

NGHIÊN CỨU THỦY PHÂN TINH BỘT BẰNG ACID CLOHIĐRIC, ĐỊNH HƯỚNG ỨNG DỤNG LÀM CHẤT MANG POLYPHENOL

RESEARCH ON STARCH HYDROLYSIS WITH HYDROCHLORIC ACID
FOR APPLICATION AS A POLYPHENOL CARRIER

Nguyễn Thị Phượng¹, Lưu Huy Hiếu², Nguyễn Thị Thương³,
Nguyễn Thị Phương Thảo³, Nguyễn Lâm Quỳnh³, Đặng Văn Danh Thái³,
Trần Quang Hải², Phạm Quỳnh Ngọc⁶, Lê Thị Phương Thảo^{3,4,5,*}

DOI: <http://doi.org/10.57001/huih5804.2025.139>

TÓM TẮT

Tinh bột nói chung và tinh bột bắp nói riêng đóng vai trò quan trọng trong nano hóa hoặc chất mang nano ứng dụng cho hóa, mỹ, dược và thực phẩm. Thủy phân tinh bột là quá trình phân cắt tinh bột thành các phân tử nhỏ hơn, chẳng hạn như oligosaccharide, maltose, hoặc glucose, thông qua tác động của enzyme hoặc acid. Tinh bột bắp đã được nghiên cứu thủy phân bằng dung dịch acid HCl có kết hợp siêu âm. Đặc điểm của tinh bột sau khi bị thủy phân được đánh giá thông qua kết quả đo phân bố cỡ hạt, ảnh chụp SEM, giản đồ nhiễu xạ tia X và phổ FTIR. Kết quả nghiên cứu cho thấy, hiệu quả thủy phân tăng theo nồng độ acid và thời gian thủy phân. Với nồng độ acid HCl trong hỗn hợp thủy phân là 3M, sự cắt mạch tinh bột tăng chậm sau 2 giờ và tăng nhanh khi thời gian phản ứng tăng dần lên đến 5 giờ. Khi thời gian phản ứng tăng, độ kết tinh của tinh bột tăng (từ 28,2 lên 38,1%), kích thước hạt tinh bột giảm, có thể giảm xuống dưới 100nm trong khi cấu trúc phân tử của tinh bột không thay đổi. Kết quả thử nghiệm khả năng chống oxy hóa (với thuốc thử DPPH) cho thấy giá trị EC_{50} của nano tinh bột gắn polyphenol trong dịch chiết lá bàng ($0,028 \pm 0,005\text{ppm}$) thấp hơn so với chất đối chiếu Quercetin ($9,8 \pm 0,3\text{ppm}$).

Từ khóa: Nano tinh bột, thủy phân, hydrochloric acid, polyphenol.

ABSTRACT

Starch in general and corn starch in particular play an important role in nanochemistry or nanocarriers applied to chemistry, cosmetics, pharmaceuticals and food. Starch hydrolysis is the process of breaking down starch into smaller molecules, such as oligosaccharides, maltose, or glucose, through the action of enzymes or acids. Corn starch has been studied for hydrolysis by HCl acid solution combined with ultrasonication. The characteristics of starch after hydrolysis were evaluated through the results of particle size distribution measurements, SEM images, X-ray diffraction patterns and FTIR spectra. The research results showed that the hydrolysis efficiency increased with acid concentration and hydrolysis time. With a 3M HCl acid, the starch chain cleavage increased slowly after 2 hours and increased rapidly when the reaction time increased up to 5 hours. As the reaction time increased, the crystallinity of starch increased (from 28.2 to 38.1%), the size of starch granules decreased, possibly down to below 100nm while the molecular structure of starch remained unchanged. The results of the antioxidant capacity test (with DPPH reagent) showed that the EC_{50} value of nanostarch@ polyphenol ($0.028 \pm 0.005\text{ppm}$) was lower than that of the reference substance Quercetin ($9.8 \pm 0.3\text{ppm}$).

Keywords: Starch, hydrolysis, hydrochloric acid, polyphenol

¹Viện Hóa học - Vật liệu, Viện Khoa học và công nghệ quân sự

²Khoa Công nghệ Hóa, Trường Đại học Công nghiệp Hà Nội

³Khoa Khoa học Cơ bản, Trường Đại học Mở - Địa chất

⁴Nhóm nghiên cứu mạnh HiTech-CEAE, Trường Đại học Mở - Địa chất

⁵Nhóm nghiên cứu BSASD, Khoa Khoa học Cơ bản, Trường Đại học Mở - Địa chất

⁶Lớp Sứ K3, Trường THPT chuyên Khoa học Xã hội và Nhân văn, Hà Nội, Việt Nam

*Email: lethiphuongthao@humg.edu.vn

Ngày nhận bài: 12/12/2024

Ngày nhận bài sửa sau phản biện: 20/02/2025

Ngày chấp nhận đăng: 28/5/2025

1. MỞ ĐẦU

Tinh bột là một nguồn thực phẩm quan trọng, giúp cung cấp năng lượng và duy trì sức khỏe, sự phát triển của con người, có nhiều trong các loại hạt (gạo, ngô,...), củ (sắn, khoai,...), quả (táo, chuối,...). Tinh bột là chất rắn màu trắng, không tan trong nước lạnh, trong nước nóng từ 65°C trở lên tinh bột trở thành keo nhớt, gọi là hồ tinh bột. Do đó, tinh bột được dùng làm chất làm đặc, chất kết dính, chất bao gói, chất ổn định và chất tạo gel trong các sản phẩm thực phẩm. Ngoài ra, tinh bột còn được ứng dụng trong dệt may, mỹ phẩm, dược phẩm, giấy, ngành công nghiệp nhựa do tính sẵn có, giá thành thấp, khả năng phân hủy sinh học và đặc tính không độc hại [1]. Tuy nhiên, việc ứng dụng tinh bột tự nhiên bị hạn chế do độ ổn định nhiệt, nhiệt độ hồ hóa thấp, độ thoái hóa cao, độ trong của bột nhão thấp và độ đục của gel cao,... [2]. Để khắc phục những nhược điểm này, tinh bột tự nhiên đã được nghiên cứu biến tính bằng các phương pháp vật lý [3, 4], hóa học [5] và sử dụng enzyme [6, 7].

Quá trình biến tính tinh bột bằng phương pháp hóa học được chia thành các loại khác nhau, như este hóa, ete hóa, thủy phân bằng acid và oxy hóa dựa trên loại hóa chất được sử dụng và liên kết giữa nhóm chức năng và nhóm hydroxyl trong tinh bột. Thủy phân tinh bột bằng acid là một phương pháp hiệu quả để cắt mạch tinh bột, các ion H^+ của acid sẽ tác dụng lên liên kết α -1,6-glycosidic và sau đó là α -1,4-glycosidic để cắt các nhánh của amylopectin và chuyển chúng thành các phân tử amylose nhỏ hơn [5]. Có thể sử dụng các acid vô cơ và hữu cơ như sulfuric acid [8, 9], hydrochloric acid [10], citric acid [11], oxalic acid [12], acetic acid [13, 14]. Hiệu quả của quá trình phụ thuộc vào các thông số như nồng độ của acid, thời gian phản ứng, nhiệt độ phản ứng và nguồn tinh bột [15].

Hee-Young Kim và nhóm nghiên cứu [16] đã sử dụng sulfuric acid (3,16M) để thủy phân một số loại tinh bột như ngô, ngô nếp, khoai tây cho thấy mức độ thủy phân đạt 61,4 đến 90,9% tùy theo loại tinh bột. Quá trình thủy phân thực hiện ở 40°C, thời gian thủy phân 7 ngày thì thu được tinh bột có dạng hạt tròn hoặc oval với đường kính 40 - 70nm. Khi kết hợp siêu âm trong quá trình thủy phân cũng như tái phân tán mẫu tinh bột ngô nếp đã được thủy phân thì hiệu quả tạo nano tinh bột tăng lên rõ rệt, mẫu thủy phân sau 2 ngày cho kích thước hạt tương đương với mẫu thủy phân trong 7 ngày (-70nm) với độ đồng đều cao [8]. Khi sử dụng hỗn hợp 2 acid H_2SO_4 và HCl với tỉ lệ 1:1 (tổng nồng độ ion H^+ trong dung dịch là 6,32M) thì thời gian thủy phân rút ngắn rất nhiều, từ 5 ngày xuống còn 1

giờ mà hiệu quả thủy phân không thay đổi. Tinh bột sau thủy phân có độ kết tinh tăng dần và kích thước hạt giảm dần theo thời gian thủy phân [5]. Nghiên cứu của Dagmara Bajer [3] cũng cho thấy, khi kết hợp siêu âm thì chỉ sau 2h thủy phân tinh bột bằng acid HCl (1h thủy phân và 1h siêu âm), đã thu được hạt nano tinh bột với kích thước < 5nm (kết quả TEM). Sản phẩm tinh bột thủy phân này có khả năng ứng dụng trong thực phẩm và dược phẩm tốt hơn so với tinh bột ban đầu do độ bền lớn hơn. Một số nghiên cứu đã cho thấy nano tinh bột @polyphenol có độ ổn định cao hơn polyphenol tự do [17], độc tính tế bào thấp và có thể được giải phóng liên tục trong điều kiện dạ dày và ruột bị kích thích [18].

Bài báo này trình bày kết quả nghiên cứu quá trình thủy phân tinh bột bằng acid HCl để tạo nano tinh bột định hướng ứng dụng làm chất mang dược chất - polyphenol.

2. THỰC NGHIỆM VÀ PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Nguyên liệu

- Nguyên vật liệu chính: tinh bột bắp (Tài Ký); ethanol (C_2H_5OH , 95%), HCl đặc (Merk), Gallic acid ($C_7H_6O_5$, 98,5%) và Folin-Ciocalteu's Phenol Reagent (2N) (Sigma-Aldrich)

- Chiết lá bàng: lá bàng được thu hái vào mùa hè. Lá bàng tươi được rửa sạch bằng nước máy rồi cắt khoảng 1cm, phơi khô trong 72h rồi xay nhỏ thành bột. Hòa 5g bột lá bàng trong 100mL dung môi ethanol. Hỗn hợp được siêu âm trong thời gian 30 phút rồi được khuấy gia nhiệt ở 60°C trong 30 phút. Ly tâm hỗn hợp (6000 rpm x 10 phút). Sử dụng chloroform để loại chlorophyll trong dịch chiết. Hàm lượng polyphenol trong dịch chiết lá bàng được xác định theo phương pháp đo màu (UV-vis) dùng thuốc thử Folin - Ciocalteu [19].

2.2. Chế tạo nano tinh bột

Huyền phù tinh bột ngô Tài Ký (15% w/v) được điều chế bằng phương pháp thủy phân trong môi trường hydrochloric acid bằng cách khuấy đều tinh bột ở nhiệt độ thường cho phân tán tốt trong nước, tiếp đó nhỏ từng giọt dung dịch HCl 6M vào hỗn dịch để đạt nồng độ acid trong hỗn hợp phù hợp. Sau đó, mẫu được khuấy từ gia nhiệt ở nhiệt độ 50°C, tốc độ 600 vòng/phút. Tinh bột bắp được thủy phân bằng acid trong những khoảng thời gian nhất định, sau đó hỗn dịch được siêu âm 30 phút trong bể siêu âm, chế độ quét tần số liên tục (Elmasonis S 300H). Mẫu được rửa bằng nước cất nhiều lần bằng ly tâm tốc độ 10.000 vòng/phút cho đến khi đạt pH trung tính. Mẫu trung tính được tái phân tán trong nước và siêu âm 10 phút rồi được đông khô trong 10 giờ để thu được mẫu

khô. Các mẫu được ký hiệu là TB - mẫu tinh bột ban đầu; 2h, 3h, 4h, 5h tương ứng mẫu tinh bột sau khi thủy phân trong 2 giờ, 3 giờ, 4 giờ, 5 giờ.

2.3. Các phương pháp và kỹ thuật đánh giá

- Mức độ thủy phân tinh bột (degree of the hydrolysis - DH) được xác định dựa vào tỉ lệ giữa khối lượng mẫu khô thu được và lượng tinh bột ban đầu theo công thức [5]:

$$DH(\%) = 1 - \frac{\text{khối lượng tinh bột khô thu được sau thủy phân}}{\text{khối lượng tinh bột khô ban đầu}} (\%)$$

- Phân bố kích thước hạt và phân bố thể zeta của mẫu được xác định trên thiết bị Zetasizer-Nano ZS (hãng Malvern - UK) tại Viện Khoa học vật liệu - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam. Hình thái học bề mặt của các mẫu được xác định thông qua ảnh chụp SEM trên thiết bị HITACHI S-4800 tại Viện Khoa học vật liệu - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam với các độ phóng đại khác nhau. Giảm nhiễu xạ tia X các mẫu được đo trên thiết bị D8 Advance (Bruker, Đức) sử dụng điện cực catot Cu; góc nhiễu xạ (2θ) dao động từ 10° đến 70° , bước nhảy $0,03^\circ$. Độ kết tinh tương đối được tính toán dựa trên tỷ lệ diện tích tinh thể trên tổng diện tích nhiễu xạ. Thông tin về các nhóm cấu trúc trong các mẫu tinh bột được xác định bằng phương pháp quang phổ hồng ngoại biến đổi Fourier (FT-IR). Mẫu được đo trong khoảng bước sóng từ 4000 đến 400cm^{-1} trên thiết bị Nicolet iS10 (Thermo Scientific - Mỹ).

- Gắn polyphenol lên tinh bột: Tinh bột sau khi thủy phân được sử dụng để nghiên cứu gắn polyphenol trong dịch chiết lá bàng. 100mL dịch chiết lá bàng được nhỏ từ từ vào 100mL dung dịch tinh bột ở 70°C sao cho tỉ lệ tinh bột:polyphenol = 75%:50% (w/w). Hỗn hợp sau đó được siêu âm trong 15 phút và khuấy từ gia nhiệt ở 90°C trong 60 phút thu hỗn dịch. Ly tâm hỗn dịch thu được ở 6000 rpm trong 10 phút. Phần rắn được phân tán trong nước và ly tâm lại.

- Xác định khả năng chống oxy hoá: 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH) là chất tạo ra gốc tự do được dùng để thực hiện sàng lọc tác dụng chống oxy hóa của các chất nghiên cứu. Hoạt tính chống oxy hóa thể hiện qua việc làm giảm màu của DPPH, được xác định bằng phương pháp đo quang ở bước sóng $\lambda = 515\text{nm}$.

Pha dung dịch DPPH có nồng độ 1mM trong Methanol (MeOH). Chất thử pha trong nước deion. Trên đĩa 96 giếng, một dãy chất thử ở các nồng độ khác nhau được kết hợp với dung dịch DPPH trong 30 phút ở 37°C . Độ hấp thụ của DPPH sau phản ứng được đọc trên máy quang

phổ Biotek ở bước sóng 517nm. % bẫy gốc tự do DPPH của mẫu thử được tính theo công thức sau:

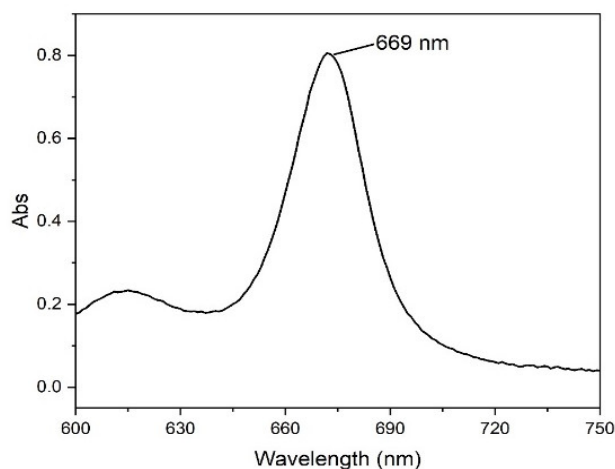
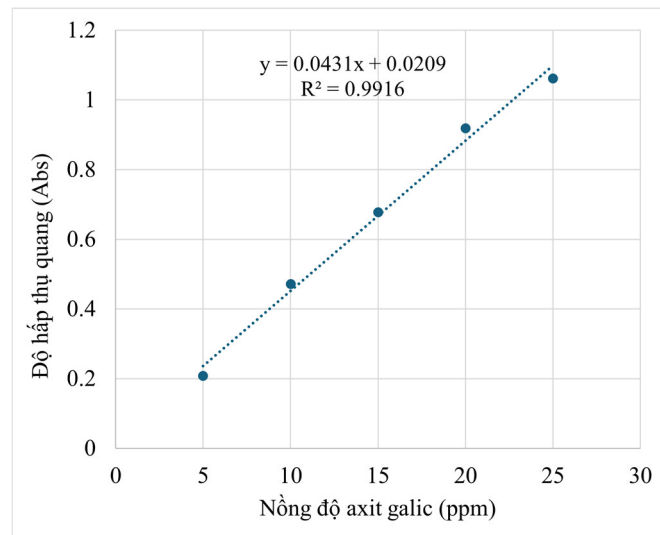
$$SC\% = (OD_{\text{trắng}} - OD_{\text{mẫu thử}}) / OD_{\text{trắng}} (\%)$$

EC_{50} được tính theo giá trị SC tương quan với các nồng độ khác nhau của chất thử, thí nghiệm được lặp lại với $n = 3$.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Định lượng polyphenol trong dịch chiết lá bàng

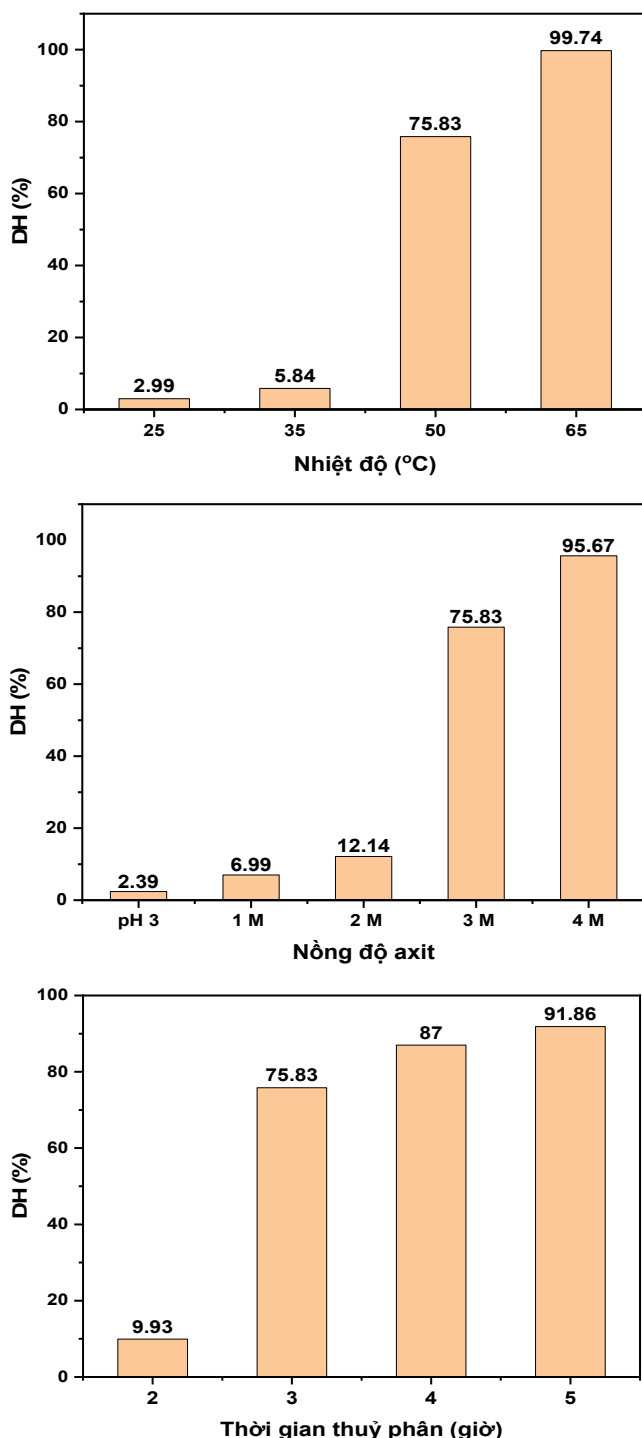
Xây dựng đường chuẩn của galic acid trong khoảng nồng độ từ 5ppm đến 25ppm với thuốc thử Folin - Ciocalteu; mẫu dịch chiết lá bàng được đo quang ở các dải bước sóng từ 600nm đến 750nm, cho thấy pick đặc trưng hấp thụ quang của polyphenol tại bước sóng 669nm (hình 1). Phần dịch chiết lá bàng thu được từ 5 gam bột lá bàng được đo quang phổ ở bước sóng cực đại 669 nm, hàm lượng polyphenol tổng thu được là 138,53mg GAE/g.



Hình 1. Đường chuẩn galic acid định lượng polyphenol và phổ UV-Vis của dịch chiết lá bàng

3.2. Khảo sát điều kiện thủy phân tinh bột

Kết quả DH

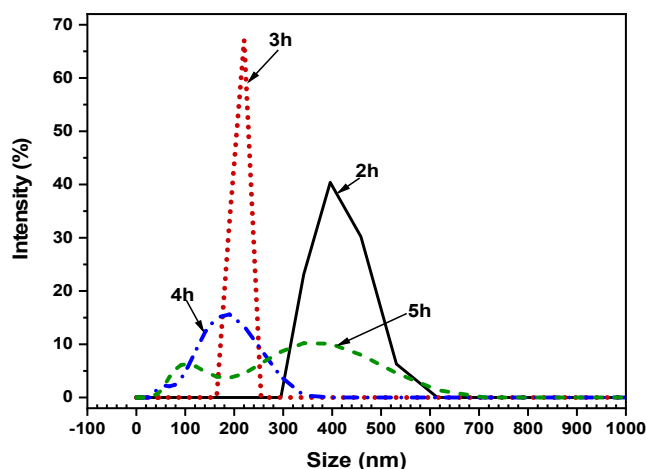


Hình 2. Kết quả đo mức độ thủy phân các mẫu tinh bột

Kết quả xác định mức độ thủy phân tinh bột (DH) bằng dung dịch acid HCl theo các điều kiện khác nhau được thể hiện trên hình 2. Kết quả cho thấy, với nhiệt độ thủy phân thấp thì mức độ thủy phân tinh bột rất thấp (dưới 10%), tuy nhiên nếu thực hiện ở nhiệt độ cao (65°C) thì quá trình thủy phân có thể coi như xảy ra hoàn toàn, tuy nhiên

cần khống chế nhiệt độ vì ở nhiệt độ khoảng này sẽ xảy ra hiện tượng hồ hoá tinh bột. Hơn nữa, ở nhiệt độ cao thì sự bay hơi của acid HCl sẽ rất nhanh. Do vậy, thực hiện phản ứng ở 45 - 50°C là hợp lý. Khi nồng độ acid chưa đủ so với tỷ lệ tinh bột thì độ thủy phân cũng rất thấp, tuy nhiên khi nồng độ acid tăng lên đến 4M thì sự bay hơi cũng nhiều, do vậy lựa chọn lượng acid sử dụng với nồng độ trong hỗn dịch là 3M. Ở điều kiện nhiệt độ và acid lựa chọn như vậy thì khi thời gian thủy phân tăng, DH cũng tăng. Khi thời gian thủy phân tăng từ 2h lên 3h thì DH tăng nhanh, sau đó thì giá trị DH tăng chậm khi thời gian thủy phân tăng lên 5h. Kết quả này phù hợp với nghiên cứu của các tác giả [8, 9], với giả thuyết quá trình thủy phân tinh bột bằng acid được chia thành hai quá trình: quá trình thủy phân ban đầu với tốc độ tương đối nhanh xảy ra chủ yếu ở vùng vô định hình, sau đó quá trình thủy phân với tốc độ chậm xảy ra đồng thời ở vùng vô định hình và vùng tinh thể [5]. Một số nghiên cứu cũng chỉ ra rằng Cl^- có thể thúc đẩy sự xâm nhập của H^+ vào màng oxit, do đó có thể thúc đẩy sự xâm nhập của H^+ vào bên trong hạt tinh bột [5, 14].

Kết quả đo phân bố cỡ hạt



Hình 3. Kết quả đo phân bố cỡ hạt các mẫu tinh bột

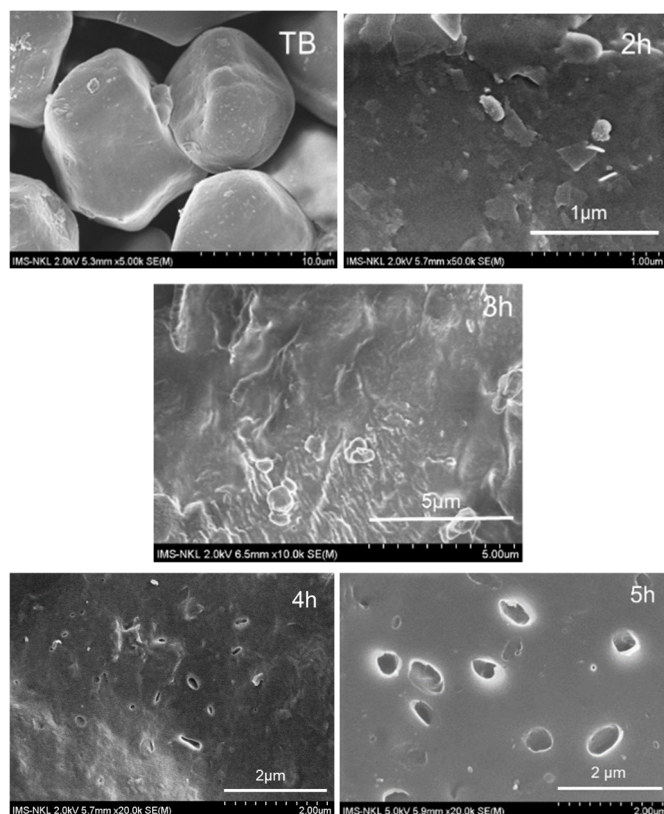
Sự phân bố kích thước hạt của các mẫu được thể hiện trong hình 3. Đồ thị trên hình 3 không thể hiện kết quả đo phân bố mẫu tinh bột ban đầu do mẫu có kích thước lớn, ngoài khoảng đo của thiết bị, nên không đo được kích thước theo phân bố cỡ hạt. Đối với mẫu thủy phân trong 2h cho thấy đỉnh ở khoảng 400nm và 200nm đối với mẫu 3h. Các mẫu 4h và 5h đều có 2 đỉnh chính ở các đỉnh 53nm và 174nm đối với mẫu 4h, 107nm và 353nm đối với mẫu 5h. Nguyên nhân xuất hiện 2 đỉnh là do sự phân bố kích thước hạt không hoàn toàn đồng đều, các đỉnh thứ hai là do sự kết tụ của các hạt nano tạo thành các hạt lớn hơn [5]. Kết quả kích thước hạt trung bình (bảng

1) có sự khác so với vị trí pic mật độ hạt là do trong quá trình thủy phân, các hạt nano tinh bột được tạo ra liên tục, nhưng các hạt nano tinh bột thu được có thể có xu hướng kết tụ thành các tập hợp dễ dàng lắng đọng dưới dạng hạt micro, do đó trong mẫu có sự phân bố các hạt lớn và hạt nhỏ [8]. Tuy nhiên, kích thước hạt trung bình giảm chứng tỏ lượng các hạt nano tăng lên khi kéo dài thời gian thủy phân.

Bảng 1. Kết quả đo phân bố cỡ hạt

Mẫu	TB (nm)	Pdl
TB	-	-
2-30	784,5	0,531
3-30	508,8	0,583
4-30	226,3	0,413
5-30	323,8	0,565

Ảnh chụp SEM



Hình 4. Ảnh SEM các mẫu tinh bột

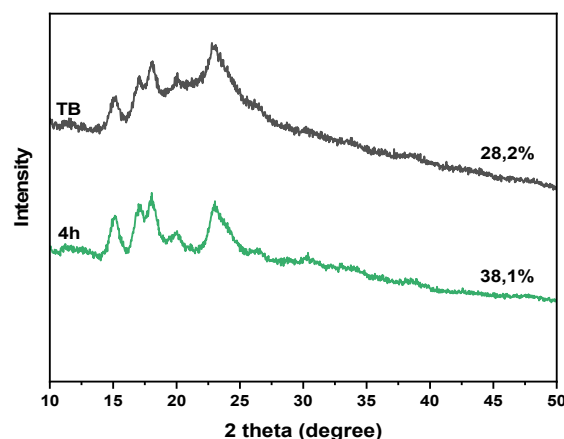
Ảnh SEM của các mẫu được thể hiện trong hình 4. Sau khi thủy phân 2h, các hạt tinh bột hầu như không thay đổi nhiều, nhưng đã bắt đầu xuất hiện các phân mảnh nhỏ, có khi nhỏ khoảng 200nm. Khi tăng thời gian thủy phân lên 3 - 4h thì hình thái học của hạt tinh bột thay đổi, các hạt nhỏ hơn theo thời gian thủy phân. Tuy nhiên với mẫu thủy phân 5h thì kích thước hạt lại lớn hơn mẫu 4h, có lẽ do sự kết tụ của các hạt hơn thành các hạt lớn hơn [5]. Từ

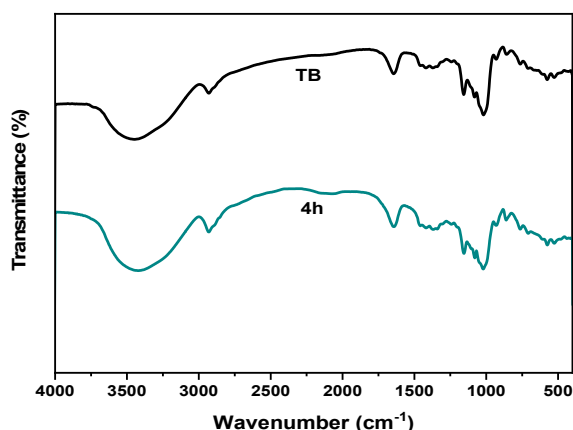
kết quả SEM và đo phân bố cỡ hạt cho thấy thời gian thủy phân tinh bột hợp lý là 4h.

3.3. Đặc trưng tinh bột bắp sau thủy phân

Giải đồ nhiễu xạ tia X của các mẫu tinh bột trước và sau thủy phân ở điều kiện 4h được trình bày ở hình 5. Các pic đặc trưng ở vị trí khoảng 15, 23 và pic kép ở 17 - 18 độ tương ứng với cấu trúc tinh bột loại A [8]; pic ở khoảng 20° có thể được quy cho một lượng tinh thể loại V [3]. Đỉnh nhiễu xạ tia X của tinh bột sau thủy phân giống với đỉnh nhiễu xạ tia X của tinh bột ban đầu, vẫn là tinh thể loại A, tuy nhiên, cường độ của pic tăng sau khi thủy phân bằng acid, hay độ tinh thể của mẫu tăng [5], chứng tỏ rằng quá trình thủy phân đã phá hủy các vùng vô định hình và giữ lại cấu trúc tinh thể đặc khít của tinh bột [14]. Sự tăng độ kết tinh của tinh bột sau quá trình thủy phân có thể được giải thích là do sự phân cắt amylose ở vùng vô định hình để tạo cấu trúc tinh thể; hoặc có thể do sự tách một chuỗi xoắn kép khỏi khung amylopectin dẫn đến có thể loại bỏ giới hạn về không gian và làm cho chuỗi xoắn kép được sắp xếp thành nhiều cấu trúc tinh thể hơn [5].

Trên phổ FTIR (hình 5) của mẫu tinh bột ban đầu và mẫu tinh bột sau thủy phân không quan sát thấy sự dịch chuyển pic nào rõ rệt, chứng tỏ các mẫu có cùng kiểu cấu trúc. Dải hấp thụ chính, điển hình cho polysaccharides, ở vùng 3700 - 3000cm⁻¹ (với cực đại ở 3448cm⁻¹) do dao động kéo dài của các nhóm hydroxyl trong đơn vị glucose [3]. 2931cm⁻¹ là đỉnh do dao động kéo giãn liên kết hydrocarbon không đối xứng trong -CH₂-. 1644cm⁻¹ do dao động uốn của liên kết H-O của tinh bột trong nước. Dao động uốn của liên kết C-H trong đơn vị glucose được thể hiện ở đỉnh trong khoảng 1350 đến 1510cm⁻¹. Dao động kéo của nhóm -OH của rượu bậc 2 và -OH của tinh bột được thể hiện ở 1157 và 1018cm⁻¹. Vùng phổ đặc trưng cho cấu trúc xoắn kép tạo thành bởi các amylose và/hoặc amylopectin mạch ngắn thể hiện rõ ở dải 1200 - 800cm⁻¹ [5].





Hình 5. Giảm độ XRD (trái) và phổ FT-IR (phải) các mẫu tinh bột

3.4. Hoạt tính sinh học của nanocomposite tinh bột@polyphenol

Kết quả đánh giá khả năng chống oxy hoá (thử đối với DPPH) các mẫu được trình bày trong bảng 2. Kết quả cho thấy, dịch chiết lá bàng có hiệu quả trong việc ngăn chặn hoạt động của các gốc tự do với giá trị EC_{50} của dịch chiết lá bàng là $7,71 \pm 0,5$ ppm. Giá trị EC_{50} của dịch chiết lá bàng gắn trên nano tinh bột (mẫu lá bàng - tinh bột) là $0,028 \pm 0,005$ ppm chứng tỏ khi dịch chiết lá bàng kết hợp với các hạt nano tinh bột đã làm tăng khả năng chống oxy hoá DPPH. Giá trị EC_{50} của Quercetin là $9,8 \pm 0,3$ ppm cao hơn so với dịch chiết lá bàng và dịch chiết lá bàng + tinh bột. Điều này cho thấy dịch chiết lá bàng - tinh bột có hiệu quả chống oxy hóa mạnh hơn so với dịch chiết lá bàng và Quercetin trong điều kiện thí nghiệm này. Điều này có thể được lý giải là các hạt nano có kích thước nhỏ diện tích bề mặt lớn nên tăng cường khả năng phân tán của các hợp chất polyphenol có trong dịch chiết lá bàng, làm cho chúng dễ tiếp xúc với gốc tự do DPPH hơn qua đó làm tăng cường hiệu quả chống oxy hoá.

Bảng 2. Kết quả đánh giá khả năng chống oxy hoá

STT	Tên mẫu	Giá trị EC_{50} (ppm)
1	Dịch chiết lá bàng	$7,71 \pm 0,5$
2	Dịch chiết lá bàng + tinh bột	$0,028 \pm 0,005$
Chất tham chiếu	Quercetin	$9,8 \pm 0,30$

4. KẾT LUẬN

Sử dụng dung dịch acid HCl (3 M) có kết hợp siêu âm đã cắt mạch thành công tinh bột bắp. Hiệu suất thủy phân tăng dần và đạt 91,86% sau 5 giờ. Cấu trúc tinh thể của tinh bột không thay đổi với các đỉnh pic XRD đặc trưng ở vị trí 15, 17 - 18 và 23° của tinh thể loại A, tuy nhiên độ kết tinh của tinh bột tăng dần, đồng thời kích thước hạt tinh bột giảm dần, nhỏ nhất có thể < 100nm, khi thời

gian phản ứng tăng. Kết quả FTIR cho thấy cấu trúc phân tử tinh bột không thay đổi, tuy nhiên tỷ lệ pic vùng kết tinh (1045cm^{-1}) và vùng vô định hình (1020cm^{-1}) thay đổi tương ứng với sự thay đổi tỷ lệ vùng kết tinh và vùng vô định hình trong tinh bột. Kết quả thử nghiệm sơ bộ khả năng mang hoạt chất polyphenol trong dịch chiết lá bàng và khả năng chống oxy hoá cho thấy, tinh bột thu được sau quá trình thủy phân có khả năng mang hoạt chất polyphenol và có hoạt tính chống oxy hoá cao, do đó có khả năng ứng dụng trong lĩnh vực dược phẩm.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Punia S., "Barley starch modifications: Physical, chemical and enzymatic - A review," *Int J Biol Macromol*, 144, 578-585, 2020.
- [2]. Almeida R.L.J., et al., "Effect of heat-moisture treatment on the thermal, structural and morphological properties of Quinoa starch," *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 3, 100192, 2022.
- [3]. Bajer D., "Nano-starch for food applications obtained by hydrolysis and ultrasonication methods," *Food Chemistry*, 402, 134489, 2023.
- [4]. Airlangga B., et al., "Study of cassava starch degradation using sonication process in aqueous sodium chloride," *Science of Food and Agriculture*, 101(6), 2406-2413, 2020.
- [5]. Li S., et al., "Rapid preparation of starch nanocrystals by the mixed acid of sulfuric acid and hydrochloric acid," *International Journal of Biological Macromolecules*, 232, 123402, 2023.
- [6]. Demiate I. M., Bet C. D., Ito V. C., "Chapter 6 - Commercial starches modified by physical, chemical, enzymatic and combined methods: processes and applications," *Starch Industries: Processes and Innovative Products in Food and Non-Food Uses* 3, 115-154, 2024.
- [7]. Lina Xiong, et al., "Structural and physicochemical properties of lotus seed starch nanoparticles prepared using ultrasonic-assisted enzymatic hydrolysis," *Ultrasonics - Sonochemistry*, 68, 105199, 2020.
- [8]. Kim H. Y., et al., "Effect of ultrasonic treatments on nanoparticle preparation of acid-hydrolyzed waxy maize starch," *Carbohydrate Polymers*, 93, 582-588, 2013.
- [9]. Hu W. X., et al., "A new sight separation for collecting starch nanocrystals with small size and high crystallinity based on the hydrolysis mechanism," *International Journal of Biological Macromolecules*, 253, 126604, 2023.
- [10]. Zhou L., et al., "Preparation and characterization of waxy maize starch nanoparticles via hydrochloric acid vapor hydrolysis combined with ultrasonication treatment," *Ultrasonics Sonochemistry*, 80, 105836, 2021.
- [11]. G. Chavez-Esquivel, H. Cervantes-Cuevas, M.A. Vera-Ramírez, "Effect of dual modification with citric acid combined with ultrasonication on hydrolysis kinetics, morphology and structure of corn starch dispersions," *International Journal of Biological Macromolecules*, 222, 1688-1699, 2022.

- [12]. Zhou L.Y., et al., "Preparation and characterization of waxy maize starch nanocrystals with a high yield via dry-heated oxalic acid hydrolysis," *Food Chemistry*, 318, 126479, 2020.
- [13]. Diop C. I., Li H. L., Xie B. J., Shi J., "Effects of acetic acid/acetic anhydride ratios on the properties of corn starch acetates," *Food Chemistry*, 126, 1662-1669, 2011.
- [14]. Zhu Y.L., et al., "Pickering emulsions stabilized by starch nanocrystals prepared from various crystalline starches by ultrasonic assisted acetic acid: Stability and delivery of curcumin," *International Journal of Biological Macromolecules*, 267, 131217, 2024.
- [15]. Kumari B., Sit N., "Comprehensive review on single and dual modification of starch: Methods, properties and applications," *International Journal of Biological Macromolecules*, 253, 126952, 2023.
- [16]. Kim H.Y., Lee J.H., Kim J.Y., Lim W.J., Lim S.T., "Characterization of nanoparticles prepared by acid hydrolysis of various starches," *Starch - Stärke*, 64(5), 367-373, 2012.
- [17]. Liu C.Z., et al., "Adsorption mechanism of polyphenols onto starch nanoparticles and enhanced antioxidant activity under adverse conditions," *Journal of Functional Foods*, 26, 632-644, 2016.
- [18]. Lian F., et al., "Nano-encapsulation of polyphenols in starch nanoparticles: fabrication, characterization and evaluation," *Food & Function*, 13(14), 7762-7771, 2022.
- [19]. Nguyen T.H.P., et al., "Terminalia catappa leaf extract as a bio-reducing agent to synthesize Cu₂O nanoparticles for methylene blue photodegradation," *Discover Applied Sciences*, 6, 309, 2024.

AUTHORS INFORMATION

**Nguyen Thi Phuong¹, Luu Huy Hieu², Nguyen Thi Thuong³,
Nguyen Thi Phuong Thao³, Nguyen Lam Quynh³,
Dang Van Danh Thai³, Tran Quang Hai², Pham Quynh Ngoc⁶,
Le Thi Phuong Thao^{3,4,5}**

¹Institute of Chemistry and Material, Academy of Military Science and Technology, Vietnam

²Faculty of Chemical Technology, Hanoi University of Industry, Vietnam

³Faculty of Basic sciences, Hanoi University of Mining and Geology, Vietnam

⁴HiTech-CEAE Research Team, Hanoi University of Mining and Geology, Vietnam

⁵BSASD research group, Faculty of Basic sciences, Hanoi University of Mining and Geology, Vietnam

⁶History K3 Class, High School for Gifted Students in Social Sciences and Humanities, Hanoi, Vietnam