



DOI:10.22144/ctujos.2024.364

## TỔNG HỢP HỆ SOL-GEL CHỨA ZnO-GELATIN-CAO CHIẾT LÁ CÀ NA (*Elaeocarpus hygrophilus* Kurz.) ỨNG DỤNG TẠO MÀNG BỀ MẶT BẢO QUẢN CÀ CHUA

Phạm Khánh Nguyên Huân, Võ Thị Thảo Nhi và Hà Thị Kim Quy\*

Khoa Khoa học Tự nhiên, Trường Đại học Cần Thơ

\*Tác giả liên hệ (Corresponding author): htkquy@ctu.edu.vn

### Thông tin chung (Article Information)

Nhận bài (Received): 05/05/2024

Sửa bài (Revised): 03/07/2024

Duyệt đăng (Accepted): 02/08/2024

**Title:** Synthesis of sol-gel solution containing ZnO-gelatin-leaf extract of *Elaeocarpus hygrophilus* Kurz. application for tomato fruit preservation

**Author(s):** Pham Khanh Nguyen Huan, Vo Thi Thao Nhi and Ha Thi Kim Quy\*

**Affiliation(s):** Can Tho University

### TÓM TẮT

Sử dụng chất bảo quản có nguồn gốc tự nhiên trong lĩnh vực bảo quản trái cây đang là chủ đề quan tâm của các nhà khoa học. Do đó, hướng nghiên cứu tổng hợp hệ sol-gel chứa ZnO-gelatin-cao chiết lá Cà na (*Elaeocarpus hygrophilus* Kurz.) ứng dụng tạo màng bề mặt (coating) bảo quản Cà chua được thực hiện. Nghiên cứu cho thấy rằng điều kiện thích hợp để tổng hợp hệ vi hạt chứa ZnO-gelatin-cao chiết trong hỗn hợp trộn tạo hệ sol-gel nồng độ 0,5% và 1,0% là: khối lượng kẽm acetate 0,3125 g, gelatin 0,1565 g và cao chiết 0,1250 g. Kết hợp nghiên cứu thực nghiệm và dự đoán dựa trên mô hình Bề mặt Đáp ứng (RSM) cho thấy cả 03 yếu tố Kẽm acetate, Gelatin và Cao chiết đều góp phần quan trọng nâng cao hiệu quả tạo thành hệ sol-gel trong bảo quản Cà chua. Kết quả này tạo tiền đề quan trọng cho các nghiên cứu tiếp theo thực hiện khảo sát khả năng bảo quản các loại trái cây khác dựa trên nền hệ vi hạt tiềm năng này và khảo sát hoạt tính sinh học có liên quan.

**Từ khóa:** Bảo quản trái cây, Cà na, hệ sol-gel, RSM, vi hạt ZnO

### ABSTRACT

Using natural preservatives for fruit has been a concern for scientists. Therefore, this study aims to synthesize a sol-gel system containing ZnO-gelatin-*Elaeocarpus hygrophilus* Kurz leaf extract for application in surface coating for preserving tomatoes. The results showed that the appropriate conditions for synthesizing microparticle systems containing ZnO-gelatin-extract for application in mixing to create sol-gel systems with concentrations of 0.5% and 1.0% are: 0.3125 g of zinc acetate, 0.1565 g of gelatin, and 0.1250 g of leaf extract. Combining wet-lab experimental research and predictions based on response surface modeling (RSM) shows that all three factors, Zinc acetate (A), Gelatin (B), and Extract (C), all contribute significantly to improving the effectiveness of forming a sol-gel system containing ZnO-gelatin-extract in preserving tomatoes. This result creates an essential premise for further research to investigate the ability to preserve other fruits based on this potential microparticle system and investigate related biological activities.

**Keywords:** *Elaeocarpus hygrophilus*, fruit preservation, RSM, sol-gel solution, ZnO microparticles

## 1. GIỚI THIỆU

Hiện nay, thực trạng an toàn vệ sinh thực phẩm đang là một vấn đề được xã hội rất quan tâm. Ngộ độc thực phẩm có thể do nhiều nguyên nhân gây ra như thức ăn bị hư hỏng, nhiễm khuẩn trong quá trình bảo quản hoặc chế biến (Fung et al., 2018). Bảo quản thực phẩm đúng cách đang là biện pháp hữu hiệu nhất giúp ngăn chặn sự phát triển của vi khuẩn và làm chậm quá trình tự phân hủy của thực phẩm, nhằm mục đích giữ cho thực phẩm có thể sử dụng trong thời gian dài mà không bị biến chất hư hỏng.

Có nhiều phương pháp dùng để bảo quản trái cây như sấy khô, ngâm chua, đông lạnh và sử dụng chất bảo quản. Trong đó, sử dụng chất bảo quản là phương pháp được dùng phổ biến hiện nay, giúp giữ trái cây tươi và các giá trị dinh dưỡng sẵn có. Chất bảo quản tổng hợp thường chứa các nhóm chất như sulfite, benzoate, sorbate, nitrate và nitrite. Đã có những báo cáo về việc tiêu thụ quá mức các chất bảo quản hóa học sẽ ảnh hưởng đến sức khỏe của người tiêu dùng. Chất bảo quản tự nhiên thường có nguồn gốc từ thực vật có khả năng kháng khuẩn, chống oxy hóa, giúp ức chế sự phát triển của vi sinh vật, giảm hư hỏng của thực phẩm đang là một xu hướng được nghiên cứu ứng dụng nhằm giảm tác hại và dần thay thế các chất bảo quản hóa học (Carocho et al., 2014). Phương pháp ứng dụng công nghệ vi hạt tạo màng bề mặt bao ngoài trái cây và rau tươi đang nhận được nhiều sự quan tâm nghiên cứu và ứng dụng (Shan et al., 2023). Phương pháp màng bao bề mặt (coating) giúp đảm bảo trái cây tươi vẫn duy trì độ ẩm, khả năng hô hấp, đồng thời loại bỏ các tác nhân gây hại cho thực phẩm, giảm bớt khó khăn trong vấn đề bao bì và vận chuyển.

Đặc tính kháng khuẩn của ZnO là do sự hình thành các gốc phản ứng như oxy, hydroxyl và các cặp electron/lỗ trống do phản ứng của ZnO với nước hoặc bằng cách thu năng lượng photon trong vùng UV (Sapkota et al., 2011). Các vi hạt ZnO đã được kết hợp thành công làm tác nhân kháng khuẩn trong lớp phủ ăn được alginate/chitosan hoặc chất phụ gia kháng khuẩn trong lớp phủ ăn được để nâng cao đáng kể thời hạn sử dụng và bảo vệ trái cây (La et al., 2021; Arroyo et al., 2020). Tuy nhiên, đến thời điểm hiện tại, việc sử dụng vi hạt ZnO kết hợp với gelatin và cao chiết từ lá Cà na tạo thành hệ sol-gel phủ bảo quản quả Cà chua chưa được nghiên cứu.

Cà na (*Elaeocarpus hygrophilus* Kurz.) là loài cây hoang dại, chịu nước, mọc nhiều trên vùng đất phèn, mặn. Lá Cà na chứa hàm lượng phenolic và flavonoid cao nên có tác dụng kháng oxy hóa và

kháng khuẩn mạnh (Ha et al., 2021). Các công trình khoa học nghiên cứu về thành phần hoá học và hoạt tính sinh học của loài cây Cà na đã được công bố trên các tạp chí uy tín trong và ngoài nước (Katavic et al., 2007; Ha et al., 2021; Nguyen et al., 2024). Tuy nhiên, có rất ít nghiên cứu về tiềm năng ứng dụng trong tạo hệ vi hạt với ZnO và gelatin ứng dụng bảo quản Cà chua.

Nhận thấy được tiềm năng từ các nghiên cứu đi trước và vai trò quan trọng của việc bảo quản thực phẩm, nghiên cứu này được thực hiện nhằm kết hợp vi hạt ZnO với gelatin và cao chiết lá Cà na để tăng khả năng bảo quản trái Cà chua. Các kết quả từ nghiên cứu này là tiền đề phát triển các phương pháp bảo quản thực phẩm bằng các thành phần có nguồn gốc tự nhiên, đồng thời giúp cho người tiêu dùng an tâm về các loại thực phẩm sử dụng hàng ngày và bảo vệ sức khỏe tốt hơn.

## 2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

### 2.1. Điều chế cao chiết lá Cà na

Lá Cà na tươi được thu hái tại địa bàn huyện Phụng Hiệp, tỉnh Hậu Giang và được định danh bởi TS. Phạm Hà Thanh Tùng, Trường Đại học Phenikaa. Mẫu được tiến hành loại bỏ lá hư hỏng, rửa sạch với nước, xay nhuyễn thu được bột nguyên liệu. Mẫu bột khô 4 kg được chiết xuất với 10 L dung môi EtOH 96° bằng phương pháp ngâm dầm trong thời gian 3 ngày. Mẫu dịch chiết được tiến hành làm khan bằng Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, lọc qua giấy lọc, cô quay để loại bỏ dung môi và thu được 125 g cao chiết EtOH tổng với hiệu suất đạt 5%.

### 2.2. Định lượng phenolic tổng

Hàm lượng phenolic tổng được xác định dựa vào phương pháp Folin-Ciocalteu đã được công bố trước đây (Singleton et al., 1999) với một số hiệu chỉnh, cụ thể như sau: hỗn hợp phản ứng bao gồm 250 µL mẫu thử nghiệm (được pha loãng ở các nồng độ khác nhau) và 500 µL thuốc thử Folin-Ciocalteu (được pha loãng với nước theo tỷ lệ 1:8). Sau khi được lắc mạnh và để yên trong 5 phút để ổn định, hỗn hợp được thêm tiếp 250 µL dung dịch Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 10%. Hỗn hợp được tiếp tục ủ trong 30 phút ở nhiệt độ 40°C và đo mật độ quang ở bước sóng 765 nm. Hàm lượng phenolic tổng có trong cao chiết EtOH từ lá Cà na được tính toán dựa vào hàm lượng tương đương gallic acid/g cao chiết (GAE/g cao chiết). Thí nghiệm định lượng phenolic tổng được lặp lại ba lần.

### 2.3. Định lượng flavonoid tổng

Hàm lượng flavonoid tổng được xác định dựa vào phương pháp so màu với AlCl<sub>3</sub> đã được công bố

(Pekal et al., 2014) với một số thay đổi nhỏ: hỗn hợp phản ứng bao gồm 1 mL mẫu thử nghiệm (được pha loãng ở các nồng độ khác nhau sử dụng EtOH 96°), 1 mL nước cất và 200 µL dung dịch NaNO<sub>2</sub> 5%. Hỗn hợp được lắc mạnh và giữ ổn định trong 5 phút. Sau đó, hỗn hợp được thêm 200 µL dung dịch AlCl<sub>3</sub> 10%, lắc đều, đợi 6 phút. Cuối cùng, 200 µL dung dịch NaOH 1 M và 600 µL nước cất được thêm vào hỗn hợp và đo độ hấp thụ quang ở bước sóng 510 nm. Thí nghiệm được lặp lại ba lần, hàm lượng flavonoid tổng có trong cao chiết EtOH từ lá Cà na được tính toán dựa vào hàm lượng tương đương quercetin/g cao chiết (QE/g cao chiết).

#### 2.4. Khảo sát điều kiện tổng hợp hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết và phân tích cấu trúc của sản phẩm

Phương pháp tổng hợp hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết được khảo sát cụ thể như sau (Divya et al., 2018; Gvozdenko et al., 2022): các mẫu chất Zn(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>, gelatin và cao chiết lá Cà na lần lượt được cân theo khối lượng (mô tả trong Bảng 1) vào các becher được đánh số thứ tự từ 1 đến 15. Thêm vào mỗi becher lần lượt 25 mL EtOH 96° và 75 mL nước cất, đồng thời tiến hành khuấy từ gia nhiệt 80-90°C trong 15 phút. Hỗn hợp được thêm từ từ 5 mL dung dịch NaOH 1 M và tiếp tục khuấy trong 10 phút ở nhiệt độ 80-90°C và sau đó khuấy ở nhiệt độ phòng trong 30 phút. Hỗn hợp sau phản ứng được rửa với nước cất, ly tâm ở điều kiện 5.000 rpm trong thời gian 5 phút và làm khô thu được hệ vi hạt sử dụng cho thí nghiệm tiếp theo. Sản phẩm được phân tích hình ảnh bằng phương pháp kính hiển vi điện tử quét (Scanning electron microscopy, SEM) và xác định các nguyên tố có trong mẫu bằng phương pháp tán xạ năng lượng tia X (Energy Dispersive X-ray Spectrometry, EDX).

#### 2.5. Tổng hợp hệ sol-gel chứa vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết

Phương pháp tổng hợp hệ sol-gel chứa vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết được thực hiện dựa vào nghiên cứu đã được công bố với một số điều chỉnh phù hợp với bản chất mẫu của thí nghiệm (Gvozdenko et al., 2022). Cụ thể, khuấy từ gia nhiệt được tiến hành ở 40°C, hỗn hợp chứa 8 g gelatin và 90 g nước cất trong thời gian 15 phút. Hỗn hợp được thêm vào 2 g glycerol và tiếp tục khuấy từ khoảng 10 phút thu được dung dịch nền. Lấy 19,6 g dung dịch nền phối trộn với 0,4 g hệ vi hạt tổng hợp được ở Bảng 1, tiến hành khuấy từ gia nhiệt ở 40°C trong thời gian 30 phút thu được hệ sol-gel chứa hệ vi hạt có nồng độ 2%. Hệ sol-gel có nồng độ 2% được pha

loãng về nồng độ 1,0% và 0,5% để áp dụng cho thử nghiệm bảo quản Cà chua.

#### 2.6. Thử nghiệm tạo màng bề mặt bảo quản Cà chua bằng hệ sol-gel chứa hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết

Quy trình đánh giá khả năng tạo màng bề mặt (coating) của hệ sol-gel dùng trong bảo quản Cà chua được thực hiện như sau: những Cà chua vào hệ sol-gel 1,0% hoặc 0,5% trong thời gian 2-3 phút. Cà chua sau đó được để khô tự nhiên và đánh giá khả năng bảo quản Cà chua sau 05 ngày bảo quản ở nhiệt độ phòng. Mỗi nghiệm thức lặp lại trên 05 trái Cà chua.

#### 2.7. Thiết lập mô hình phân tích Bề mặt đáp ứng (RSM)

Tác động của các biến độc lập tạo nên hệ vi hạt (khối lượng kẽm acetate, gelatin và cao chiết) ảnh hưởng đến hiệu quả bảo quản Cà chua được nghiên cứu bằng cách sử dụng phương pháp Bề mặt Đáp ứng (Response surface methodology, RSM) với phần mềm thống kê Design Expert v13 (USA). Dựa vào các kết quả nghiên cứu đã được công bố trước đó, sử dụng phương pháp thiết kế mô hình Optimal Custom (Salahi et al., 2023; Subramani et al., 2020), nghiên cứu hiện tại cũng áp dụng kỹ thuật tương tự và phạm vi biến độc lập đã được chọn dựa trên kết quả thực tế đạt được khi thực hiện các thí nghiệm thực nghiệm (wet-lab experiments).

### 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

#### 3.1. Kết quả định lượng phenolic tổng và flavonoid toàn phần của cao chiết tổng

Các thí nghiệm đã xây dựng được phương trình đường chuẩn đo hàm lượng phenolic tổng có trong cao chiết EtOH lá Cà na tương đương với gallic acid là:  $y = 0,0457x + 0,0239$  ( $R^2 = 0,9975$ ). Kết quả xác định hàm lượng phenolic tổng có trong cao chiết EtOH từ lá Cà na là  $161,98 \pm 1,02$  mg GAE/g cao chiết.

Tương tự, hàm lượng flavonoid tổng có trong cao chiết EtOH được xác định tương đương quercetin dựa vào phương trình đường chuẩn  $y = 0,0093 - 0,0383$  ( $R^2 = 0,992$ ). Kết quả xác định hàm lượng flavonoid toàn phần có trong cao chiết EtOH từ lá Cà na là  $148,39 \pm 0,70$  mg QE/g cao chiết.

Từ các kết quả trên cho thấy, hai nhóm hợp chất có hoạt tính tốt là phenolic và flavonoid chiếm hàm lượng khoảng 15%, góp phần kết hợp với các nhóm hợp chất thứ cấp khác có trong cao chiết tạo nên sự khác biệt của hệ sol-gel có chứa ZnO-gelatin-cao chiết với hệ sol-gel chỉ chứa ZnO-gelatin.

**3.2. Kết quả tổng hợp hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết**

15 tổ hợp nghiệm thức tổng hợp hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết được đề xuất dựa vào mô hình D-optimal của phần mềm Design-Expert v13 với 3 biến khảo sát lần lượt là *Kẽm acetate (A)*, *Gelatin (B)* và *Cao chiết (C)*. Kết quả khối lượng sản phẩm hệ vi hạt được trình bày trong Bảng 1 cho thấy khối lượng hệ vi hạt thu được thực tế tạo thành dao động trong khoảng 0,1915-0,8003 g. Dựa vào số liệu thu được cho thấy ở các nghiệm thức không bổ sung cao chiết thì khối lượng hệ vi hạt khá thấp so với các nghiệm thức khác. Điều này có thể là do ở các nghiệm thức bổ sung cao chiết, các vi hạt ZnO khi hình thành sẽ kết hợp với cao chiết từ đó làm gia tăng khối lượng hạt thu được. Trong số các nghiệm thức trên, nghiệm thức 11 cho thấy sản phẩm hệ vi hạt có khối lượng cao nhất (0,8003 g). Từ các kết quả trên cho thấy khối lượng sản phẩm tỉ lệ tuyến tính với khối lượng kẽm, gelatin và cao chiết.

**Bảng 1. Các nghiệm thức tổng hợp hệ vi hạt chứa ZnO-gelatin-cao chiết**

Nghiệm thức	Kẽm acetate (g)	Gelatin (g)	Cao chiết (g)	Khối lượng hệ vi hạt (g)
1	0,1250	0,1570	0	0,1915
2	0,1250	0,0630	0,1250	0,2931
3	0,1250	0,2500	0,1250	0,4280
4	0,1250	0,1570	0,2500	0,5232
5	0,3130	0,0630	0	0,2277
6	0,3130	0,2500	0	0,2591
7	0,3130	0,1570	0,1250	0,3729
8	0,3130	0,1570	0,1250	0,3687
9	0,3130	0,1570	0,1250	0,3733
10	0,3130	0,063	0,2500	0,5861
11	0,3130	0,250	0,2500	0,8003
12	0,5000	0,1570	0	0,5010
13	0,5000	0,0630	0,1250	0,3641
14	0,5000	0,2500	0,1250	0,4454
15	0,5000	0,1570	0,2500	0,7044

**3.3. Kết quả khảo sát khả năng bảo quản Cà chua bằng hệ sol-gel chứa hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết**

Hệ sol-gel ở nồng độ 1,0% và 0,5% được tiến hành khảo sát khả năng ảnh hưởng đến bảo quản Cà chua. Mỗi nghiệm thức thí nghiệm được thực hiện

với số lượng 05 trái Cà chua. Nghiên cứu này thực hiện với 3 nghiệm thức đối sánh (không bổ sung hệ vi hạt ZnO-cao chiết): (i) đối chứng, Cà chua không nhúng bất kỳ dung dịch bảo quản nào; (ii) nền 1,0%, Cà chua được nhúng vào hệ sol-gel có nồng độ 1,0% không bổ sung hệ vi hạt; và (iii) nền 0,5%, Cà chua được nhúng vào hệ sol-gel có nồng độ 0,5% không bổ sung hệ vi hạt.

Kết quả khảo sát 3 nghiệm thức đối sánh này cho thấy, sau khoảng thời gian ủ 5 ngày thì tất cả các trái Cà chua đều bị hư hỏng, vỏ trái nhăn nhúm. Điều này chứng tỏ rằng, khi không có bổ sung hệ vi hạt vào hệ sol-gel nồng độ 1,0% hay 0,5% thì trái không thể được bảo quản lâu sau thời gian 5 ngày.

Kết quả đánh giá khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol-gel nồng độ 0,5% và 1,0% được phối trộn hệ vi hạt với tổ hợp 15 nghiệm thức theo phương pháp được mô tả ở mục 2.5. Kết quả Bảng 2 cho thấy ở điều kiện hệ sol-gel 0,5% và 1,0% có phối trộn hệ vi hạt nghiệm thức 7-9 (03 nghiệm thức lặp lại điều kiện tổng hợp giống nhau, bao gồm: 0,313 g kẽm acetate; 0,157 g gelatin và 0,125 g cao chiết) cho thấy sự vượt trội về số lượng trái còn tươi, vỏ trái căng bóng, chưa xuất hiện dấu hiệu hư hỏng. Điều này chứng tỏ rằng, trong số 15 nghiệm thức khảo sát, nghiệm thức 7-9 cho kết quả khả quan nhất.

Tiến hành phân tích khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol-gel nồng độ 0,5% và 1,0% được phối trộn với 15 hệ vi hạt bằng phương pháp Bề mặt Đáp ứng (RSM), kết quả ở Bảng 3 cho thấy phương trình (I) được đề xuất là mô hình dự đoán để ước tính số lượng trái còn tươi của hệ sol-gel nồng độ 0,5% dưới tác động của các biến độc lập *Kẽm acetate (A)*, *Gelatin (B)* và *Cao chiết (C)*.

$$Số\ lượng\ trái\ còn\ tươi = 38,8814A + 75,3075B + 47,6675C - 21,319AC - 56,8798A^2 - 257,684B^2 - 160C^2 - 9,6934 \quad (I)$$

Số lượng trái còn tươi khi được nhúng vào các hệ sol-gel ở nghiệm thức 1-4, 6-12, 14 và 15 so với số lượng dự đoán dựa vào phương trình (I) cho thấy các giá trị DFFITS (thước đo tỷ lệ về sự thay đổi trong giá trị dự đoán cho quan sát) nằm trong giới hạn cho phép (Bảng 3). Kết quả thực nghiệm và dự đoán này cho thấy cả ba biến khảo sát đều có sự ảnh hưởng đến số lượng trái tươi sau khi bảo quản ở điều kiện nhiệt độ phòng trong thời gian 5 ngày.

**Bảng 2. Kết quả khảo sát khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol nồng độ 0,5% và 1,0%**

Thí nghiệm	Hệ sol nồng độ 0,5%			Hệ sol nồng độ 1,0%			Số dư	Giá trị DFFITS
	Số lượng quả đạt	Thực nghiệm	Dự đoán theo (1)	Số lượng quả đạt	Thực nghiệm	Dự đoán theo (2)		
1	0	-0,2503	0,2503	2,131	0	0,375	-0,375	-1,097
2	1	1,13	-0,125	-0,392	0	0,25	-0,25	-0,699
3	0	0,125	-0,125	-0,392	0	0	0	0
4	1	1	-0,0003	-0,003	1	0,375	0,625	2,195(*)
5	0	0,6257	-0,6257	-3,167(*)	1	0,875	0,125	0,341
6	0	-0,3743	0,3743	1,316	1	0,625	0,375	1,097
7	5	5	0	0	4	4,33	-0,3333	-0,577
8	5	5	0	0	4	4,33	-0,3333	-0,577
9	5	5	0	0	5	4,33	0,6667	1,366
10	1	0,8743	0,1257	0,394	1	0,875	0,125	0,341
11	0	-0,1257	0,1257	0,394	0	0,625	-0,625	-2,195(*)
12	1	0,999	0,001	0,008	1	1,13	-0,125	-0,341
13	2	1,38	0,625	3,158(*)	1	1	0	0
14	0	0,375	-0,375	-1,319	1	0,75	0,25	0,699
15	0	0,251	-0,251	-2,123	1	1,13	-0,125	-0,341

(\*) nằm ngoài khoảng giới hạn.

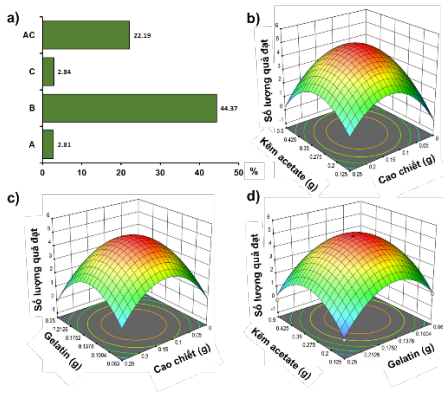
**Bảng 3. Kết quả phân tích ANOVA cho các giá trị thực nghiệm và dự đoán khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol nồng độ 0,5% sử dụng phương pháp bề mặt đáp ứng (RSM)**

Nguồn biến động	Tổng bình phương	Độ tự do	Trung bình bình phương	Giá trị F	Giá trị p	Ý nghĩa
Mô hình	52,35	7	7,48	41,83	< 0,0001	Ý nghĩa
A-Kẽm acetate	15,71	1	15,71	87,91	< 0,0001	
B-Gelatin	15,71	1	15,71	87,88	< 0,0001	
C-Cao chiết	18,65	1	18,65	104,32	< 0,0001	
AC	0,9987	1	0,9987	5,59	0,0501	
A <sup>2</sup>	14,76	1	14,76	82,59	< 0,0001	
B <sup>2</sup>	18,74	1	18,74	104,81	< 0,0001	
C <sup>2</sup>	23,08	1	23,08	129,09	< 0,0001	
Số dư	1,25	7	0,1788			
Sự không phù hợp	1,25	5	0,2503			
R <sup>2</sup>	0,9767		R <sup>2</sup> hiệu chỉnh		0,9533	
CV (%)	30,20		Giá trị chính xác phù hợp		17,4055	

Kết quả ANOVA (Bảng 3) cho thấy giá trị *p* của mô hình (< 0,0001) và các biến như A, B, C thể hiện giá trị *p* < 0,0001, ngoài trừ biến tương tác AC có giá trị *p* = 0,05. Các giá trị R<sup>2</sup> (0,9767) và R<sup>2</sup> hiệu chỉnh (Adjusted R<sup>2</sup> - 0,9533) đã cung cấp mức độ phù hợp giữa kết quả dự đoán với dữ liệu thử nghiệm. Để phân biệt giữa tín hiệu và nhiễu, giá trị chính xác phù hợp (Adeq Precision) thu được là khoảng 17,4055, cao hơn giá trị thấp tối thiểu được đề xuất là 4,0 (Bezerra et al., 2008; Mäkelä, 2017). Tổng hợp lại các kết quả phân tích trên cho thấy mô hình RSM được thiết lập có độ tin cậy khá tốt cho

tiềm năng khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol nồng độ 0,5%.

Ảnh hưởng của 03 biến Kẽm acetate (A), Gelatin (B) và Cao chiết (C) cũng được đề xuất bằng cách sử dụng biểu đồ ba chiều (3D). Hình 1 thể hiện ảnh hưởng của Gelatin (B) có tác động lớn đến số lượng trái còn tươi (chiếm 44,37%), trong khi yếu tố biến tương tác AC và hai biến độc lập Kẽm acetate (A) và Cao chiết (C) cho thấy tác động thấp hơn với giá trị lần lượt là 22,19%; 2,81%; và 2,84%.



**Hình 1. a) Phân tích Pareto của 03 biến chính (Kẽm acetate (A), Gelatin (B) và cao chiết (C)) và biến tương tác AC đóng góp vào mô hình; b, c) Biểu đồ 3D tương quan giữa 03 biến (Kẽm acetate (A), Gelatin (B) và cao chiết (C)) ảnh hưởng đến khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol nồng độ 0,5%**

Dựa vào mô hình Hình 1 của phương trình (1), đề xuất điều kiện tổng hợp hệ vi hạt thích hợp để phối trộn với hệ sol-gel nồng độ 0,5% là khối lượng kẽm acetate 0,3125 g, gelatin 0,1565 g và khối lượng cao chiết 0,1250 g. Với điều kiện này thì giá trị trung bình dự đoán của số lượng trái còn tươi ở mức khoảng gần 100% (khoảng dự đoán 95% ở mức thấp nhất là 88,5%). Kết quả này chứng tỏ mô hình RSM cho thí nghiệm khảo sát bảo quản Cà chua của

hệ sol nồng độ 0,5% đáp ứng được các yêu cầu về tính toán và thiết kế thực nghiệm.

Tương tự, để đánh giá hiệu quả khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol-gel nồng độ 1,0% bằng phương pháp RSM, mô hình dự đoán số lượng trái còn tươi của hệ sol-gel này dưới tác động của các biến độc lập Kẽm acetate (A), Gelatin (B) và Cao chiết (C) được trình bày như sau:

$$\text{Số lượng trái còn tươi} = 36,0565A + 67,3117B + 26,6667C - 54,4905A^2 - 219,325B^2 - 106,667C^2 - 8,4425 \quad (2)$$

Nghiệm thức 1-3, 5-10 và 12-15 cho thấy số lượng trái còn tươi so với số lượng dự đoán dựa vào phương trình (2) có sự khác biệt không đáng kể với giá trị DFFITS nằm trong giới hạn cho phép (Bảng 3). Tương tự với hệ sol 0,5%, hệ sol 1,0% cũng cho kết quả thực nghiệm và dự đoán phụ thuộc vào cả ba biến khảo sát. Kết hợp với kết quả ANOVA (Bảng 4) cho thấy giá trị p của mô hình (< 0,0001) và các biến độc lập A, B, C thể hiện giá trị p nằm trong khoảng 0,0001 < p < 0,0003. Để đảm bảo độ tin cậy của mô hình, giá trị p của sự không phù hợp là (0,7226 > 0,05), R<sup>2</sup> (0,9462) và Adjusted R<sup>2</sup> (0,9058) thể hiện mức độ phù hợp giữa kết quả dự đoán với dữ liệu thử nghiệm. Giá trị chính xác phù hợp thu được là khoảng 12,9596; cao hơn giá trị thấp tối thiểu được đề xuất là 4,0. Các kết quả trên cho thấy mô hình RSM được thiết lập có độ tin cậy để áp dụng bảo quản Cà chua.

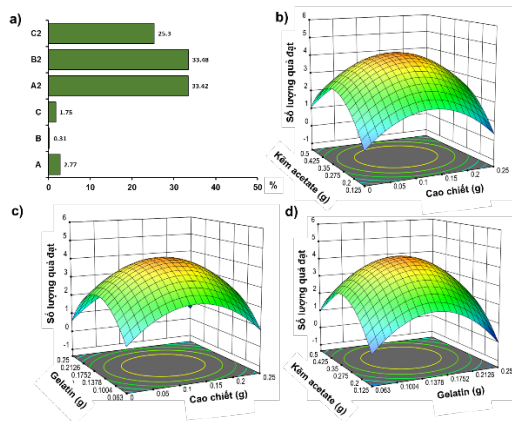
**Bảng 4. Kết quả phân tích ANOVA cho các giá trị thực nghiệm và dự đoán khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol nồng độ 1,0% sử dụng phương pháp bề mặt đáp ứng (RSM)**

Nguồn biến động	Tổng bình phương	Độ tự do	Trung bình bình phương	Giá trị F	Giá trị p	Ý nghĩa
Mô hình	33,68	6	5,61	23,43	0,0001	Ý nghĩa
A-Kẽm acetate	14,59	1	14,59	60,91	< 0,0001	
B-Gelatin	12,55	1	12,55	52,39	< 0,0001	
C-Cao chiết	9,20	1	9,20	38,38	0,0003	
A <sup>2</sup>	13,55	1	13,55	56,56	< 0,0001	
B <sup>2</sup>	13,57	1	13,57	56,65	< 0,0001	
C <sup>2</sup>	10,26	1	10,26	42,81	0,0002	
Số dư	1,92	8	0,2396			
Sự không phù hợp	1,25	6	0,2083	0,6250	0,7226	Không ý nghĩa
R <sup>2</sup>	0,9462		R <sup>2</sup> hiệu chỉnh		0,9058	
CV (%)	34,96		Giá trị chính xác phù hợp		12,9596	

Biểu đồ 3D ở Hình 2 thể hiện ảnh hưởng của ba biến độc lập gần như tương đương nhau. Khác với mô hình của (1) có sự ảnh hưởng bởi yếu tố biến tương quan AC, trong mô hình của (2) chỉ cho thấy sự ảnh hưởng tương đương nhau của từng biến đơn lẻ là Kẽm acetate (A), Gelatin (B) và Cao chiết (C) với phần trăm đóng góp sự ảnh hưởng đến mô hình

lần lượt là 36,19%; 33,79% và 27,05%. Dựa vào mô hình Hình 2 của phương trình (2), đề xuất điều kiện tổng hợp hệ vi hạt thích hợp để phối trộn với hệ sol-gel nồng độ 1,0% là khối lượng kẽm acetate 0,3127 g, 0,1567 g gelatin và khối lượng cao chiết là 0,1250 g. Giá trị trung bình dự đoán của số lượng trái còn tươi khi áp dụng hệ vi hạt tổng hợp theo điều kiện

này là khoảng 86,7% (khoảng dự đoán 95% ở mức thấp nhất là 73,6%). Kết quả này chứng tỏ mô hình RSM cho thí nghiệm khảo sát bảo quản Cà chua của hệ sol-gel nồng độ 1,0% đáp ứng được các yêu cầu về tính toán và thiết kế thực nghiệm. Tuy nhiên, khi so sánh kết quả dự đoán và thực nghiệm của hai mô hình bảo quản Cà chua của hệ sol-gel nồng độ 0,5% và 1,0%, nghiên cứu này đề xuất rằng hệ sol-gel ở nồng độ 0,5% được phối trộn với hệ vi hạt có điều kiện tổng hợp dựa vào khối lượng kẽm acetate 0,3125 g, gelatin 0,1565 g và khối lượng cao chiết 0,1250 g cho hiệu quả bảo quản khả quan nhất, đồng thời cũng có hiệu quả kinh tế (tiết kiệm vật liệu) nếu so với các nghiệm thức 1,0%.



**Hình 2. a) Phân tích Pareto của 03 biến chính (Kẽm acetate (A), Gelatin (B) và cao chiết (C)) đóng góp vào mô hình; b, c) Biểu đồ 3D tương quan giữa 03 biến (Kẽm acetate (A), Gelatin (B) và cao chiết (C)) ảnh hưởng đến khả năng bảo quản Cà chua của hệ sol nồng độ 1,0%**

**3.4. Kết quả khảo sát khả năng bảo quản Cà chua bằng hệ sol chứa hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết**

Từ các kết quả khảo sát đã được thực hiện (mục 3.3), thí nghiệm bảo quản cà chua được tiếp hành lặp lại ba lần với điều kiện bào chế hệ sol-gel nồng độ 0,5% và 1,0% phối trộn với hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết (điều kiện tổng hợp: khối lượng kẽm acetate 0,3125 g, gelatin 0,1565 g và khối lượng cao chiết 0,1250 g). Kết quả cho thấy, sau ba lần lặp lại của các thí nghiệm, hệ sol 0,5% và 1,0%

đều đảm bảo có tính tái lập cao, các trái cà chua sau 5 ngày bảo quản vẫn giữ được độ tươi, căng bóng (Hình 3). Kết quả này phù hợp với các nghiên cứu trước đây, cho thấy vai trò của hệ vi hạt ZnO bổ sung cao chiết trên gelatin/glycerol trong ứng dụng bảo quản thực phẩm (Kumar et al., 2020; Jin et al., 2021).



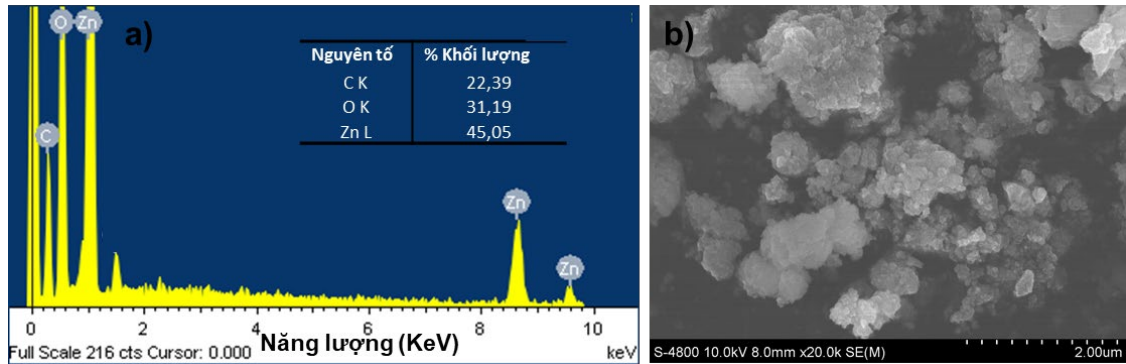
**Hình 3. Hình ảnh mô tả các nghiệm thức bảo quản Cà chua sau 5 ngày**

(1) Cà chua không nhúng bất kỳ dung dịch nào; (2) Cà chua được nhúng vào hệ sol không bổ sung hệ vi hạt; (3) và (7) Cà chua được nhúng vào hệ sol có nồng độ lần lượt là 0,5% và 1,0% có bổ sung hệ vi hạt ZnO-Gelatin nhưng không chứa cao chiết; (4-6) và (8-10) Cà chua được nhúng vào hệ sol có nồng độ lần lượt là 0,5% và 1,0% có bổ sung hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết.

**3.5. Kết quả phân tích cấu trúc của hệ vi hạt**

Dựa vào các kết quả nghiên cứu khảo sát khả năng bảo quản Cà chua bằng hệ sol chứa hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết cho thấy hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết có điều kiện tổng hợp kẽm acetate 0,3125 g, gelatin 0,1565 g và cao chiết 0,1250 g được cho là hệ phù hợp nhất. Chính vì vậy, cấu trúc thành phần nguyên tố có trong hệ vi hạt này đã được thực hiện. Như được trình bày trong Hình 4a, phần trăm khối lượng các nguyên tố Zn, C và O lần lượt là 45,05; 22,39 và 31,19%. Kết quả này cho thấy rõ hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết chứa các hợp chất hữu cơ góp phần tạo nên sự khác biệt về khả năng bảo quản Cà chua so với hệ vi hạt chỉ chứa ZnO-gelatin.

Ngoài ra, kết quả phân tích ảnh SEM (Hình 4b) của hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết này cũng cho thấy sản phẩm đa dạng từ các hạt nhỏ không hình cầu đến các hạt đa diện có kích thước khoảng 200 nm với một số kết tụ ở dạng cụm.



Hình 4. Phổ EDX (a) và ảnh SEM (b) của hệ vi hạt ZnO-gelatin-cao chiết

#### 4. KẾT LUẬN

Nghiên cứu đã khảo sát thành công điều kiện tổng hợp hệ vi hạt chứa ZnO-gelatin-cao chiết lá Cà na, ứng dụng trong phối trộn tạo hệ sol-gel nồng độ 0,5% và 1,0% tạo màng bề mặt (coating) bảo quản Cà chua. Kết hợp kết quả thực nghiệm với việc sử dụng mô hình RSM cho thấy cả 03 yếu tố *Kẽm acetate (A)*, *Gelatin (B)* và *Cao chiết (C)* đều góp phần quan trọng nâng cao hiệu quả tạo thành hệ sol-gel chứa ZnO-gelatin-cao chiết. Các mô hình và các kết quả thực nghiệm cũng đã đề xuất được điều kiện phù hợp để tổng hợp hệ vi hạt chứa ZnO-gelatin-cao

chiết như sau: khối lượng kẽm acetate 0,3125 g, gelatin 0,1565 g và cao chiết 0,1250 g với nền hệ sol 0,5% hay 1% mang đến hiệu bảo quản trái cây tốt trong điều kiện khảo sát. Kết quả của nghiên cứu này cung cấp tiền đề cho các nghiên cứu tiếp theo để tiến hành khảo sát tiềm năng bảo quản các loại trái cây khác dựa trên nền hệ vi hạt tiềm năng ZnO-gelatin-cao chiết.

#### LỜI CẢM ƠN

Đề tài này được tài trợ bởi Trường Đại học Cần Thơ, Mã số: TSV2024-37.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- Arroyo, B. J., Bezerra, A. C., Oliveira, L. L., Arroyo, S. J., de Melo, E. A., & Santos, A. M. P. (2020). Antimicrobial active edible coating of alginate and chitosan add ZnO nanoparticles applied in guavas (*Psidium guajava* L.). *Food Chemistry*, 309, 125566. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125566>
- Bezerra, M. A., Santelli, R. E., Oliveira, E. P., Villar, L. S., & Escalera, L. A. (2008). Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. *Talanta*, 76(5), 965–977. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2008.05.019>
- Carocho, M., Barreiro, M. F., Morales, P., & Ferreira, I. C. F. R. (2014). Adding molecules to food, pros and cons: A review on synthetic and natural food additives. In *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* (Vol. 13, Issue 4, pp. 377–399). John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12065>
- Divya, M., Vaseeharan, B., Abinaya, M., Vijayakumar, S., Govindarajan, M., Alharbi, N. S., Kadaikunnan, S., Khaled, J. M., & Benelli, G. (2018). Biopolymer gelatin-coated zinc oxide nanoparticles showed high antibacterial, antibiofilm and anti-angiogenic activity. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 178, 211–218. <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2017.11.008>
- Fung, F., Wang, H.S., & Menon, S. (2018). Food safety in the 21st century. *Biomedical Journal*, 41(2), 88–95. <https://doi.org/10.1016/j.bj.2018.03.003>
- Gvozdenko, A. A., Siddiqui, S. A., Blinov, A. V., Golik, A. B., Nagdalian, A. A., Maglakelidze, D. G., Statsenko, E. N., Pirogov, M. A., Blinova, A. A., & Sizonenko, M. N. (2022). Synthesis of CuO nanoparticles stabilized with gelatin for potential use in food packaging applications. *Scientific Reports*, 12(1), 12843. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-16878-w>
- Ha, T. K. Q., Doan, T. P., Pham, H. T. T., Nguyen, N. H., Nguyen, T. T., & Bui, T. B. H. (2021). Molecular networking-based chemical profiling and anti-influenza viral and neuroprotective effects of *Elaeocarpus hygrophilus* Kurz. *Chemical Papers*, 75(10), 5323–5337. <https://doi.org/10.1007/s11696-021-01723-7>
- Jin, S. E., & Jin, H. E. (2021). Antimicrobial activity of zinc oxide nano/microparticles and their combinations against pathogenic microorganisms for biomedical applications: From physicochemical characteristics to



- pharmacological aspects. *Nanomaterials*, 11(2), 263. <https://doi.org/10.3390/nano11020263>
- Katavic, P. L., Venables, D. A., Rali, T., & Carroll, A. R. (2007). Indolizidine alkaloids with  $\delta$ -opioid receptor binding affinity from the leaves of *Elaeocarpus fuscoides*. *Journal of Natural Products*, 70(5), 872–875. <https://doi.org/10.1021/np060607e>
- Kumar, S., Mudai, A., Roy, B., Basumatary, I. B., Mukherjee, A., & Dutta, J. (2020). Biodegradable hybrid nanocomposite of chitosan/gelatin and green synthesized zinc oxide nanoparticles for food packaging. *Foods*, 9(9), 1143. <https://doi.org/10.3390/foods9091143>
- La, D. D., Nguyen-Tri, P., Le, K. H., Nguyen, P. T. M., Nguyen, M. D.B., Vo, A. T. K., Nguyen, M. T. H., Chang, S. W., Tran, L. D., & Chung, W. J. (2021). Effects of antibacterial ZnO nanoparticles on the performance of a chitosan/gum arabic edible coating for post-harvest banana preservation. *Progress in Organic Coatings*, 151, 106057. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2020.106057>
- Mäkelä, M. (2017). Experimental design and response surface methodology in energy applications: A tutorial review. *Energy Conversion and Management*, 151, 630–640. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2017.09.021>
- Nguyen, T. N. N., Vo, T. N., Nguyen, K. P. P., Nguyen, T.H., & Nguyen, T. A. T. (2024). A new cucurbitane– type triterpenoid from the bark of *Elaeocarpus hygrophilus* Kurz. *Natural Product Research*, 1–7. <https://doi.org/10.1080/14786419.2024.2330539>
- Peğal, A., & Pырzynska, K. (2014). Evaluation of aluminium complexation reaction for flavonoid content assay. *Food Analytical Methods*, 7, 1776–1782. <https://doi.org/10.1007/s12161-014-9814-x>
- Salahi, F., Zarei-Jelyani, F., Farsi, M., & Rahimpour, M. R. (2023). Optimization of hydrogen production by steam methane reforming over Y-promoted Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalyst using response surface methodology. *Journal of the Energy Institute*, 108, 101208. <https://doi.org/10.1016/j.joei.2023.101208>
- Sapkota, A., Anceno, A. J., Baruah, S., Shipin, O. V., & Dutta, J. (2011). Zinc oxide nanorod mediated visible light photoinactivation of model microbes in water. *Nanotechnology*, 22(21), 215703. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/22/21/215703>
- Shan, Y., Li, T., Qu, H., Duan, X., Farag, M. A., Xiao, J., Gao, H., & Jiang, Y. (2023). Nanopreservation: An emerging postharvest technology for quality maintenance and shelf life extension of fresh fruit and vegetable. *Food Frontiers*, 4(1), 100–130. <https://doi.org/10.1002/fft2.201>
- Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, 299, 152–178. [https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(99\)99017-1](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(99)99017-1)
- Subramani, S., Govindasamy, R., & Rao, G. L. N. (2020). Predictive correlations for NO<sub>x</sub> and smoke emission of DI CI engine fuelled with diesel-biodiesel-higher alcohol blends-response surface methodology approach. *Fuel*, 269, 117304. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2020.117304>