (in Vietnamese).
- [9] M.A Zaki, E.S.A. Saleh, M.M. Zaki, et al. (2022), “Antibacterial activity of a new strain of *Streptomyces maritimus* MSQ21 against *Ralstonia solanacearum*”, *Pakistan Journal of Biological Sciences*, **25**(7), pp.642-653, DOI: 10.3923/pjbs.2022.642.653.
- [10] H.T. Giang, L.M. Tuong (2017), “Evaluation antibacterial activity of actinomycetes isolates on *Ralstonia solanacearum* causing bacterial wilt disease on sweet potato (*Ipomoea batatas*)”, *CTU Journal of Innovation and Sustainable Development*, **3**, pp.34-39 (in Vietnamese).
- [11] N.T.N. Bich, L.T.M. Cham, H.T. Loan, et al. (2020), “Screening for *Streptomyces* strains have the ability to antagonize *Erwinia carotovora* causing soft rot disease”, *2020 National Biotechnology Conference, Microbiological and Fermentation Technology*, pp.581-587 (in Vietnamese).
- [12] N.T.N. Anh, N.T.P. Thao, V.K. Thoa, et al. (2020), “Studying on biological characteristics and classification biodiversity radiation TT8.4 isolated from arable land in Quoc Oai, Hanoi”, *2020 National Biotechnology Conference, Microbiological and Fermentation Technology*, pp.402-408 (in Vietnamese).
- [13] O.S. Olanrewaju, O.O. Babalola (2019), “*Streptomyces*: Implications and interactions in plant growth promotion”, *Applied Microbiology and Biotechnology*, **103**(15), pp.1179-1188, DOI: 10.1007/s00253-018-09577-y.
- [14] R.E.D.L. Procópio, I.R.D. Silva, M.K. Martins, et al. (2012), “Antibiotics produced by *Streptomyces*”, *Brazilian Journal of Infectious Diseases*, **16**(5), pp.466-471, DOI: 10.1016/j.bjid.2012.08.014.
- [15] L.T. Binh, T.M. Ngoc, N.B. Tho, et al. (2023), “Draft genome sequencing data of the bacterial wilt, *Ralstonia pseudosolanacearum* T2C-Rasto, from *Cucumis sativus*, in An Giang province, Mekong delta - Southwest Vietnam”, *Data in Brief*, **48**, DOI: 10.1016/j.dib.2023.109252.
- [16] N.L. Dung, N.D. Quyen, P.V. Ty (2012), “Microbiology”, *Vietnam Education Publishing House*, pp.38-41 (in Vietnamese).
- [17] M. Kaari, J. Joseph, R. Manikkam, et al. (2022b), “Biological control of *Streptomyces* sp. UT4A49 to suppress tomato bacterial wilt disease and its metabolite profiling”, *Journal of King Saud University - Science*, **34**, DOI: 10.1016/j.jksus.2021.101688.
- [18] N.C. Minh, N.T. Thong, N.T.T. Hai, et al. (2023), “Isolation and identification of bacterial strains from moulted shrimp shells for chitosan degradation”, *Journal of Fisheries Science and Technology, Nha Trang University*, **2023**(4), pp.45-53 (in Vietnamese).
- [19] R. Rado, B. Andrianarisoa, S. Ravelomanantsoa, et al. (2015), “Biocontrol of potato wilt by selective rhizospheric and endophytic bacteria associated with potato plant”, *Ajifand*, **15**(1), pp.9762- 9776, DOI: 10.18697/ajifand.68.15005.
- [20] N.G. Allam, A.E.R. El-Shanshoury, H.A. Emara, et al. (2012), “Biological activity of *Streptomyces noursei* against ochratoxin A producing *Aspergillus niger*”, *African Journal of Biotechnology*, **11**(3), pp.666-677.
- [21] S. Živković, S. Stojanović, Ž. Ivanović, et al. (2010), “Screening of antagonistic activity of microorganisms against *Colletotrichum acutatum* and *Colletotrichum gloeosporioides*”, *Archives of Biological Sciences, Belgrade*, **62**(3), pp.611-623.

Phân lập và tuyển chọn một số chủng vi sinh có khả năng khử khí hydrogen sulfide từ phân chim Yến

Nguyễn Bá Thọ^{1*}, Đỗ Thị Mai Trinh¹, Nguyễn Thị Liên¹, Trương Minh Ngọc¹, Nguyễn Văn Vinh²

¹Chi nhánh Viện Ứng dụng Công nghệ tại TP Hồ Chí Minh, 366A Trường Chinh, phường 13, quận Tân Bình, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

²Trường Chính sách công và Phát triển nông thôn, 45 Đinh Tiên Hoàng, phường Bến Nghé, quận 1, TP Hồ Chí Minh, Việt Nam

Ngày nhận bài 29/7/2024; ngày chuyển phản biện 31/7/2024; ngày nhận phản biện 17/8/2024; ngày chấp nhận đăng 22/8/2024

Tóm tắt:

Khí hydrogen sulfide là một trong những loại khí độc hại, có mùi khó chịu và được tạo ra trong quá trình phân giải phân chim Yến. Trong nhà nuôi chim Yến, hàm lượng khí hydrogen sulfide tăng cao sẽ kích thích niêm mạc và làm tổn thương giác quan của chim Yến. Do đó, ảnh hưởng nghiêm trọng đến chất lượng và sản lượng của tổ Yến. Nghiên cứu này nhằm mục đích phân lập và tuyển chọn được chủng vi khuẩn khử lưu huỳnh từ phân chim Yến để giảm tác động của khí hydro sulfide đối với chim Yến, con người và môi trường. Với các phương pháp phân lập, tuyển chọn và đánh giá khả năng phân giải sulfide của các chủng vi khuẩn trên môi trường khoáng tối thiểu (MM) từ mẫu phân chim Yến, kết quả đã thu được 6 chủng vi khuẩn có khả năng phân giải sulfide và đã xác định được chủng AG2.3-S là loài *Micrococcus luteus* với khả năng hấp thu sulfide cao nhất, đạt hiệu suất 84% (từ 200 xuống 32,0 mg/l) sau 5 ngày khảo sát. Nồng độ vi khuẩn *Micrococcus luteus* ở 10^9 CFU/g có khả năng làm giảm hàm lượng khí hydrogen sulfide (≤ 5 mg/l) trong phân chim Yến sau 07 ngày xử lý. Kết quả của nghiên cứu là tiền đề cho việc sản xuất chế phẩm vi sinh vật làm giảm hàm lượng khí hydrogen sulfide trong nhà nuôi chim Yến và trại chăn nuôi gia cầm.

Từ khóa: hydrogen sulfide, *Micrococcus luteus*, phân chim Yến, vi khuẩn khử sulfide, vi sinh vật.

Chỉ số phân loại: 1.6, 4.6

Isolation and selection of certain strains of microorganisms capable of hydrogen sulfide gas reduction from Swiftlet droppings

Ba Tho Nguyen^{1*}, Thi Mai Trinh Do¹, Thi Lien Nguyen¹, Minh Ngoc Truong¹, Van Vinh Nguyen²

¹Branch of National Center for Technological Progress in Ho Chi Minh City, 366A Truong Chinh Street, Ward 13, Tan Binh District, Ho Chi Minh City, Vietnam

²School of Public Policy and Agricultural Development, 45 Dinh Tien Hoang Street, Ben Nghe Ward, District 1, Ho Chi Minh City, Vietnam

Received 29 July 2024; revised 17 August 2024; accepted 22 August 2024

Abstract:

Hydrogen sulfide gas is one of the toxic gases, has an unpleasant odour and is created during the decomposition of Swiftlet's nest faeces. In a Swiftlet's nest house, the increased levels of hydrogen sulfide will irritate the mucous membranes and damage the Swiftlet's senses. Therefore, it seriously affects the quality and output of a Swiftlet's nest. This study aims to isolate and select sulfur-reducing bacteria strains from Swiftlet faeces to reduce the impact of hydrogen sulfide gas on Swiftlet nests, humans, and the environment. With methods of isolating, selecting, and evaluating the sulfide-degrading ability of bacterial strains on minimal mineral medium (MM) from Swiftlet's nest faecal samples, the study has isolated 6 bacterial strains capable of degrading sulfide and identified strain AG2.3-S as the *Micrococcus luteus* species with the highest sulfide absorption ability, reaching 84% efficiency (from 200 to 32.0 mg/l) after 5 survey days. *Micrococcus luteus* bacteria concentration at 10^9 CFU/g can reduce hydrogen sulfide gas content (≤ 5 mg/l) in Swiftlet's nest faeces within seven days of treatment. The results of the study are the basis for forming microbial products to reduce hydrogen sulfide gas in Swiftlet nest houses and poultry farms.

Keywords: hydrogen sulfide, *Micrococcus luteus*, microorganism, sulfur-reducing bacteria, Swiftlet droppings.

Classification numbers: 1.6, 4.6

*Tác giả liên hệ: Email: nguyenthobatho0705@gmail.com

1. Đặt vấn đề

Ngành nuôi chim Yến trong nhà tại Đồng bằng sông Cửu Long đang được phát triển trong những năm gần đây. Sản lượng tổ Yến khai thác từ mô hình nhà nuôi chim Yến là 42 tấn, đạt 543 tỷ đồng [1]. Tuy nhiên, cùng với sự phát triển nhanh của ngành nuôi chim Yến trong nhà, vấn đề giải quyết các khí độc trong khu vực nhà nuôi là một trong những chỉ tiêu môi trường đang được quan tâm, đặc biệt là khí hydrogen sulfide. Khí hydrogen sulfide được hình thành bởi các vi sinh vật khử lưu huỳnh thông qua quá trình phân giải các hợp chất hữu cơ có chứa lưu huỳnh và quá trình khử sulfate [2]. Khí hydrogen sulfide rất phổ biến, ở nồng độ thấp loại khí này không có tác động đáng kể. Ở nồng độ cao hơn (150-200 ppm), hydrogen sulfide gây ức chế sinh trưởng ở nhiều loài vi khuẩn [3] cũng như gây nguy hiểm trong chăn nuôi và là nguyên nhân gây ra cái chết của động vật trong các cơ sở chăn nuôi [4]. Bên cạnh đó, khí hydrogen sulfide phân tán vào không khí có thể gây ra các vấn đề sức khỏe cho con người như đau đầu, phù phổi và nhiễm độc thần kinh [5].

Một số nhóm vi khuẩn trong tự nhiên là tác nhân chính của quá trình phân hủy sinh học hydrogen sulfide, cả trong nước thải và chất thải. Thông qua các phản ứng oxy hóa, hydrogen sulfide được chuyển thành các hợp chất không mùi, chẳng hạn như S hoặc, carbon dioxide, hơi nước và sinh khối hữu cơ, được gọi là vi khuẩn oxy hóa lưu huỳnh [6]. Để loại bỏ hydrogen sulfide, vi khuẩn oxy hóa lưu huỳnh được sử dụng rộng rãi [7-9]. Vì nhóm vi khuẩn này sử dụng hydrogen sulfide làm chất nền chính nên chúng thể hiện tốc độ oxy hóa cao và tốc độ tăng trưởng riêng cao khi có mặt hợp chất này [10]. Việc áp dụng vi khuẩn oxy hóa lưu huỳnh để loại bỏ hydrogen sulfide là một phương pháp thân thiện với môi trường [11].

Hiện nay, các biện pháp xử lý môi trường phổ biến trong chăn nuôi là hóa học, nhưng các biện pháp này không phù hợp với chim Yến vì sẽ ảnh hưởng trực tiếp đến sức khỏe chim Yến và dễ làm mất mùi dẫn dụ chúng. Trước khó khăn đó, biện pháp sử dụng vi sinh có ích trong xử lý mùi hôi trong chăn nuôi đang được nghiên cứu ứng dụng. Vì vậy, nghiên cứu này được thực hiện nhằm phân lập một số chủng vi khuẩn có khả năng oxy hóa lưu huỳnh từ phân chim Yến, nhằm ứng dụng chúng trong việc xử lý hydrogen sulfide trong nhà nuôi chim Yến.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu nghiên cứu

Mẫu phân chim Yến được thu thập từ các hộ nuôi Yến tại huyện Thoại Sơn, tỉnh An Giang dùng để phân lập vi khuẩn. Mẫu phân được cho vào các túi đựng mẫu vô trùng và bảo quản ở 4-7°C khi chuyển về phòng thí nghiệm vi sinh thuộc Chi nhánh Viện Ứng dụng Công nghệ tại TP Hồ Chí Minh để tiến hành công tác phân lập và thử nghiệm.

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Phương pháp phân lập vi khuẩn: Vi khuẩn có khả năng khử sulfide được phân lập trên môi trường khoáng tối thiểu (MM: $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 0,1 g/l; $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 0,8 g/l; K_2HPO_4 : 1,5 g/l;

NH_4Cl : 0,4 g/l; KH_2PO_4 : 1,5 g/l; agar: 20 g/l) [12], bổ sung sodium sulfide (Na_2S) vào môi trường sau khi hấp sao cho nồng độ cuối đạt 0,1 g/l, pH của môi trường đạt giá trị $7,2 \pm 0,2$.

Các bước thực hiện như sau: Cân 1 g mẫu phân chim Yến cho vào 99 ml nước cất vô trùng trong bình erlen 250 ml, đầy bình bằng nút bông. Các bình erlen chứa mẫu được đặt trên máy lắc 150 vòng/phút trong 20 phút để đồng nhất mẫu. Tiến hành pha loãng ở các nồng độ 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , 10^{-5} . Đĩa môi trường được ủ ở 30°C từ 48-72 giờ để khuẩn lạc vi khuẩn phát triển.

2.2.2. Đánh giá khả năng hấp thu sulfide của các chủng vi khuẩn: Khả năng hấp thu sulfide của các chủng vi khuẩn trong môi trường nuôi cấy theo mô tả của R. Asano và cs (2007) [13]. Khuẩn lạc của mỗi dòng vi khuẩn chọn lọc sau 72 giờ nuôi cấy trên môi trường MM được cấy vào môi trường MM lỏng, mẫu vi khuẩn được nuôi cấy lắc 150 vòng/phút, ở nhiệt độ $30 \pm 0,2^\circ\text{C}$, trong 18 giờ. Sau đó, mật độ quang ($\text{OD}_{600\text{nm}}$) của huyền phù vi khuẩn được điều chỉnh về 0,7 (tương đương khoảng 10^8 CFU/ml). Tiếp theo, hút 1 ml huyền phù vi khuẩn (10^8 CFU/ml) sang 100 ml môi trường MM bổ sung Na_2S sao cho đạt nồng độ 200 mg/l. Nghiệm thức đối chứng được thực hiện tương tự nhưng không sử dụng chủng vi khuẩn. Mẫu thí nghiệm được nuôi tĩnh ở nhiệt độ $30 \pm 0,2^\circ\text{C}$. Thí nghiệm được lặp lại 3 lần. Hàm lượng hydrogen sulfide còn lại trong môi trường nuôi cấy được xác định ở thời điểm 1, 2, 3, 4, 5 ngày sau khi cấy. Độ hấp thu quang phổ của dung dịch được đo tương ứng với các nồng độ sulfide ở bước sóng 665 nm [14].

2.2.3. Định lượng sulfide: Đường chuẩn sulfide được xây dựng dựa trên phương pháp quang phổ của I. Kushkevych và cs (2019) [14]. Phương trình hồi quy tuyến tính có dạng $y = 51,348x - 6,595$ với độ tin cậy 99,64%, trong đó x là độ hấp thu quang phổ của dung dịch ở bước sóng 665 nm và y là nồng độ sulfide.

2.2.4. Phương pháp định danh vi khuẩn: Chủng vi khuẩn có khả năng khử hydrogen sulfide cao nhất sẽ được chọn để định danh bằng phương pháp giải trình tự Sanger đoạn 16S rDNA với cặp mồi 9F/1541R [15].

2.2.5. Đánh giá khả năng giảm hàm lượng khí hydrogen sulfide của chủng vi khuẩn trên phân chim Yến: Chủng vi sinh *M. luteus* được tăng sinh trên môi trường LB. Sinh khối của các chủng được thu nhận bằng phương pháp ly tâm với tốc độ 8000 vòng/phút trong 15 phút. Sinh khối được hòa tan với nước NaCl 0,85% để đạt nồng độ cuối là 10^9 , 10^8 và 10^7 CFU/ml. Phun đều 10 ml các dịch vi sinh ở các nồng độ tương ứng vào hộp nhựa (17x12x7 cm) chứa 100 g phân chim Yến. Các thí nghiệm được thực hiện ở điều kiện nhiệt độ phòng, bố trí mỗi công thức 3 hộp nhựa được đầy kín khí cho một lần lặp. Các thí nghiệm được lặp lại 3 lần. Nồng độ khí hydrogen sulfide được đo bằng máy đo nồng độ khí SenKo SP-SGTP hydrogen sulfide theo thời gian từ ngày 1 đến ngày 9.

2.3. Phương pháp xử lý số liệu

Các số liệu sau khi thu nhận được xử lý bằng phần mềm Excel 2010 và phân tích thống kê bằng phần mềm Statgraphics phiên bản 19 theo phương pháp One-Way ANOVA.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Kết quả phân lập vi khuẩn

Từ 3 mẫu phân thu nhận tại hộ chăn nuôi chim Yến trong nhà tại huyện Thoại Sơn, tỉnh An Giang đã phân lập được 6 chủng có đặc điểm hình thái khuẩn lạc như: khuẩn lạc tròn, có màu trắng trong, trắng đục, vàng đậm, vàng nhạt, màu cam rìa tròn đều. Đường kính khuẩn lạc của các dòng vi khuẩn dao động từ 1 đến 4 mm. Nguồn gốc của các dòng vi khuẩn phân lập trên môi trường MM được trình bày ở bảng 1.

Bảng 1. Nguồn gốc các chủng vi khuẩn phân lập trên môi trường khoáng tối thiểu.

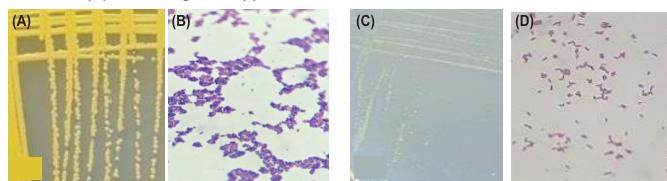
Nguồn phân lập	Số chủng vi khuẩn	Địa điểm
Phân chim Yến tươi	4	Thoại Sơn - An Giang
Phân chim Yến hoai	2	Thoại Sơn - An Giang
Tổng	6	

Đặc điểm hình thái tế bào, các đặc tính sinh lý và sinh hóa của 6 chủng có khả năng phân giải hydrogen sulfide được mô tả trong bảng 2. Kết quả cho thấy, trong 6 chủng có 4 chủng vi khuẩn Gram(-) và 2 chủng vi khuẩn Gram(+), cả 6 chủng đều dương tính với catalase, 3 chủng dương tính với oxidase và 3 chủng âm tính với oxidase. Tế bào của 6 chủng vi khuẩn được quan sát dưới kính hiển vi với vật kính 100X cho thấy có 3 chủng vi khuẩn là hình cầu và 3 chủng vi khuẩn là hình que được mô tả trong bảng 2 và hình 1.

Bảng 2. Mô tả hình dạng khuẩn lạc, hình thái tế bào và một số đặc tính sinh hóa của các dòng vi khuẩn đã sàng lọc.

Thứ tự	Ký hiệu chủng vi khuẩn	Mô tả hình dạng khuẩn lạc	Mô tả hình dạng tế bào	Gram	Catalase	Oxidase
1	AG1.1-S	Khuẩn lạc tròn đều, có màu hồng, bề mặt khuẩn lạc nhô lồi	Tế bào hình que ngắn	-	+	+
2	AG1.5-S	Khuẩn lạc tròn đều, có màu vàng nhạt, bề mặt khuẩn lạc trơn	Tế bào hình cầu	-	+	-
3	AG2.3-S	Khuẩn lạc tròn đều, có màu vàng đậm, tâm tròn, bề mặt nhô lồi	Tế bào hình cầu	+	+	+
4	AG3.1-S	Khuẩn lạc tròn nhỏ đều, có màu vàng nhạt, bề mặt khuẩn lạc trơn	Tế bào hình que ngắn	-	+	-
5	AG3.3-S	Khuẩn lạc tròn đều to, có màu vàng đậm, bề mặt nhô lồi	Tế bào hình cầu	-	+	+
6	AG5.1-S	Khuẩn lạc tròn, có màu vàng cam, bề mặt khuẩn lạc nhô lồi	Tế bào hình que ngắn	+	+	-

Ghi chú: (+) là dương tính; (-) là âm tính.



Hình 1. Hình thái khuẩn lạc và hình thái tế bào vi khuẩn khi nhuộm Gram của 2 dòng vi khuẩn đại diện. (A, B) Dòng AG2.3-S; (C, D) Dòng AG3.1-S.

3.2. Kết quả khảo sát khả năng khử sulfide của các dòng vi khuẩn đã chọn lọc

Kết quả đánh giá khả năng khử sulfide của 6 chủng vi khuẩn phân lập được thể hiện qua bảng 3 cho thấy, khả năng khử sulfide

của các chủng vi sinh có sự khác biệt. Sau 5 ngày thử nghiệm, hàm lượng sulfide có xu hướng giảm từ 200 xuống 32,0 mg/l. Trong đó, chủng AG2.3-S khử sulfide cao nhất, đạt hiệu suất 84 % (từ 200 xuống 32,0 mg/l) và hiệu suất khử thấp nhất (28,1%) là chủng AG3.3-S hàm lượng sulfide giảm từ 200 xuống 143,8 mg/l.

Bảng 3. Khả năng khử sulfide của các chủng vi khuẩn theo thời gian.

Chủng	Hàm lượng sulfide theo thời gian (mg/l)					
	AG1.1-S	AG1.5-S	AG2.3-S	AG3.1-S	AG3.3-S	AG5.1-S
Ngày						
0	200,0±0,0	200,0±0,0	200,0±0,0	200,0±0,0	200,0±0,0	200,0±0,0
1	173,2±11,4	164,2±14,8	160,0±3,6	184,0±8,8	182,6±7,8	186,4±5,0
2	159,0±17,2	155,2±10,0	125,8±3,4	168,0±6,4	169,4±3,8	164,6±10,2
3	133,2±18,2	122,4±8,2	94,2±8,8	151,6±5,0	157,4±9,0	158,8±7,4
4	106,8±11,8	64,0±7,4	48,2±5,0	136,0±15,0	152,4±7,8	151,2±9,4
5	96,4±10,2	50,2±7,2	32,0±4,8	126,2±9,0	143,8±5,0	140,6±9,4

Ghi chú: Trong một cột, các giá trị theo sau bởi các chữ cái giống nhau khác biệt không có ý nghĩa thống kê ở mức $\alpha=0,05$ bằng trắc nghiệm phân hạng LSD.

Hiệu suất khử sulfide sau 48 giờ của chủng AG2.3-S đạt 37,1% (hàm lượng sulfide giảm từ 200 xuống 125,8 mg/l) cao hơn kết quả nghiên cứu của G. Wang và cs (2020) [16], tỷ lệ khử sulfide của chủng *Thiobacillus* là 35,3 %. Tuy nhiên, kết quả trong nghiên cứu thấp hơn kết quả của C. Chen và cs (2010) [17], hỗn hợp chủng *Peanibacillus* sp. và *Aneurinibacillus aneurinilyticus* trong điều kiện hiếu khí phân giải hoàn toàn sulfide ở nồng độ 200 mg/l sau 24 giờ nuôi cấy.

3.3. Kết quả định danh chủng vi khuẩn có khả năng hấp thu sulfide hiệu quả

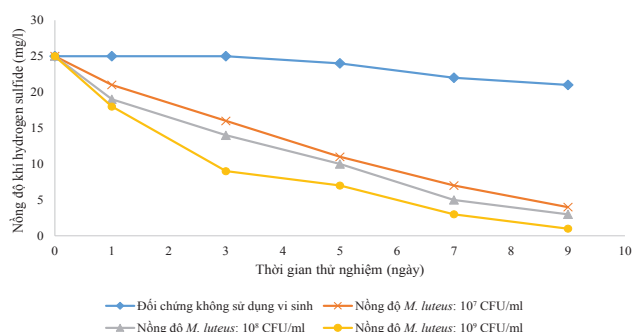
Trong các chủng vi khuẩn tuyển chọn, chủng vi khuẩn AG2.3-S có khả năng khử sulfide hiệu quả nhất nên được chọn để giải trình tự gen 16S-rDNA. Kết quả giải trình tự cho thấy dòng AG2.3-S có trình tự gen 16S-rDNA tương đồng 99,93% với loài *M. luteus*. G.H. Yu và cs (2007) [18] đã phân lập được vi khuẩn *M. luteus* từ hệ thống lọc nhỏ giọt dùng để xử lý hydrogen sulfide và NH_3 . Vi khuẩn *M. luteus* có khả năng tồn tại ở trạng thái ngủ trong các điều kiện khắc nghiệt mà không hình thành bào tử, bên cạnh đó *M. luteus* còn có khả năng sử dụng một số chất độc ở dạng carbon mạch vòng, kim loại nặng [19, 20], vì thế có thể ứng dụng làm tác nhân sinh học trong quá trình xử lý chất ô nhiễm.

3.4. Kết quả đánh giá khả năng giảm hàm lượng khí hydrogen sulfide trên phân chim Yến của *Micrococcus luteus*

Hình 2 cho thấy, hàm lượng khí hydrogen sulfide ở các nghiệm thức khảo sát có xu hướng giảm dần theo thời gian thử nghiệm. Trong đó, ở các nghiệm thức có bổ sung *M. luteus* nồng độ hydrogen sulfide giảm mạnh so với ở nghiệm thức không bổ sung *M. luteus* (đối chứng) (sau 9 ngày thử nghiệm giảm từ 25 xuống 19 mg/l). Ở các công thức có bổ sung vi khuẩn *M. luteus*, mật độ càng cao hiệu suất giảm khí hydrogen sulfide càng cao, hàm lượng khí hydrogen sulfide trong các mẫu thử nghiệm đều nằm trong giới hạn cho phép (QCVN 01-15/2015/BNNPTNT hàm lượng khí hydrogen sulfide ≤ 5 ppm) [21]. Trong đó, sau 7 ngày thử nghiệm ở

các công thức phun *M. luteus* với nồng độ 10^9 và 10^8 CFU/ml, nồng độ khí hydrogen sulfide ≤ 5 mg/l lần lượt là 3 và 5 ngày. Sau 9 ngày thử nghiệm, các nghiệm thức có phun *M. luteus* đều làm giảm hàm lượng khí hydrogen sulfide ≤ 5 mg/l (dao động từ 1-4 mg/l). Qua các kết quả trên cho thấy, chủng vi khuẩn *M. luteus* có khả năng làm giảm hàm lượng khí hydrogen sulfide có trong phân chim Yến.

Khi so sánh với nghiên cứu của M.Y. Hidayat và cs (2019) [22] cho thấy, hiệu suất hấp thu hydrogen sulfide trong phân chim Yến của chủng vi khuẩn *M. luteus* (88%) cao hơn so với khả năng hấp thu chất này trong phân gà của chủng *Pseudomonas* sp. (đạt 71%) sau 7 ngày nuôi cấy.



Hình 2. Sự thay đổi nồng độ khí hydrogen sulfide trong phân chim Yến qua các mốc thời gian sau khi phun vi sinh *M. luteus*.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã phân lập được 6 chủng vi khuẩn có khả năng khử khí hydrogen sulfide trong mẫu phân chim Yến. Trong đó, chủng AG2.3-S có khả năng khử sulfide đạt hiệu suất cao nhất là 84% (từ 200 xuống 32,0 mg/l) sau 5 ngày. Chủng AG2.3-S được xác định là chủng vi khuẩn *M. luteus* bằng kết quả phân tích đoạn 16S-rDNA, với độ tương đồng đạt 99,93 %. Ở nồng độ 10^9 CFU/ml chủng *M. luteus* AG2.3-S có khả năng làm giảm hàm lượng khí hydrogen sulfide trong mẫu phân chim Yến dưới 5 mg/l sau 7 ngày thử nghiệm. Kết quả là cơ sở cho việc nghiên cứu sản xuất chế phẩm vi sinh xử lý hydrogen sulfide trong nhà nuôi chim Yến và trại chăn nuôi gia cầm.

LỜI CẢM ƠN

Nhóm tác giả xin chân thành cảm ơn Chi nhánh Viện Ứng dụng Công nghệ tại TP Hồ Chí Minh - đơn vị chủ trì thực hiện đề tài cấp Bộ Khoa học và Công nghệ: “Nghiên cứu sản xuất chế phẩm vi sinh khử mùi hôi trong nhà nuôi chim Yến” đã hỗ trợ kinh phí thực hiện các nội dung của bài báo.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] V.T. Trương (2022), “Factors impacting on the quantity of edible bird nests nourished indoors - The case study of An Giang province”, *Van Hien University Journal of Science*, **8(1)**, pp.107-116, DOI: 10.58810/vhujs.8.1.2022.7550 (in Vietnamese).
- [2] F. Widdel, F. Bak (2007), “Gram-negative mesophilic sulfate-reducing bacteria”, *The Prokaryotes*, Springer, DOI: 10.1007/978-1-4757-2191-1_21.
- [3] G. Bitton (2011), *Wastewater Microbiology*, John Wiley & Sons, DOI: 10.1002/9780470901243.

- [4] R.L. Beaver, W.E. Field (2007), “Summary of documented fatalities in livestock manure storage and handling facilities-1975-2004”, *Journal of Agromedicine*, **12(2)**, pp.3-23, DOI: 10.1300/j096v12n02_02.
- [5] K.R. Olson (2011), “The therapeutic potential of hydrogen sulfide: Separating hype from hope”, *American Journal of Physiology-regulatory, Integrative and Comparative Physiology*, **301(2)**, pp.297-312, DOI: 10.1152/ajpregu.00045.2011.
- [6] D.M. Sylvia, J.J. Fuhrmann, P.G. Hartel, et al. (2005), *Principles and Applications of Soil Microbiology*, Pearson, pp.373-404.
- [7] S. An, K. Tang, M. Nemati (2010), “Simultaneous biodesulfurization and denitrification using an oil reservoir microbial culture: Effects of sulphide loading rate and sulphide to nitrate loading ratio”, *Water Research*, **44(5)**, pp.1531-1541, DOI: 10.1016/j.watres.2009.10.037.
- [8] K. Cho, H.W. Ryu, N.Y. Lee (1999), “Biological deodorization of hydrogen sulfide using porous lava as a carrier of *Thiobacillus thiooxidans*”, *Journal of Bioscience and Bioengineering*, **90(1)**, pp.25-31, DOI: 10.1016/S1389-1723(00)80029-8.
- [9] Y.C. Chung, C. Huang, C.P. Tseng (1996), “Operation optimization of *Thiobacillus thioparus* CH11 biofilter for hydrogen sulfide removal”, *Journal of Biotechnology*, **52(1)**, pp.31-38, DOI: 10.1016/S0168-1656(96)01622-7.
- [10] J.H. Kang, H.G. Namgung, J.I. Cho, et al. (2020), “Removal of hydrogen sulfide in septic tanks for treating black water via an immobilized media of sulfur-oxidizing bacteria”, *International Journal of Environmental Research and Public Health*, **17(3)**, DOI: 10.3390/ijerph17030684.
- [11] R. Dashtbin, N. Mahmoudi, H. Besharati, et al. (2023), “Identification of sulfur-oxidizing bacteria from fishponds and their performance to remove hydrogen sulfide under aquarium conditions”, *Brazilian Journal of Microbiology*, **54(4)**, pp.3163-3172, DOI: 10.1007/s42770-023-01128-6.
- [12] M.Y. Hidayat, H.M. Saud, A.A. Samsudin (2017), “Isolation and characterisation of sulphur oxidizing bacteria isolated from hot spring in Malaysia for biological deodorisation of hydrogen sulphide in chicken manure”, *Media Peternakan*, **40(3)**, pp.178-187, DOI: 10.5398/medpet.2017.40.3.178.
- [13] R. Asano, T. Sasaki, Y. Nakai (2007), “Isolation and characterization of sulfur oxidizing bacteria from cattle manure compost”, *Animal Science Journal*, **78(3)**, pp.330-333, DOI: 10.1111/j.1740-0929.2007.00443.x.
- [14] I. Kushkevych, D. Dordević, M. Vitěžová (2019), “Toxicity of hydrogen sulfide toward sulfate-reducing bacteria *Desulfovibrio piger* Vib-7”, *Archives of Microbiology*, **201**, pp.389-397, DOI: 10.1007/s00203-019-01625-z.
- [15] T. Tamura, K. Hatano (1998), “Phylogenetic analyses on the strains belonging to invalidated genera of the order *Actinomycetales*”, *Actinomycetologica*, **12(1)**, pp.15-28, DOI: 10.3209/saj.12_15.
- [16] G. Wang, M. Wang, T. Li, et al. (2020), “Isolation, identification, and determination of dominant desulfurizing bacterial strains from chicken manure”, *Journal of Biotech Research*, **11**, pp.66-72.
- [17] C. Chen, A. Wang, N. Ren, et al. (2010), “Enhancing denitrifying sulfide removal with functional strains under micro-aerobic condition”, *Process Biochemistry*, **45(6)**, pp.1007-1010, DOI: 10.1016/j.procbio.2010.02.013.
- [18] G.H. Yu, X.J. Xu, P.J. He (2007), “Isolates identification and characteristics of microorganisms in biotrickling filter and biofilter system treating hydrogen sulfide and NH_3 ”, *Journal of Environmental Sciences (China)*, **19(7)**, pp.859-863, DOI: 10.1016/S1001-0742(07)60143-0.
- [19] T.R. Sandrin, R.M. Maier (2003), “Impact of metals on the biodegradation of organic pollutants”, *Environmental Health Perspectives*, **111(8)**, pp.1093-1101, DOI: 10.1289/ehp.5840.
- [20] W.Q. Zhuang, J.H. Tay, A.M. Maszenan, et al. (2003), “Importance of Gram-positive naphthalene-degrading bacteria in oil-contaminated tropical marine sediments”, *Letters in Applied Microbiology*, **36(4)**, pp.251-257, DOI: 10.1046/j.1472-765X.2003.01297.x.
- [21] Ministry of Agriculture and Rural Development of The Socialist Republic of Vietnam (2010), *QCVN 01-15:2010/BNNPTNT National Technical Regulation Conditions for Biosecurity of Poultry Farms* (in Vietnamese).
- [22] M.Y. Hidayat, H.M. Saud, A.A. Samsudin (2019), “Reduction of hydrogen sulphide in chicken manure by immobilized sulphur oxidising bacteria isolated from hot spring”, *Microbiology and Biotechnology Letters*, **47(1)**, pp.116-124, DOI: 10.4014/mb.1801.01005.

Chế tạo laser quang sợi công suất cao - Báo cáo số 1: Nghiên cứu phát triển mạch điều khiển bơm laser diode công suất cao

Ngô Hải Long, Lưu Hoàng Đạt, Đỗ Việt Hoàng, Lê Văn Bình, Cao Khắc Thiện, Hoàng Ngọc Nhân, Bành Quốc Tuấn*

Phòng Thí nghiệm Nghiên cứu Phát triển Ứng dụng Fiber Laser, Viện Ứng dụng Công nghệ,
25 Lê Thánh Tông, phường Phan Chu Trinh, quận Hoàn Kiếm, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 25/7/2024; ngày chuyển phản biện 29/7/2024; ngày nhận phản biện 6/8/2024; ngày chấp nhận đăng 15/8/2024

Tóm tắt:

Nguồn laser quang sợi công suất cao đang được sử dụng rất phổ biến trong công nghiệp gia công kim loại. Việc chế tạo nguồn laser quang sợi công suất cao cần nghiên cứu, chế tạo, tích hợp nhiều thành phần quan trọng cấu thành nên nguồn như: 1) Hệ bơm laser diode công suất cao và bộ cộng hưởng laser; 2) Hệ làm mát tản nhiệt cho bơm laser diode và nguồn điện cao áp; 3) Hệ điều khiển bơm laser diode và cảm biến; 4) Phần mềm điều khiển, theo dõi, giám sát hoạt động nguồn laser... Để điều khiển nguồn laser quang sợi có thể hoạt động được ở các mức công suất khác nhau, các chế độ khác nhau thì mạch điều khiển bơm laser diode đóng vai trò quan trọng. Nằm trong lộ trình chế tạo nguồn laser quang sợi công suất cao tại Việt Nam, trong báo cáo thứ nhất này, chúng tôi trình bày nghiên cứu, thiết kế, chế tạo bo mạch điều khiển bơm laser diode công suất cao để có thể điều khiển công suất laser đầu ra trong các chế độ hoạt động liên tục và chế độ xung. Kết quả thực nghiệm cho thấy, bo mạch hoạt động hiệu quả, ổn định, điều khiển được các bơm laser diode khác nhau của một số nhà cung cấp chính trên thị trường như: Max Photonics, Raycus, BWT...

Từ khóa: diode bơm, điều khiển laser, laser, laser công suất cao.

Chỉ số phân loại: 2.2, 2.3

High-power fibre laser fabrication - 1st report: Research and develop a driver board for high-power laser diode pump

Hai Long Ngo, Hoang Dat Luu, Viet Hoang Do, Van Binh Le, Khắc Thiện Cao, Ngọc Nhân Hoàng, Quốc Tuấn Bành*

Fiber Laser Lab., National Center for Technological Progress, 25 Le Thanh Tong Street, Phan Chu Trinh Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam

Received 25 July 2024; revised 6 August 2024; accepted 15 August 2024

Abstract:

High-power fibre lasers are widely used in the metal processing industry. The fabrication of a high-power fibre laser source requires the research, development, and integration of several key parts, such as: 1) High-power laser diode pumps and laser resonators; 2) Cooling for laser diode pumps and high voltage direct current (DC) power supply; 3) Control systems for laser diode pumps and sensors; 4) Software for controlling, monitoring, and supervising the laser source, etc. To control the fibre laser to operate at various power levels and modes, the control board for the laser diode pumps plays an essential role. As part of the roadmap to develop a high-power fibre laser in Vietnam, in this first report, we present the research, design, and fabrication of a high-power laser diode pump control board that can control the laser output power in both continuous and pulse-operating modes. Experimental results show that the board operates efficiently and stably, controlling different diode laser pumps from major suppliers on the market, such as Max Photonics, Raycus, BWT, etc.

Keywords: high-power laser, laser, laser diode pump, laser driver.

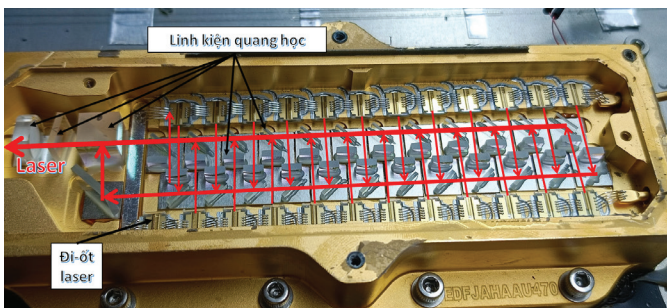
Classification numbers: 2.2, 2.3

*Tác giả liên hệ: Email: bqquan@most.gov.vn

1. Tổng quan

Công nghệ laser quang sợi đã có những bước phát triển vượt bậc trong thập kỷ qua. Hiện nay, các nguồn laser quang sợi thương mại ở mức công suất cao (kilowatts) đã và đang trở thành một công cụ rất hữu ích trong các cơ sở sản xuất, nhà máy, ở nhiều lĩnh vực khác nhau từ công nghiệp, quốc phòng... [1-2]. Chế tạo nguồn laser quang sợi công suất cao là rất cần thiết trong việc tạo ra các máy công cụ gia công kim loại bằng laser cũng như chủ động trong việc bảo trì, sửa chữa và giám sát máy. Việc chế tạo nguồn laser quang sợi công suất cao cần nghiên cứu, chế tạo, tích hợp nhiều thành phần quan trọng cấu thành nên nguồn như: 1) Hệ bơm laser diode công suất cao và bộ cộng hưởng laser; 2) Hệ làm mát tản nhiệt cho bơm laser diode và nguồn điện cao áp; 3) Hệ điều khiển bơm laser diode và cảm biến; 4) Phần mềm điều khiển, theo dõi, giám sát hoạt động nguồn laser. Trong đó, hệ điều khiển bơm laser diode và cảm biến là một phần quan trọng để điều khiển nguồn laser quang sợi có thể hoạt động được ở các mức công suất khác nhau, các chế độ khác nhau như: chế độ xung, chế độ liên tục. Khi chế tạo nguồn laser quang sợi công suất cao thì nhất thiết phải chế tạo được bộ điều khiển bơm laser diode. Do đó, việc nghiên cứu, chế tạo hệ điều khiển bơm laser diode, tiến tới làm chủ công nghệ sản xuất nguồn laser là rất cần thiết trong định hướng phát triển nền công nghiệp sản xuất và dịch vụ tại Việt Nam.

Để đạt được mức công suất cao, các nguồn laser quang sợi thường sử dụng các bơm laser diode để làm nguồn phát kích hoạt buồng cộng hưởng laser để đạt mức công suất lớn theo yêu cầu. Hình 1 mô tả cấu tạo của một bơm laser diode thương mại thông dụng. Trong đó, các khối diode bán dẫn được sử dụng để chuyển đổi điện sang quang ở một số bước sóng thông dụng, thường là 915 nm hoặc 976 nm [3-5]. Thông qua các linh kiện quang bao gồm gương, thấu kính, tấm phân cực, tia laser sẽ được đưa ra ngoài thông qua việc dẫn tia laser bằng sợi quang, thông thường là sợi quang đa mode để có thể dễ dàng đưa vào bộ cộng hưởng laser trong nguồn laser quang sợi.



Hình 1. Mô hình cấu tạo bơm laser diode thương mại.

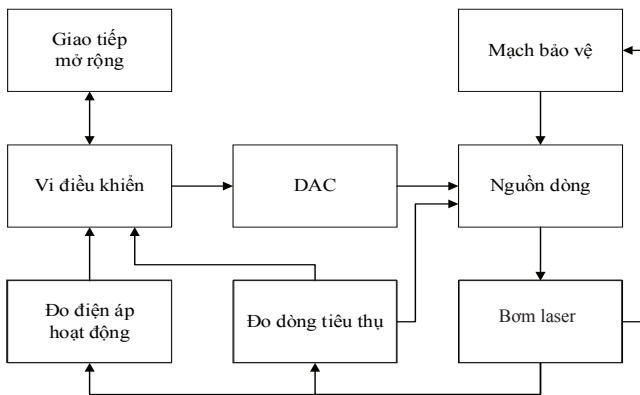
Nằm trong lộ trình chế tạo nguồn laser quang sợi công suất cao tại Việt Nam, trong báo cáo thứ nhất này, chúng tôi trình bày nghiên cứu, thiết kế, chế tạo hệ thống mạch

điều khiển bơm laser diode công suất cao, được đặt tên là *VLS-001*, để có thể điều khiển công suất laser đầu ra trong các chế độ hoạt động liên tục và chế độ xung. Kết quả thực nghiệm cho thấy, hệ thống mạch điều khiển hoạt động hiệu quả, ổn định, điều khiển được các bơm laser diode khác nhau của một số nhà cung cấp chính trên thị trường như: Raycus, BWT, và có những ưu điểm vượt trội hơn khi so sánh với mạch điều khiển thương mại tương đương của hãng CellSystems (Nhật Bản). Kết quả của nghiên cứu mở ra việc phát triển mạch điều khiển cho toàn bộ nguồn laser quang sợi, từ đó làm cơ sở xây dựng phần mềm giám sát, điều khiển laser quang sợi công suất cao. Bên cạnh đó, việc phát triển mạch điều khiển bơm laser diode cho phép việc chủ động kiểm soát các nguồn laser quang sợi thương mại công suất cao hiện có trên thị trường, giảm sự phụ thuộc vào các hãng sản xuất cũng như mở ra các ứng dụng, dịch vụ khác.

2. Thiết kế, chế tạo bảng mạch điều khiển bơm laser diode

Cấu tạo bên trong của bơm laser bao gồm các diode laser được mắc nối tiếp với nhau (hình 1). Khi được cung cấp năng lượng điện đủ ngưỡng, các diode này sẽ phát ra tia laser, sau đó tia laser này được hệ thấu kính đưa tới đầu ra chung của bơm laser. Các diode laser này có ngưỡng kích hoạt từ vài miliampe đến vài ampe tùy theo công suất. Một bơm laser công suất cao sẽ cần một nguồn năng lượng điện đủ lớn để kích hoạt được toàn bộ các laser diode. Bộ điều khiển laser (laser driver) cần hoạt động ở chế độ dòng điện lớn và điều chỉnh được các thông số với độ chính xác cao, giúp bơm laser hoạt động chính xác và hiệu quả. Để chế tạo một mạch điều khiển bơm laser công suất cao hoạt động ổn định, các chỉ tiêu kỹ thuật sau đây được đặt ra: dòng điện định mức chảy qua bơm laser diode: tối đa 20A; Không chế dòng bơm với độ ổn định: 200 mA (1% toàn dải); chế độ hoạt động: liên tục hoặc xung; tần số hoạt động ở chế độ xung: 200-5000 Hz; độ rộng xung: 10-100%; có bảo vệ ngắn mạch, quá dòng cho bơm laser diode.

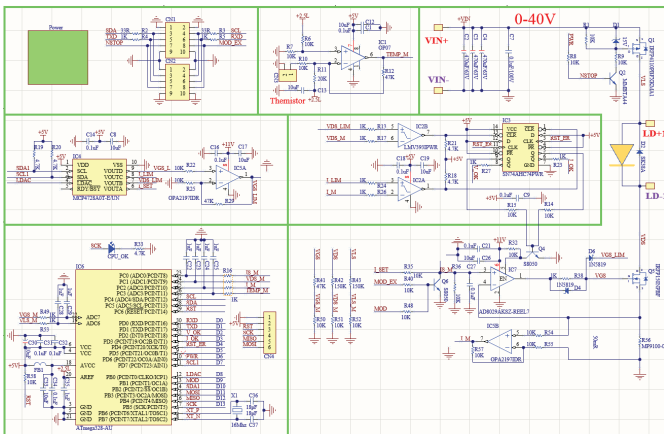
Dựa trên các chỉ tiêu kỹ thuật đã được xác định, hình 2 trình bày sơ đồ khối của board mạch điều khiển bơm laser công suất cao. Khối nguồn cung cấp điện áp một chiều phù hợp cho bơm laser và chuyển đổi để tạo ra các nguồn thứ cấp cho các thành phần khác trong hệ thống. Khối vi điều khiển chịu trách nhiệm điều khiển quá trình giao tiếp với các thiết bị bên ngoài và điều phối hoạt động của hệ thống, thu thập thông tin về dòng điện và điện áp của laser để đưa ra các đánh giá và điều chỉnh chế độ hoạt động. Các mạch bảo vệ trong hệ thống là rất quan trọng, bảo vệ bơm laser khỏi các sự cố quá dòng hoặc quá áp, đảm bảo hoạt động an toàn và ổn định. Khối giao tiếp mở rộng cho phép kết nối với các thiết bị khác hoặc các module điều khiển để thực hiện trao đổi dữ liệu và điều khiển đồng bộ. Khối DAC chuyển đổi tín hiệu số thành tín hiệu điện áp tương tự để điều khiển khối nguồn dòng điện.



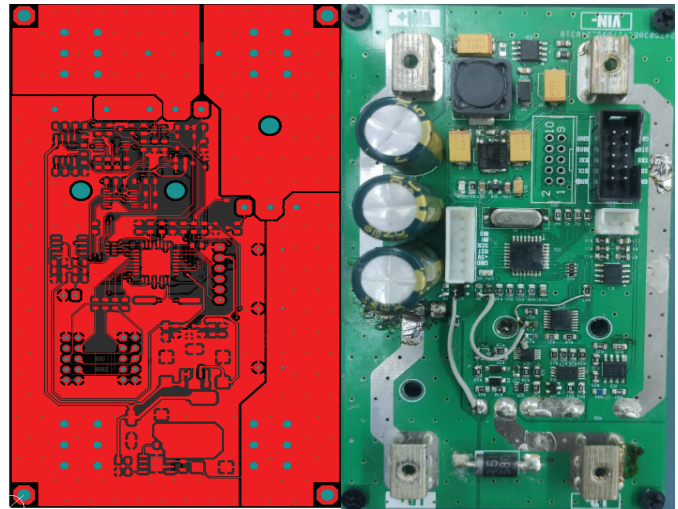
Hình 2. Sơ đồ khối của bo mạch VLS-001.

Để đo lường chính xác dòng điện tiêu thụ, khối đo dòng sẽ chuyển đổi mức biến thiên của dòng điện trong bơm laser thành tín hiệu điện áp tương tự. Khối đo điện áp chuyển đổi các giá trị điện áp ở các điểm cần đo về dải điện áp phù hợp với ADC của vi điều khiển. Cuối cùng, khối nguồn dòng điện tạo ra và điều khiển nguồn dòng với độ chính xác 1% (200 mA), đảm bảo dòng điện cung cấp cho bơm laser ổn định và chính xác.

Hình 3 trình bày sơ đồ nguyên lý của mạch điều khiển board mạch VLS-001. Khối vi điều khiển sử dụng Atmega328 để điều khiển toàn bộ các quá trình của hệ thống. Bên cạnh đó, các linh kiện thụ động như mạch ổn định dao động thạch anh ngoài, mạch reset và mạch cung cấp ổn định nguồn cũng được tích hợp. Nguồn điện cấp cho bơm laser được điều chỉnh thông qua IC khuếch đại thuật toán, cụ thể là điều chỉnh độ mở của MOSFET Q5. Tín hiệu sụt áp trên R56 được truyền trực tiếp vào IC khuếch đại thuật toán để thực hiện một vòng điều khiển kín với tốc độ cao. Tín hiệu cài đặt giá trị dòng điện cũng được đưa vào IC này để điều khiển chính xác. Do MOSFET Q5 hoạt động với dòng điện và điện áp lớn, đồng thời đóng cắt ở tần số cao, nó sinh nhiệt nhanh chóng và cần được làm mát hiệu quả để duy trì hoạt động chính xác. Hình 4 thể hiện Layout PCB và mạch đã được gia công linh kiện.



Hình 3. Sơ đồ nguyên lý mạch điều khiển bo mạch VLS-001.



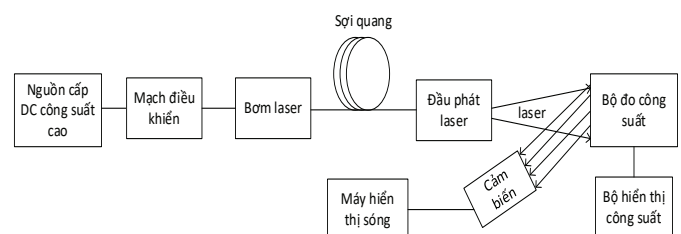
Hình 4. Layout PCB và gia công linh kiện.

3. Kết quả

3.1. Phương pháp và sơ đồ đo

Để đảm bảo hoạt động ở công suất lớn và nguồn cấp ổn định, mạch điều khiển VLS-001 được cấp nguồn từ nguồn chuẩn DC công suất cao HP/Agilent 6012B 1000 W với điện áp có thể điều chỉnh trong khoảng 0-60V/0-50A [6]. Đầu ra mạch điều khiển sẽ điều khiển trực tiếp một bơm laser K915FA5RN - 70,00 W của BWT Beijing Ltd được gắn với đầu nối laser ra FFC-10522F30ENA-3 [7]. Laser phát ra sẽ được thu bằng bộ đo công suất Ophir 7Z02734 FL400A-BB-50 [8] và hiển thị với Ophir Nova II [9]. Chế độ xung đầu ra của bơm và giá trị điện áp cấp sẽ được kiểm tra bằng cảm biến Thorlabs DET08CFC/M [10] và máy hiện sóng (Oscilloscope) Moku:Go của Liquid Instruments [11].

Để so sánh khả năng hoạt động thực tế của mạch điều khiển VLS-001, một bộ điều khiển thương mại Cell Systems LCV-3020 [12] được sử dụng đồng thời và kiểm tra với các chế độ tương tự. Ngoài ra, để đảm bảo mạch điều khiển phát triển là phù hợp cho các thiết bị bơm laser trong các nguồn laser thương mại, mạch VLS-001 cũng được sử dụng để điều khiển một bơm laser 300 W tích hợp sẵn trong nguồn laser RFL-C1500X [13] của Công ty TNHH Công nghệ Laser sợi quang Wuhan Raycus, với hai chế độ CW và chế độ xung. Sơ đồ hệ thực nghiệm được mô tả như hình 5. Bảng 1 thể hiện các điều kiện thực nghiệm với các thí nghiệm nêu trên.



Hình 5. Sơ đồ hệ đo với bơm laser diode BWT K915FA5RN - 70.00W.

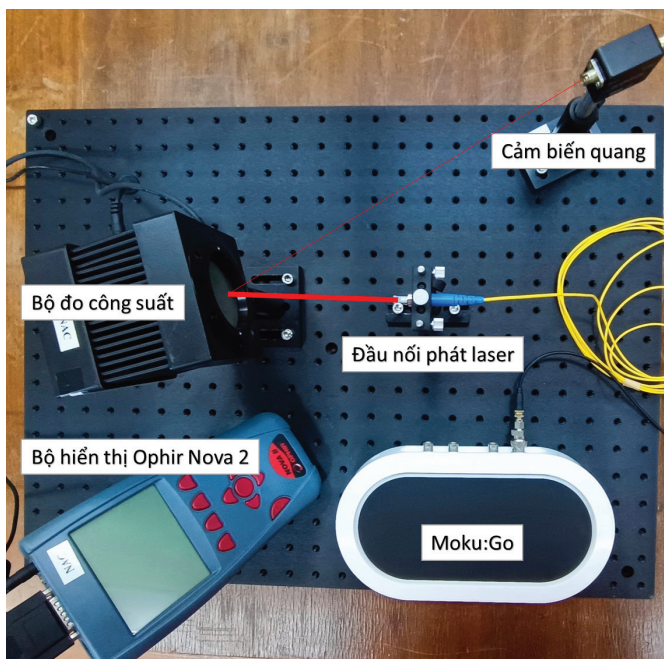
Bảng 1. Điều kiện thực nghiệm.

*Nguồn cấp	
Điện áp cấp	: 220 V/50-60 Hz
Điện áp ra DC	: 13 V-12,4 A/ 34 V-20 A
*Độ suy hao	
Suy hao mỗi hàn	: 0,00 dB*
Hiệu suất chuyển đổi điện - quang	: 42-48%
Hiệu suất chuyển đổi quang - quang	: ~ 60-70%
*Môi trường	
Nhiệt độ	: 29°C
Độ ẩm	: 41%
Áp suất	: 1017 hPa

* Kết quả suy hao được kiểm tra bằng máy hàn Fujikura FSM-100P+

3.2. Kết quả thực nghiệm

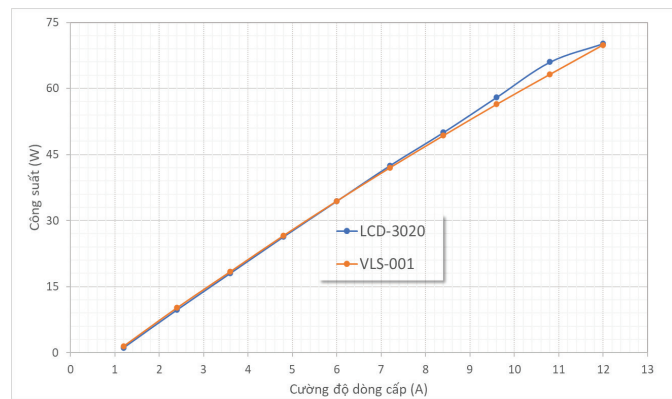
Thực nghiệm so sánh hoạt động của 2 bộ điều khiển tương đương: Để chứng minh khả năng hoạt động và so sánh kết quả với một bộ điều khiển đã được thương mại, các thực nghiệm điều khiển ở các mức công suất khác nhau: từ 10-100% tương ứng với dòng cấp từ 1,2 A tới 12 A với bơm laser diode *K915FA5RN - 70,00 W* của Hãng BWT Beijing đã được thực hiện. Hình 6 là hình ảnh hệ thống đo dữ liệu thực nghiệm. Để kiểm tra và so sánh độ ổn định giữa hai thiết bị, cả hai sẽ cùng điều khiển một bơm laser diode trong cùng một khoảng thời gian là 15 phút ở mức dòng 12 A (tương đương 100% công suất). Các điều kiện thực nghiệm và kết quả được thể hiện trong bảng 2, hình 7 và hình 8 dưới đây.



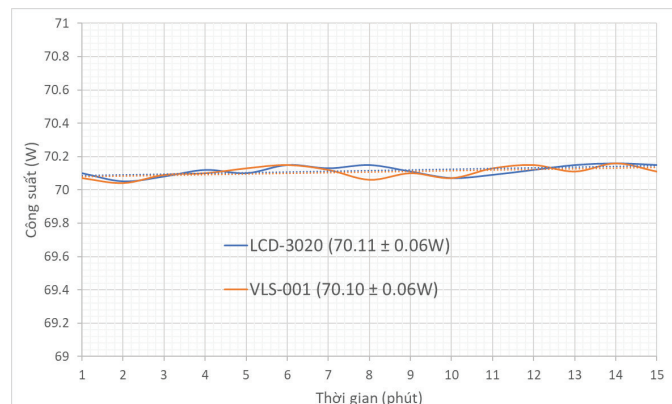
Hình 6. Sơ đồ thực nghiệm hệ thống điều khiển bơm laser của BWT.

Bảng 2. Thông số thực nghiệm.

*Nguồn cấp	
Điện áp cấp vào	: 220 V/50-60 Hz
Điện áp nguồn cấp	: 13 V-12,4 A
*Điều kiện thực nghiệm 1	
Công suất thay đổi	: 1,2 A-12 A (10-100%)
Hiệu suất chuyển đổi điện - quang	: 48%
*Điều kiện thực nghiệm 2	
Công suất	: 100%
Thời gian	: 15 phút



Hình 7. Kết quả đo công suất đầu ra theo dòng điện cấp từ hai bộ điều khiển LCV-3020 và VLS-001.



Hình 8. Kết quả đo ổn định công suất đầu ra theo thời gian từ hai bộ điều khiển LCV-3020 và VLS-001.

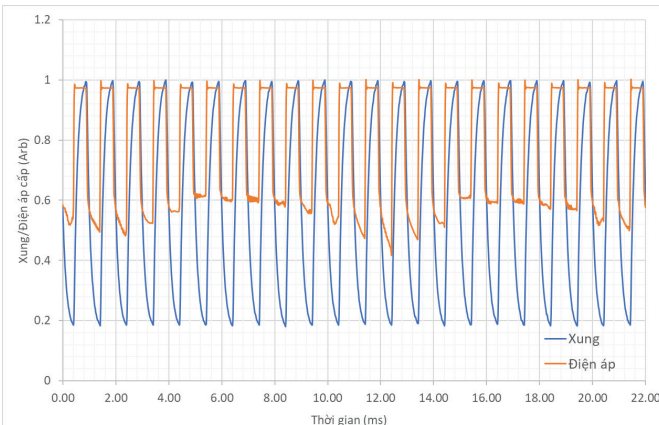
Theo các kết quả thu được, giá trị công suất đầu ra theo các mức thay đổi từ 1,2 đến 12 A (10-100% công suất bơm đi-ốt laser) của mạch *VLS-001* đạt kết quả tương đương với bộ điều khiển thương mại của CellSystems. Độ ổn định công suất của mạch *VLS-001* cũng ở mức tương đương 70,10±0,06 W (so với 70,11±0,06 W của *LCV-3020* CellSystems).

Với chế độ xung, các điều kiện thử nghiệm kiểm tra hai hệ thống được thể hiện như trong bảng 3. Các kết quả thu được thể hiện như trong hình 9 (điều khiển với *LCV-3020*)

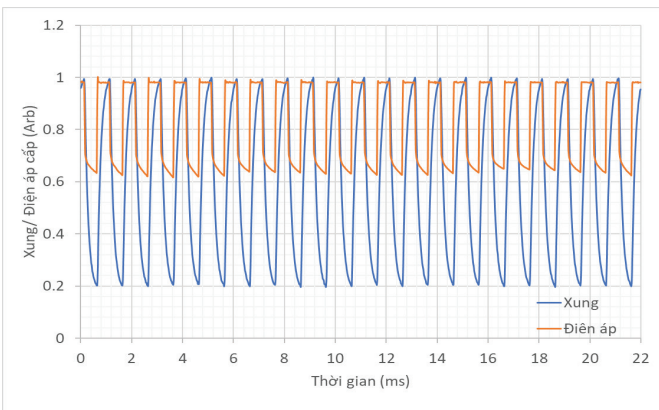
và hình 10 (điều khiển với *VLS-001*). Điện áp cấp từ mạch *VLS-001* cho độ ổn định tốt hơn so với hệ thống của CellSystems và đầu ra công suất laser đạt kết quả tương đương ở mức xung 1 kHz. Một ưu điểm nổi bật hơn là mạch *VLS-001* có thể điều khiển ở mức xung cao hơn (5 kHz - hình 11) với độ ổn định tương đương, trong khi đó với thiết bị CellSystems *LCV-3020* chỉ có thể đạt tới mức xung tối đa là 1 kHz. Giới hạn hiện tại của khả năng điều khiển xung là do thời gian đáp ứng của bơm laser.

Bảng 3. Thông số thực nghiệm.

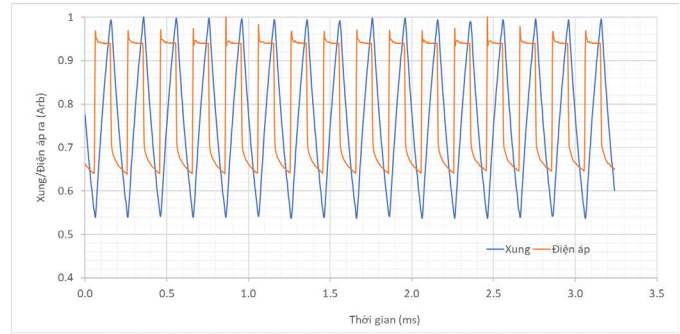
*Nguồn cấp	
Điện áp cấp vào	: 220 V/50-60 Hz
Điện áp nguồn cấp	: 13 V-12,4 A
*Điều kiện thực nghiệm 3	
Điện áp cấp	: 12 V-7 A
Hiệu suất chuyển đổi điện - quang	: 48%
Chế độ xung	: 1 kHz - Duty 50%
*Điều kiện thực nghiệm 2	
Điện áp cấp	: 12 V-7 A
Chế độ xung	: 5 kHz



Hình 9. Kết quả đo xung laser từ cảm biến và điện áp ra bộ điều khiển LCV-3020 ở tần số 1 kHz.

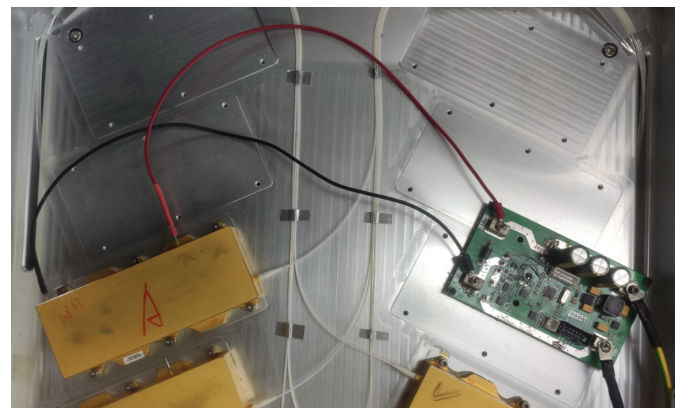


Hình 10. Kết quả đo xung laser từ cảm biến và điện áp ra bộ điều khiển VLS-001 ở tần số 1 kHz.

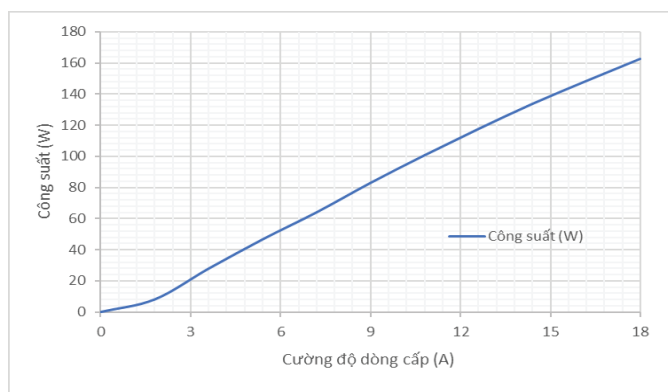


Hình 11. Kết quả đo xung laser từ cảm biến và điện áp ra bộ điều khiển VLS-001 ở tần số 5 kHz.

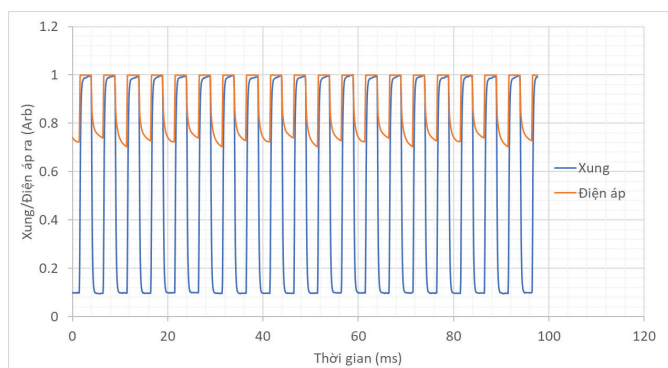
Thực nghiệm điều khiển nguồn laser thương mại: Hình 12 là hệ thống thực nghiệm điều khiển hoạt động của bơm laser diode của Công ty TNHH Công nghệ Laser sợi quang Wuhan Raycus trong nguồn laser RFL-C1500X. Kết quả thực nghiệm được thể hiện như trong biểu đồ hình 13 dưới đây. Điện áp cấp vào bơm laser diode ở mức 34 V-18 A, thay đổi từ 1,8 tới 18 A (10-100%) công suất trong chế độ liên tục (CW) và 34 V-7 A trong chế độ xung với tần số xung 200-5000 Hz. Theo đó, với công suất bơm laser diode tối đa là 300 W, công suất tối đa phát qua hệ quang học và ra tại đầu QBH đạt mức $161,83 \pm 1$ W (ở mức phát tối đa 100%) với hiệu suất chuyển đổi quang - quang ở mức ~54,13%. Tại chế độ xung, mạch *VLS-001* có thể đảm bảo được phát xung ở tần số 200-5000 Hz như thể hiện tại hình 14, hình 15. Vấn đề hiệu suất chuyển đổi thấp là do sự suy hao khi ghép bơm laser diode với bộ cộng hưởng của nguồn laser, và do hiệu suất hấp thụ các photon bơm laser với sợi quang hoạt tính của bộ cộng hưởng laser. Hoạt động của mạch điều khiển không ảnh hưởng đến hiệu suất chuyển đổi quang-quang, mà chỉ ảnh hưởng đến sự phản hồi tia bức xạ laser so với sự hoạt động của bơm laser đầu vào.



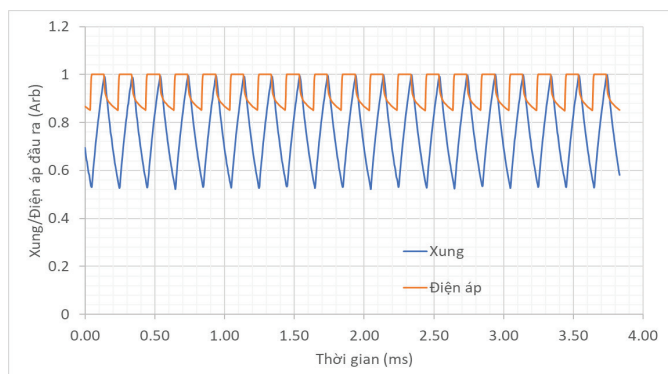
Hình 12. Sơ đồ thực nghiệm hệ thống điều khiển bơm laser của Công ty TNHH Công nghệ Laser sợi quang Wuhan Raycus.



Hình 13. Kết quả công suất đầu ra bơm laser diode của Công ty TNHH Công nghệ Laser sợi quang Wuhan Raycus với mạch điều khiển VLS-001.



Hình 14. Kết quả đo xung laser từ cảm biến và điện áp ra bơm laser diode của Công ty TNHH Công nghệ Laser sợi quang Wuhan Raycus với bộ điều khiển VLS-001 ở tần số 200 Hz.



Hình 15. Kết quả đo xung laser từ cảm biến và điện áp ra bơm laser diode của Công ty TNHH Công nghệ Laser sợi quang Wuhan Raycus với bộ điều khiển VLS-001 ở tần số 5 kHz.

4. Kết luận

Bài báo trình bày thiết kế của bảng mạch điều khiển bơm laser công suất cao *VLS-001* và quá trình thực nghiệm sử dụng mạch *VLS-001* để điều khiển bơm laser của BWT và bơm trong nguồn laser của Công ty TNHH Công nghệ Laser sợi quang Wuhan Raycus. Khi thử nghiệm với bơm laser của BWT, độ ổn định công suất của mạch *VLS-001* đạt mức $70,10 \pm 0,06$ W, tương đương với $70,11 \pm 0,06$ W của sản phẩm thương mại hóa

LCV-3020 của CellSystems. Ở chế độ xung, điện áp cấp từ mạch *VLS-001* cho độ ổn định tốt hơn so với hệ thống của CellSystems và đầu ra công suất laser đạt kết quả tương đương ở mức xung 1 kHz. Hơn nữa, *VLS-001* có khả năng điều khiển ở mức xung lên đến 5 kHz với độ ổn định tương đương, trong khi thiết bị CellSystems *LCV-3020* chỉ đạt mức xung tối đa 1 kHz. Khi thử nghiệm với bơm trong nguồn laser của Wuhan Raycus, *VLS-001* có khả năng điều khiển laser đầu ra ở các mức công suất từ nhỏ đến lớn và hoạt động ở chế độ xung với tần số từ 200-5000 Hz cũng như chế độ liên tục. Những kết quả này chứng minh rằng bảng mạch *VLS-001* hoạt động ổn định, hiệu quả và đáp ứng đầy đủ các yêu cầu kỹ thuật đề ra. Kết quả của nghiên cứu mở ra việc phát triển mạch điều khiển cho toàn bộ nguồn laser quang sợi và từ đó làm cơ sở xây dựng phần mềm giám sát, điều khiển laser quang sợi công suất cao, là tiền đề quan trọng trong quá trình chế tạo nguồn laser quang sợi công suất cao tại Việt Nam.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] E.K.A. Jr (2023), *Principles of Laser Materials Processing: Developments and Applications*, John Wiley & Sons, 819pp.
- [2] S. Yang, L. Zhang, Z. Zhu, et al. (2023), "Special issue on fiber laser and their applications", *Photonics*, **10**(10), DOI: 10.3390/photonics10101149.
- [3] Z. Li, R. Huang, S. Zheng, et al. (2024), "Dual-ended pumped high-power 915 nm Pr^{3+} : LiYF_4 laser and power scaling under energy levels cascade", *Infrared Physics & Technology*, **137**, DOI: 10.1016/j.infrared.2024.105166.
- [4] G. Yang, Y. Liu, Y. Zhao, et al. (2024), "Efficient power scaling of broad-area laser diodes from 915 to 1064 nm", *High-Power Diode Laser Technology XXII*, **12867**, pp.235-241, DOI: 10.1117/12.3002642.
- [5] D.A. Davydov, A.A. Rybaltovsky, S.S. Aleshkina, et al. (2023), "A ytterbium-doped narrow-bandwidth randomly distributed feedback laser emitting at a wavelength of 976 nm", *Photonics*, **10**(8), DOI: 10.3390/photonics10080951.
- [6] Keysight (2023), "User manual 6010A, 6011A, 6012B, 6015A, 6023A, 6028A User's Guide", <https://www.keysight.com/vn/en/assets/9018-01079/user-manuals/9018-01079.pdf>, accessed 4 June 2024.
- [7] BWT (2023), "915nm 70W high power fiber coupled diode laser", <https://www.bwt-laser.com/sale-2157341-915nm-70w-high-power-fiber-coupled-diode-laser.html>, accessed 4 June 2024.
- [8] Ophir (2023a), "Broadband 400 W fan-cooled thermopile sensor with 50 mm aperture", <https://www.ophiropt.com/en/f/f400a-bb-50-thermopile-sensor>, accessed 4 June 2024.
- [9] Ophir (2023b), "Nova II monochrome LCD laser power & energy meter", <https://www.ophiropt.com/en/f/nova-2-power-meter>, accessed 4 June 2024.
- [10] Thorlabs (2023), *DET08CFC/M - 5 GHz (Max) InGaAs FC/PC-Coupled Photodetector; 800 - 1700 nm, M4 Tap*, <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=DET08CFC/M#ad-image-0>, accessed 4 June 2024.
- [11] Liquid Instruments (2023), *Moku:Go*, <https://www.liquidinstruments.com/resources/supporting-material/product-documentation/>, accessed 4 June 2024.
- [12] L. Cellsystem Co. (2023), "Product/製品情報", https://www.cellsystem.co.jp/prod_en.html, accessed 4 June 2024.
- [13] Wuhan Raycus Fiber Laser Technologies Co., Ltd. (2023), "Data Download RFL-C1500X (CW laser) [user manual]", <https://en.raycuslaser.com/index/data/tid/381.html>, accessed 4 June 2024.

Đề xuất phương pháp sử dụng thị giác máy trong đánh giá độ chính xác của cánh tay robot IRB 4600 tại Viện Ứng dụng Công nghệ

Nguyễn Quang Hải, Nguyễn Bá Thi, Giang Mạnh Khôi*, Phạm Chí Hiếu

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

Ngày nhận bài 26/7/2024; ngày chuyển phản biện 01/8/2024; ngày nhận phản biện 20/8/2024; ngày chấp nhận đăng 23/8/2024

Tóm tắt:

Hệ thiết bị gia công vật liệu kim loại bằng bức xạ laser có cánh tay robot 6 trục được sử dụng rộng rãi trong công nghiệp khi gia công các sản phẩm kim loại hình dạng 3D. Đánh giá chỉ tiêu kỹ thuật của một hệ robot 6 trục cắt vật liệu kim loại bằng bức xạ laser, cần tiến hành phân tích, đánh giá thông số từng khối bộ phận của hệ thống. Đối với robot 6 trục, một trong các thông số quan trọng nhất quyết định chất lượng của cánh tay robot là độ chính xác quãng đường dịch chuyển trong quá trình điều khiển chuyển động cánh tay robot. Trong bài báo này, chúng tôi trình bày phương pháp đánh giá độ chính xác dịch chuyển cánh tay robot dùng thị giác máy thông qua 02 thông số: tọa độ dịch chuyển và quãng đường dịch chuyển. Đây là phương pháp đánh giá cho độ chính xác cao, bố trí thí nghiệm khá nhanh, phù hợp với điều kiện phòng thí nghiệm ở Việt Nam. Kết quả đo được trong thực tế có so sánh đối chứng với số liệu do hãng cung cấp cho thấy giải pháp sử dụng thị giác máy là hoàn toàn đáp ứng về độ chính xác. Kết quả này cho thấy bộ lập trình tự động ghi nhận tọa độ dịch chuyển cánh tay robot chính xác, tức thời và có đối chứng với thang/bảng tọa độ gốc là phù hợp yêu cầu bài toán.

Từ khóa: độ chính xác lặp lại, độ chính xác theo đường, độ chính xác vị trí, robot 6 trục, thị giác máy.

Chỉ số phân loại: 2.2, 2.3

Proposing a method of using computer vision to evaluate the accuracy of the IRB 4600 robot arm at the National Center for Technological Progress (Nacentech)

Quang Hai Nguyen, Ba Thi Nguyen, Manh Khoi Giang*, Chi Hieu Pham

National Center for Technological Progress, 25 Le Thanh Tong Street, Phan Chu Trinh Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam

Received 26 July 2024; revised 20 August 2024; accepted 23 August 2024

Abstract:

Metal material processing equipment systems with 6-axis robot arms using laser radiation are widely used in industry for processing 3D-shaped metal products. To evaluate the technical specifications of a 6-axis robot system for cutting metal materials using laser radiation, it is necessary to analyse and evaluate the parameters of each component block of the system. For 6-axis robots, one of the most important parameters determining the quality of the robot arm is the accuracy of the displacement path during the robot arm motion control. In this article, we present a method for evaluating the displacement accuracy of robot arms through two parameters, when using computer vision: displacement coordinates and displacement distance. This is an evaluation method with high accuracy and a fast experimental setup, suitable for laboratory conditions in Vietnam. The actual measurement results compared with the data provided by the manufacturer show that the computer vision solution fully meets the accuracy requirements. This result exhibits that the automatic programmer records the robot arm's displacement coordinates accurately, instantly and when compared with the original coordinate scale/table, it meets the problem requirements.

Keywords: accuracy position, computer vision, path accuracy, repeated positioning, 6-axis robot.

Classification numbers: 2.2, 2.3

*Tác giả liên hệ: Email: gmkhoi@most.gov.vn

1. Đặt vấn đề

Cánh tay robot IRB 4600 thuộc dạng cánh tay robot 6 trục (hay còn gọi là 6 bậc tự do) thuộc nhóm ‘Cánh tay robot khớp nối’ (articulated robotic arm) [1]. Một cánh tay robot 6 trục điển hình có khớp nối theo chiều dọc, bao gồm 7 liên kết được kết nối thành chuỗi thông qua 6 khớp nối (trục). Mỗi trục là một khớp cho phép robot di chuyển theo các cách khác nhau (xoay, xoắn...). Các chuyển động khác nhau này được gọi là bậc tự do. Robot 6 trục có tính linh hoạt, sức mạnh và phạm vi tiếp cận cần thiết để hoàn thành hầu hết các ứng dụng bao gồm tự động hóa trong gia công vật liệu (cắt, hàn, xử lý vật liệu, sơn...)

Để điều khiển cánh tay của robot, mỗi trục được trang bị một bộ phân giải là một thiết bị tương tự trả về vị trí góc của trục robot. Thông tin vị trí được sử dụng để tính các lỗi vị trí được đưa vào bộ điều chỉnh PID của bộ điều khiển servo. Nếu đầu gia công của robot được lập trình lặp đi lặp lại ở cùng một vị trí, thì thực tế đầu gia công của robot có thể không đạt đến vị trí vật lý giống hệt nhau (một cách tuyệt đối) ngay cả khi tất cả các trình phân giải đều trả về giá trị phản hồi chính xác. Điều này được giải thích bởi không có khả năng đo lường độ lệch có thể xảy ra giữa các bộ phân giải một cách tuyệt đối và sai lệch như vậy có thể được tạo ra do sự giãn nở nhiệt hoặc tính linh hoạt của cánh tay robot, hoạt động của hộp số (hình 2). Tuy nhiên, việc chế tạo cánh tay robot có chất lượng cao thì điều kiện hoạt động của robot có độ ổn định cao cho sai lệch là rất nhỏ [2, 3]. Để đánh giá độ sai lệch vị trí dịch chuyển của một cánh tay robot, người ta thường sử dụng qua các tiêu chí sau đây:

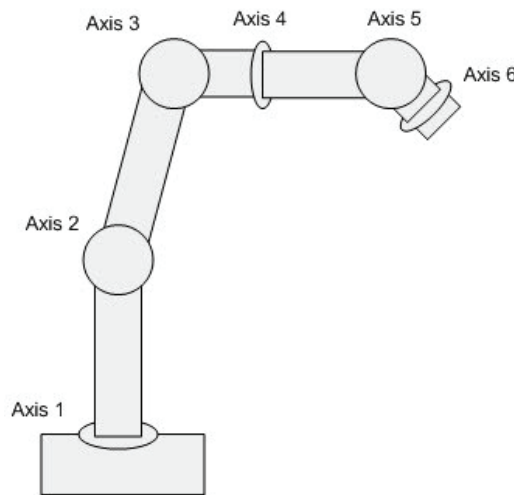
1.1. Độ chính xác của vị trí và độ chính xác lặp lại vị trí

Trong hình 3, độ chính xác vị trí (AP) và độ chính xác lặp lại vị trí (RP). Giả sử ta có vị trí A là vị trí được lập trình, khi thực

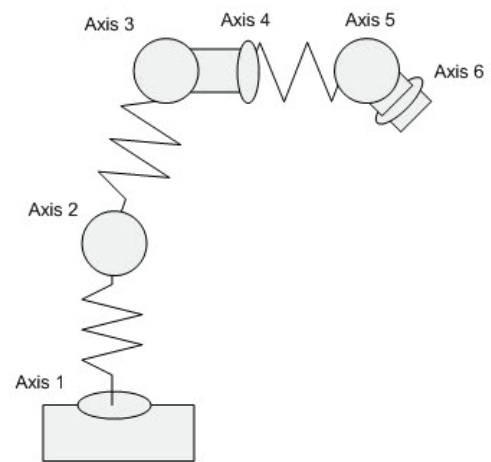
hiện chương trình dịch chuyển đầu cánh tay robot, vị trí thực sẽ là $B_1, B_2, B_3, \dots, B_N$; Vị trí B là vị trí trung bình $B = (B_1 + B_2 + \dots + B_N) / N$. Khi đó độ chính xác vị trí AP (accuracy position) - là khoảng cách trung bình từ vị trí được lập trình A đến vị trí trung bình B. Độ chính xác lặp lại vị trí RP (repeated positioning) - là dung sai của vị trí B khi lặp lại vị trí nhiều lần [3].

1.2. Độ chính xác đường tuyến tính và độ chính xác lặp lại đường tuyến tính

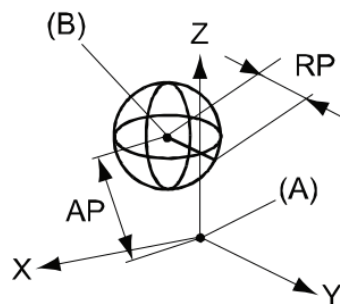
Trong hình 4 ta có E là đường đi được lập trình. Khi thực hiện chương trình nhiều lần, ta có kết quả đường dịch chuyển thực tế là $D_1, D_2, D_3, \dots, D_N$; Đường D là đường trung bình $D = (D_1 + D_2 + \dots + D_N) / N$. Khi đó, độ chính xác đường tuyến tính (linear path accuracy) hay AT - Độ lệch tối đa từ đường dẫn được lập trình E đến đường trung bình khi thực hiện chương trình D. Độ lặp lại đường tuyến tính (linear path repeatability) - là dung sai của đường đi khi thực hiện chương trình lặp lại nhiều lần [3].



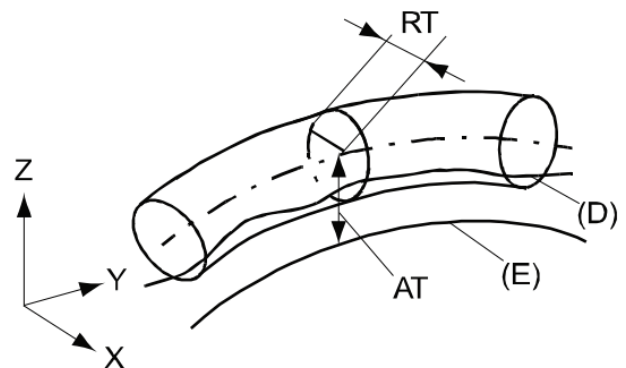
Hình 1. Cấu trúc cơ khí của robot.



Hình 2. Độ lệch tiềm năng giữa các trục trong cấu trúc cơ khí của robot.



Hình 3. Độ chính xác vị trí (AP) và độ chính xác lặp lại vị trí (RP).



Hình 4. Độ chính xác đường tuyến tính (AT) và độ lặp lại đường tuyến tính (RT).

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Đối tượng nghiên cứu

Điểm tâm công cụ lắp trên đầu cánh tay robot (TCP viết tắt từ Tool Center Point) là giá trị xác định điểm tọa độ hết sức quan trọng [4], giúp xác định vị trí của TCP trong hệ tọa độ của robot, hiện nay có một số phương pháp được sử dụng [5].

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Phương pháp thủ công

Phương pháp thủ công truyền thống đã được sử dụng từ lâu, phương pháp này bao gồm việc di chuyển TCP robot đến các điểm tham chiếu xác định đối tượng công việc. Bằng cách sử dụng các công cụ thuận lợi, các cạnh được đặt ở phía trước nhau, từ đó có thể xác định được vị trí của vật thể. Phương pháp hiệu chuẩn thủ công không hiệu quả lắm khi yêu cầu cao về độ chính xác. Ưu điểm của phương pháp này là đơn giản, giá cả cạnh tranh. Nhược điểm là mất thời gian và độ chính xác không cao.

2.2.2. Phương pháp Bull's eye

Phương pháp Bull's eye được xác định với điểm gốc của hệ tọa độ công cụ, tại điểm gốc của hệ tọa độ cổ tay từ đó xác định TCP bằng thiết bị hiệu chuẩn Bull's eye. Thiết bị hiệu chuẩn Bull's eye dựa trên nguyên lý chiếu thẳng của tia laser, bằng cách di chuyển công cụ của robot đi qua chùm tia laser, có thể xác định được chiều rộng vật lý của các phần đồng tâm của công cụ khi đã biết hình dạng danh nghĩa của công cụ, khi đo chiều rộng các lát cắt mà công cụ đi qua, có thể xác định được đường tâm.

2.2.3. Phương pháp Force Control

Phương pháp Force Control - kiểm soát lực được thiết kế để sử dụng như một tiện ích bổ sung cho robot được trang bị gói chức năng kiểm soát lực ABB để giám sát các lực tác dụng lên vật thể bằng cảm biến bên ngoài.

2.2.4. Phương pháp laser LAB

Laser LAB là một công nghệ hiệu chuẩn dựa trên laser. Phương pháp này bao gồm một thiết bị đo có tên là "laser LAB" và một quả cầu đo. Thiết bị đo laser LAB bao gồm năm cảm biến laser riêng lẻ. Các cảm biến laser được đặt dưới dạng hình ngũ giác trong thiết bị và được căn chỉnh sao cho năm tia laser sẽ giao nhau tại một điểm chung. Bằng cách định vị quả cầu trong thiết bị laser, các vị trí trên bề mặt quả cầu có thể được xác định theo ba chiều.

2.2.5. Phương pháp độ chính xác tuyệt đối của ABB (ABB Absolute accuracy)

Độ chính xác tuyệt đối là phương pháp do hãng ABB phát triển dựa trên kỹ thuật laser [6]. Bằng cách sử dụng thiết bị theo dõi laser, một số vị trí tọa độ được xác định trong khu vực làm việc của robot. Bằng cách so sánh các vị

trí lý thuyết trong bộ điều khiển robot và vị trí thực tế của mặt bích lắp của robot, có thể xác định được một tập hợp hiệu chỉnh các tham số chuyển đổi từ trục robot sang bộ điều khiển servo.

2.2.6. Phương pháp PosEye®

Hệ thống PosEye® đo vị trí và hướng của cảm biến so với hệ thống tham chiếu bao gồm các mẫu đã biết. Nguyên lý đo lường tương tự như hệ thống định vị toàn cầu.

2.2.7. Phương pháp ABB Navigator

Hiệu chuẩn robot thường được thực hiện bằng cách định vị các điểm hiệu chuẩn sử dụng robot làm thiết bị đo lường. Điều hướng là một kỹ thuật tự động, rất chính xác và độc lập với người dùng, thay thế các bước thủ công.

3. Kết quả và bàn luận

Các phương pháp đo và hiệu chuẩn độ chính xác dịch chuyển cánh tay robot được trình bày ở trên có nhiều ưu điểm là đo với độ chính xác cao, một số phương pháp ít nhiều có nhược điểm ở các khía cạnh khác nhau (do đặc thù của phương pháp). Điểm chung của các phương pháp đo là có độ chính xác cao nhưng giải pháp này đi kèm thiết bị thường rất đắt tiền; yêu cầu thiết bị bổ sung đặc thù, giai đoạn thiết lập tốn thời gian và cần có kỹ năng đặc biệt. Với phương pháp hiệu chuẩn thủ công thì độ chính xác không cao, cần nhiều thời gian và phụ thuộc rất nhiều vào người vận hành.

Trong bài báo này, chúng tôi đề xuất một phương pháp mới để đánh giá độ chính xác của cánh tay robot bằng cách sử dụng thị giác máy:

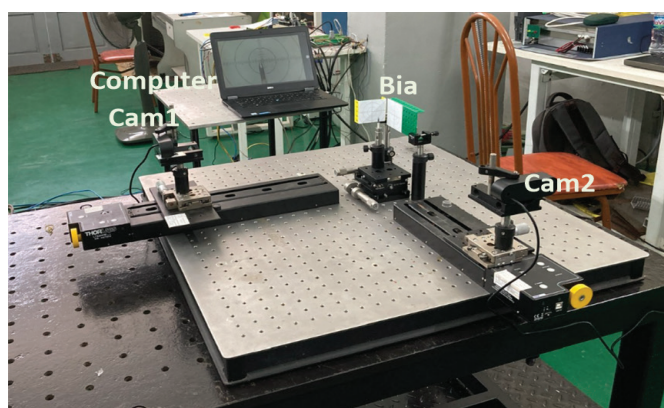
- Đánh giá độ chính xác của vị trí và độ chính xác lặp lại vị trí, sử dụng hai camera để theo dõi vị trí của TCP so với vị trí tham chiếu. Giá trị nhận được từ camera (x, z) và (y, z) sẽ qua xử lý của máy tính để được kết quả tức thời.

- Đánh giá độ chính xác đường tuyến tính và độ chính xác lặp lại đường tuyến tính, sử dụng một camera để theo dõi độ lệch vị trí của TCP so với hình tham chiếu. Giá trị nhận được từ camera (dx, dy) sẽ qua xử lý của máy tính để được kết quả tức thời.

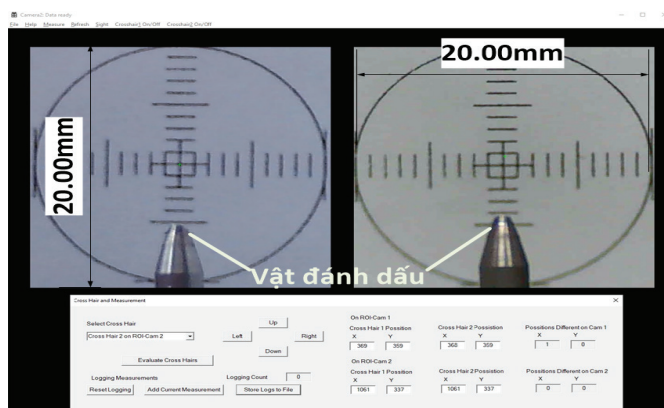
3.1. Thực nghiệm

Một bàn cơ khí kích thước 620x620 mm, trên đó lắp 2 thiết bị camera độ phân giải FullHD. Bố trí camera vuông góc với nhau, hướng vào một tấm bia (hình 5). Khoảng cách từ ống kính camera đến bia khoảng 400 mm, kết hợp góc mở, độ phóng đại cho kết quả hình ảnh kích thước khoảng 60x40 mm.

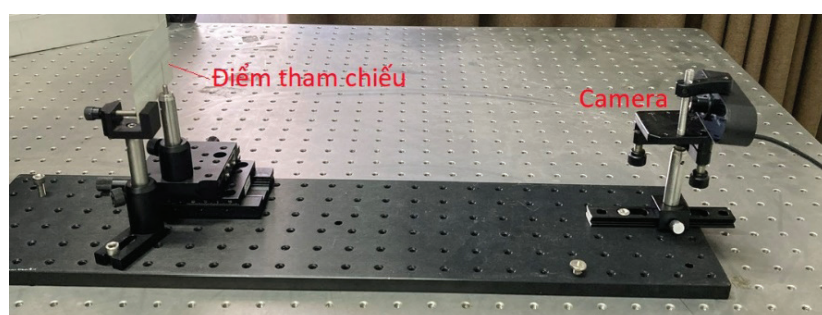
Đầu ra từ camera được nối vào máy tính, xử lý, thu hình ảnh vào khu vực cần theo dõi với kích thước 20x20 mm (hình 6).



Hình 5. Bàn làm việc.



Hình 6. Hình thu nhận trên máy tính.



Hình 7. Hệ thống giám sát điểm tham chiếu.



Hình 8. Vùng theo dõi của camera.

3.2. Luận giải độ chính xác kết quả đo

Bố trí camera theo dõi như ở hình 7. Kết quả theo dõi được ghi lại bởi camera ở phân giải chiều ngang 1920 pixel tương đương 60 mm (hình 8). Camera thuộc loại square pixel, vì vậy ta có độ phân giải tương ứng 32 pixels/mm. Như vậy ta có độ sai số khi tính theo pixel là $1/32 \text{ mm} \approx 0,033 \text{ mm}$.

3.3. Ngôn ngữ lập trình

Rapid là ngôn ngữ chương trình được sử dụng để điều khiển robot ABB [3]. Chương trình cho phép điều khiển chuyển động của trục robot, tính toán toán học, tín hiệu I/O... Cú pháp của chương trình tương tự như ngôn ngữ Basic. Với Rapid, vị trí đường đi trong các lệnh điều khiển chuyển động nhanh được biên soạn và chuyển đến bộ nội suy và kế hoạch đường đi của robot.

3.4. Yêu cầu thử nghiệm

Tiêu chuẩn ISO 9283:1998 [7]: Thao tác với robot công nghiệp - Tiêu chí hiệu suất và các phương pháp thử nghiệm liên quan, mô tả các thử nghiệm để đánh giá hiệu suất của robot công nghiệp. Trong số những thử khác, nó cung cấp các quy trình để đo đúng độ chính xác của vị trí robot, độ lặp lại và độ chính xác đường dẫn.

Theo ISO 9283:1998, tất cả các thử nghiệm nên được thực hiện bên trong cái gọi là khối kiểm tra ISO, là khối lập

phương lớn nhất có thể phù hợp bên trong không gian làm việc của robot; Ngoài ra, độ chính xác của vị trí và độ lặp lại nên được đo ở năm cấu hình khác nhau, mỗi cấu hình tối thiểu 30 lần. Với khuyến cáo trên, thiết lập đối với IRB 4600 được lựa chọn là:

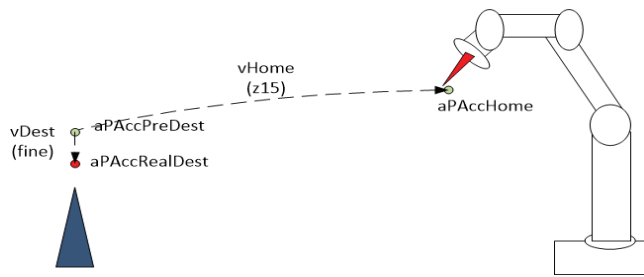
- Khối lập phương 1 M với tất cả sáu trục trong chuyển động; Tốc độ của cánh tay robot là 100, 150 và 200 mm/giây;
- Việc xác định độ chính xác vị trí và độ chính xác lặp lại cần được thực hiện tối thiểu với cấu hình MoveL, MoveC.

3.5. Tiến hành thử nghiệm độ chính xác lặp lại

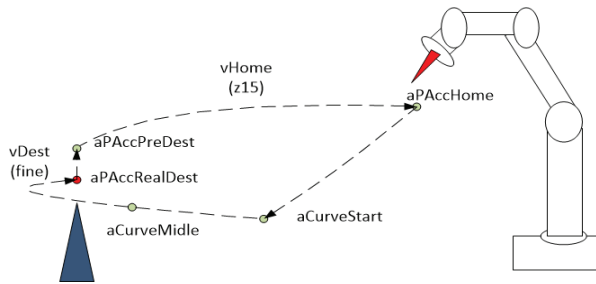
Thử nghiệm độ chính xác lặp lại được tiến hành với các điểm: aPAccHome, aPAccPreDest, aPAccRealDest, aCurveStart, aCurveMidle. Thử nghiệm với 2 cấu hình như sau:

Chuyển động thẳng MoveL (hình 9): Lập trình để robot di chuyển theo lộ trình aPAccHome đến aPAccPreDest rồi đến aPAccRealDest bằng lệnh MoveL. Đến aPAccRealDest robot dừng để đo số liệu rồi quay về aPAccHome.

Chuyển động cong MoveC (hình 10): Lập trình để robot di chuyển theo lộ trình aPAccHome đến aCurveStart, từ đó đến aPAccRealDest bằng lệnh MoveC qua điểm aCurveMidle. Đến aPAccRealDest robot dừng để đo số liệu rồi đi qua aPAccPreDest quay về aPAccHome.



Hình 9. Chuyển động thẳng.



Hình 10. Chuyển động cong.

3.6. Kết quả thử nghiệm

Trong quá trình di chuyển, áp dụng vùng z15 ở điểm trung gian và là FINE ở điểm aPAccRealDest. Tốc độ $v_{Home} = [250, 100, 40, 40]$ khi di chuyển trung gian và v_{Dest} khi đến đích aPAccRealDest. v_{Dest} được đặt ở ba giá trị $V = 100, 150$ và 200 (mỗi giá trị đo 3 ngày và thu thập 200 số liệu). Kết quả đo tại phòng thí nghiệm của Trung tâm Công nghệ Laser - Viện Ứng dụng Công nghệ thể hiện ở bảng 1.

Bảng 1. Kết quả đo tính trung bình 200 số liệu.

	Di chuyển MoveL			Di chuyển MoveC		
Tốc độ	v100	v150	v200	v100	v150	v200
Sai lệch trung bình	0,0409	0,0252	0,0278	0,0345	0,0359	0,0340
Sai lệch lớn nhất	0,0577	0,0332	0,0350	0,0577	0,0667	

4. Kết luận

Trên cơ sở nhu cầu cần đo, kiểm tra các thông số dịch chuyển của cánh tay robot 6 bậc tự do: độ chính xác và độ lặp lại vị trí dịch chuyển cánh tay robot; độ chính xác đường tuyến tính và độ chính xác lặp lại đường tuyến tính. Chúng tôi đã đề xuất phương pháp sử dụng thị giác máy để đánh giá độ chính xác chuyển động của cánh tay robot IRB 4600 đã được đầu tư tại Phòng Thí nghiệm của Viện Ứng dụng Công nghệ. Trên cơ sở đó, xây dựng phương pháp đo độ chính xác dịch chuyển của các loại cánh tay robot công nghiệp bằng các trang thiết bị phù hợp với điều kiện sẵn có tại Viện mà vẫn cho các giá trị đáng tin cậy.

Kết quả thu được có độ chính xác nằm trong ngưỡng tham khảo từ hãng ABB [7]:

Sử dụng phương pháp này sẽ đem lại các lợi ích sau:

- Yêu cầu thiết bị bổ sung là phù hợp với các thiết bị, máy móc sẵn có trên thị trường hiện nay. Điều này cũng có nghĩa là giai đoạn thiết lập và vận hành nhanh hơn.

- Dễ dàng vận hành, không cần phải có năng lực đặc biệt. Ví dụ, việc hiệu chuẩn có thể được thực hiện bởi người vận hành robot.

- Thời gian khởi động linh hoạt và giảm thiểu. Việc hiệu chỉnh lại các đối tượng công việc có thể được tiến hành theo khoảng thời gian đã lên lịch. Bằng cách hiệu chỉnh lại các đối tượng làm việc trong khoảng thời gian đã đặt, độ chính xác vị trí liên tục có thể được đảm bảo.

- Phần mềm sẽ được xây dựng bằng ngôn ngữ lập trình robot nhanh chóng. Điều này có nghĩa là không cần cài đặt và thiết lập phức tạp cho các thiết bị bổ sung.

- Là một phương án thích hợp cho việc kiểm tra độ chính xác của robot (có tính tương thích về số liệu kết quả đo).

- Có tính kinh tế cạnh tranh (giá thành các thiết bị phụ trợ rẻ và sẵn có).

LỜI CẢM ƠN

Chúng tôi xin trân trọng cảm ơn Bộ Khoa học và Công nghệ đã cho phép chúng tôi thực hiện đề tài khoa học và công nghệ cấp Quốc gia: “Nghiên cứu, thiết kế, chế tạo, tích hợp thiết bị robot cắt kim loại sử dụng bức xạ fiber laser”, tạo điều kiện nghiên cứu chuyên sâu để có kết quả cho bài báo này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Agnoli, Barber & Brundage, Inc. (2023), *Product Specification: Controller IRC5*, 162pp.
- [2] Agnoli, Barber & Brundage, Inc. (2024), *Product Specification: Robot User Documentation, OmniCore with RobotWare 7*, 38pp.
- [3] Agnoli, Barber & Brundage, Inc. (2014), *Product Specification: Robot User Documentation, IRC5 with RobotWare 5*, 30pp.
- [4] Agnoli, Barber & Brundage, Inc. (2010), *Technical Reference Manual: RAPID Instructions, Functions and Data Types*, 1264pp.
- [5] Agnoli, Barber & Brundage, Inc. (2021a), *Technical Reference Manual: System Parameters*, 912pp.
- [6] Agnoli, Barber & Brundage, Inc. (2021b), *Product Specification: IRB 4600*, 72pp.
- [7] International Organization for Standardization (1998), *ISO 9283:1998: Manipulating Industrial Robots - Performance Criteria and Related Test Methods*, 2nd Edition, 60pp.

Khảo sát tính chất bề mặt lớp phủ TiN và CrN trên nền thép SKD61 thấm nito^{*} theo công nghệ xử lý bề mặt duplex

Nguyễn Văn Thành^{1*}, Nguyễn Thành Hợp¹, Đặng Thị Thu Hồng², Nguyễn Văn Tích², Lê Thị Giang³

¹Trung tâm Quang điện tử, Viện Ứng dụng Công nghệ, 25 Lê Thánh Tông, phường Phan Chu Trinh, quận Hoàn Kiếm, Hà Nội, Việt Nam

²Trung tâm Đánh giá không phá hủy, Viện Năng lượng Nguyên tử Việt Nam, 140 Nguyễn Tuân, phường Thanh Xuân Trung, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

³Khoa Cơ khí, Trường Đại học Thủy Lợi, 175 Tây Sơn, phường Trung Liệt, quận Đống Đa, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 24/7/2024; ngày chuyển phản biện 26/7/2024; ngày nhận phản biện 12/8/2024; ngày chấp nhận đăng 15/8/2024

Tóm tắt:

Trong nghiên cứu này, lớp phủ cứng crôm nitorit (CrN) và titan nitorit (TiN) được lắng đọng bằng phương pháp bay hơi hồ quang catốt trên bề mặt thép SKD61 sau nhiệt luyện và thấm nito. Cấu trúc tế vi và tính chất của bề mặt các mẫu được khảo sát bằng kính hiển vi quang học, kính hiển vi soi nổi, máy đo độ cứng tế vi, độ bám dính của lớp phủ được đánh giá theo Tiêu chuẩn VDI 3198 và kiểm tra khả năng chống mài mòn. Cấu trúc tế vi của lớp bề mặt xử lý duplex gồm lớp phủ mỏng CrN hoặc TiN có chiều dày khoảng 2 μm trên nền thép SKD61 thấm nito (~90 μm). Độ bám dính của màng CrN và TiN trên thép thấm nito được nâng cao so với độ bám dính của lớp phủ trên nền thép nhiệt luyện. Độ bám dính lớp phủ CrN và TiN trên nền thép nhiệt luyện chỉ đạt HF6, trong khi đó độ bám dính lớp phủ tương ứng trên nền thép thấm N đạt HF2-HF3. Độ cứng bề mặt và khả năng chống mài mòn của thép được cải thiện nhờ quá trình xử lý đồng thời công nghệ lắng đọng plasma hồ quang catốt và thấm nito. Mẫu phủ TiN trên nền thép thấm nito có độ cứng và khả năng chịu mài mòn tốt nhất. Điểm đáng chú ý là lớp phủ TiN thể hiện độ cứng bề mặt và khả năng chống mài mòn cao hơn lớp phủ CrN.

Từ khóa: công nghệ xử lý bề mặt duplex, crôm nitorit, lớp phủ cứng, titan nitorit.

Chỉ số phân loại: 2.3, 2.5

Investigation of surface properties of TiN and CrN coatings on nitrided SKD61 steel using duplex surface treatment technology

Van Thanh Nguyen^{1*}, Hop Thanh Nguyen¹, Thi Thu Hong Dang², Van Tich Nguyen², Thi Giang Le³

¹Optoelectronics Center, National Center for Technological Progress, 25 Le Thanh Tong Street, Phan Chu Trinh Ward, Hoan Kiem District, Hanoi, Vietnam

²Center for Non-Destructive Evaluation, Vietnam Atomic Energy Institute, 140 Nguyen Tuan Street, Thanh Xuan Trung Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

³Faculty of Mechanical Engineering, Thuyloi University, 175 Tay Son Street, Trung Liet Ward, Dong Da District, Hanoi, Vietnam

Received 24 July 2024; revised 12 August 2024; accepted 15 August 2024

Abstract:

In this study, CrN and TiN hard thin films were deposited on nitrided SKD61 steel or heat-treated substrates using the cathodic arc plasma evaporation method. The microstructure and surface properties of thin films were investigated by optical microscope, stereo microscope, microhardness test, adhesion test by Verein Deutscher Ingenieure (VDI) 3198 standard, and abrasion test. The microstructure of the duplex-treated surface layer consists of a thin CrN or TiN coating with a thickness of about 2 μm on a nitrided SKD61 steel substrate (~90 μm). The adhesion of CrN and TiN films on the nitrided substrate was enhanced compared to the adhesion of the coatings deposited on the heat-treated steel substrate. The adhesion of CrN and TiN coatings on heat-treated steel substrates only reached HF6, while the adhesion of the corresponding coatings on N-impregnated steel substrates reached HF2-HF3. The surface hardness and wear resistance of the steel were improved by the simultaneous processing of cathodic arc plasma deposition and nitriding technology. The surface of thin film TiN coated on N-treated steel substrates has the best hardness and wear resistance. It is noteworthy that TiN coating exhibits higher surface hardness and wear resistance than CrN coating.

Keywords: CrN, duplex surface treatment technology, hard coating, TiN.

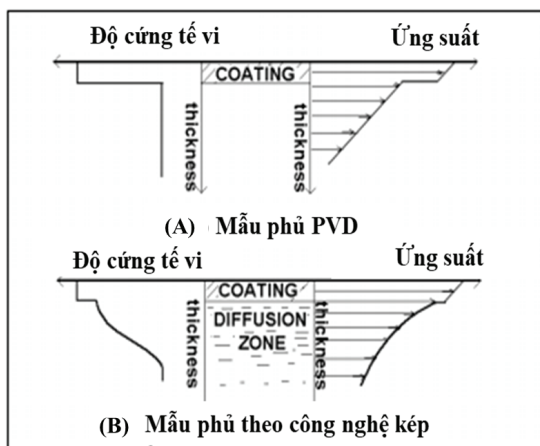
Classification numbers: 2.3, 2.5

^{*}Tác giả liên hệ: Email: thanhmaterial@gmail.com

1. Đặt vấn đề

Lớp phủ bảo vệ (cứng, chống ăn mòn hay mài mòn) chế tạo bằng phương pháp lắng đọng plasma bay hơi hồ quang catốt đã được ứng dụng rộng rãi trong công nghiệp bởi những ưu điểm nổi trội như lớp phủ xít chặt, đồng đều, tốc độ phủ lớn và có thể tạo nên đa dạng các loại hình lớp phủ dạng đơn hợp phần như TiN [1], CrN [2, 3], ZrN [4] hay đa hợp phần như TiCrN [3, 5], CrAlN [5] hoặc lớp phủ đơn lớp [5]... Trong đó, 2 lớp phủ TiN và CrN là 2 lớp phủ phổ biến nhất [6]. Tuy nhiên, chênh lệch độ cứng giữa lớp phủ với nền thép quá cao sẽ làm giảm độ bám dính giữa lớp phủ với nền thép.

Hiện nay công nghệ xử lý duplex (duplex treatment) là một phương pháp biến đổi tính chất bề mặt kim loại, khi 2 hoặc nhiều hơn các công nghệ xử lý bề mặt được thực hiện kết hợp tuần tự, kết quả bề mặt kim loại có tính chất vượt trội so với việc sử dụng từng công nghệ đơn lẻ. Trong một số trường hợp, thuật ngữ duplex được hiểu theo nghĩa hẹp là sự kết hợp của 2 công nghệ xử lý hóa nhiệt luyện và phủ physical vapor deposition (PVD) lớp phủ cứng chịu mài mòn [7, 8]. Phân bố độ cứng của lớp phủ lên nền thép không được thấm (phủ thông thường/không phải phủ kép) được thể hiện như hình 1A. Khi chịu lực gây biến dạng, ứng suất không liên tục giữa lớp phủ và nền gây ra sự chênh lệch modun đàn hồi Young. Thêm vào đó, nền có độ cứng thấp không có khả năng chịu tải để hỗ trợ tốt cho lớp phủ dày, dẫn tới lớp phủ dễ bị phá hủy dưới một tải trọng không cao. Sau khi xử lý bề mặt duplex (lớp phủ PVD trên nền thép thấm nitơ) sẽ kết hợp ưu điểm của cả hai phương pháp. Lớp phủ PVD tạo bề mặt có hệ số ma sát thấp, có khả năng chống mài mòn và độ cứng bề mặt cao. Lớp thấm nitơ (hóa nhiệt luyện) trung gian có khả năng chống ứng suất cắt, độ bền đứt gãy và khả năng chịu tải và ngoài ra còn tạo gradient độ cứng và ứng suất (hình 1B) thay đổi một cách từ từ (từ ngoài bề mặt vào bên trong chi tiết) để hạn chế chênh lệch ứng suất, do đó nâng cao được độ bám dính cho lớp phủ.



Hình 1. Tính chất cơ học của (A) Xử lý đơn: Vật liệu + Lớp phủ cứng; (B) Xử lý kép: Vật liệu đã nhiệt luyện hóa bền bề mặt + Lớp phủ cứng [8].

Nghiên cứu của D.T. Bình và cs (2017) [9] đã sử dụng thiết bị phun xạ xung một chiều B30 và thiết bị Dreva-400 của Trung tâm Quang điện tử, Viện Ứng dụng Công nghệ để nghiên cứu phủ CrN và TiN (đơn lớp) trên nền thép SKD61 sau nhiệt luyện. Tuy nhiên, chưa có công trình nào so sánh đặc tính lớp phủ TiN và CrN trên nền thép SKD61 thấm thể khí theo công nghệ duplex tại Việt Nam.

Nghiên cứu này trình bày kết quả nghiên cứu công nghệ duplex chế tạo lớp phủ TiN và CrN trên nền thép SKD61 đã thấm nitơ và so sánh với lớp phủ trên nền thép nhiệt luyện thông thường.

2. Đối tượng và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu, chế tạo và ký hiệu mẫu

Thanh thép SKD61 của Công ty Daido (Nhật Bản) có thành phần (theo khối lượng) 0,387% C, 5,413% Cr, 1,035% Si, 0,758% V, 1,182% Mo và 0,41% Mn được cắt thành các mẫu có kích thước $\varnothing 22 \times 7$ mm. Các mẫu thép được xử lý nhiệt, bao gồm tôi ($1030^\circ\text{C}/30$ phút) và ram 2 lần ($580^\circ\text{C}/2$ giờ) trong lò tôi chân không Turbo2 Treater M của Viện Công nghệ - Bộ Công Thương. Sau khi ram, tất cả các mẫu được mài và đánh bóng bằng máy Tegramin 30 đạt độ nhám $Ra \leq 0,5$ μm . Ký hiệu mẫu sau nhiệt luyện (tôi + ram) là H. Để tạo lớp hóa bền trung gian, mẫu được thấm nitơ trong lò thấm kiểu giếng T-01a ở nhiệt độ 525°C , thời gian thấm 8 giờ, với môi trường thấm được duy trì ổn định với tỷ lệ lưu lượng khí $Q_{\text{NH}_3}/Q_{\text{N}_2}$ khoảng 0,2.

Các loại mẫu trước khi phủ đều được mài và đánh bóng bằng bột kim cương cỡ hạt 1 μm để đảm bảo độ nhám bề mặt chi tiết, Ra khoảng 0,03 μm . Nền thép thấm nitơ được ký hiệu N.

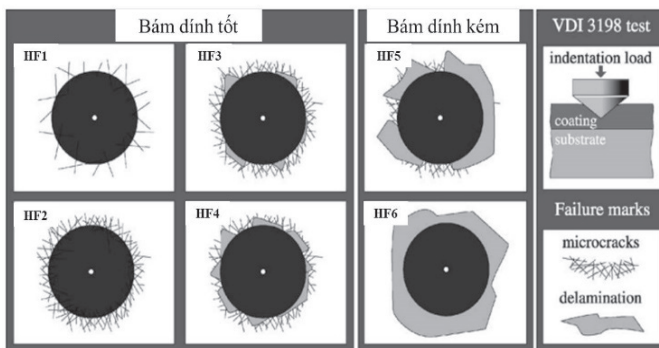
Thực hiện phủ CrN và TiN lên mẫu thép sau nhiệt luyện H và sau thấm H-N bằng máy phủ hồ quang Dreva-400 (Đức) trong thời gian 15 phút. Thiết bị phủ PVD sử dụng bia Ti và Cr đường kính $\varnothing 100$ mm có độ tinh khiết 99,955%, với khoảng cách từ bia tới mẫu phủ khoảng 150 mm. Quá trình phủ được thực hiện trong điều kiện áp suất $2,4 \times 10^{-2}$ Pa, nhiệt độ $300 \pm 5^\circ\text{C}$, lưu lượng khí N_2 (độ tinh khiết 99,99%) khoảng 250 $\text{cm}^3/\text{phút}$. Thời gian phủ khoảng 30 phút. Chế độ phủ được lựa chọn để tối ưu độ bám dính và giảm số hạt macro trên thiết bị của đơn vị. Ký hiệu mẫu phủ TiN trên nền thép nhiệt luyện và nền thép thấm N lần lượt là H-TiN, H-N-TiN. Tương tự, ký hiệu H-CrN và N-CrN lần lượt là mẫu phủ CrN trên nền thép nhiệt luyện và thấm N.

2.2. Thử nghiệm phân tích đặc tính mẫu

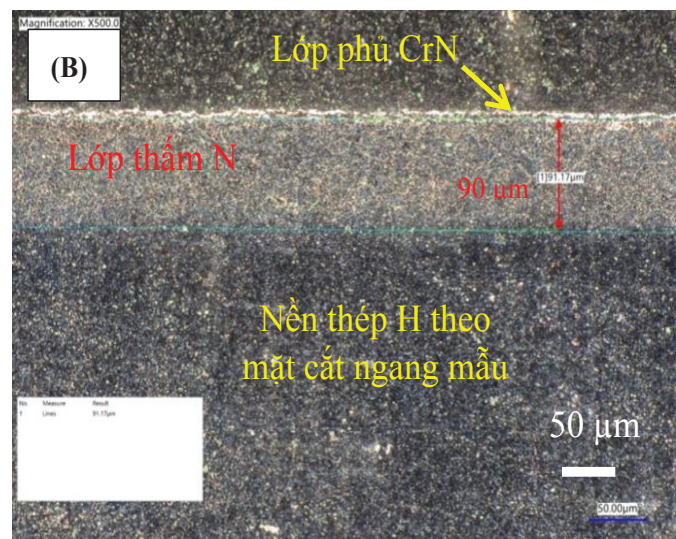
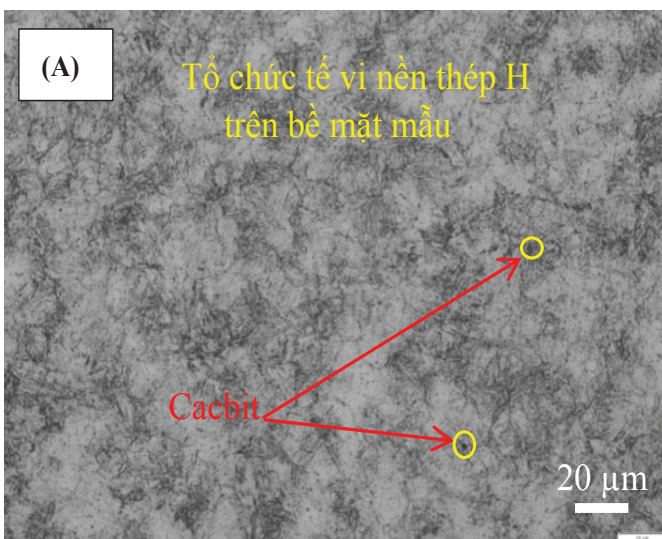
Nghiên cứu sử dụng thiết bị của Trung tâm Đánh giá Không phá hủy (NDE) - Bộ Khoa học và Công nghệ để chuẩn bị và phân tích tính chất bề mặt của các mẫu qua

các trạng thái chế tạo. Mẫu kim tương bề mặt và mặt cắt ngang được tẩy thực và quan sát trên kính hiển vi quang học Axiovert A1 MAT. Kính hiển vi soi nổi Keyence (VHX-7000) được sử dụng để chụp ảnh mặt cắt ngang xác định cấu tạo mẫu phủ theo công nghệ xử lý duplex. Độ cứng bề mặt và độ cứng tế vi được đo trên thiết bị LM-300AT.

Độ bám dính của lớp phủ được đo theo tiêu chuẩn VDI 3198 bằng cách sử dụng đầu đo HRC gia tải 150 kg lên bề mặt mẫu nghiên cứu (sử dụng thiết bị 751-Wilson Wolpert), sau đó chụp ảnh bề mặt vết đâm bằng kính hiển vi quang học Axiovert A1 MAT. Hình ảnh chụp vết ấn được đối chiếu với thang phân loại của tiêu chuẩn VDI 3198 [10] như hình 2. Tiêu chí đối chiếu với thang phân loại dựa trên hình dạng, số lượng vết nứt tế vi xuyên tâm, mức độ bong tróc của lớp phủ ở vị trí xung quanh đường bao tròn bên trên của vết ấn. Giá trị HF càng nhỏ thì độ bám dính của lớp phủ càng tốt. Thử nghiệm ma sát bi trên tấm phẳng (ball on flat) được thực hiện theo tiêu chuẩn ASTM G133-05, sử dụng thiết bị CETR UMT-2 với độ lớn của tải là 1 N, biên độ chuyển động của bi 10 mm, tần số 5 Hz.



Hình 2. Xác định độ bám dính theo Tiêu chuẩn VDI 3198 [11].



Hình 3. Hình ảnh tổ chức tế vi: (A) Nền thép (H) và (B) Tổ chức tế vi theo mặt cắt ngang mẫu phủ theo công nghệ duplex (N-crom nitorit).

3. Kết quả và bàn luận

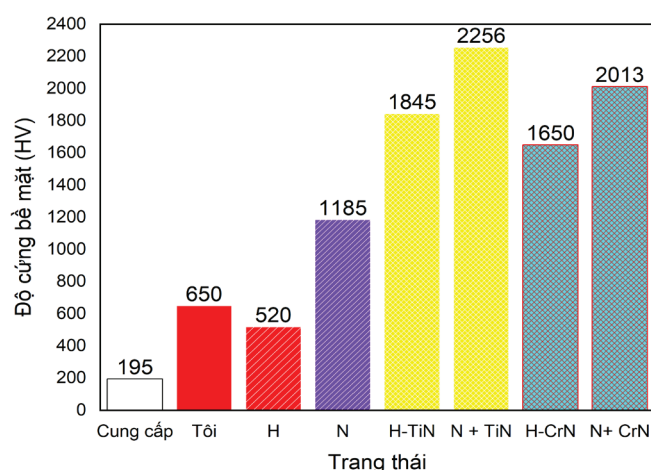
3.1. Cấu trúc tế vi

Hình 3A là ảnh tổ chức mẫu thép sau nhiệt luyện H (sau tôi + ram) bao gồm tổ chức mactenxit ram và cacbit không hòa tan (hình cầu). Cấu trúc lớp phủ kép hình 3B, ngoài cùng là lớp phủ có chiều dày khoảng 2 μm , tiếp đến là lớp thấm nitor trung gian có chiều dày khoảng 90 μm , trong cùng là nền thép.

3.2. Độ cứng tế vi

Độ cứng các mẫu nghiên cứu được thể hiện trong hình 4. Mẫu sau tôi đạt độ cứng tối đa khoảng 650 HV (tương đương 55 HRC) của thép SKD61. Tuy nhiên, thép sau tôi thường không được sử dụng vì giòn và ứng suất dư lớn. Do vậy, thép được ram để có độ cứng thấp hơn (520 HV) nhưng độ bền tăng nhằm đảm bảo cơ tính tổng hợp cho những ứng dụng trong thực tế. Thép sau thấm nitor có độ cứng khoảng 1185 HV, giúp chi tiết thấm có khả năng chống mài mòn cao.

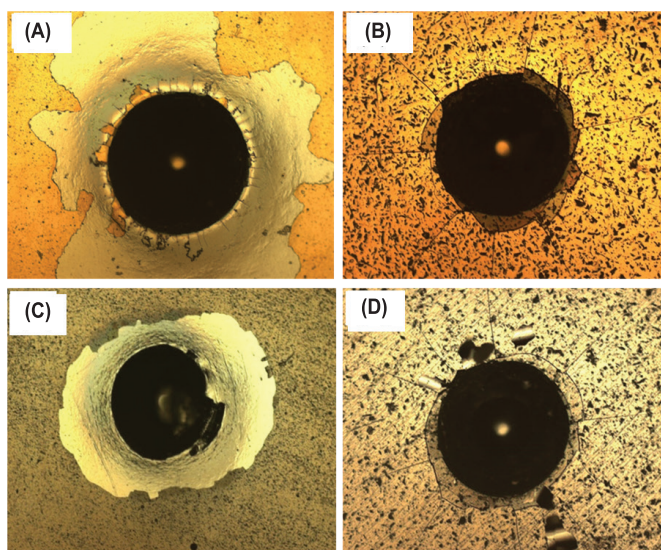
Sau khi phủ CrN, độ cứng bề mặt đều tăng lên so với nền. Lớp phủ PVD cứng trên thị trường thường có chiều dày không quá 5 μm . Do đó, độ cứng đo trên bề mặt lớp phủ như hình 4 chịu ảnh hưởng bởi độ cứng của nền thép. Độ cứng bề mặt mẫu phủ H-TiN và N-TiN lần lượt là 1845 và 2256 HV, trong khi đó độ cứng mẫu phủ H-CrN và N-CrN lần lượt là 1650 và 1013 HV. Như vậy, độ cứng của lớp phủ TiN cao hơn CrN trong cùng điều kiện cũng phù hợp với công bố trên thế giới [11]. Độ cứng lớp phủ theo công nghệ duplex cao hơn lớp phủ thông thường do lớp thấm N có độ cứng trung gian (giữa lớp phủ - nền nhiệt luyện) và có khả năng chịu tải nén tốt hơn nền thép nhiệt luyện.



Hình 4. Độ cứng bề mặt của mẫu nghiên cứu.

3.3. Độ bám dính

Độ bám dính là thông số kỹ thuật quan trọng trong công nghệ phủ PVD nói chung và hồ quang catốt nói riêng. Một trong những hướng nghiên cứu chính hiện nay của các nhà khoa học trên thế giới là tìm ra giải pháp nâng cao độ bám dính giữa lớp phủ độ cứng cao với nền kim loại độ cứng thấp. Lớp phủ có độ bám dính tốt mới đảm bảo khả năng bảo vệ bề mặt trước tác dụng mài mòn, va đập của môi trường làm việc... Kết quả xác định độ bám dính của hai lớp phủ TiN và CrN trên nền thép nhiệt luyện và thấm được thể hiện trong hình 5.



Hình 5. Hình ảnh bề mặt mẫu phủ sau thử nghiệm bám dính theo Tiêu chuẩn VDI 3198. (A) H-titan nitorit, (B) N-titan nitorit, (C) H-crôm nitorit, (D) N-crôm nitorit.

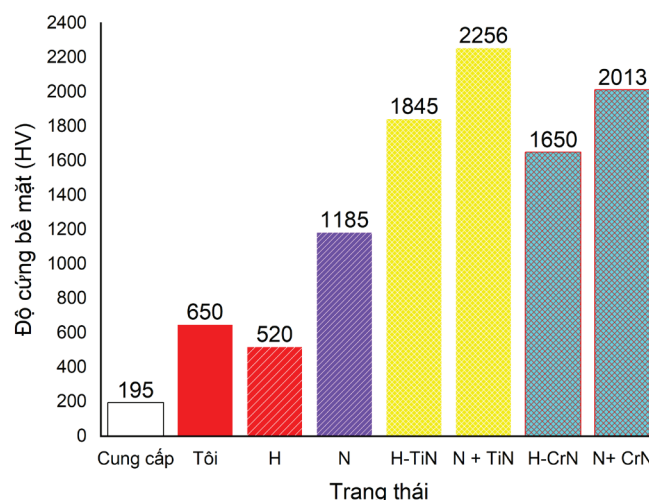
Kết quả cho thấy, các mẫu phủ theo công nghệ xử lý bề mặt kép có độ bám dính cao hơn mẫu phủ thông thường. Trong công nghệ xử lý bề mặt kép, mẫu có độ bám dính

cao do lớp thấm N như một lớp đệm làm giảm chênh lệch độ cứng (ứng suất) giữa lớp phủ độ cứng cao với nền thép nhiệt luyện độ cứng thấp như đã đề cập ở trên [8]. Theo tiêu chuẩn VDI 3198, độ bám dính của H-CrN và H-TiN chỉ đạt HF6, trong khi đó, độ cứng mẫu phủ kép N-CrN và N-TiN đạt giá trị khoảng HF2-HF3.

3.4. Hệ số ma sát

Khả năng chống mài mòn đặc trưng cho khả năng chống mất mát về khối lượng (bên ngoài bề mặt) dưới tác động cơ học bên ngoài. Thông thường, một vật liệu có độ cứng bề mặt cao thì cũng có khả năng chống mài mòn cao. Hệ số ma sát và tốc độ mài mòn thường được sử dụng để đánh giá khả năng chống mài mòn của một vật liệu. Tốc độ mài mòn được xác định theo sự hao mòn khối lượng hoặc thể tích mất mát trong thí nghiệm kiểm tra mài mòn. Đối với lớp phủ mỏng chỉ dày một vài μm, việc xác định chính xác khối lượng vật liệu bị mất mát hoặc thể tích bị mòn rất khó thực hiện và sai số trong phương pháp lớn. Thay vào đó, hệ số ma sát được các nhà nghiên cứu lớp phủ mỏng sử dụng để đánh giá khả năng chống mài mòn của lớp phủ. Vật liệu có khả năng chống mài mòn tốt nếu có hệ số ma sát nhỏ. Hệ số ma sát được xác định trực tiếp trên máy đo, do đó, phản ánh được quá trình mài mòn của bề mặt vật liệu trong thí nghiệm kiểm tra mài mòn.

Kết quả của thí nghiệm kiểm tra mài mòn bi trên mặt phẳng (ball on flat) được thể hiện trong hình 6. Từ kết quả thực nghiệm có thể thấy, hệ số ma sát tỷ lệ nghịch với độ cứng trên bề mặt mẫu. Các mẫu xử lý bề mặt kép có hệ số ma sát chỉ khoảng 0,2 so với mẫu thấm N (0,356) và nhiệt luyện (0,555). Hệ số ma sát của các mẫu tỷ lệ nghịch với độ cứng tế vi đo được.



Hình 6. Kết quả xác định hệ số ma sát mẫu thép ở các trạng thái xử lý bề mặt khác nhau.

Một điểm đáng chú ý là hệ số ma sát mẫu phủ PVD trên nền nhiệt luyện H-CrN (0,236) và H-TiN (0,215) có hệ số ma sát lớn hơn so với mẫu phủ kép tương ứng N-CrN (0,204) và N-TiN (0,195). Nguyên nhân có thể giải thích là do mẫu phủ trên nền nhiệt luyện có độ bám dính kém, trong quá trình thử ma sát, lớp phủ có thể bị bong tróc ra làm tăng độ nhấp nhô trên bề mặt tiếp xúc. Ngoài ra, lớp phủ bong tróc, vỡ có thể đóng vai trò là hạt mài và chuyển cơ chế mòn dính (adhesive wear) thành mòn hạt mài (abrasive wear). Mẫu phủ TiN trên cả nền nhiệt luyện và thấm N đều có hệ số ma sát nhỏ hơn mẫu phủ CrN trên nền tương ứng. Nguyên nhân được giải thích do hai mẫu phủ có độ bám dính với nền tương đương nhau trên cùng một loại nền (HF6 với nền H và HF2-HF3 với nền N), trong khi cả hai mẫu phủ TiN đều có độ cứng cao hơn mẫu phủ CrN trên cùng nền tương ứng.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã chế tạo thành công mẫu phủ theo công nghệ duplex, cấu trúc mẫu theo mặt cắt ngang gồm có lớp phủ TiN và CrN có chiều dày khoảng 2 μm , lớp thấm N có chiều dày khoảng 90 μm , trong cùng là nền thép SKD61 sau nhiệt luyện.

Công nghệ xử lý bề mặt duplex là một giải pháp để nâng cao độ bám dính, khả năng chống mài mòn (hệ số ma sát nhỏ) hơn so với công nghệ phủ truyền thống. Độ bám dính của cả hai lớp phủ TiN và CrN trên nền thép thấm N đạt giá trị HF2-HF3, trong khi đó độ bám dính tương ứng trên nền nhiệt luyện chỉ đạt HF6. Hệ số ma sát đo trên bề mặt mẫu phủ theo công nghệ duplex chỉ khoảng 0,2, so với hệ số ma sát mẫu H-TiN và H-CrN lần lượt là 0,215 và 0,202. Độ bám và khả năng chống mài mòn cao của lớp phủ Duplex được giải thích do sự hỗ trợ của lớp thấm N làm giảm chênh lệch ứng suất của lớp phủ so với nền thép nhiệt luyện.

Trong nghiên cứu này, lớp phủ TiN có độ cứng cao hơn lớp phủ CrN trên cả nền thép nhiệt luyện H và thấm N. Trong khi đó, không có sự khác biệt giữa độ bám dính của hai lớp phủ trên cùng một loại nền (H hoặc N).

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu được thực hiện từ nhiệm vụ cấp Bộ Khoa học và Công nghệ: “Nghiên cứu chế tạo thiết bị và xây dựng quy trình công nghệ thấm nitơ thể khí trong chân không hoàn thiện công nghệ Duplex”. Nhóm tác giả xin trân trọng cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] H. Randhawa (1988), “Cathodic arc plasma deposition”, *Thin Solid Films*, **167(1-2)**, pp.175-185, DOI: 10.1016/0040-6090(88)90494-4.
- [2] S.S. Kim, J.G. Han, S.Y. Lee (1998), “Deposition behaviours of CrN films on the edge area by cathodic arc plasma deposition process”, *Thin Solid Films*, **334(1-2)**, pp.133-139, DOI: 10.1016/S0040-6090(98)01131-6.
- [3] H. Olia, R.E. Kahrizsang, F. Ashrafizadeh, et al. (2019), “Corrosion study of TiN, TiAlN and CrN multilayer coatings deposit on martensitic stainless steel by arc cathodic physical vapour deposition”, *Materials Research Express*, **6(4)**, DOI: 10.1088/2053-1591/aaff11.
- [4] P.C. Johnson, H. Randhawa (1987), “Zirconium nitride films prepared by cathodic arc plasma deposition process”, *Surface and Coatings Technology*, **33**, pp.53-62, DOI: 10.1016/0257-8972(87)90176-9.
- [5] W. Tillmann, D. Grisales, D. Stangier, et al. (2019), “Tribomechanical behaviour of TiAlN and CrAlN coatings deposited onto AISI H11 with different pre-treatments”, *Coatings*, **9(8)**, DOI: 10.3390/coatings9080519.
- [6] J.J. Moore, D. Zhong (2003), *Advanced Coatings for Structural Materials Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition)*, Elsevier, Oxford, pp.1-12, DOI: 10.1016/B0-08-043152-6/01887-8.
- [7] C. Ruset, E. Grigore, T. Glaser, et al. (2007), “Combined treatments - A way to improve surface performances”, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, **9(6)**, pp.1637-1644.
- [8] M. Zlatanović (2003), “Combined plasma surface treatments for wear and corrosion protection”, *Tribology in Industry*, **25(3-4)**, pp.65-70.
- [9] D.T. Binh, L.T. Chung, N.T.P. Mai, et al. (2017), “Manufacturing TiN hard coating by cathodic arc method, applied on aluminium alloy pressure casting mold to produce hug ring details”, *Journal of Military Science and Technology Research*, pp.194-204 (in Vietnamese).
- [10] N. Vidakis, A. Antoniadis, N. Bilalis (2003), “The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds”, *Journal of Materials Processing Technology*, **143-144**, pp.481-485, DOI: 10.1016/S0924-0136(03)00300-5.
- [11] G. Bertrand, H. Mahdjoub, C. Meunier (2000), “A study of the corrosion behaviour and protective quality of sputtered chromium nitride coatings”, *Surface and Coatings Technology*, **126(2-3)**, pp.199-209, DOI: 10.1016/S0257-8972(00)00527-2.

Nghiên cứu sự ảnh hưởng của hàm lượng và phương pháp xử lý sợi thủy tinh đến tính chất của hạt nhựa compound chế tạo từ nhựa polyetylen tỷ trọng cao tái chế gia cường sợi thủy tinh ngắn bằng phương pháp ép đùn hai trục vít

Đặng Thảo Yên Linh*, Nguyễn Tiến Đạt, Đoàn Hoàng Linh, Nguyễn Ngọc Diệp, Trương Thị Nguyệt Ánh, Chu Xuân Quang*

Trung tâm Công nghệ Vật liệu, Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 26/7/2024; ngày chuyển phản biện 1/8/2024; ngày nhận phản biện 21/8/2024; ngày chấp nhận đăng 24/8/2024

Tóm tắt:

Ô nhiễm môi trường do rác thải nhựa đang là vấn đề cấp bách toàn cầu, thúc đẩy các quốc gia tìm giải pháp giảm thiểu và tái chế nhựa. Nghiên cứu này tập trung vào việc phát triển vật liệu từ nhựa polyetylen tỷ trọng cao (HDPE) tái chế bằng cách kết hợp nhựa tái chế với sợi thủy tinh để tạo ra vật liệu composite ứng dụng trong xây dựng dân dụng. Nghiên cứu tiến hành khảo sát các yếu tố bao gồm: tỷ lệ phối trộn giữa các nguyên liệu chính, phương pháp xử lý sợi thủy tinh và tỷ lệ phối trộn phụ gia tương hợp để vật liệu đạt được tính chất mong muốn phù hợp cho ứng dụng trong xây dựng. Kết quả thử nghiệm cho thấy, tỷ lệ phối trộn HDPE tái chế/nguyên sinh là 80/20, kết hợp với 15% sợi thủy tinh đã qua xử lý bằng acetone và 3% phụ gia tương hợp Fusabond E528, tạo ra vật liệu có độ bền kéo đạt 15,59 MPa. Nghiên cứu khẳng định tiềm năng của vật liệu composite từ HDPE tái chế và sợi thủy tinh trong việc bảo vệ môi trường và tiết kiệm tài nguyên.

Từ khóa: composite gia cường, polyetylen tỷ trọng cao, sợi thủy tinh, tái chế nhựa.

Chỉ số phân loại: 2.4, 2.5, 2.11

Investigation of the effects of fibreglass content and treatment techniques on the properties of compound granules produced from recycled high-density polyethylene reinforced with short fibreglass via twin-screw extrusion

Thao Yen Linh Dang*, Tien Dat Nguyen, Hoang Linh Doan, Ngoc Diep Nguyen, Thi Nguyet Anh Tuong, Xuan Quang Chu*

Center for Advanced Materials and Environmental Technology, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

Received 26 July 2024; revised 21 August 2024; accepted 24 August 2024

Abstract:

Environmental pollution from plastic waste is an urgent global issue, prompting countries to seek solutions for reducing and recycling plastic. This study focuses on developing materials from recycled high-density polyethylene (HDPE) by combining recycled plastic with glass fibres to create composite materials for civil construction applications. The research investigates factors including the mixing ratio of the main materials, the method of glass fibre treatment, and the compatibiliser mixing ratio to achieve desired properties suitable for construction applications. Experimental results show that a mixing ratio of 80/20 recycled/virgin HDPE combined with 15% glass fibres treated with acetone and 3% compatibiliser Fusabond E528 produces a material with a tensile strength of 15.59 MPa. The study confirms the potential of composite materials made from recycled HDPE and glass fibres in protecting the environment and conserving resources.

Keywords: glass fibre, high-density polyethylene (HDPE), plastic recycling, reinforced composite.

Classification numbers: 2.4, 2.5, 2.11

*Tác giả liên hệ: Email: dangthaoyenlinh@gmail.com; quangcx@gmail.com

1. Đặt vấn đề

Ô nhiễm môi trường, đặc biệt là từ rác thải nhựa, đang thu hút sự quan tâm của các chính quyền và người dân trên toàn thế giới. Quá trình đô thị hóa và tăng trưởng kinh tế nhanh chóng đã dẫn đến sự gia tăng sản xuất và tiêu thụ nhựa, gây ra vấn nạn "ô nhiễm trắng". Để giảm thiểu rác thải nhựa, các tổ chức môi trường quốc tế và nhiều quốc gia đang kêu gọi người dân hạn chế sử dụng sản phẩm nhựa và túi nilon, đồng thời khuyến khích sử dụng các sản phẩm thân thiện với môi trường [1]. Việc tái chế nhựa cũng đang được chính phủ các nước khuyến khích và đầu tư phát triển. Tại Việt Nam, ngày 20/08/2020, Thủ tướng Chính phủ đã ký ban hành Chỉ thị số 33/CT-TTg về tăng cường quản lý, tái sử dụng, tái chế, xử lý và giảm thiểu chất thải nhựa. Những mục tiêu cụ thể và các nhiệm vụ chiến lược đã được xác định, trong đó nhấn mạnh đến các hoạt động khoa học và công nghệ nhằm thúc đẩy, hỗ trợ các nhiệm vụ nghiên cứu khoa học và công nghệ liên quan đến tái chế và xử lý chất thải nhựa; thẩm định quy chuẩn kỹ thuật quốc gia liên quan đến tái chế và xử lý chất thải nhựa. Tiếp đó, ngày 30/12/2020, Thủ tướng Chính phủ đã ban hành Quyết định số 38/2020/QĐ-TTg về Danh mục công nghệ cao được ưu tiên đầu tư phát triển và Danh mục sản phẩm công nghệ cao được khuyến khích phát triển. Quyết định có hiệu lực từ ngày 15/02/2021, trong đó lĩnh vực vật liệu được ưu tiên đầu tư và khuyến khích phát triển bao gồm công nghệ tái chế polyme, vật liệu polyme tái chế, vật liệu polyme tiên tiến và composite nền cao phân tử chất lượng cao sử dụng trong môi trường khắc nghiệt, bền với khí hậu nhiệt đới... Trên cơ sở đó, việc nghiên cứu xây dựng quy trình tái chế nhựa cũng như ứng dụng nhựa tái chế trong các lĩnh vực khác nhau của đời sống xã hội nhằm kéo dài vòng đời của nguyên liệu nhựa là yêu cầu cấp thiết, tất yếu. Lĩnh vực đời sống xã hội, lĩnh vực xây dựng dân dụng, đóng vai trò quan trọng trong nền kinh tế của mỗi quốc gia, việc kết hợp sản xuất vật liệu xây dựng với tái chế nhựa, không chỉ bảo vệ môi trường mà còn mang lại lợi ích kinh tế như tiết kiệm tài nguyên, giảm chi phí xây dựng, tạo việc làm và thúc đẩy phát triển nền kinh tế tuần hoàn.

Một trong số các loại nhựa đã được tái chế nhiều là HDPE. Đặc tính chung của các sản phẩm được chế tạo từ HDPE là bền bỉ, không bị bạc màu, oxy hóa hoặc kiềm hóa, không bị rão. Ngoài ra, chất liệu này còn chịu va đập và nhiệt rất tốt [2]. Với những ưu điểm trên, nhựa HDPE tái chế được đánh giá là phù hợp sử dụng cho các ứng dụng xây dựng dân dụng. Các nghiên cứu nhận thấy rằng, nhựa tái chế nên được tách ra để sản xuất một thể hệ nhựa mới với các đặc tính tương đương với nhựa nguyên sinh, tuy nhiên trong thực tế việc đảm bảo tính chất cơ học của các loại nhựa tái chế gặp không ít khó khăn bởi việc trải qua nhiều lần gia nhiệt làm ảnh hưởng đáng kể đến tính chất của nhựa nền. Vì vậy, để có thể sử dụng nhựa HDPE tái chế trong xây dựng dân dụng cần lựa chọn được vật liệu gia cường phù hợp để tăng cường tính chất cơ lý cho vật liệu.

Sợi thủy tinh là một trong những vật liệu gia cường hiệu quả nhất cả về tính chất và chi phí cho nhựa nhiệt dẻo tái chế. Chúng có thể được cung cấp bởi nhiều nhà sản xuất và quy trình sản xuất sợi thủy tinh khá tiết kiệm năng lượng, do đó việc sử dụng không ảnh hưởng đáng kể đến hiệu quả môi trường [3]. Hơn nữa, sử dụng sợi thủy tinh gia cường cho nhựa nhiệt dẻo tái chế có sự cải thiện hơn về tính chất cơ lý so với các loại sợi gia cường khác như sợi gỗ, các loại sợi tự nhiên [4]. Sợi thủy tinh có độ bền cao, khả năng chống hóa chất và cách điện tốt [5, 6]. Gia cường sợi thủy tinh từ 10-40% trọng lượng sẽ làm tăng đáng kể độ bền cơ học của nhựa tái chế, độ bền kéo và mô đun kéo có thể được tăng lên đến 2,5-3,5 lần với việc bổ sung 30% sợi thủy tinh [4]. Tuy nhiên, sợi thủy tinh là vật liệu vô cơ còn nhựa nhiệt dẻo tái chế là vật liệu hữu cơ. Hai vật liệu này tự nhiên không tương thích và không tạo liên kết bền. Chính vì vậy, vấn đề đặt ra cần giải quyết là nghiên cứu sử dụng các loại phụ gia tương hợp để cải thiện độ kết dính bề mặt giữa sợi gia cường và nhựa, từ đó sẽ dẫn đến việc truyền ứng suất hiệu quả hơn và làm tăng độ bền cơ học của nhựa tái chế [7]. Ngoài ra, các tính chất cơ học của sợi thủy tinh không chỉ bị ảnh hưởng bởi bề mặt kết dính giữa sợi thủy tinh và nền polyme, mà còn chịu ảnh hưởng bởi chiều dài và đường kính của các sợi cũng như bởi phân thể tích, định hướng và phân bố trong hỗn hợp [8]. Do đó, các tác nhân ghép nối hoặc các chất phụ gia phản ứng cần được sử dụng để cải thiện độ kết dính giữa sợi thủy tinh và nhựa nền polyme [6]. Có hai yếu tố ảnh hưởng đến độ bền liên kết giữa bề mặt các thành phần của vật liệu composite là lực ma sát giữa các thành phần và lực liên kết tạo ra do tương tác hóa học hoặc vật lý. Lực liên kết do tương tác hóa học hoặc vật lý phụ thuộc vào tính chất bề mặt của sợi thủy tinh, còn lực ma sát phụ thuộc chủ yếu vào đường kính sợi. Do đó, mục đích của việc xử lý sợi thủy tinh là giúp tăng sự liên kết giữa bề mặt các thành phần của vật liệu composite, hay nói cách khác là tăng cường sự liên kết giữa nhựa nền và sợi thủy tinh gia cường. Các nghiên cứu đã chỉ ra rằng, sợi thủy tinh được xử lý sẽ kết hợp tốt hơn với nền nhựa, đảm bảo phân tán đều và tạo liên kết mạnh mẽ giữa sợi và nhựa. Kết quả sẽ giúp cải thiện tính chất cơ học của vật liệu composite như độ bền, độ cứng và khả năng chịu lực [9]. Trong ngành công nghiệp nhựa, Fusabond là một loại phụ gia tương hợp thường được sử dụng để cải thiện sự tương thích giữa các loại polyme khác nhau trong các hỗn hợp nhựa. Điều này đặc biệt hữu ích khi trộn các loại nhựa khác nhau như HDPE tái chế và HDPE nguyên sinh, hoặc khi gia cường nhựa với các vật liệu khác như sợi thủy tinh. Trong nghiên cứu này, Fusabond E528, một loại LDPE gắn với nhóm chức anhydride, được sử dụng làm phụ gia trợ tương hợp để cải thiện tính kết dính, độ bền và khả năng chịu nhiệt của sản phẩm [10].

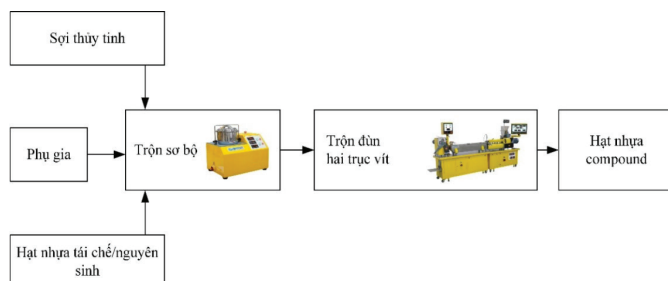
Nghiên cứu này sẽ tập trung khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến tính chất của vật liệu làm từ HDPE tái chế và sợi thủy tinh dạng ngắn.

2. Vật liệu và phương pháp thực nghiệm

2.1. Nguyên vật liệu

Nguyên vật liệu chính sử dụng trong nghiên cứu bao gồm: HPDE tái chế được mua từ làng nghề tái chế nhựa tại Hưng Yên. HDPE nguyên sinh được mua từ Công ty TNHH Thương mại và Xuất nhập khẩu Sông Hồng có tỷ trọng 0,946 g/cm³, chỉ số chảy (2,16 kg, 190°C) đạt 7,4 g/10 phút. Sợi thủy tinh dạng ngắn (E-glass) với đường kính sợi 9-13 μm, chiều dài 12-18 mm và tỷ trọng là 2,5 g/cm³ mua tại Trung Quốc. Phụ gia trợ tương hợp Fusabond E528 tỷ trọng 0,922 g/cm³, chỉ số chảy (2,16 kg, 190°C) đạt 6,7 g/10 phút với nhiệt độ nóng chảy là 114°C được mua từ Thái Lan. Phụ gia tương hợp titanate LICA-38 với số CAS 103432-54-8, với tỷ trọng 1,13 g/cm³ và độ nhớt <5000 cps mua từ Trung Quốc.

Quy trình chế tạo hạt nhựa compound cốt sợi thủy tinh từ nhựa tái chế: Quy trình chế tạo hạt nhựa được thực hiện theo quy trình trong hình 1.



Hình 1. Quy trình chế tạo hạt nhựa compound.

Nguyên vật liệu được xử lý và cân định lượng theo đơn phối liệu sau đó được trộn hợp sơ bộ. Hỗn hợp sau đó được đưa vào máy đùn hai trục vít Labtech LTE16-52 để làm nóng chảy và trộn đều các nguyên liệu. Máy đùn hai trục vít có tỷ số L/D=52 với 13 vùng điều chỉnh nhiệt độ đảm bảo sự trộn hợp đồng nhất của sợi thủy tinh và nhựa HDPE tái chế. Các điều kiện vận hành của máy đùn hai trục vít được mô tả ở bảng 1.

Bảng 1. Điều kiện vận hành của máy đùn hai trục vít.

Tốc độ trục vít	Áp suất đầu ra	Vùng nhiệt độ (°C)												Đầu ra
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
350 vòng/phút	51 PSI	175	175	175	180	180	180	185	185	190	190	195	195	190

Hỗn hợp được đùn ra khỏi đầu đùn ở dạng sợi. Sau đó được đưa vào máy cắt hạt để tạo hạt nhựa compound. Hạt nhựa compound được sấy nhằm loại bỏ ẩm trong quá trình làm nguội ở giai đoạn đùn. Các mẫu hạt nhựa chế tạo được đem đi xác định các tính chất đặc trưng. Hạt nhựa compound được chế tạo thành các mẫu cho quá trình khảo sát tính chất của vật liệu.

2.2. Phương pháp bố trí thí nghiệm

Thí nghiệm 1: Khảo sát tỷ lệ nhựa HDPE tái chế/nguyên sinh. Điều kiện thí nghiệm: Tỷ lệ nhựa HDPE tái chế/nguyên sinh: 100/0 (đối chứng), 90/10, 80/20, 70/30, 60/40. Chế độ gia

công của máy đùn hai trục vít như bảng 1. Chỉ tiêu theo dõi: độ bền kéo và chỉ số chảy.

Thí nghiệm 2: Khảo sát ảnh hưởng của phương pháp xử lý sợi thủy tinh. Điều kiện thí nghiệm: Các phương pháp xử lý sợi thủy tinh: không xử lý (đối chứng); ngâm sợi thủy tinh trong acetone trong 1 giờ, sau đó sấy ở 80°C trong 60 phút (mẫu AS); ngâm sợi thủy tinh trong dung dịch của phụ gia trợ tương hợp LICA-38 và isopropyl alcohol trong 24 giờ, sau đó sấy 90 phút ở 65°C (mẫu LICA). Chế độ gia công của máy đùn hai trục vít như bảng 1, tỷ lệ HPDE tái chế/nguyên sinh xác định được từ thí nghiệm 1, hàm lượng sợi thủy tinh 15%. Chỉ tiêu theo dõi: độ bền kéo và ảnh chụp kính hiển vi điện tử quét (SEM).

Thí nghiệm 3: Khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng sợi thủy tinh. Điều kiện thí nghiệm: Hàm lượng sợi thủy tinh: 0% (đối chứng), 5%, 10%, 15%, 20%, 25%. Chế độ gia công của máy đùn hai trục vít như bảng 1, tỷ lệ HPDE tái chế/nguyên sinh xác định được từ thí nghiệm 1, sợi thủy tinh được xử lý theo phương pháp xác định được từ thí nghiệm 2. Chỉ tiêu theo dõi: độ bền kéo và phân tích nhiệt trọng lượng (TGA).

Thí nghiệm 4: Khảo sát ảnh hưởng của phụ gia trợ tương hợp. Điều kiện thí nghiệm: Hàm lượng phụ gia trợ tương hợp Fusabond: 0% (đối chứng), 1%, 2%, 3%, 4%, 5%. Chế độ gia công của máy đùn hai trục vít như bảng 1, tỷ lệ HPDE tái chế/nguyên sinh xác định được từ thí nghiệm 1, sợi thủy tinh được xử lý theo phương pháp xác định được từ thí nghiệm 2, hàm lượng sợi thủy tinh xác định được từ thí nghiệm 3. Chỉ tiêu theo dõi: độ bền kéo, độ giãn dài khi đứt.

2.3. Phương pháp phân tích

Chỉ số chảy của hạt nhựa (MFI): được đo bằng Amade Tech Melt Flow Indexer ở nhiệt độ 190°C, trọng lượng 2,16 kg, theo tiêu chuẩn ASTM D1238. Độ bền kéo đứt và độ giãn dài khi đứt được đo bằng thiết bị đo cơ lý đa năng Instron theo tiêu chuẩn ASTM D638.

Phân tích nhiệt trọng lượng (TGA): được thực hiện bằng thiết bị Mettler Toledo TGA/DSC 3+. Các mẫu hạt nhựa compound được khảo sát từ 25°C đến 600°C với tốc độ gia nhiệt 20°C/phút dưới sự có mặt của nitơ.

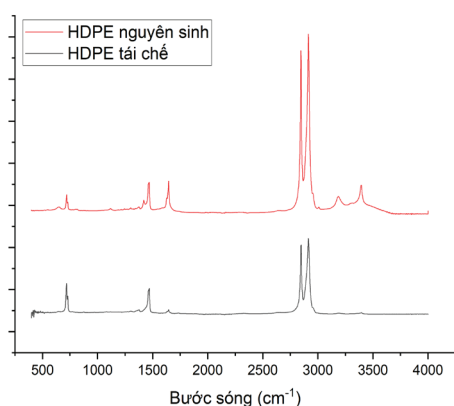
Phân tích phổ hồng ngoại FTIR: trong dải số sóng từ 4001 đến 4000 cm⁻¹ ở độ phân giải 4 cm⁻¹ bằng máy quang phổ Thermo Scientific Nicolet iS20.

Chụp ảnh SEM: được thực hiện trên thiết bị Hitachi Tabletop Microscopes TM4000 dưới điện áp 10 kV.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Khảo sát ảnh hưởng tỷ lệ nhựa polyetylen tỷ trọng cao tái chế và nguyên sinh

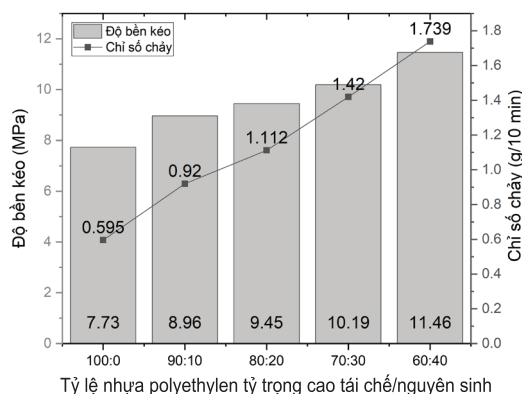
Phổ hồng ngoại của nhựa HDPE tái chế và nhựa HDPE nguyên sinh được xác định, kết quả thể hiện trong hình 2.



Hình 2. Phổ hồng ngoại của nhựa polyetylen tỷ trọng cao tái chế và nguyên sinh.

Phân tích phổ hồng ngoại của nhựa HDPE tái chế và nguyên sinh nhận thấy phổ hồng ngoại của cả hai loại nhựa đều có các đỉnh tương tự nhau. Đỉnh ở 1470 cm^{-1} tương ứng với dao động cắt của $-\text{CH}_2$ của polyetylen, trong khi đỉnh ở 700 cm^{-1} thể hiện dao động uốn của liên kết C-H. Các đỉnh ở trong bước sóng từ 2800 đến 3000 cm^{-1} tương ứng với dao động kéo giãn các liên kết aliphatic- CH_x đối xứng và không đối xứng.

Với mục tiêu tăng tính chất cơ lý cho nhựa HDPE tái chế, thí nghiệm khảo sát 5 mẫu trộn hỗn hợp giữa nhựa HDPE tái chế và nguyên sinh với các tỷ lệ khác nhau, kết quả kiểm tra độ bền kéo và chỉ số chảy được thể hiện ở hình 3.



Hình 3. Độ bền kéo và chỉ số chảy của các mẫu nhựa.

Kết quả cho thấy, cả độ bền kéo và chỉ số chảy đều tăng khi tỷ lệ HDPE nguyên sinh tăng lên. Điều này chứng tỏ rằng việc bổ sung HDPE nguyên sinh vào HDPE tái chế đã cải thiện đáng kể tính chất cơ học và khả năng gia công của vật liệu. Cụ thể, nhựa HDPE tái chế có độ bền kéo và chỉ số chảy đạt lần lượt là $7,73\text{ MPa}$ và $0,595\text{ g/10 phút}$, sau khi bổ sung lên đến 40% HDPE nguyên sinh, vật liệu đạt độ bền kéo $11,46\text{ MPa}$ và chỉ số chảy $1,739\text{ g/10 phút}$, tương đương tăng 48% về độ bền kéo và 192% về chỉ số chảy.

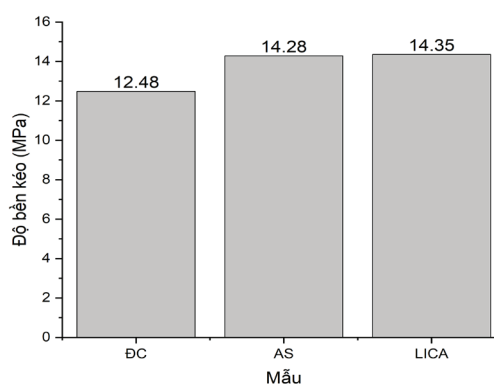
Với tỷ lệ giữa nhựa HDPE tái chế và nguyên sinh là 80/20 sẽ đảm bảo hài hòa giữa các yếu tố kỹ thuật, kinh tế và bảo

vệ môi trường. Cụ thể là, sử dụng tỷ lệ HDPE tái chế cao hơn (80%) sẽ giúp giảm lượng nhựa thải ra môi trường, điều này góp phần hỗ trợ các nỗ lực bảo vệ môi trường và giảm thiểu ô nhiễm từ nhựa tái chế; ngoài ra, nhựa HDPE tái chế thường có chi phí thấp hơn so với HDPE nguyên sinh do đó việc sử dụng tỷ lệ tái chế cao hơn có thể giúp giảm chi phí sản xuất.

Do đó, nghiên cứu đã sử dụng nhựa nền với tỷ lệ 80:20 giữa HDPE tái chế và HDPE nguyên sinh, ở tỷ lệ này vật liệu có độ bền kéo đạt $9,45\text{ MPa}$ (tăng 22% so với HDPE tái chế) và chỉ số chảy đạt $1,112\text{ g/10 phút}$ (tăng 87% so với HDPE tái chế).

3.2. Khảo sát ảnh hưởng của phương pháp xử lý sợi thủy tinh

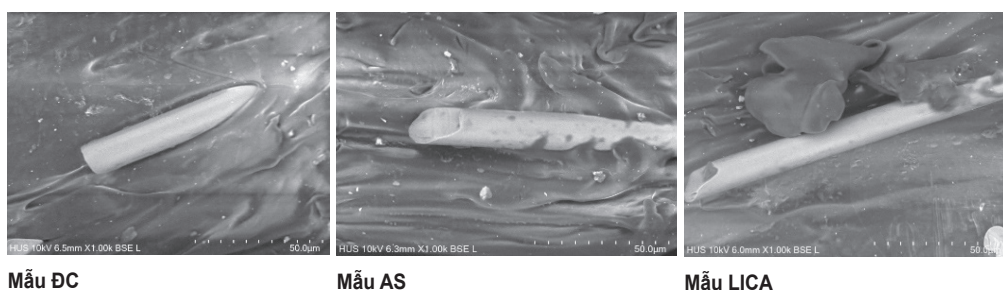
Trong thí nghiệm này, hai phương pháp xử lý sợi được sử dụng như đã miêu tả trong mục 2.3. Kết quả đánh giá hiệu quả của quá trình xử lý sợi được thể hiện ở hình 4.



Hình 4. Tính chất cơ học của vật liệu composite được gia cường 15% sợi thủy tinh đã xử lý và chưa xử lý.

Từ kết quả thực nghiệm ở hình 4 cho thấy, mẫu vật liệu composite được chế tạo từ nhựa tái chế gia cường sợi thủy tinh đã qua xử lý bằng cách ngâm trong acetone có độ bền kéo cao hơn khi so sánh với mẫu đối chứng (sợi thủy tinh chưa qua xử lý). Đối với mẫu sợi thủy tinh được xử lý bằng LICA-38, đây là phụ gia tăng dính titanate được sử dụng để cải thiện độ bám dính giữa các thành phần của vật liệu composite, đặc biệt là giữa sợi gia cường và nhựa nền. Chúng hoạt động bằng cách tương tác hóa học với cả sợi và nhựa, tạo ra các liên kết mạnh hơn và ổn định hơn, giúp tăng cường tính chất cơ lý của vật liệu. Kết quả cho thấy, sợi được xử lý với LICA-38 khi kết hợp với nhựa nền tạo được vật liệu có độ bền kéo được cải thiện rõ rệt, tuy nhiên khi so sánh với sợi xử lý bằng acetone thì độ bền kéo của mẫu AS cũng thấp hơn không đáng kể. Thêm vào đó, acetone có ưu điểm nổi bật khi sử dụng để xử lý sợi thủy tinh nhờ chi phí thấp, dễ tiếp cận, acetone không chỉ mang lại tính kinh tế mà còn giảm thiểu thời gian và công sức tiêu tốn trong quá trình sản xuất.

Kính SEM đã được sử dụng để đánh giá hình thái của vật liệu composite chế tạo từ nhựa tái chế HDPE gia cường bằng sợi thủy tinh. Kết quả khảo sát bằng ảnh SEM đối với các mẫu vật liệu composite gia cường sợi thủy tinh với các quy trình xử lý sợi khác nhau được hiển thị ở hình 5.



Mẫu DC

Mẫu AS

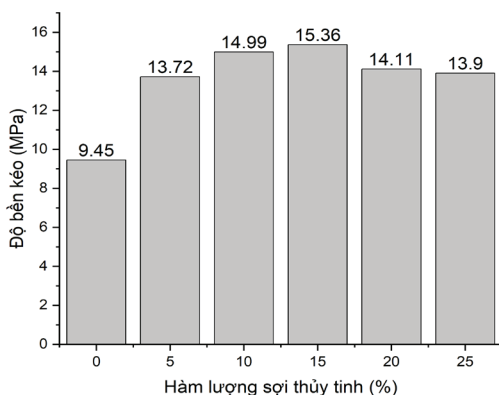
Mẫu LICA

Hình 5. Ảnh chụp kính hiển vi điện tử quét của các mẫu xử lý sợi khác nhau.

Từ kết quả ảnh SEM nhận được cho thấy, khả năng phân tán của sợi thủy tinh trong nhựa nền khác nhau giữa các mẫu vật liệu. Cụ thể là, với mẫu vật liệu có sợi thủy tinh không được xử lý (mẫu DC), hình ảnh cho thấy bề mặt phân chia giữa sợi thủy tinh và nhựa nền rõ ràng hơn, điều đó chứng tỏ liên kết giữa sợi với nhựa nền kém hơn. Ngược lại, với các mẫu vật liệu sử dụng sợi thủy tinh gia cường đã qua xử lý như ngâm với acetone (mẫu AS) hay xử lý với LICA-38 (mẫu LICA) cho thấy nhựa nền có liên kết tốt hơn với sợi gia cường. Điều này cũng được khẳng định trong thử nghiệm cơ lý của vật liệu composite, độ bền kéo được cải thiện đáng kể khi so sánh giữa các mẫu vật liệu có sợi thủy tinh được xử lý bề mặt và không xử lý bề mặt (với mẫu DC đạt 12,48 MPa; mẫu AS và mẫu LICA đạt độ bền kéo lần lượt là 14,28 MPa và 14,35 MPa).

3.3. Khảo sát ảnh hưởng của hàm lượng sợi thủy tinh

Hình 6 thể hiện độ bền kéo của vật liệu composite chế tạo từ HPDE tái chế/nguyên sinh (với tỷ lệ 80:20) được gia cường bằng sợi thủy tinh (đã qua xử lý bằng acetone) với các hàm lượng khác nhau.

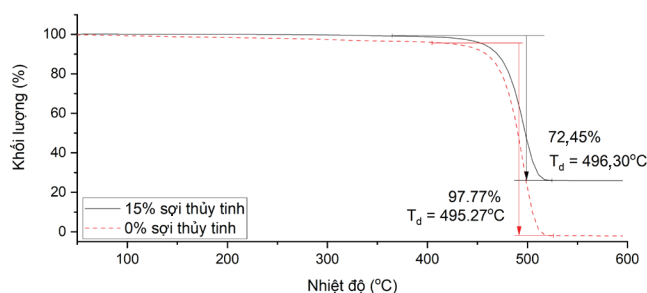


Hình 6. Độ bền kéo của vật liệu composite với hàm lượng sợi thủy tinh gia cường (0, 5, 10, 15, 20 và 25%).

Kết quả cho thấy, hàm lượng sợi thủy tinh có ảnh hưởng đáng kể đến độ bền của vật liệu composite trên cơ sở nhựa tái chế gia cường sợi thủy tinh. Khi hàm lượng sợi thủy tinh tăng lên, độ bền kéo của vật liệu cũng tăng theo. Tuy nhiên, nếu hàm lượng sợi quá cao, vật liệu có thể trở nên giòn và dễ gãy hơn. Do đó, việc xác định hàm lượng sợi thủy tinh tối ưu là

rất quan trọng để đạt được sự cân bằng giữa độ bền và độ dẻo dai của vật liệu composite. Tại thí nghiệm này, 6 công thức thí nghiệm được tiến hành với hàm lượng sợi thủy tinh gia cường được bổ sung tăng dần từ 0 đến 25% phần khối lượng (0, 5, 10, 15, 20 và 25%). Kết quả thử nghiệm cho thấy, vật liệu composite đạt độ bền kéo tối đa tại hàm lượng sợi thủy tinh

15%, với độ bền kéo tăng 62,5% so với mẫu nhựa nền. Kết quả phân tích nhiệt trọng lượng giữa mẫu đối chứng chứa 0% sợi thủy tinh và mẫu chứa 15% sợi thủy tinh được mô tả ở hình 7.

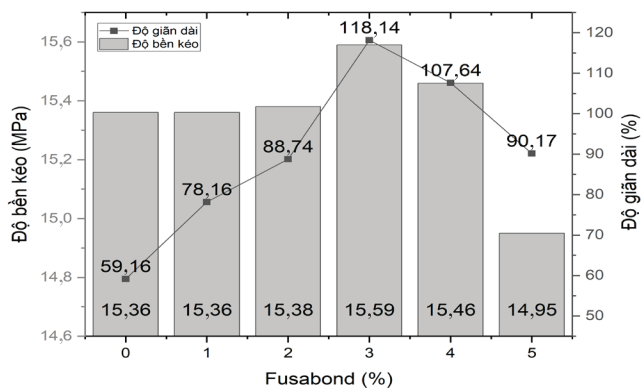


Hình 7. Phân tích nhiệt trọng lượng của vật liệu có chứa và không chứa sợi thủy tinh.

Kết quả cho thấy, hàm lượng sợi thủy tinh không chỉ ảnh hưởng đáng kể đến độ bền kéo của vật liệu composite mà còn liên quan mật thiết đến sự ổn định nhiệt của vật liệu. Vật liệu composite không chứa sợi thủy tinh có nhiệt độ phân hủy là 495,27°C, thấp hơn khoảng 1°C so với vật liệu chứa 15% khối lượng sợi thủy tinh, ở mức 496,30°C. Khi vật liệu không chứa sợi thủy tinh được nung nóng đến 500°C, phần khối lượng còn lại chiếm khoảng 1-2%. Điều này có thể do hàm lượng phụ gia còn tồn đọng trong nhựa HDPE tái chế, vì nguyên liệu tái chế HDPE có nguồn gốc từ nhiều nguồn khác nhau và dư lượng này có thể là titan oxit, một phụ gia thường dùng để nhuộm màu nhựa. Với vật liệu chứa 15% hàm lượng sợi thủy tinh, ở nhiệt độ trên 500°C, vẫn còn một phần khối lượng chưa bị phân hủy của sợi thủy tinh, điều này cho thấy, sợi thủy tinh đóng vai trò bảo vệ cấu trúc của vật liệu trước sự phân hủy nhiệt. Sợi thủy tinh, với nhiệt độ nóng chảy lên tới 1400°C, không bị ảnh hưởng trong khoảng nhiệt độ nghiên cứu (25°C đến 550°C), làm cho composite giữ được tính ổn định cơ học ngay cả ở nhiệt độ cao.

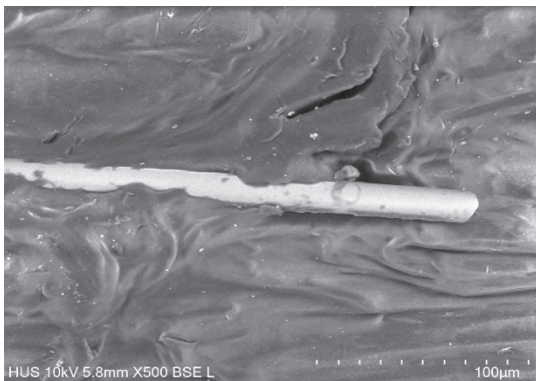
3.4. Khảo sát ảnh hưởng của phụ gia tương hợp

Các hàm lượng Fusabond khác nhau (từ 0 đến 5%) được bổ sung vào hỗn hợp phối trộn của nhựa nền và sợi thủy tinh đã qua xử lý. Độ bền kéo của các mẫu được thể hiện ở hình 8.



Hình 8. Ảnh hưởng của hàm lượng Fusabond đến tính chất cơ học của vật liệu.

Kết quả cho thấy rằng, khi hàm lượng Fusabond tăng từ 0 đến 3%, độ bền kéo của vật liệu composite có sự tăng nhẹ, bên cạnh đó độ giãn dài của vật liệu tăng mạnh. Tuy nhiên, khi tăng lên đến 5%, tính chất cơ học của vật liệu bị giảm mạnh cả về độ bền kéo và độ giãn dài khi đứt của vật liệu. Điều này được giải thích là do nhựa nền của Fusabond là polyethylene mật độ thấp (LDPE), có độ bền kéo thấp hơn HDPE. Khi bổ sung đến 3%, tương tác giữa sợi thủy tinh và nhựa nền được hỗ trợ bởi Fusabond, làm cho độ bền kéo và độ giãn dài của vật liệu tăng lên. Tuy nhiên, khi tăng hàm lượng Fusabond lên trên 5%, do thành phần của Fusabond là LDPE đã làm giảm đi tính cơ học của vật liệu composite.



Hình 9. Ảnh kính hiển vi điện tử của mẫu vật liệu với 3% Fusabond.

Ảnh SEM bề mặt gãy của vật liệu composite HDPE gia cường sợi thủy tinh, với hàm lượng phụ gia trợ tương hợp Fusabond 3% được thể hiện trên hình 9. Kết quả cho thấy, sợi thủy tinh được liên kết tốt với nhựa nền. Việc bổ sung Fusabond không chỉ cải thiện tính chất cơ học mà còn tăng cường độ bền kéo và độ giãn dài của vật liệu composite. Điều này chứng tỏ rằng, phụ gia tương hợp Fusabond đóng vai trò quan trọng trong việc tối ưu hóa sự tương thích giữa sợi thủy tinh và nhựa nền.

4. Kết luận

Nghiên cứu này đã tiến hành khảo sát và phân tích các yếu tố ảnh hưởng đến tính chất cơ học của vật liệu composite chế tạo từ nhựa HDPE tái chế gia cường sợi thủy tinh. Kết quả đã xác định được tỷ lệ giữa nhựa HDPE tái chế và nguyên sinh là

80/20, giúp tối ưu hóa tính chất kỹ thuật và kinh tế của vật liệu. Xử lý sợi thủy tinh bằng cách ngâm trong acetone và sấy khô đã được lựa chọn để cải thiện độ bám dính với nhựa nền. Hàm lượng sợi thủy tinh gia cường thích hợp nhất là 15%, đảm bảo cân bằng giữa độ bền cơ học và độ dẻo dai của vật liệu. Tỷ lệ phụ gia trợ Fusabond với hàm lượng 3% được lựa chọn để nâng cao chất lượng sản phẩm cuối cùng. Những kết quả này cung cấp cơ sở khoa học cho việc xây dựng quy trình công nghệ chế tạo vật liệu composite từ nhựa HDPE tái chế gia cường sợi thủy tinh ứng dụng trong xây dựng dân dụng, góp phần giảm thiểu tác động môi trường.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được thực hiện trong khuôn khổ đề tài cấp Bộ Khoa học và Công nghệ năm 2023-2024: “Nghiên cứu xây dựng quy trình công nghệ và chế tạo thử nghiệm hạt nhựa compound cốt sợi thủy tinh từ nhựa tái chế định hướng ứng dụng trong lĩnh vực xây dựng dân dụng” do Trung tâm Công nghệ Vật liệu, Viện Ứng dụng Công nghệ, Bộ Khoa học và Công nghệ chủ trì thực hiện. Nhóm tác giả xin trân trọng cảm ơn Bộ Khoa học và Công nghệ và Viện Ứng dụng Công nghệ đã cấp kinh phí cho nhiệm vụ này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] S.C. Kong, T.L. Wong, M. Yang, et al. (2017), *Emerging Practices in Scholarship of Learning and Teaching in a Digital Era*, Springer Singapore, DOI:10.1007/978-981-10-3344-5.
- [2] B.I.S Murat, M.S. Kamaluzaman, M.H.N. Azman, et al. (2020), “Assessment of mechanical properties of recycled HDPE and LDPE plastic wastes”, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, **957**, DOI: 10.1088/1757-899X/957/1/012046.
- [3] R.M. Bajracharya, A.C. Manalo, W. Karunasena, et al. (2014), “Glass fibre and recycled mixed plastic wastes: Recent developments and applications”, *23rd Australasian Conference on The Mechanics of Structures and Materials (ACMSM23)*, **1**, pp.288-292.
- [4] L. Scelsi, A. Hodzic, C. Soutis, et al. (2011), “A review on composite materials based on recycled thermoplastics and glass fibres”, *Plastics, Rubber and Composites*, **40(1)**, pp.1-10, DOI: 10.1179/174328911X12940139029121.
- [5] J.K. Kim, J.H. Song, S.T. Chung, et al. (1997), “Morphology and mechanical properties of injection molded articles with weld-lines”, *Polymer Engineering and Science*, **37(1)**, pp.228-241, DOI: 10.1002/pen.11665.
- [6] J. Lindhagen, L. Berglund (1998), “Microscopical damage mechanisms in glass fiber reinforced polypropylene”, *Journal of Applied Polymer Science*, **69(7)**, pp.1319-1327, DOI: 10.1002/(SICI)1097-4628(19980815)69:7<1319::AID-APP6>3.0.CO;2-H.
- [7] M.B. Kulkarni, P.A. Mahanwar (2014), “Studies on the effect of maleic anhydride-grafted polypropylene with different MFI on mechanical, thermal and morphological properties of fly ash-filled PP composites”, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, **27(12)**, pp.1679-1700, DOI: 10.1177/0892705712475009.
- [8] W. Qiu, K. Mai, H. Zeng (2000), “Effect of silane-grafted polypropylene on the mechanical properties and crystallization behavior of Talc/polypropylene composites”, *Journal of Applied Polymer Science*, **77(13)**, pp.2974-2977, DOI:10.1002/1097-4628(20000923)77:13<2974::AID-APP22>3.0.CO;2-R.
- [9] C.K. Moon, J. Lee, H.H. Cho, et al. (1992), “Effect of diameter and surface treatment of fiber on interfacial shear strength in glass fiber/epoxy and HDPE”, *Journal of Applied Polymer Science*, **45(3)**, pp.443-450, DOI: 10.1002/app.1992.070450309.
- [10] U. Saeed, K. Hussain, G. Rizvi (2014), “HDPE reinforced with glass fibers: Rheology, tensile properties, stress relaxation, and orientation of fibers”, *Polymer Composites*, **35(11)**, pp.2159-2169, DOI: 10.1002/pc.22880.

Nghiên cứu công nghệ sản xuất rượu trắng từ hạt tam giác mạch thu hoạch tại Hà Giang

Đặng Hồng Anh^{1*}, Phạm Thị Thu¹, Nguyễn Thu Vân¹, Giang Thế Việt¹, Nguyễn Thị Thanh Mai², Trần Bảo Trâm²

¹Viện Công nghiệp Thực phẩm, 301 Nguyễn Trãi, phường Thanh Xuân Trung, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

²Trung tâm Sinh học Thực nghiệm, Viện Ứng dụng Công nghệ, C6, phường Thanh Xuân Bắc, quận Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

Ngày nhận bài 30/7/2024; ngày chuyển phản biện 1/8/2024; ngày nhận phản biện 15/8/2024; ngày chấp nhận đăng 18/8/2024

Tóm tắt:

Tam giác mạch hiện đang được trồng rộng rãi tại tỉnh Hà Giang phục vụ du lịch, trong đó hạt được sử dụng chế biến một số sản phẩm như bánh, rượu. Rượu tam giác mạch nấu theo phương pháp truyền thống thường phối hợp nguyên liệu hạt tam giác mạch với ngô nên hương vị sản phẩm kém đặc trưng, dễ bị lẫn với rượu ngô. Nghiên cứu này được thực hiện nhằm xác định các thông số công nghệ sản xuất rượu trắng chưng cất hoàn toàn từ hạt tam giác mạch. Kết quả đã lựa chọn được các thông số công nghệ như sau: hạt tam giác mạch tách vỏ được bổ sung nước theo tỷ lệ 1,2 l/kg nguyên liệu và nấu chín trong 60 phút; tỷ lệ bánh men lá sử dụng là 13 g/kg nguyên liệu; độ dày khối ủ ẩm là 9 cm; tỷ lệ nước bổ sung khi lên men lỏng là 1,1 l/kg nguyên liệu và nhiệt độ lên men là 25°C trong thời gian 5 ngày, ngoài ra bổ sung $K_2S_2O_5$ với tỷ lệ 100 mg/l để chống nhiễm tạp cho quá trình lên men. Kết thúc quá trình lên men, nồng độ rượu trong dịch giấm chín đạt 10,2% Vol., hiệu suất thu hồi rượu sau chưng cất (35% Vol.) đạt 0,6 l/kg nguyên liệu. Sản phẩm có chất lượng cảm quan đặc trưng và đạt tiêu chuẩn về vệ sinh an toàn thực phẩm.

Từ khóa: Hà Giang, rượu trắng, tam giác mạch.

Chỉ số phân loại: 2.8, 2.10

Research on the technology for producing spirit from buckwheat grains harvested in Ha Giang province

Hong Anh Dang^{1*}, Thi Thu Pham¹, Thu Van Nguyen¹, The Viet Giang¹, Thi Thanh Mai Nguyen², Bao Tram Tran²

¹Food Industries Research Institute, 301 Nguyen Trai Street, Thanh Xuan Trung Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

²Center for Experimental Biology, National Center for Technological Progress, C6, Thanh Xuan Bac Ward, Thanh Xuan District, Hanoi, Vietnam

Received 30 July 2024; revised 15 August 2024; accepted 18 August 2024

Abstract:

Buckwheat plants are being widely grown in Ha Giang province for tourism and grains are processed to make products like cakes and spirits. Buckwheat spirit is produced by the traditional method often necessary to combine buckwheat grains with corn grains, and products have less characteristic flavour and are easily confused with corn spirit. This research aims to create a distilled white spirit made entirely from buckwheat grains. The technological parameters selected are as follows: buckwheat grains without husks were cooked with water with the ratio of 1.2 l/kg of buckwheat grains in 60 minutes; the ratio of start culture used was 13 g/kg of grains; the thickness of the incubation block was 9 cm; the ratio of water added for liquid fermentation was 1.1 l/kg of buckwheat grains and fermented at 25°C for 5 days. In addition, $K_2S_2O_5$ is added at a ratio of 100 mg/l to prevent contamination during fermentation. At the end of the fermentation, the alcohol concentration in the wort reached 10.2% Vol., the alcohol recovery efficiency reached 0.6 litres of alcohol 35% Vol./kg of buckwheat grains. The product has distinctive sensory quality and meets food hygiene and safety standards.

Keywords: buckwheat, Ha Giang province, spirit.

Classification numbers: 2.8, 2.10

*Tác giả liên hệ: Email: anhdh@firi.vn

1. Đặt vấn đề

Hiện nay, rượu làm từ tam giác mạch phổ biến trên thế giới là whisky, shochu và vodka. Ở một số nước, tam giác mạch được sử dụng để sản xuất đồ uống có cồn [1]. Nhìn chung, rượu whisky tam giác mạch hoàn toàn tương tự như sản phẩm whisky thông thường ngoại trừ nguyên liệu malt đại mạch được thay thế bằng cách cho hạt tam giác mạch nảy mầm làm nguyên liệu sản xuất whisky. Sau khi nảy mầm, hạt tam giác mạch được làm khô, đây là quá trình giúp tạo ra hệ enzyme trong hạt tam giác mạch để biến tinh bột thành đường lên men. Hạt tam giác mạch nảy mầm được nghiền nhỏ, bổ sung nước và thủy phân thành đường, bổ sung nấm men để thực hiện quá trình lên men rượu [2]. Dịch sau lên men được chưng cất để tạo thành sản phẩm rượu mạnh không màu. Rượu này sau đó được ngâm trong gỗ sồi để tạo độ màu và hương vị đặc trưng của whisky. Tại Nhật Bản, tam giác mạch được chế biến để làm đồ uống có tên là Soba shochu [3]. Rượu Soba shochu có đặc điểm là có hương thơm hạt dẻ đặc trưng, vị nhẹ và dễ uống. Công nghệ sản xuất rượu Soba shochu thông thường sử dụng thêm gạo, đại mạch trong quá trình lên men để tạo hương dịu hơn hương từ tam giác mạch [4]. Trong công nghệ sản xuất rượu Soba shochu, gạo hoặc hạt soba được nấu chín và bổ sung nấm mốc để ủ tạo hệ enzyme đường hóa gọi là Koji [5]. Khối Koji sau đó được bổ sung nước và nấm men rượu để thực hiện quá trình lên men. Dịch giấm chín sau đó được chưng cất để tạo thành rượu shochu với độ rượu 25-45% Vol. Rượu vodka tam giác mạch thường được chưng cất qua thiết bị nồi cất thông thường chứ không sử dụng tháp cất tinh sạch như các loại vodka làm từ nguyên liệu tinh bột khác. Đối với công nghệ sản xuất rượu vodka thì nguyên liệu bột tam giác mạch được thủy phân thành dịch đường nhờ một số loại enzyme thương mại, bổ sung nấm men để thực hiện quá trình lên men rượu. Sau đó, dịch lên men được chưng cất trên thiết bị nồi cất, thu được sản phẩm có độ rượu tối thiểu là 37,5% Vol. [6].

Cùng với việc phát triển cây tam giác mạch trở thành biểu tượng du lịch của tỉnh Hà Giang, bên cạnh đặc sản rượu ngô men lá truyền thống nổi tiếng thì sản phẩm rượu tam giác mạch đang được địa phương ưu tiên phát triển. Rượu tam giác mạch hiện được nấu theo phương pháp truyền thống và thường kết hợp giữa tam giác mạch và ngô, do vậy sản phẩm có hương vị rất dễ bị lẫn với rượu ngô. Hơn nữa, việc sử dụng bánh men lá bản địa có hoạt lực không cao, các công đoạn trong quy trình sản xuất đều thủ công, chưa được chuẩn hóa nên dễ bị nhiễm tạp, dẫn tới hiệu suất lên men tạo rượu thấp. Do vậy, nghiên cứu này được thực hiện nhằm xác định các thông số công nghệ phù hợp cho sản xuất rượu trắng chưng cất từ 100% hạt tam giác mạch

qua, đó tạo ra được loại rượu tam giác mạch của Việt Nam có hương vị đặc trưng, làm tiền đề cho việc phát triển rượu tam giác mạch thành một đặc sản gắn liền với du lịch của tỉnh Hà Giang.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu

Nguyên liệu: Hạt tam giác mạch thu hoạch tại Hà Giang được xát vỏ, sấy khô đến độ ẩm không đổi và dùng cho nghiên cứu trong thời gian bảo quản 6 tháng. Thành phần hạt tam giác mạch sau xát vỏ có độ ẩm 7,69%, hàm lượng tinh bột 57,1% được sử dụng làm nguyên liệu cho các thí nghiệm nghiên cứu.

Bánh men lá là sản phẩm nghiên cứu thuộc đề tài mã số ĐTĐL.CN-06/20 của Viện Công nghiệp Thực phẩm, gồm 3 chủng nấm mốc *Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus tubingensis*, và 1 chủng nấm men *Saccharomyces cerevisiae*. Bánh men lá có mật độ tế bào nấm mốc đạt $3,4 \times 10^6$ (CFU/g) và nấm men đạt $5,2 \times 10^7$ (CFU/g).

Sử dụng các loại hóa chất dùng trong môi trường nuôi cấy vi sinh vật và phân tích động học/chất lượng sản phẩm rượu như cao nấm men, glucose, agar, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, K_2HPO_4 , MgSO_4 , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$, DNS, KNa tartrate, NaOH... có xuất xứ Nhật Bản, Hoa Kỳ, Liên minh châu Âu có độ tinh khiết trên 99%.

Thiết bị sử dụng là các thiết bị thông dụng trong phòng thí nghiệm, trong đó có một số thiết bị, dụng cụ chính như: tủ âm lạnh Sanyo MIR-254 (Nhật Bản), bộ chưng cất cồn Dujardin Salleron (Pháp), buồng đếm Thomas (Đức), máy đo pH (Hoa Kỳ), bình lên men inox thể tích 5 l (Việt Nam)...

2.2. Phương pháp nghiên cứu

- Xác định độ rượu: Sử dụng bộ chưng cất cồn Dujardin Salleron: Đưa dịch lên men vào trong thiết bị và đốt đến khi nhiệt độ sôi không thay đổi thì đọc kết quả và tra bảng thực nghiệm để biết được độ cồn trong dịch lên men theo % thể tích.

- Xác định pH: Sử dụng máy đo pH Fisher Scientific AR15.

- Xác định hoạt độ α -amylase bằng phản ứng thủy phân hồ tinh bột [7]: Hoạt độ α -amylase là số gam tinh bột tan được chuyển hóa thành các dextrin có phân tử lượng khác nhau khi sử dụng 1 g chế phẩm enzyme ở 30°C, thời gian 1 giờ tại pH 4,7.

- Xác định hoạt độ glucoamylase bằng phương pháp DNS [8].

- Xác định mật độ tế bào nấm men bằng buồng đếm Thomas [9].

- Xác định hàm lượng methanol theo Hiệp hội Các nhà hóa học phân tích chính thống (AOAC) 972.11.

- Xác định hàm lượng aldehyde theo TCVN 8009:2009.

- Hiệu suất lên men được tính bằng độ cồn thực tế/độ cồn lý thuyết x100%, trong đó độ cồn lý thuyết được tính theo lượng tinh bột có trong dịch lên men.

2.3. Phương pháp bố trí thí nghiệm

Thí nghiệm được thực hiện với lượng nguyên liệu 1 kg/thí nghiệm và lặp lại 3 lần.

2.3.1. Xác định tỷ lệ nước/nguyên liệu trong giai đoạn nấu chín hạt tam giác mạch

Nước được bổ sung vào nguyên liệu (hạt tam giác mạch) với các tỷ lệ 1,0, 1,1, 1,2 và 1,3 l/kg nguyên liệu. Sử dụng phương pháp nấu chín trực tiếp hạt tam giác mạch với nước trong thời gian 60 phút để đảm bảo hạt tam giác mạch chín hoàn toàn. Lên men ẩm được thực hiện với tỷ lệ bánh men lá 15 g/kg nguyên liệu, độ dày khối ủ 12 cm, nhiệt độ 30-35°C trong thời gian 48 giờ. Lên men lỏng với tỷ lệ nước bổ sung là 1,2 l/kg nguyên liệu, nhiệt độ lên men 25°C trong thời gian 5 ngày. Chỉ tiêu theo dõi gồm độ rượu của dịch giấm chín (% Vol.) và hiệu suất lên men (%).

2.3.2. Xác định các thông số công nghệ của giai đoạn lên men ẩm

Thực hiện quá trình lên men ẩm với tỷ lệ nước/nguyên liệu đã được lựa chọn và giữ nguyên các điều kiện thực hiện như mục 2.3.1, khi nghiên cứu thông số công nghệ nào thì thay đổi như mô tả dưới đây:

+ Nghiên cứu lựa chọn tỷ lệ bánh men lá/nguyên liệu: Bánh men lá được bổ sung vào khối ủ ẩm với các tỷ lệ 12, 13, 14, 15 g/kg nguyên liệu. Quá trình lên men ẩm được thực hiện ở nhiệt độ 30-35°C trong thời gian 48 giờ. Trên cơ sở theo dõi sự thay đổi các chỉ tiêu độ rượu của dịch giấm chín (% Vol.) và hiệu suất lên men (%), từ đó xác định tỷ lệ men lá bổ sung thích hợp nhất sử dụng cho nghiên cứu tiếp theo.

+ Nghiên cứu lựa chọn độ dày của khối ủ: Hạt tam giác mạch sau nấu chín được trộn đều với bánh men theo tỷ lệ đã lựa chọn, hỗn hợp này được đưa vào các khay với độ dày khối ủ khác nhau: 6, 9, 12 và 15 cm. Quá trình lên men ẩm được thực hiện ở nhiệt độ 30-35°C trong thời gian 48 giờ. Trên cơ sở theo dõi sự thay đổi độ rượu của dịch giấm chín (% Vol.) và hiệu suất lên men (%) xác định được độ dày khối ủ thích hợp nhất để sử dụng cho nghiên cứu tiếp theo.

2.3.3. Xác định các thông số công nghệ của giai đoạn lên men lỏng

Quá trình nấu nguyên liệu và lên men ẩm được thực hiện theo các kết quả đã được lựa chọn từ các thí nghiệm mục

2.3.1 và 2.3.2. Thực hiện quá trình lên men lỏng với tỷ lệ nước bổ sung là 1,2 l/kg nguyên liệu, nhiệt độ lên men 25°C trong thời gian 5 ngày. Đánh giá chất lượng dịch giấm chín khi kết thúc quá trình lên men.

+ Nghiên cứu lựa chọn tỷ lệ nước/nguyên liệu: Tiến hành bổ sung nước vào khối ủ sau lên men ẩm với các tỷ lệ 1/1, 1,1/1, 1,2/1, 1,3/1 (l/kg nguyên liệu). Quá trình lên men được tiến hành ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 5 ngày. Chỉ tiêu theo dõi gồm độ rượu của dịch giấm chín (% Vol.) và hiệu suất lên men (%).

+ Nghiên cứu ảnh hưởng của $K_2S_2O_5$: Sử dụng SO_2 ở dạng muối $K_2S_2O_5$ bổ sung vào quá trình lên men lỏng. Tỷ lệ bổ sung $K_2S_2O_5$ lần lượt là: 75 (M1), 100 (M2), 125 (M3), 150 (M4) mg/l [10]. Nhiệt độ lên men 25°C trong thời gian 5 ngày. Xác định mật độ tế bào nấm men và độ rượu tạo thành theo thời gian lên men.

2.3.4. Thử nghiệm sản xuất rượu tam giác mạch quy mô phòng thí nghiệm

Từ các kết quả nghiên cứu thu được, tiến hành lựa chọn các thông số công nghệ thích hợp cho sản xuất rượu trắng từ hạt tam giác mạch. Thực hiện sản xuất thử 5 mẻ, quy mô 10 kg nguyên liệu/mẻ. Quá trình lên men ẩm được thực hiện lên trong các khay gỗ đặt trong tủ ẩm và lên men lỏng được thực hiện trong các bình lên men bằng inox thể tích 5 l đặt trong các tủ ẩm lạnh duy trì nhiệt độ 25°C. Đánh giá tính ổn định của công nghệ về hiệu suất thu hồi và chất lượng rượu qua các mẻ thử nghiệm.

2.4. Phương pháp xử lý số liệu

Sử dụng phương pháp thống kê trên phần mềm Excel 2016.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Xác định tỷ lệ nước/nguyên liệu trong giai đoạn nấu chín hạt tam giác mạch

Tỷ lệ nước bổ sung vào nguyên liệu trong giai đoạn nấu chín sẽ ảnh hưởng rất lớn đến toàn bộ các quá trình lên men rượu. Nghiên cứu tiến hành đánh giá một số chỉ tiêu đặc trưng trong dịch giấm chín khi kết thúc quá trình lên men ẩm hạt tam giác với các tỷ lệ nước bổ sung khác nhau trong giai đoạn nấu, kết quả thu được như ở bảng 1.

Bảng 1. Ảnh hưởng của tỷ lệ nước bổ sung trong giai đoạn nấu chín nguyên liệu đến hiệu suất lên men rượu.

Chỉ tiêu	Tỷ lệ nước/nguyên liệu (l/kg)			
	1,0	1,1	1,2	1,3
Độ rượu của dịch giấm chín (% Vol.)	8,57±0,54	9,09±0,73	9,82±0,68	8,93±0,62
Hiệu suất lên men (%)	67,90±1,95	72,01±2,23	79,34±2,44	74,88±2,48

Kết quả bảng 1 cho thấy, tỷ lệ nước bổ sung vào quá trình nấu trực tiếp hạt tam giác mạch phù hợp nhất là 1,2 l/kg nguyên liệu với độ rượu trong giấm chín đạt cao nhất 9,82 %Vol., hiệu suất lên men đạt 79,34%. Với các mẫu thí nghiệm mà lượng nước bổ sung cao hơn hoặc thấp hơn thì độ rượu tạo thành đều bị giảm, do lượng nước bổ sung sẽ ảnh hưởng đến mức độ chín/độ ẩm ban đầu của nguyên liệu. Từ đó, sẽ ảnh hưởng đến sự phát triển của nấm mốc và việc tạo enzyme thủy phân trong quá trình ủ ẩm. Trong sản xuất rượu, độ cồn là chỉ tiêu quan trọng hàng đầu đối với chất lượng của các sản phẩm rượu trong quá trình lên men. Do đó, tỷ lệ nước bổ sung trong giai đoạn nấu chín 1,2 l/kg nguyên liệu được lựa chọn cho các nghiên cứu tiếp theo.

3.2. Xác định các thông số công nghệ của giai đoạn lên men ẩm

3.2.1. Lựa chọn tỷ lệ bánh men lá/nguyên liệu

Thí nghiệm được tiến hành nhằm lựa chọn tỷ lệ bánh men bổ sung phù hợp vào nguyên liệu trong quá trình ủ ẩm. Dịch giấm chín khi kết thúc quá trình lên men được đánh giá, kết quả được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 2. Ảnh hưởng của tỷ lệ bánh men lá/nguyên liệu trong giai đoạn lên men ẩm đến quá trình lên men rượu.

Chỉ tiêu	Tỷ lệ bánh men/nguyên liệu (g/kg)			
	12	13	14	15
Độ rượu của dịch giấm chín (% Vol.)	9,52±0,41	10,0±0,45	9,67±0,53	9,17±0,39
Hiệu suất lên men (%)	80,91±2,22	84,98±2,56	82,18±2,50	78,81±2,68

Kết quả bảng 2 cho thấy, với tỷ lệ bánh men là 12 g/kg nguyên liệu thì quá trình lên men khởi động chậm hơn và độ rượu tạo ra sau 5 ngày lên men thấp hơn so với các mẫu còn lại. Với tỷ lệ bánh men là 13 g/kg nguyên liệu tam giác mạch thì độ rượu trong dịch giấm chín đạt cao nhất 10,0% Vol. N.V. Hue và cs (2022) [11] đã sử dụng tỷ lệ bánh men lá/nguyên liệu là 8:1 (g/kg) trong lên men rượu gạo cho chất lượng rượu thành phẩm tốt nhất. Khi tăng tỷ lệ bánh men không những không có lợi cho quá trình lên men mà độ rượu bị giảm, độ axit tăng nhẹ. Điều này có thể thấy rằng khi mật độ tế bào vi sinh vật quá cao có thể đã gây ảnh hưởng đến sự cạnh tranh dinh dưỡng trong quá trình lên men. Do vậy, tỷ lệ bánh men lá phù hợp cho quá trình lên men ẩm rượu tam giác mạch là 13 g/kg nguyên liệu.

3.2.2. Xác định độ dày thích hợp của khối ủ

Nấm mốc phát triển tốt khi có mặt oxy, trong quá trình lên men ẩm thì độ dày của khối ủ sẽ ảnh hưởng đến nhiệt độ, độ ẩm cũng như mức độ thoáng khí của khối ủ do vậy sẽ ảnh hưởng lớn đến sự phát triển của hệ vi sinh vật và hoạt lực của hệ enzyme thủy phân tạo thành. Thí nghiệm được

bố trí khối ủ có độ dày khác nhau, kết quả đánh giá hoạt độ enzyme tạo thành trong quá trình ủ ẩm được thể hiện ở bảng 3.

Bảng 3. Ảnh hưởng của độ dày khối ủ đến hoạt độ enzyme tạo thành trong giai đoạn lên men ẩm.

Độ dày khối ủ (cm)	Hoạt độ enzyme (U/g)	Thời gian ủ ẩm (giờ)				
		12	24	36	48	60
6	α -amylase tổng số	91,6±4,5	392,6±12,7	487,5±15,3	526,3±18,7	509,7±18,0
	glucoamylase	15,9±1,12	44,2±1,98	75,8±2,74	71,8±2,49	62,2±2,12
9	α -amylase tổng số	195,3±7,7	761,0±16,8	988,5±19,2	985,6±19,9	729,7±15,6
	glucoamylase	38,4±1,8	84,7±3,7	159,8±6,9	161,5±7,2	92,6±4,8
12	α -amylase tổng số	196,8±8,1	745,5±15,9	926,4±18,2	934,0±18,8	662,7±13,7
	glucoamylase	31,8±1,5	80,7±3,2	146,3±6,1	151,5±6,3	87,9±4,5
15	α -amylase tổng số	126,3±5,7	392,6±10,9	487,5±13,6	526,3±17,3	509,7±15,1
	glucoamylase	25,9±1,3	65,1±2,2	95,5±3,7	101,8±4,2	70,2±3,3

Kết quả bảng 3 cho thấy, độ dày khối ủ 9-12 cm là phù hợp nhất cho việc tạo enzyme thủy phân tinh bột, trong đó độ dày 9 cm đạt cao nhất với hoạt độ α -amylase đạt 988,5 U/g và glucoamylase đạt 159,8 U/g sau 36 giờ lên men ẩm. Khi khối ủ quá dày hoặc quá mỏng sẽ ảnh hưởng rõ rệt đến hoạt lực enzyme thủy phân tinh bột do ảnh hưởng đến nhiệt độ của khối ủ. Hệ enzyme hình thành trong khối ủ giúp thúc đẩy quá trình thủy phân gạo trong quy trình sản xuất rượu [12]. W. Guo và cs (2021) [13] đã xác định được các enzyme chủ yếu góp phần vào quá trình đường hóa tinh bột là glucoamylase, α -amylase trong số 29 enzyme glycoside hydrolase từ sản phẩm lên men 6 ngày của nấm *A. niger* O1. Trong quá trình thủy phân, α -amylase và pullulanase làm giảm hàm lượng tinh bột và làm tăng hàm lượng protein, flavonoid. Đồng thời, quá trình thủy phân α -amylase đóng vai trò quan trọng trong việc cải thiện chất lượng hương vị của tam giác mạch tartary [14]. Kết quả đánh giá dịch giấm chín sau quá trình lên men lỏng khối ủ ẩm có độ dày khác nhau (bảng 4).

Bảng 4. Ảnh hưởng độ dày khối ủ trong giai đoạn lên men ẩm đến quá trình lên men rượu.

Chỉ tiêu	Độ dày khối ủ (cm)			
	6	9	12	15
Độ rượu của dịch giấm chín (% Vol.)	8,32±0,46	10,11±0,58	9,75±0,52	8,65±0,48
Hiệu suất lên men (%)	70,08±2,04	85,16±2,43	82,13±2,61	72,86±2,32

Quan sát sinh trưởng của nấm mốc trong quá trình lên men ẩm cho thấy, độ dày khối ủ 6 cm nấm mốc phát triển mạnh, tạo nhiều sinh khối do thoáng khí và sớm hình thành nhiều bào tử trên bề mặt, độ rượu tạo ra thấp chỉ đạt 8,32% Vol. khi kết thúc lên men lỏng. Khi độ dày của khối ủ 15 cm thì hiệu suất lên men tạo rượu trong quá trình lên men lỏng giảm, độ rượu đạt 8,65% Vol. Với độ dày khối ủ 9 cm

cho độ rượu tạo thành và hiệu suất lên men cao nhất, tương ứng đạt 10,11 và 85,16% Vol. sau giai đoạn lên men lỏng. Kết quả này hoàn toàn phù hợp với khi hoạt độ enzyme tạo thành trong khối ủ ẩm dày 9 cm đạt cao nhất. Vì vậy, chúng tôi đã lựa chọn độ dày khối ủ 9 cm cho những nghiên cứu tiếp theo.

3.3. Xác định các thông số công nghệ của giai đoạn lên men lỏng

3.3.1. Lựa chọn tỷ lệ nước/nguyên liệu

Để xác định lượng nước bổ sung thích hợp vào khối ủ sau lên men ẩm, chúng tôi tiến hành bố trí thí nghiệm như mô tả tại mục 2.3.3. Kết quả đánh giá dịch giấm chín sau quá trình lên men lỏng thu được ở bảng 5.

Bảng 5. Ảnh hưởng của tỷ lệ nước bổ sung vào khối ủ ẩm đến hiệu suất lên men rượu trong giai đoạn lên men lỏng.

Chỉ tiêu	Tỷ lệ nước/nguyên liệu (l/kg)			
	0,9	1,0	1,1	1,2
Độ rượu của dịch giấm chín (%Vol.)	10,51±0,51	10,35±0,48	10,3±0,40	9,42±0,38
Hiệu suất lên men (%)	73,77±2,15	80,72±2,68	88,36±3,13	88,16±3,46

Kết quả bảng 5 cho thấy, trong giai đoạn lên men lỏng nếu lượng nước bổ sung ít tuy độ rượu tạo ra lớn nhưng hiệu suất lên men thấp, trong khi tỷ lệ nước cao thì sẽ làm hiệu suất lên men tăng lên nhưng giảm độ rượu, điều này lại làm lãng phí nhiên liệu trong quá trình chưng cất. Do vậy, với nguyên liệu là hạt tam giác mạch, chúng tôi lựa chọn bổ sung 1,1 l nước/kg nguyên liệu là phù hợp, độ rượu trong dịch giấm chín thu được sau lên men vẫn đạt ở mức cao và hiệu suất lên men là cao nhất.

3.3.2. Nghiên cứu ảnh hưởng của $K_2S_2O_5$ đến giai đoạn lên men lỏng

SO_2 thường được sử dụng để ức chế các hoạt động của nhiều loại vi khuẩn trong dịch lên men ở quy mô lớn, tuy nhiên việc sử dụng SO_2 không phù hợp sẽ làm giảm hiệu suất lên men, giảm chất lượng sản phẩm [15]. Với các thử nghiệm quy mô phòng thí nghiệm trong nghiên cứu này gần như không có sự nhiễm vi sinh vật khác. Tuy nhiên, để có thể ứng dụng kết quả của nghiên cứu này vào sản xuất, chúng tôi bổ sung SO_2 dưới dạng muối $K_2S_2O_5$ vào môi trường lên men lỏng và đánh giá ảnh hưởng lên sự sinh trưởng của nấm men cũng như hiệu quả lên men nhằm lựa chọn được nồng độ $K_2S_2O_5$ phù hợp cho sản xuất rượu tam giác mạch.

Để chọn được nồng độ $K_2S_2O_5$ phù hợp trong lên men rượu tam giác, chúng tôi tiến hành thí nghiệm như mục 2.3.3, kết quả đánh giá dịch giấm chín với các nồng độ $K_2S_2O_5$ bổ sung khác nhau thu được như trong bảng 6.

Bảng 6. Ảnh hưởng của nồng độ $K_2S_2O_5$ đến động học giai đoạn lên men lỏng.

Thời gian lên men (ngày)	Mật độ tế bào nấm men (CFU/ml)				Độ rượu (%Vol.)			
	M1	M2	M3	M4	M1	M2	M3	M4
1	4,1x10 ⁷ ±0,16	4,2x10 ⁷ ±0,18	2,3x10 ⁶ ±0,09	2,5x10 ⁶ ±0,12	5,96±0,30	5,67±0,35	5,45±0,27	5,02±0,25
2	4,5x10 ⁷ ±0,18	2x10 ⁷ ±0,08	7,5x10 ⁶ ±0,23	5,5x10 ⁶ ±0,20	7,42±0,41	7,50±0,45	7,02±0,36	6,78±0,32
3	1,4x10 ⁸ ±0,06	1,6x10 ⁸ ±0,10	6,5x10 ⁷ ±0,19	4,5x10 ⁷ ±0,17	8,55±0,48	8,29±0,42	8,05±0,40	7,89±0,37
4	3x10 ⁸ ±0,13	3,4x10 ⁸ ±0,14	6,5x10 ⁷ ±0,21	4,5x10 ⁷ ±0,19	10,1±0,53	10,2±0,55	9,30±0,49	9,2±0,45
5	3,5x10 ⁸ ±0,14	3,6x10 ⁸ ±0,14	5,5x10 ⁷ ±0,19	4,5x10 ⁷ ±0,16	10,3±0,55	10,3±0,54	9,52±0,48	9,2±0,45

Kết quả thử nghiệm cho thấy, khi bổ sung $K_2S_2O_5$ ở nồng độ 75-100 mg/l mật độ tế bào nấm men trong quá trình lên men không bị ảnh hưởng, khi bổ sung với nồng độ trên 100 mg/l thì mật độ tế bào nấm men bị giảm đáng kể, đây chính là nguyên nhân dẫn tới độ rượu tạo thành cũng giảm chỉ còn 9,2-9,52% Vol. (so với 10,3% Vol. khi bổ sung 75-100 mg/l $K_2S_2O_5$). Kết quả này cũng phù hợp với công bố của N.M. Thuy và cs (2011) [10] khi sử dụng $K_2S_2O_5$ với nồng độ 100 mg/l để làm trong và ổn định sản phẩm rượu vang khóm, cũng như của các nghiên cứu khác khi sử dụng SO_2 từ $K_2S_2O_5$ với nồng độ tối đa không nên vượt quá 490 ppm [10, 16]. Do đó, để đảm bảo an toàn cho quá trình lên men rượu tam giác mạch, chúng tôi lựa chọn bổ sung $K_2S_2O_5$ trong giai đoạn lên men lỏng với nồng độ 100 mg/l.

Từ các kết quả thu được, chúng tôi lựa chọn các thông số công nghệ thích hợp để sản xuất rượu tam giác như bảng 7.

Bảng 7. Thông số công nghệ thích hợp trong sản xuất rượu tam giác mạch.

TT	Thông số kỹ thuật	Đơn vị tính	Giá trị
1	Tỷ lệ nước/nguyên liệu giai đoạn nấu chín	l/kg	1,2
2	Bánh men lá/nguyên liệu	g/kg	13
3	Độ dày khối ủ	cm	9
4	Tỷ lệ nước/nguyên liệu giai đoạn lên men lỏng	l/kg	1,1
5	$K_2S_2O_5$	mg/l	100
6	Nhiệt độ lên men ẩm	°C	30-35
7	Nhiệt độ lên men lỏng	°C	25
8	Thời gian lên men ẩm	giờ	48
9	Thời gian lên men lỏng	ngày	5

3.4. Thử nghiệm sản xuất rượu tam giác mạch quy mô phòng thí nghiệm

Tiến hành lên men thử nghiệm quy mô 10 kg nguyên liệu/mẻ với các điều kiện, thông số công nghệ trong bảng 7 để đánh giá tính ổn định và hiệu suất thu hồi, kết quả thu được ở bảng 8.

Bảng 8. Đánh giá tính ổn định của công nghệ sản xuất rượu tam giác mạch quy mô phòng thí nghiệm.

Chỉ tiêu	Mô					
	1	2	3	4	5	Trung bình
Độ rượu dịch lên men (%Vol.)	10,2	10,0	10,3	10,3	10,2	10,2±0,12
Nồng độ chất khô dịch lên men (°Bx)	6,6	6,7	6,5	6,5	6,6	6,58±0,08
Aldehyde(mg/l EtOH 100°) trong rượu sau chưng cất	41,3	42,2	40,1	38,8	40,6	40,6±1,28
Methanol (%v/v EtOH 100°) trong rượu sau chưng cất	KPH	KPH	KPH	KPH	KPH	KPH
Hiệu suất lên men (%)	88,02	87,03	88,35	88,27	88,16	87,97±0,54
Lượng rượu (35% Vol.) thu được sau chưng cất	6,0	5,90	6,05	6,04	6,03	6,0±0,06

Ghi chú: KPH: không phát hiện.

Kết quả bảng 8 cho thấy, với các thông số công nghệ thích hợp đã lựa chọn cho sản phẩm có chất lượng khá ổn định, độ rượu tạo ra khi kết thúc lên men đạt từ 10 đến 10,3% Vol. Từ 10 kg nguyên liệu thu được trung bình 6 l rượu tam giác mạch có độ rượu 35% Vol., đạt hiệu suất lên men trung bình xấp xỉ 88%. Sản phẩm rượu tam giác mạch sau chưng cất không chứa methanol, hàm lượng aldehyde trong khoảng từ 38,8 đến 42,2 mg/l, đạt yêu cầu về vệ sinh an toàn thực phẩm.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã lựa chọn được các thông số công nghệ thích hợp cho sản xuất rượu trắng từ hạt tam giác mạch thu hoạch tại Hà Giang: tỷ lệ nước/nguyên liệu giai đoạn nấu chín 1,2 l/kg nguyên liệu; tỷ lệ bánh men lá/nguyên liệu 13 g/kg; độ dày khối ủ 9 cm; tỷ lệ nước/nguyên liệu giai đoạn lên men lỏng 1,1 l/kg; bổ sung 100 mg/l $K_2S_2O_5$. Hiệu suất lên men đạt xấp xỉ 88% và lượng rượu thu hồi sau chưng cất (35% Vol.) đạt 0,6 l/kg nguyên liệu ở quy mô phòng thí nghiệm. Sản phẩm có chất lượng cảm quan đặc trưng và đạt tiêu chuẩn về vệ sinh an toàn thực phẩm.

LỜI CẢM ƠN

Nghiên cứu này được thực hiện trong khuôn khổ đề tài cấp quốc gia do Bộ Khoa học và Công nghệ cấp kinh phí: “Nghiên cứu giải pháp khoa học và công nghệ phát triển sản xuất và chế biến một số sản phẩm từ tam giác mạch tại tỉnh Hà Giang”, mã số ĐTĐL.CN-46/23. Nhóm tác giả xin trân trọng cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] S. Lugowoj, M. Balcerek, K.P. Przybylska (2020), “Buckwheat as an interesting raw material for agricultural distillate production”, *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, **70(2)**, pp.125-137, DOI: 10.31883/pjfn/113533.
- [2] P. Phouthaxay, I. Sitthivohane (2024), “Fermenting buckwheat seeds (*Fagopyrum esculentum*) with *Aspergillus* and subsequent amylase treatments enhance phenolic content and antioxidant activities”, *World Journal of Advanced Research and Reviews*, **22(2)**, pp.1080-1094, DOI: 10.30574/wjarr.2024.22.2.1452.

- [3] C.M. Haros, J.M. Sanz-Penella (2017), “Food uses of whole pseudocereals”, *Pseudocereals: Chemistry and Technology*, pp.163-192, DOI: 10.1002/9781118938256.ch8.
- [4] H. Sakaida, N. Nakahara, N. Watashi, et al. (2003), “Characteristic flavor of buckwheat shochu and comparison of volatile compounds from variety cereal shochu”, *Nippon Shokuhin Kagaku Kogaku Kaishi*, **50(12)**, pp.555-562, DOI: 10.3136/nskkk.50.555 (in Japanese).
- [5] K. Hayashi, Y. Kajiwara, T. Futagami, et al. (2021), “Making traditional Japanese distilled liquor, shochu and awamori, and the contribution of white and black koji fungi”, *Journal of Fungi*, **7(7)**, pp.517-526, DOI: 10.3390/jof7070517.
- [6] P. Wiśniewska, M. Śliwińska, T. Dymerski, et al. (2015), “The analysis of vodka: A review paper”, *Food Analytical Methods*, **8**, pp.2000-2010, DOI: 10.1007/s12161-015-0089-7.
- [7] G.I. Kvesitadze, M.S. Dvali (1982), “Immobilization of mold and bacterial amylases on silica carriers”, *Biotechnology and Bioengineering*, **24(8)**, pp.1765-1772, DOI: 10.1002/bit.260240804.
- [8] G.L. Miller (1959), “Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar”, *Analytical Chemistry*, **31(3)**, pp.426-428, DOI: 10.1021/ac60147a030.
- [9] L.T. Mai (2006), *Analytical Methods for Fermentation Technology Industry*, Science and Technics Publishing House, 336pp (in Vietnamese).
- [10] N.M. Thuy, N.P. Cuong, N.H. Phuoc, et al. (2011), “Clarification and stabilization of pineapple wine”, *Can Tho University Journal of Science*, **18b**, pp.73-82 (in Vietnamese).
- [11] N.V. Hue, N.D. Chung, T.T.P. Nga, et al. (2022), “Effect of addition rate of yeast strains NML04 and NML02 isolated from rice starter “Ba Nang” on fermentation ability and rice wine quality”, *Hue University Journal of Science: Agriculture and Rural Development*, **131(3A)**, pp.119-130, DOI: 10.26459/hueunijard.v131i3A.6331 (in Vietnamese).
- [12] L. Yang, Y. Zhou, J. Li, et al. (2021), “Effect of enzymes addition on the fermentation of Chinese rice wine using defined fungal starter”, *LWT*, **143**, DOI: 10.1016/j.lwt.2021.111101.
- [13] W. Guo, J. Yang, T. Huang, et al. (2021), “Synergistic effects of multiple enzymes from industrial *Aspergillus niger* strain O1 on starch saccharification”, *Biotechnology for Biofuels*, **14**, DOI: 10.1186/s13068-021-02074-x.
- [14] M. Li, J. Yang, L. Li, et al. (2023), “Effect of enzymatic hydrolysis on volatile flavor compounds of *Monascus*-fermented tartary buckwheat based on headspace gas chromatography-ion mobility spectrometry”, *Food Research International*, **163**, DOI: 10.1016/j.foodres.2022.112180.
- [15] C.X. Thuy, V.T. Pham, T.T.N.H. Nguyen, et al. (2024), “Effect of fermentation conditions (dilution ratio, medium pH, total soluble solids, and *Saccharomyces cerevisiae* yeast ratio) on the ability to ferment cider from tamarillo (*Solanum betaceum*) fruit”, *Journal of Food Processing and Preservation*, **2024(1)**, pp.1-17, DOI: 10.1155/2024/8841207.
- [16] N.V. Quyen, N.Q. Thao, N.T. Anh, et al. (2018), “The influence of some factors on the production of alcohol whisky by *Saccharomyces cerevisiae* MS42 from barley malt”, *Vietnam Journal of Biotechnology*, **16(3)**, pp.525-532, DOI: 10.15625/1811-4989/16/3/13475 (in Vietnamese).

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: khoahocvacongnghevietnam@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.
- Khí 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.

Phần 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 cuối phần ảnh 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 66 - Number 10DB - October 2024

Ứng dụng SLAM và tính toán song song GPU trên Jetson Orin cho ước lượng vị trí máy ảnh 3D thời gian thực.

Nguyễn Ngọc Tú, Trần Xuân Thịnh

Nghiên cứu, thiết kế hệ thống giám sát thời gian thực xe nâng hàng trong nhà máy sử dụng công nghệ bằng thông siêu rộng.

Nguyễn Quốc Hưng, Nguyễn Văn Dũng, Trần Hùng Mạnh, Nguyễn Hoàng Long, Trần Hà, Nguyễn Văn Dưa

Hệ thống tự động giám sát dòng rò trên thiết bị chống sét van.

Hoàng Ngọc Nhân, Đặng Quang Thạch, Lê Mạnh Hùng

Nghiên cứu ảnh hưởng của lớp Ti tới độ ổn định của cảm biến cộng hưởng plasmon bề mặt loại đo dòng cấu trúc ITO/aSi:H/Ti/Au.

Vũ Xuân Mạnh, Lê Hồng Minh, Lê Văn Bé, Nguyễn Huy Tiếp, Lê Việt Cường

Nghiên cứu kết hợp quá trình nitrat hóa bán phần - khử nitrat hóa bằng vật liệu sinh khối dạng hạt ứng dụng trong xử lý nước thải giàu amoni.

Nguyễn Văn Tuyền, Bùi Thị Thủy Ngân, Đoàn Văn Hương, Nguyễn Thị Mai Linh, Chu Xuân Quang

Xác định thành phần hóa học và bước đầu đánh giá hoạt tính kháng khuẩn của tinh dầu sả Java (*Cymbopogon winterianus* Jowitt.) ở huyện Tây Giang, tỉnh Quảng Nam.

Mã Thị Bích Thảo, Nguyễn Phương, Trần Hà, Nguyễn Thị Hồng, Bùi Bích Thùy, Hoàng Văn Tuấn, Trịnh Tất Cường, Phùng Phương Anh

Nghiên cứu phân lập và tuyển chọn các chủng vi sinh vật trong tương truyền thống Việt Nam có khả năng sinh amylase và protease cao.

Đông Thị Hoàng Anh, Đặng Thị Hoài Thương, Nguyễn Hồng Minh, Phan Diệp Tú, Nguyễn Minh Nam, Lê Thị Hoàng Yến

Phân lập và tuyển chọn các chủng xạ khuẩn *Streptomyces* có khả năng đối kháng vi khuẩn *Ralstonia pseudosolanacearum* T2C-Rasto gây bệnh héo xanh trên cây dưa leo.

Lê Thanh Bình, Trương Minh Ngọc, Võ Đình Quang, Phan Thị Phượng Trang

Phân lập và tuyển chọn một số chủng vi sinh có khả năng khử khí hydrogen sulfide từ phân chim Yến.

Nguyễn Bá Thọ, Đỗ Thị Mai Trinh, Nguyễn Thị Liên, Trương Minh Ngọc, Nguyễn Văn Vinh

Chế tạo laser quang sợi công suất cao - Báo cáo số 1: Nghiên cứu phát triển mạch điều khiển bơm laser diode công suất cao.

Ngô Hải Long, Lưu Hoàng Đạt, Đỗ Việt Hoàng, Lê Văn Bình, Cao Khắc Thiện, Hoàng Ngọc Nhân, Bành Quốc Tuấn

Đề xuất phương pháp sử dụng thị giác máy trong đánh giá độ chính xác của cánh tay robot IRB 4600 tại Viện Ứng dụng Công nghệ.

Nguyễn Quang Hải, Nguyễn Bá Thi, Giang Mạnh Khôi, Phạm Chí Hiếu

Khảo sát tính chất bề mặt lớp phủ TiN và CrN trên nền thép SKD61 thấm nitơ theo công nghệ xử lý bề mặt duplex.

Nguyễn Văn Thành, Nguyễn Thành Hợp, Đặng Thị Thu Hồng, Nguyễn Văn Tích, Lê Thị Giang

Nghiên cứu sự ảnh hưởng của hàm lượng và phương pháp xử lý sợi thủy tinh đến tính chất của hạt nhựa compound chế tạo từ nhựa polyethylen tỷ trọng cao tái chế gia cường sợi thủy tinh ngắn bằng phương pháp ép đùn hai trục vít.

Đặng Thảo Yến Linh, Nguyễn Tiến Đạt, Đoàn Hoàng Linh, Nguyễn Ngọc Diệp, Trương Thị Nguyệt Ánh, Chu Xuân Quang

Nghiên cứu công nghệ sản xuất rượu trắng từ hạt tam giác mạch thu hoạch tại Hà Giang.

Đặng Hồng Anh, Phạm Thị Thu, Nguyễn Thu Vân, Giang Thế Việt, Nguyễn Thị Thanh Mai, Trần Bảo Trâm

2 Real-time 3D camera pose estimation using SLAM and GPU parallel computing on Jetson Orin.

Ngoc Tu Nguyen, Xuan Thinh Tran

10 Research and design of a real-time forklift monitoring system in factories using ultra-wideband technology.

Quoc Hung Nguyen, Van Dung Nguyen, Hung Manh Tran, Hoang Long Nguyen, Ha Tran, Van Dua Nguyen

17 Automatic system for monitoring leakage current on valve surge arrester.

Ngoc Nhan Hoang, Quang Thach Dang, Manh Hung Le

22 Study on the effect of Ti layer on the stability of electrical measuring surface plasmon resonance sensors with ITO/aSi:H/Ti/Au structure.

Xuan Manh Vu, Hong Minh Le, Van Be Le, Huy Tiep Nguyen, Viet Cuong Le

28 Research on combining partial nitrification - denitrification process with granular biomass materials for application in ammonium-rich wastewater treatment.

Van Tuyen Nguyen, Thi Thuy Ngan Bui, Van Huong Doan, Thi Mai Linh Nguyen, Xuan Quang Chu

33 Determination of chemical composition and preliminary assessment of antibacterial activity of Java Citronella essential oil (*Cymbopogon winterianus* Jowitt.) in Tay Giang district, Quang Nam province.

Thi Bich Thao Ma, Phuong Nguyen, Ha Tran, Thi Hong Nguyen, Bich Thuy Bui, Van Tuan Hoang, Tat Cuong Trinh, Phuong Anh Phung

38 Study on isolation and selection of high amylase and protease microbes in traditional Vietnamese soy sauce.

Thi Hoang Anh Dong, Thi Hoai Thuong Dang, Hong Minh Nguyen, Diep Tu Phan, Minh Nam Nguyen, Thi Hoang Yen Le

42 Isolation and selection of *Streptomyces* strains with antagonistic activity against the *Ralstonia pseudosolanacearum* T2C-Rasto causing bacterial wilt disease in cucumber plants.

Thanh Binh Le, Minh Ngoc Trung, Dinh Quang Vo, Thi Phuong Trang Phan

49 Isolation and selection of certain strains of microorganisms capable of hydrogen sulfide gas reduction from Swiftlet droppings.

Ba Tho Nguyen, Thi Mai Trinh Do, Thi Lien Nguyen, Minh Ngoc Trung, Van Vinh Nguyen

53 High-power fibre laser fabrication - 1st report: Research and develop a driver board for high-power laser diode pump.

Hai Long Ngo, Hoang Dat Luu, Viet Hoang Do, Van Binh Le, Khắc Thiên Cao, Ngọc Nhân Hoàng, Quốc Tuấn Bành

59 Proposing a method of using computer vision to evaluate the accuracy of the IRB 4600 robot arm at the National Center for Technological Progress (Nacentech).

Quang Hai Nguyen, Ba Thi Nguyen, Manh Khoi Giang, Chi Hieu Pham

64 Investigation of surface properties of TiN and CrN coatings on nitrided SKD61 steel using duplex surface treatment technology.

Van Thanh Nguyen, Hop Thanh Nguyen, Thi Thu Hong Dang, Van Tich Nguyen, Thi Giang Le

69 Investigation of the effects of fibreglass content and treatment techniques on the properties of compound granules produced from recycled high-density polyethylene reinforced with short fibreglass via twin-screw extrusion.

Thao Yen Linh Dang, Tien Dat Nguyen, Hoang Linh Doan, Ngoc Diep Nguyen, Thi Nguyệt Anh Tuong, Xuan Quang Chu

75 Research on the technology for producing spirit from buckwheat grains harvested in Ha Giang province.

Hong Anh Dang, Thi Thu Pham, Thu Van Nguyen, The Viet Giang, Thi Thanh Mai Nguyen, Bao Tram Tran