ẢNH HƯỞNG CỦA DẦU GẠO ĐẾN MỘT SỐ TÍNH CHẤT CỦA MÀNG PECTIN/ ALGINATE/ DỊCH CHIẾT HOA ATISO

THE EFFECT OF RICE OIL ON THE PROPERTIES OF PECTIN/ ALGINATE/ HIBISCUS FLOWER FILMS

Ngô Thị Minh Phương[1*], Đoàn Thị Ngọc Quyên[2], Mạc Thị Hà Thanh[2]

[1]Trường Đại học Sư phạm Kỹ thuật - Đại học Đà Nẵng
[2]Trường Đại học Bách khoa - Đại học Đà Nẵng

*Tác giả liên hệ: ntmphuong@ute.udn.vn

(Nhận bài: 05/4/2021; Chấp nhận đăng: 01/7/2021)

Tóm tắt - Nghiên cứu này nhằm cải thiện một số tính chất của màng pectin/ alginate bằng cách bổ sung dịch chiết hoa atiso đỏ và dầu gạo. Lượng dịch chiết hoa atiso đỏ được bổ sung với hàm lượng cố định là 80mg/ml, lượng dầu gạo được bổ sung vào dung dịch pectin/ alginate với các hàm lượng khác nhau là: 0,2; 0,3; 0,4; 0,5% khối lượng dung dịch. Việc bổ sung dầu gạo vào dung dịch pectin/ alginate/ dịch chiết atiso làm giảm độ hòa tan từ 35,51% xuống 32,31% (mẫu chứa 0,5% dầu gạo), giảm độ thấm hơi nước từ 4,011 xuống 1,726 (kg.mm/m^2.s.Pa) và tăng khả năng kháng oxy hóa khi nồng độ IC_{50} giảm dần từ 38,5 mg/ml (mẫu không bổ sung dầu) đến 22,98 mg/ml (mẫu chứa 0,5% dầu gạo), thấp hơn so với mẫu vitamin C chuẩn (IC_{50} của vitamin C 0,0031 mg/ml). Kết quả đo SEM cũng cho thấy, các bề mặt của màng bổ sung 0,4% dầu cám gạo đồng nhất, cấu trúc màng đặc khít. Kết quả phân tích FTIR các mẫu tương đối giống nhau, cho thấy sự thống nhất về thành phần hóa học và sự tương tác giữa các hợp chất trong màng.

Từ khóa – Alginate; DPPH; dầu gạo; màng; pectin

Abstract - This study aims to develop the food-packaging properties of pectin/ alginate films by adding hibiscus extract and rice oil. The amount of hibiscus extract was added with a fixed of 80mg/ml, the amount of rice oil was added to pectin/ alginate solution with different concentrations: 0.2; 0.3; 0.4; 0.5% by volume of blended solution. Adding rice oil to pectin/ alginate/ hibiscus extract solution reduces solubility from 35,51% to 32.31% (samples containing 0.5% rice oil), water vapor permeability from 4.011 to 1.726 (kg.mm/m^2.s.Pa) and increased antioxidant properties when the concentration of IC50 gradually decreased from 38.5 mg/ml (without rice oil) to 22.98 mg/ml (0.5% rice oil), with the antioxidant properties lower than sample of vitamin C (0.0031 mg/ml). The scanning electron microscopes (SEM) images of the P/ AG with rice oil 0.4% films presented a smooth and uniform structure microstructure. The FTIR analysis confirmed that the reaction had occurred among pectin, alginate and incorporated rice oil with ratio of 0.4% rice oil.

Key words – Alginate; DPPH; rice oil; films; pectin

1. Đặt vấn đề

Vai trò chính của bao bì thực phẩm là để bảo vệ các sản phẩm thực phẩm bằng cách trì hoãn sự hư hỏng của thực phẩm [1]. Những loại vật liệu để sản xuất bao bì không thể tái sử dụng, không có khả năng phân hủy sinh học sẽ ảnh hưởng nghiêm trọng đến môi trường. Chúng là nguồn chính gây ra chất thải rắn và ô nhiễm môi trường [2]. Hơn nữa, với sự quan tâm ngày càng tăng nhanh chóng đối với việc sử dụng bao bì ăn được, nhằm kéo dài thời gian bảo quản và cải thiện những chỉ tiêu chất lượng của thực phẩm tươi sống bằng những tính chất rào cản của màng [3]. Màng ăn được ngày càng được sử dụng nhiều hơn trong việc bảo quản thực phẩm và phần lớn được sản xuất từ các nguồn polysaccharide không độc hại. Trong số các polysaccharide khác nhau, pectin và alginate có sức hấp dẫn đặc biệt do đặc tính tạo màng tốt, độ bền cơ học trung bình và tính chất ngăn khí độc đáo [4]. Việc bổ sung thêm dịch chiết hoa atiso đỏ và dầu gạo nhằm giúp tăng cường hoạt tính kháng oxy hóa của màng. Bên cạnh đó, việc bổ sung dầu gạo làm giảm độ hòa tan, cải thiện một số tính chất của màng. Vì những lý do này, dịch chiết hoa atiso đỏ và dầu gạo đã được nghiên cứu ứng dụng cho bao bì thực phẩm. Mục đích chính của nghiên cứu này là phát triển màng pectin/ alginate bằng cách bổ sung dịch chiết hoa atiso đỏ và dầu gạo các tỉ lệ khác nhau và đánh giá tính chất của chúng dựa trên các mối quan hệ thích hợp của màng.

2. Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1. Vật liệu và chuẩn bị mẫu

2.1.1. Nguyên liệu

Natri alginate (AG) từ rong nâu đã được mua từ Lianyungang Zhongda Seaweed Industrial Co. Ltd. (Trung Quốc). Glycerol và canxi clorua đã được mua từ Công ty TNHH Xilong, Trung Quốc. Bột pectin được mua từ công ty Cargill (Brazil) và được chiết xuất từ bã táo. Dịch chiết atiso đỏ được chuẩn bị bằng cách đun sôi 3 g cánh hoa atiso khô trong 3 phút với 300 ml nước, được lọc nhanh qua phễu Buchner, sau đó làm lạnh và giữ ở 4°C trước khi thử nghiệm. Hàm lượng anthocyanins trong hoa atiso đỏ (Hibiscus sabdariffa L.) được xác định theo phương pháp này là 2,5%. Anthocyanin tạo ra theo phương pháp này đạt 92% hiệu quả quét gốc DPPH ở nồng độ của 2,0 mg/mL [45]. Vậy muốn bổ sung 2 mg anthocyanin/ml dung dịch cần: 80 mg dung dịch chiết [5]. Dầu gạo Simply tại Việt Nam, nhãn hiệu Simply thuộc Tập đoàn Wilmar (Singapore).

Màng pectin/ alginate dùng tạo thành màng được pha trộn với 2% w/ v theo tỷ lệ pectin: alginate 1:1 w/w. Lượng canxi clorua dạng bột được sử dụng là 0,01 g/g polyme và glycerol làm chất hóa dẻo với lượng là 50% (% w/w polyme) [4]. Và cả hai đều được pha trộn thành màng pectin/ alginate, tiến hành pha ở bếp cách thủy 60°C. Lượng dịch chiết hoa atiso đỏ thêm vào là 80 mg/ml, lượng

[1] The University of Danang - The University of Technology and Education (Thi Minh Phuong Ngo)
[2] The Univeristy of Danang - Univeristy of Science and Technology (Doan Thi Ngoc Quyen, Thanh Ha Thi Mac)

dầu gạo thêm vào dung dịch pectin/ alginate ở các nồng độ 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 phần trăm khối lượng dung dịch polyme pha trộn. Hỗn hợp được đồng nhất bằng cách khuấy đều, sau đó hỗn hợp được lưu trữ ở 4°C để khử khí. Để kiểm soát độ dày của màng, khối lượng của mỗi màng dung dịch đổ vào khuôn 15cm x 15cm là 70g, được đặt trên mặt bằng phẳng. Màng được sấy khô ở 25°C và ở mức 52 ± 1% độ ẩm tương đối (RH) trong 24 giờ bằng cách sử dụng quạt. Màng đã được làm khô được lấy ra khỏi khuôn và nhúng vào dung dịch $CaCl_2$ 5% trong 20 phút để tạo liên kết chéo. Màng được sấy khô ở 40°C trong hai giờ trong tủ sấy (UFE 500, Memmert). Màng được lưu trữ ở 52 ± 1% RH và 25 ± 1°C trong 5 ngày trước khi thử nghiệm [4].

2.2. Phương pháp nghiên cứu

2.2.1. Xác định tính chất cơ lý của màng

Độ bền kéo (TS) và độ dãn dài (E) được xác định theo tiêu chuẩn ASTM, phương pháp D882 (1995b) [6].

2.2.2. Độ trong suốt và độ truyền ánh sáng của màng

Mỗi mẫu được cắt thành một miếng hình chữ nhật và trực tiếp được gắn giữa từ trường của máy quang phổ. Tính trong suốt và truyền ánh sáng của màng đã được đo ở bước sóng đã chọn giữa 320 và 800 nm sử dụng máy quang phổ UV-Vis (Model 8451A, HewlettPackard Công ty Santa Clara, CA, Hoa Kỳ). Độ trong suốt đã được tính toán với công thức:

$$\text{Độ trong suốt} = -\log\frac{T_{600}}{x}, \text{ l/mm} \quad (1)$$

Trong đó, T_{600} là độ truyền phân đoạn ở 600 nm; x là độ dày (mm).

2.2.3. Độ dày

Độ dày màng được kiểm soát bằng cách đổ một khối lượng không đổi (70 g) dung dịch tạo màng vào khuôn nhựa 15x15cm. Độ dày trung bình của màng ở 10 vị trí ngẫu nhiên được lấy làm độ dày trung bình của màng. Độ dày của màng được đo bằng thước đo độ dày mặt số Mitutoyo (Mẫu PCM 137, Số 2046S, Nhật Bản) với độ chính xác 0,01 mm tại 10 vị trí ngẫu nhiên của màng. Độ lệch chuẩn trung bình là khoảng 5% chiều dày trung bình.

2.2.4. Độ trương nở của màng

Để đo độ trương trong nước, các mẫu màng được cắt thành các mẫu đo có cùng kích thước (3 cm x 3 cm). Các mẫu đo được ngâm trong 30ml nước cất ở nhiệt độ phòng và được tiến hành đo khối lượng sau 60 phút. Độ trương nở được tính theo công thức:

$$W_A(t) = \frac{(W_t - W_o)\times 100\%}{W_o} \quad (2)$$

Trong đó, W_A (t) là độ hấp thụ nước tại thời điểm nhất định t (g); W_o là khối lượng ban đầu của mẫu (g); W_t là khối lượng của mẫu được đo tại thời điểm t (g).

2.2.5. Độ hòa tan của màng

Màng được cắt thành các miếng hình vuông 1cm x 1cm và được làm khô đến khối lượng không đổi trong tủ sấy ở 60°C trong 24 giờ để có được khối lượng ban đầu (W_d). Mỗi màng sau đó được đặt trong một cái cốc chứa 20ml nước cất trong 24 giờ, lắc nhẹ và nhiệt độ được kiểm soát ở 25°C. Sau đó, màng được sấy khô đến khối lượng không đổi trong cùng điều kiện để thu được khối lượng của màng sau khi ngâm nước (W_s). Các thử nghiệm được thực hiện trong ba lần, độ hòa tan của màng được tính toán bằng cách sử dụng công thức sau: [4]

$$\%\ \text{độ hòa tan} = \frac{(W_d - W_s)\times 100\%}{W_d} \quad (3)$$

2.2.6. Độ thấm hơi nước (WVP)

WVP của màng là đo trọng lượng ở 25 ± 1 °C theo ASTM E96-00 (ASTM, 2000). Các mẫu màng với khoảng cách đường kính khoảng 8 cm được gắn trên nhôm cốc chứa 10g silicagel. Dùng paraffin đã cố định mẫu trên miệng cốc nhôm [7]. Các cốc kín sau đó được cân và giữ trong bình hút ẩm với dung dịch bão hòa muối Mg $(NO_3)_2$ với độ ẩm 50 ± 1% RH ở 25 ± 1°C trong suốt quá trình thí nghiệm. Độ tăng trọng lượng của cốc nhôm được phủ bằng màng được ghi lại sau mỗi 10 giờ trong 5 ngày [8]. Tiến hành đo 3 lần cho môi mẫu. WVP và WVTR được tính toán bằng cách sử dụng

$$W_{VP} = \frac{\omega\times x}{(t\times A\times P_o\times(RH_1 - RH_2)} \ (kg.m.Pa.m^{-2}.s) \quad (4)$$

$$W_{VTR} = \frac{\omega}{t\times A} \ (kg/m^2.\ s) \quad (5)$$

Trong đó, WVTR là tốc độ thấm hơi nước, ω/t là tốc độ thấm (g/ngày) đã được tính toán bằng hồi quy tuyến tính của mức tăng khối lượng so với thời gian ($R^2 > 0,99$), x là độ dày trung bình của màng (mm), A là diện tích thấm, P_o là áp suất hơi nước từng phần ở nhiệt độ thử nghiệm (3159 kPa ở 25°C), và (RH_1 - RH_2) là độ lệch độ ẩm tương đối giữa hai mặt của màng [9].

2.2.7. Kiểm tra cấu trúc màng bằng kính hiển vi điện tử (SEM)

Kiểm tra cấu trúc của màng bằng kính hiển vi điện tử quét SEM: Sử dụng thiết bị JEOL, JSM-5910LV, Tokyo, Nhật Bản tại Phòng thí nghiệm hóa dầu của Trường Đại học Bách khoa – Đại học Đà Nẵng. Chuẩn bị mẫu bằng cách nhúng mẫu vào dung dịch nitơ lỏng, sau đó phủ platin lên bề mặt trong điều kiện chân không. Cấu trúc bề mặt màng được quan sát ở độ phóng đại 1000 lần.

2.2.8. Quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR)

Mẫu được đưa đi phân tích phổ hồng ngoại để xác định số sóng hấp thụ, cường độ hấp thụ.

Thiết bị sử dụng là Nicolet TM iS TM 10 FTIR Spectrometer tại Phòng thí nghiệm hóa dầu của Trường Đại học Bách khoa – Đại học Đà Nẵng.

2.2.9. Đánh giá hoạt tính kháng oxy hóa bằng phương pháp DPPH

Phương pháp này xác định hoạt độ của các chất chống oxy hóa của các loại thực phẩm bằng phản ứng với DPPH gốc bền. Các gốc DPPH tự do có độ hấp thụ cực đại mạnh tại bước sóng 517 nm. Quá trình chuyển màu tím sang vàng tương ứng với độ hấp thụ mol phân tử gốc DPPH tại bước sóng 517 nm, khi electron tự do của gốc DPPH bắt cặp với một electron từ chất chống oxy hóa và một nguyên tử hydro (tương đương hydrua) để tạo thành DPPH-H khử.

Tiến hành pha mẫu: Cân 700 mg mẫu hòa trong 10 mL

methanol được dung dịch có nồng độ 70 mg/mL, tiếp tục pha loãng để được các nồng độ 70; 35;17,5; 8,75; 4,375mg/mL. Dùng pipet hút 2ml dung dịch mẫu cho vào ống nghiệm cùng với 2ml dung dịch DPPH, ủ trong tối 30 phút, đo bằng máy đo quang phổ UV- VIS ở bước sóng 517nm. Phần trăm ức chế gốc DPPH được tính theo công thức:

$$\%IC = \frac{OD_c - OD_m}{OD_c} \quad (6)$$

Trong đó, OD_c là giá trị mật độ quang của dung môi hòa tan mẫu và DPPH; OD_m là giá trị mật độ quang của mẫu và DPPH.

Để đánh giá hoạt tính kháng oxy hóa của các mẫu, thí nghiệm tiến hành so sánh với đối chứng vitamin C là một chất chống oxy hóa rất mạnh. Cách pha: Cân 0,01 g vitamin C hòa trong 10 mL ethanol 60% được dung dịch có nồng độ 1 mg/mL. Hút 1 mL dung dịch này pha loãng trong 99 mL ethanol 60% được dung dịch có nồng độ 10 µg/mL sử dụng làm dung dịch gốc. Tiếp tục pha loãng để được các nồng độ 0,01; 0,005; 0,0025; 0,00125; 0,001 mg/mL. Ủ mẫu sau khi pha trong bóng tối 30 phút rồi tiến hành đo quang phổ ở bước sóng 517 nm.

2.2.10. Phương pháp xử lý số liệu

Các số liệu thí nghiệm được xử lý bằng phần mềm Microsoft Excel 2010 và phần mềm thống kê Minitab 18, SPPS. Kết quả phân tích ANOVA với độ tin cậy 95%, so sánh sự khác biệt có ý nghĩa của các số liệu biểu diễn giá trị trung bình.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả độ dày và tính chất cơ học của màng

Bảng 1. *Kết quả đo độ dày, độ bền kéo, độ giãn dài của màng pectin/ alginate/ hoa atiso với các hàm lượng dầu gạo khác nhau*

Mẫu	Độ dày (µm)	Độ bền kéo (MPa)	Độ giãn dài (%)
0	45,2±0,9^a	20,314±0,88^a	1,032±0,049^d
0,2	67,4±2,3^b	19,188±1,6^{ab}	1,594±0,042^c
0,3	78,8±2,4^c	17,988±0,98^{bc}	2,068±0,13^b
0,4	83,5±2,5^d	16,928±1,94^c	2,56±0,04^a
0,5	88,4±5,3^e	14,186±0,58^d	2,682±0,15^a

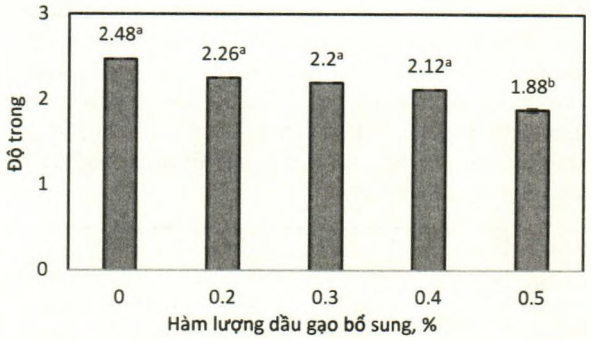
Trong đó, a, b, c, d, e là những chữ cái giống nhau trong cùng một cột thể hiện sự khác nhau có ý nghĩa ($p < 0,05$), với số liệu lặp 3 lần mean ± SD.

Đối với một vật liệu làm màng bao thực phẩm thì tính chất cơ học là một trong những tính chất quan trọng vì nó làm nhiệm vụ bảo vệ và bảo quản nguyên vẹn tính chất của thực phẩm bên trong, do đó cần xác định độ bền kéo và độ giãn dài của màng. Kết quả đo độ bền cơ học của các màng được thể hiện qua độ bền kéo đứt (TS), độ giãn dài (E) và kết quả đo độ dày của các màng được thể hiện ở Bảng 1.

Độ dày của màng được kiểm soát bằng cách cố định khối lượng (70g) của mỗi màng và đổ vào khuôn 15x15 cm và đặt ở mặt phăng. Kết quả ở Bảng 1 ta thấy, độ dày của màng tăng từ 45,2 µm đến 88,4 µm, việc bổ sung dịch chiết hoa atiso đỏ và dầu gạo đã làm tăng độ dày của màng. Khi tăng khối lượng dầu trong hỗn hợp màng thì khối lượng chất khô tăng, do đó khi được sấy tách nước thì lượng chất khô còn lại làm cho màng có độ dày hơn.

Độ bền kéo của màng pectin/ alginate có bổ sung dầu gạo và dịch chiết atiso đỏ cao hơn khi so sánh với kết quả màng từ whey protein ở các nồng độ dầu cám gạo khác nhau của Hassani và cộng sự là 5,19 đến 10,52 MPa [5]. Khi hàm lượng dầu gạo bổ sung vào màng pectin/ alginate càng tăng thì độ bền kéo của màng giảm và độ giãn dài của màng càng tăng. Màng có bổ sung 0,4% dầu gạo đạt được kết quả tốt vì đã làm tăng độ giãn dài của màng cao nhất và làm giảm độ bền kéo ít hơn so với màng bổ sung 0,5% dầu gạo. Kết quả về độ giãn dài cho thấy, lipid hoạt động như một chất hóa dẻo rõ ràng bằng cách hỗ trợ làm giảm đặc tính đứt gãy của màng.

3.2. Độ trong suốt và độ truyền ánh sáng của màng



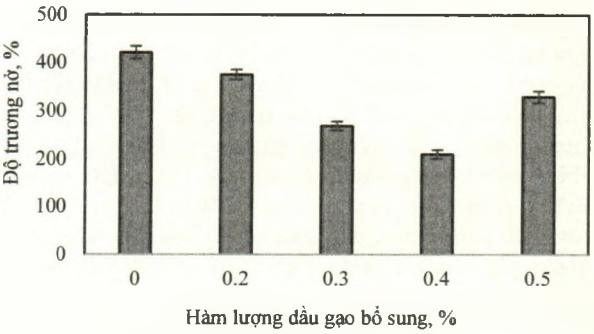
Hình 1. *Độ trong suốt của màng pectin/ alginate, dịch chiết hoa atiso đỏ với các hàm lượng dầu gạo khác nhau*

a, b là những chữ cái trong cùng một cột thể hiện sự có ý nghĩa ($p < 0,05$).

Kết quả ở Hình 1 cho thấy khi bổ sung dịch chiết atiso đỏ làm cho màng có màu đỏ nhạt, mờ hơn so với mẫu màng pectin/ alginate nhưng khác nhau không đáng kể (mẫu pectin/ alginate có độ trong là 2,53 theo kết quả nghiên cứu trước của tác giả Ngô Thị Minh Phương và cộng sự [4]). Khi hàm lượng dầu gạo bổ sung tăng từ 0 đến 0,4% thì độ trong không thay đổi, khi nồng độ dầu gạo tăng đến 0,5% thì độ trong của màng giảm.

3.3. Độ trương nở của màng

Kết quả đo độ trương nở của các màng được thể hiện ở Hình 2. Tất cả các mẫu màng đều bị trương nở khi được đặt trong nước vì bản chất của pectin và alginate đều là những chất hút ẩm. Pectin có các nhóm ưa nước (carboxyl, hydroxyl), alginate ở dạng muối tan trong nước, có tính chất hút nước trương nở khi ngâm trong nước, do đó khi tiếp xúc với nước màng sẽ hút nước và trương nở.

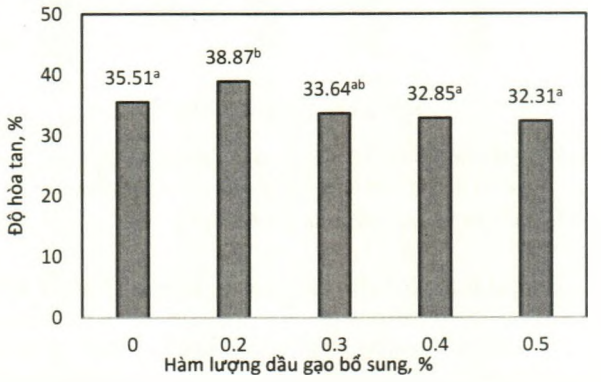


Hình 2. *Kết quả đo độ trương nở*

Khi các màng được bổ sung dầu gạo với hàm lượng từ 0,2% đến 0,4% thì độ trương nở của các màng giảm dần nhưng khi màng được bổ sung dầu gạo với hàm lượng 0,5% thì độ trương nở của màng cao hơn so với độ trương nở của màng bổ sung 0,4% dầu gạo. Điều này có thể được giải thích do dầu gạo có tính kị nước do đó đã làm giảm khả năng hấp thụ nước của màng. Tuy nhiên, khi hàm lượng dầu bổ sung 0,5%, hàm lượng này lớn hơn mức cần thiết nên đã ảnh hưởng đến cấu trúc màng, làm tăng khả năng tiếp xúc giữa các nhóm chức ưa nước của pectin và alginate với nước, kết quả làm tăng độ trương nở của màng.

3.4. Độ hòa tan

Kết quả độ hòa tan ở Hình 3 cho thấy, độ hòa tan của mẫu không bổ sung dịch chiết atiso và dầu gạo là 35,51%, thấp hơn so với mẫu bổ sung dầu gạo với hàm lượng 0,2% là 38,78%. Điều này cho thấy, khi bổ sung dịch chiết hoa atiso đỏ làm cho màng có độ hòa tan trong nước cao hơn so với màng pectin/ alginate (độ hòa tan của màng pectin/ alginate là 30,38% [4]) do trong dịch chiết hoa atiso có lượng lớn anthocyanin, chất này tan tốt trong nước và khả năng khuếch tán rất cao.



Hình 3. *Độ hòa tan của các màng pectin/ alginate/ dịch chiết hoa atiso có bổ sung dầu gạo với các hàm lượng khác nhau*

Tuy nhiên, việc bổ sung lượng dầu gạo từ 0,3% đến 0,5% làm cho độ hòa tan của các mẫu giảm đáng kể, việc bổ sung dầu gạo trong cấu trúc của màng giúp hạn chế quá trình hidrat hóa của pectin và alginate vì bản chất của dầu là kị nước [10]. Khi bổ sung với lượng 0,4% đến 0,5% thì độ hòa tan giảm không đáng kể (từ 32,85 giảm xuống 32,21%). Vì lượng dầu phân bố một lượng dư trong màng làm cho liên kết giữa các phân tử pectin và alginate gián đoạn, kém bền. Do đó, mẫu màng có bổ sung 0,4% dầu gạo có độ hòa tan tối phù hợp để ứng dụng trong lĩnh vực bảo quản thực phẩm.

Kết quả độ hòa tan các mẫu được bổ sung dầu gạo giảm từ 38,78% xuống 32,31%, thấp hơn độ hòa tan của màng pectin/ chitosan là 65,8% (tỉ tệ pectin:chitosan 75:25) và 51,64% (tỉ tệ pectin:chitosan 25:75 [11]) và thấp hơn màng chỉ có pectin/ alginate (32,88 đến 51,98%, nghiên cứu của Fernanda L. Seixas, [12]). Kết quả này cho thấy, khi màng pectin/ alginate theo tỉ lệ 1:1 được bổ sung dịch chiết atiso, dầu gạo có độ hòa tan thấp hơn so với màng pectin/ chitosan, điều này chứng tỏ việc bổ sung dầu gạo đã giúp cải thiện độ hòa tan của màng pectin/ alginate/ dịch chiết hoa atiso. Độ hòa tan của màng có bổ sung 0,5% dầu gạo không có sự khác biệt so với mẫu có bổ sung 0,4%. Do đó, độ hòa tan của mẫu có bổ sung 0,4% dầu gạo được xem là tốt nhất.

3.5. Độ thấm hơi nước của màng

Bảng 2. *WVP và WVTR của màng pectin/ alginate/ dịch chiết hoa atiso với các hàm lượng dầu gạo khác nhau*

Hàm lượng dầu gạo (g dầu/ 100g dung dịch polyme)	WVRT (kg/m². s)	WVP (kg.mm/m². s. Pa)
0	11,443 ± 0,975^{a}	4,011 ± 0,038^{a}
0,2	9,354 ± 0,4125^{b}	2,192 ± 0,019^{b}
0,3	7,177 ± 0,322^{b}	1,893 ± 0,017^{c}
0,4	5,723 ± 0,316^{c}	1,771± 0,013^{cd}
0,5	4,954 ± 0,236^{c}	1,726 ± 0,015^{d}

Các chữ cái trong một cột biểu thị sự khác biệt ý nghĩa ở P <0,05

Hàm lượng dầu gạo được bổ sung với các tỉ lệ khác nhau làm cho màng có khả năng thấm hơi nước và tốc độ truyền hơi nước tỉ lệ nghịch với hàm lượng dầu gạo được bổ sung. Màng có bổ sung 0,4% dầu gạo có độ thấm hơi nước và độ truyền hơi nước thấp, không khác so với mẫu bổ sung 0,5% dầu gạo. Điều này cho thấy màng bổ sung 0,4% dầu gạo đạt độ thấm hơi nước và độ truyền hơi nước tối ưu. Điều này có thể giải thích rằng, với hàm lượng 0,4% dầu gạo thì chúng phân tán đều trong mạng lưới màng, nếu tăng hàm lượng dầu gạo lên 0,5% thì nhiều hơn so với mức cần thiết nên không cải thiện thêm tính chất làm rào cản hơi nước của màng.

3.6. Đánh giá hoạt tính kháng oxy hóa bằng phương pháp DPPH

Kết quả đánh giá hoạt tính kháng oxy hóa của các màng được biểu diễn ở Bảng 3.

Bảng 3. *Kết quả IC_{50} của các màng với hàm lượng dầu gạo khác nhau*

Hàm lượng dầu, %	IC_{50} (mg/ml)	Phương trình	R^2
0	38,5	y = 23,53ln(x)-35,901	0,9921
0,2	35,56	y = 22,707ln(x)-31,564	0,9929
0,3	28,62	y = 27,415ln(x)-41,95	0,9902
0,4	23,99	y = 30,099ln(x)-45,643	0,9913
0,5	22,98	y = 29,322ln(x)-41,915	0,9918

Từ giá trị thực nghiệm đã xây dựng các phương trình hồi quy biểu diễn mối quan hệ giữa hàm lượng dầu gạo bổ sung với khả năng quét gốc tự do DDPH như Bảng 4. Các phương trình hồi quy đều có hệ số tương quan cao, R^2 dao động từ 0,9902 đến 0,9929, điều này chứng tỏ có hơn 99% số liệu thực nghiệm có thể tính được bằng phương trình hồi quy.

Các giá trị IC_{50} được tính từ các phương trình Bảng 4 giúp so sánh khả năng kháng oxy hóa của các mẫu, với giá trị IC_{50} càng nhỏ thì khả năng kháng oxy hóa của mẫu đó càng cao. Giá trị IC_{50} của các mẫu màng không bổ sung dầu, mẫu bổ sung dầu gạo với lượng 0,2%; 0,3%; 0,4%; 0,5% lần lượt 38,5; 35,56; 28,62; 23,99; 22,98 mg/ml. Kết quả trên cho thấy, những mẫu có nồng độ dầu càng lớn thì hoạt độ kháng oxy hóa càng cao, điều này đúng với lý thuyết. Mẫu có khả năng kháng oxy hóa cao nhất

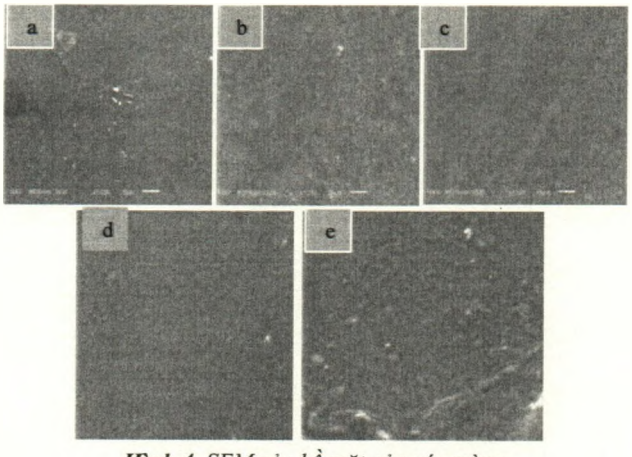
là mẫu có hàm lượng dầu gạo bổ sung là 0,5% (IC_{50}=22,98 mg/mL) thấp hơn so với mẫu vitamin C chuẩn (vitamin C có IC_{50} = 0,0031 mg/ml); dịch chiết curcumin có IC_{50} = 0,34 mg/ml [15].

Hoạt độ kháng oxy hóa của màng chủ yếu do hàm lượng anthocyanin trong màng, anthocyanin những chất chống oxy hóa hiệu quả trong việc loại bỏ các gốc tự do. Bên cạnh đó, trong dầu cám gạo có nhiều những thành phần như γ-oryzanol 81 mg/ml dầu gạo; δ-tocotrienol 3,14 mg/ml dầu gạo; γ-tocotrienol 10,26 mg/ml dầu gạo; β-tocotrienol 0,37 mg/ml dầu gạo; α-tocotrienol 1,59 mg/ml dầu gạo; δ-tocopherol 2,40 mg/ml dầu gạo; γ-tocopherol 30,47 mg/ml dầu gạo; α-tocopherol 15,65 mg/ml dầu gạo, đây là những chất có khả năng kháng oxy hóa [16].

3.7. Đặc tính bề mặt màng qua kính hiển vi điện tử quét (SEM)

Sau khi xác định các tính chất của các màng, tiến hành kiểm tra hình thái học của bề mặt các màng bằng kính hiển vi điện tử quét SEM.

Kết quả đo SEM ở Hình 4 cho thấy, bề mặt của các màng đều đồng nhất, cấu trúc màng đặc khít. Điều này chứng tỏ pectin và alginate tương tác tốt ở tỉ lệ 50:50 và khả năng tạo liên kết ngang của ion Ca^{2+} giúp cho màng có cấu trúc chặt chẽ. Khi bổ sung dầu gạo vào màng với các hàm lượng khác nhau thì bề mặt của các màng có cấu trúc khác nhau. Khi hàm lượng dầu gạo được bổ sung với tỉ lệ từ 0,2% đến 0,4% thì bề mặt của các màng đều đồng nhất. Tuy nhiên, khi hàm lượng dầu gạo được bổ sung với hàm lượng 0,5% thì bề mặt màng nhiều vết nứt, bề mặt sần và liên kết không bền chặt, đây là dấu hiệu cho thấy hàm lượng dầu nhiều làm gián đoạn các liên kết trong mạng lưới pectin-alginate.

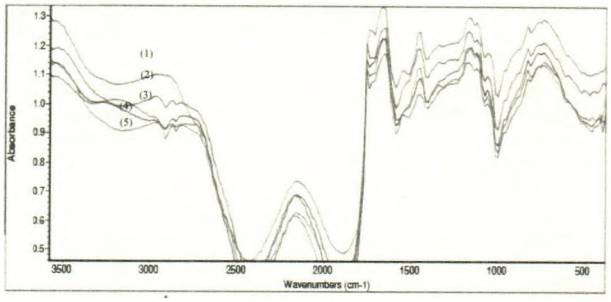


Hình 4. *SEM của bề mặt của các màng*

a) mẫu màng bổ sung dịch chiết atiso, không dầu gạo; b) màng được bổ sung dịch chiết hoa atiso và 0,2% dầu gạo; c) màng được bổ sung dịch chiết hoa atiso và 0,3% dầu gạo; d) màng được bổ sung dịch chiết hoa atiso và 0,4% dầu gạo; e) màng được bổ sung dịch chiết hoa atiso và 0,5% dầu gạo

3.8. Phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FTIR) của các màng

Kết quả phân tích phổ FTIR của các màng cho thấy, các mẫu màng đều hấp thụ ở một số peak chính giống nhau, điều này khẳng định sự đồng nhất của quá trình chuẩn bị màng. Sự khác biệt chính giữa các phổ FTIR của các màng là sự thay đổi độ hấp thụ ở các nhóm chức OH tại bước sóng 3500 cm^{-1}, nhóm COOH tại bước sóng 1700 đến 1600 cm^{-1}. Cụ thể, khi bổ sung hàm lượng dầu gạo bổ sung vào các mẫu màng bổ sung dầu gạo với hàm lượng có độ hấp thụ giảm dần do có bổ sung dầu nên các nhóm ưa nước này bị che khuất, không thể hiện rõ. Ngoài ra, các màng có bổ sung dầu gạo có xuất hiện peak ở bước sóng 2800-2900 cm^{-1}, đây là đỉnh hấp thụ của các nhóm chức đặc trưng của dầu gạo. Kết quả này một lần nữa khẳng định rằng, dầu gạo có tác dụng cải thiện tính chất hydrat hóa của màng pectin/ alginate theo hướng có lợi trong việc ứng dụng màng trong lĩnh vực bảo quản thực phẩm.



Hình 5. *Phổ FTIR của các màng*

(1) mẫu màng không dầu gạo; (2) màng được bổ sung 0,2% dầu gạo; (3) màng được bổ sung 0,3% dầu gạo; (4) màng được bổ 0,4% dầu gạo; (5) màng được bổ sung 0,5% dầu gạo

4. Kết luận

Kết quả nghiên cứu này cho thấy việc bổ sung dầu gạo vào màng pectin/ alginate/ dịch chiết hoa atiso đã giúp làm giảm độ hòa tan, độ trương nở, độ hấp thụ hơi nước của màng mà vẫn giữ được độ bền ở mức độ phù hợp trong việc ứng dụng làm bao bì hoặc làm màng phủ bảo quản thực phẩm. Bên cạnh đó, việc bổ sung dầu gạo đã làm tăng khả năng kháng oxy hóa của màng, đây là một đặc tính cần thiết của màng ứng dụng bảo quản thực phẩm dễ bị oxy hóa. Trong các hàm lượng dầu gạo đã khảo sát thì hàm lượng 0,4% là phù hợp nhất vì đảm bảo được độ bền cơ học, tăng độ kháng oxy hóa tốt và cải thiện tốt các tính chất hydrat của màng. Các kết quả nghiên cứu trên đây cho thấy màng pectin/ alginate/ dịch chiết hoa atiso có bổ sung 0,4% dầu gạo có thể được ứng dụng làm màng kháng oxy hóa để bảo quản thực phẩm.

Lời ghi nhận: Nghiên cứu này được tài trợ bởi Quỹ Phát triển Khoa học và Công nghệ - Đại học Đà Nẵng trong đề tài có mã số B2019-DN01-21-HT.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] K. Marsh and B. Bugusu, "Food packaging - Roles, materials, and environmental issues: Scientific status summary", *J. Food Sci.*, vol. 72, no. 3, 2007, doi: 10.1111/j.1750-3841.2007.00301.x.

[2] T. S. Parreidt, K. Müller, and M. Schmid, "Alginate-based edible films and coatings for food packaging applications", *Foods*, vol. 7, no. 10, pp. 1–38, 2018, doi: 10.3390/foods7100170.

[3] T. Diab, C. G. Biliaderis, D. Gerasopoulos, and E. Sfakiotakis, "Physicochemical properties and application of pullulan edible films and coatings in fruit preservation", *J. Sci. Food Agric.*, vol. 81, no. 10, pp. 988–1000, 2001, doi: 10.1002/jsfa.883.

[4] T. M. P. Ngo, T. M. Q. Dang, T. X. Tran, and P. Rachtanapun, "Effects of Zinc Oxide Nanoparticles on the Properties of Pectin/ Alginate Edible Films", *Int. J. Polym. Sci.*, vol. 2018, 2018, doi: 10.1155/2018/5645797.

[5] P. J. Tsai, J. McIntosh, P. Pearce, B. Camden, and B. R. Jordan, "Anthocyanin and antioxidant capacity in Roselle (Hibiscus sabdariffa L.) extract", *Food Res. Int.*, vol. 35, no. 4, pp. 351–356, 2002, doi: 10.1016/S0963-9969(01)00129-6.

[6] A. C. K. Bierhalz, M. A. Da Silva, and T. G. Kieckbusch, "Natamycin release from alginate/ pectin films for food packaging applications", *J. Food Eng.*, vol. 110, no. 1, pp. 18–25, 2012, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2011.12.016.

[7] Z. Yang, H. Peng, W. Wang, and T. Liu, "Crystallization behavior of poly(ε-caprolactone)/ layered double hydroxide nanocomposites", *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 116, no. 5, pp. 2658–2667, 2010, doi: 10.1002/ app.

[8] K. N. Turhan and F. Şahbaz, "Water vapor permeability, tensile properties and solubility of methylcellulose-based edible films", *J. Food Eng.*, vol. 61, no. 3, pp. 459–466, 2004, doi: 10.1016/S0260-8774(03)00155-9.

[9] C. M. Bitencourt, C. S. Favaro-Trindade, P. J. A. Sobral, and R. A. Carvalho, "Gelatin-based films additivated with curcuma ethanol extract: Antioxidant activity and physical properties of films", *Food Hydrocoll.*, vol. 40, pp. 145–152, 2014, doi: 10.1016/j.foodhyd.2014.02.014.

[10] G. Van De Walle, "9 Surprising Benefits of Rice Bran Oil" https://www.healthline.com/nutrition/rice-bran-oil#_noHeader PrefixedContent ngày truy cập 16/11/2020", *Healthline*. pp. 1–14, 2019.

[11] T. M. P. Ngo, T. H. Nguyen, T. M. Q. Dang, T. X. Tran, and P. Rachtanapun, "Characteristics and antimicrobial properties of active edible films based on pectin and nanochitosan", *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 21, no. 6, 2020, doi: 10.3390/ijms21062224.

[12] B. A. Harper, S. Barbut, A. Smith, and M. F. Marcone, "Mechanical and Microstructural Properties of 'Wet' Alginate and Composite Films Containing Various Carbohydrates", *J. Food Sci.*, vol. 80, no. 1, pp. E84–E92, 2015, doi: 10.1111/1750-3841.12716.

[13] F. L. Seixas, F. R. B. Turbiani, P. G. Salomão, R. P. Souza, and M. L. Gimenes, "Biofilms composed of alginate and pectin: Effect of concentration of crosslinker and plasticizer agents", *Chem. Eng. Trans.*, vol. 32, pp. 1693–1698, 2013, doi: 10.3303/CET1332283.

[14] N. M. Karaaslan, M. G. Karaaslan, and B. Ates, "Effects of Some Extraction Solvents on the Antioxidant Properties of Strawberry Fruit", *Int. J. Pure Appl. Sci.*, vol. 4, no. 2, pp. 102–109, 2018, doi: 10.29132/ijpas.354885.

[15] P. Rachtanapun, T.M.P. Ngo et al., "Characterization of Chitosan Film Incorporated with Curcumin Extract", Polymers, 13, 963, pp. 1-14, 2021, https://doi.org/10.3390/ polym13060963

[16] M. C. Righetti, "Effect of the Addition of Natural Rice Bran Oil on the Thermal, Mechanical, Morphological and Viscoelastic Properties of Poly (Lactic Acid)", *Sustainability*, 11, 2783, pp. 1-16, 2019, doi:10.3390/su11102783.