

NGHIÊN CỨU CÁC YẾU TỐ ẢNH HƯỞNG ĐẾN QUÁ TRÌNH THU NHẬN CELLULOSE TỪ GỐC MĂNG TÂY

Trần Thị Hồng Hạnh^{1,2}, Trần Văn Nguyên^{1,2,*}

¹Khoa Kỹ thuật Hoá học, Trường Đại học Bách khoa,

Đại học Quốc gia thành phố Hồ Chí Minh

²Đại học Quốc gia thành phố Hồ Chí Minh

*Email: tranvannguyen@hcmut.edu.vn

TÓM TẮT

Các nguồn phụ phẩm nông nghiệp giàu cellulose như: Cuồng bông, thân cây ngô, bã mía và vỏ trấu hiện đang được tận dụng khá nhiều, ứng dụng vào nhiều lĩnh vực khác nhau và một trong số đó là tận dụng để sản xuất phụ gia thực phẩm, trích ly một số hợp chất sinh học. Trong nghiên cứu này, phụ phẩm gốc măng tây được sử dụng để thu nhận cellulose như một nguồn cellulose vi tinh thể dùng làm thực phẩm chức năng. Kết quả thu được cho thấy, thành phần hóa học của bột gốc măng tây có hàm lượng xơ thô là 73,7%, trong đó xơ không tan là 67,9% và xơ tan là 5,8%. Điều kiện phản ứng thích hợp để thu được khối lượng cellulose nhiều nhất bao gồm: Tỷ lệ bột/dung dịch NaOH, nồng độ NaOH, tỉ lệ H₂O₂/dung dịch NaOH, nhiệt độ và thời gian đã chọn tương ứng là 1/30 g/mL, 6% (w/v), 0,9% (v/v), 80°C và 120 phút.

Từ khóa: Cellulose vi tinh thể, măng tây, phụ phẩm.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Cellulose vi tinh thể (MCC) là một loại phụ gia được đánh giá cao bởi các ưu điểm về dinh dưỡng và lợi ích sức khỏe mà nó mang lại. Trong công nghệ thực phẩm, MCC được sử dụng nhiều để làm tá được dập viên do đặc tính liên kết khô [1]. Trong công nghiệp mỹ phẩm, MCC được sử dụng làm chất ổn định gel, chất mang [1]. Trong công nghiệp thực phẩm, vì bản chất của MCC là cellulose, được xem như là chất xơ ăn kiêng [2]. Việc sử dụng MCC để bổ sung vào các sản phẩm thực phẩm không những cải thiện chất lượng sản phẩm mà còn hỗ trợ đường tiêu hóa cho người tiêu dùng, chống táo bón và cung cấp năng lượng hoạt động cho tế bào ruột già, giảm lượng cholesterol máu và hỗ trợ điều trị bệnh đái tháo đường. Một số tính năng công nghệ chính của MCC trong thực phẩm là: Ổn định hệ nhũ tương, độ bền nhiệt, độ bền bột, thay thế chất béo, kiểm soát nước tự do trong quá trình lạnh đông và rã đông [3 - 5].

MCC được điều chế trực tiếp từ chất xơ thực vật và các vi sinh vật có khả năng sản xuất cellulose như: *Vallonia*, *Discitstelium*, *Agrobacterium*,

Aerobacter, *Pseudomonas*, *Sarcina*. Tuy nhiên, *Acetobacter xylinum* (*Glucanacetobacter xylinus*) là loài duy nhất được biết có khả năng tạo thành cellulose với số lượng thương mại [3, 6].

Nguồn nguyên liệu thu nhận cellulose từ thực vật bao gồm nguyên liệu giàu lignocellulosic, đặc biệt là phụ phẩm nông nghiệp [7]. Trong đó, nguồn phụ phẩm nông nghiệp đang được các nhà sản xuất đánh giá cao về mặt kinh tế và môi trường. Thông thường, nguồn phụ phẩm này chiếm khối lượng lớn trong sản xuất và sẽ được thải bỏ, vì vậy việc tận dụng nguồn nguyên liệu dồi dào này để sản xuất MCC, một sản phẩm đem lại giá trị kinh tế cao hơn. Đồng thời, cũng giải quyết vấn đề ô nhiễm môi trường từ nguồn phụ phẩm này.

Để thu nhận MCC từ sợi lignocellulose, thông thường bao gồm 2 bước: (1) Tiền xử lý để thu được cellulose tinh khiết từ quá trình khử lignin hoặc tẩy trắng và thủy phân kiềm; (2) Xử lý cellulose tinh khiết để thu được MCC, thường bằng thủy phân axit [8]. Trong giai đoạn tiền xử lý, các sợi được tẩy trắng bằng các hợp chất clo trong điều

kiện axit hoặc các sợi được xử lý bằng hydrogen peroxide (H_2O_2) trong điều kiện kiềm [9]. Tuy nhiên, sử dụng hợp chất clo để loại bỏ lignin mặc dù hiệu quả nhưng chúng lại gây hại cho môi trường [8]. Sử dụng hydrogen peroxide ở các nồng độ khác nhau trong điều kiện được kiểm soát như một giải pháp thay thế giúp cải thiện hiệu quả của quá trình thủy phân để thu được MCC chất lượng tốt [8]. Kian và cs (2020) [10] xử lý cành olive bằng $NaClO$ và $NaOH$ để thu nhận cellulose cho kết quả kích thước hạt tương ứng là 331 μm và 305 μm do sự tăng dần mức độ phân hủy của các sợi cellulose. Liu và cs (2018) [11] chứng minh $NaOH$ kết hợp với H_2O_2 đã loại bỏ lignin và hemicellulose ra khỏi cellulose của vỏ bưởi. Trong một nghiên cứu khác, MCC được phân lập từ lá cọ dầu tiên xử lý bằng 5% $NaOH$ và 4% (w/v) H_2O_2 có độ kết tinh là 62,3% [12].

Măng tây được trồng phổ biến ở nhiều nơi như: Tỉnh Bình Phước, Long An, Đồng Nai, Phú Yên, Quảng Nam, Ninh Thuận, Lào Cai, thành phố Hồ Chí Minh... Do đó, nguồn phụ phẩm gốc măng tây cũng sẽ tăng đáng kể. Đây là một cơ hội đáng để đầu tư sản xuất MCC từ nguồn nguyên liệu dồi dào tiềm năng này. Tuy nhiên, việc thu nhận cellulose từ gốc măng tây hiện vẫn chưa được nghiên cứu rộng rãi. Vì vậy, nghiên cứu này sẽ tập trung khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình thu nhận cellulose thô từ gốc măng tây, từ đó làm cơ sở tạo MCC.

2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

2.1. Vật liệu

Nguyên liệu gốc măng tây sử dụng thuộc giống măng tây xanh được thu nhận từ nhà vườn ở tỉnh Lào Cai. Sau khi thu nhận, nguyên liệu được phân loại, loại bỏ tạp chất và các phần hư hỏng, rửa để loại bỏ cặn bẩn bám vào nguyên liệu. Gốc măng tây sau rửa được cắt thành từng đoạn khoảng 5 cm rồi đem xay nhỏ và tiến hành lọc để thu nhận phần bã. Bã sẽ được sấy ở 55°C trong khoảng 6 giờ (đến khi độ ẩm trong nguyên liệu dưới 13%). Bã khô sẽ được nghiền nhỏ rồi sàng qua rây 70 mesh để thu nhận bột nguyên liệu. Mẫu bột được bảo quản trong các túi zip, trong đó có gói hút ẩm, ở nhiệt độ phòng.

2.2. Hóa chất

Hóa chất chính dùng trong nghiên cứu gồm: $NaOH$, H_2O_2 , HCl được cung cấp từ Sigma Aldrich (Saint Louis, MO, Mỹ).

2.3. Xác định thành phần hóa học của nguyên liệu

Độ ẩm xác định bằng phương pháp sấy đến khối lượng không đổi, sử dụng thiết bị đo độ ẩm hồng ngoại. Hàm lượng lipid trong mẫu rắn xác định theo phương pháp Soxhlet (AOAC 960.39). Hàm lượng protein thô xác định theo phương pháp Kjeldahl Nessler (AOAC 984.13, 2000). Hàm lượng tro xác định theo phương pháp AOAC 930.30. Hàm lượng carbohydrate xác định theo phương pháp AOAC 985.29, 991.42, 993.19 [13].

2.4. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình thu nhận cellulose từ bột gốc măng tây

Bột gốc măng tây được cho vào erlen cùng dung dịch $NaOH$ và H_2O_2 theo nồng độ và tỷ lệ khảo sát. Hỗn hợp được lắc đều rồi đặt trong bể điều nhiệt tương ứng với các nhiệt độ xác định để tiến hành phản ứng trong những khoảng thời gian khác nhau. Sau đó, hỗn hợp phản ứng được lọc chân không trên giấy lọc có đường kính lỗ 25 μm để thu lấy phần bã. Tiến hành rửa bã nhiều lần bằng nước cất cho đến khi dung dịch rửa đạt giá trị pH trung tính. Cuối cùng, phần bã được sấy ở nhiệt độ 50°C cho đến khối lượng không đổi rồi đem cân để xác định khối lượng cellulose thu nhận được. Các thí nghiệm sẽ được thực hiện với các điều kiện thay đổi như sau:

- Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ giữa bột gốc măng tây so với hỗn hợp dung dịch $NaOH$ và H_2O_2 lần lượt là: 1/20, 1/25, 1/30, 1/35, 1/40 (g/mL).

- Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ dung dịch $NaOH$ lần lượt là: 2%, 4%, 6%, 8%, 10% (w/v).

- Khảo sát ảnh hưởng của tỉ lệ H_2O_2 so với dung dịch $NaOH$ lần lượt là: 0,3%; 0,5%; 0,7%; 0,9%; 1,1% (v/v).

- Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng lần lượt là: 60°C, 70°C, 80°C, 90°C.

- Khảo sát ảnh hưởng của thời gian phản ứng lần lượt là: 60 phút, 120 phút, 180 phút, 240 phút, 300 phút.

2.5. Quá trình điều chế MCC từ cellulose thu nhận từ gốc măng tây

Cellulose thô từ bột gốc măng tây được tinh sạch với các điều kiện phản ứng đã được tối ưu để loại bỏ hemicellulose và lignin theo quy trình của Liu và cs (2018) [11] và sấy ở 50°C tới khối lượng không đổi, sau đó mẫu được xay nghiền thành bột cellulose thô. Bột cellulose thô được rây 210 μm . Sau đó, bột cellulose tinh thu nhận được cho vào erlen cùng với dung dịch HCl với nồng độ 6% và tỉ lệ bột cellulose so với dung dịch HCl là 1/25 g/mL. Erlen chứa mẫu được đặt trong bể điều nhiệt đã được gia nhiệt đến 90°C trong thời gian 90 phút. Sau khi phản ứng xong, hỗn hợp được lọc chân không trên giấy lọc có kích thước đường kính lỗ là 25 μm và rửa nhiều lần bằng nước cất cho đến khi dung dịch rửa đạt pH trung tính. Cuối cùng, phần rắn thu được sẽ sấy ở nhiệt độ 50°C đến khối lượng không đổi. Sau đó, mẫu được xay nghiền thành dạng bột mịn và tiếp tục rây 210 μm .

2.6. Phân tích quang phổ hồng ngoại biến đổi FTIR

Các mẫu trên sẽ được phân tích FTIR tại Viện Công nghệ Hóa học. Phân tích FTIR sẽ được tiến hành trên thiết bị Bruker Tensor 27 tại phòng PM1.2 thuộc Viện Công nghệ Hóa học với khoảng tần số sóng từ 400 - 4.000 cm^{-1} . Trước khi phân tích FTIR, mỗi mẫu được nghiền mịn 1 - 100 μg rồi trộn với bột KBr, sau đó hỗn hợp này sẽ được ép với áp suất 4.200 - 7.000 kg/cm^2 , tạo ra các viên có đường kính khoảng 1 cm, dày từ 1 - 2 mm.

2.7. Khả năng hút nước, hút dầu

Cân 0,2 g mẫu nguyên liệu (đã sấy ẩm) cho vào ống ly tâm, thêm 10 mL nước cất vào ống. Sau đó, sử dụng máy lắc vortex để đảo trộn đều trong 30 giây. Mẫu được để ở nhiệt độ phòng trong 2 giờ. Cứ 10 phút tiến hành vortex đảo trộn mẫu 10 giây. Sau 2 giờ, mẫu được ly tâm ở tốc độ 3.000 vòng/phút trong 30 phút. Bỏ phần nước trên bề mặt, cân lấy phần mẫu đã hút nước, ghi lại khối lượng.

Khả năng hút nước (g nước/g khối lượng khô)

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

Trong đó: m_1 (g) là khối lượng mẫu đã hút nước; m_0 (g) là khối lượng mẫu khô ban đầu.

Khả năng hút dầu làm tương tự, thay 10 mL nước bằng 10 mL dầu.

2.8. Xử lý số liệu

Tất cả thí nghiệm được lặp 3 lần. Các giá trị được biểu diễn bằng giá trị trung bình và sai số chuẩn của các giá trị trung bình, tính toán bằng phần mềm Microsoft Excel (2016). Kết quả thí nghiệm được xử lý bằng phương pháp phân tích phương sai Analysis of Variance (ANOVA) với phần mềm Statgraphics Centurion 18. Sự khác biệt có ý nghĩa giữa các kết quả thí nghiệm được so sánh bởi Multiple range tests ($p \leq 0,05$).

3. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN

3.1. Thành phần và tính chất của bột gốc măng tây

Độ ẩm, hàm lượng tro, hàm lượng lipid, hàm lượng protein, hàm lượng xơ thô của bột gốc măng tây được trình bày trong bảng 1. Theo Iwassa và cs (2019) [14], thành phần hóa học của bột măng tây có sự khác biệt đáng kể. Cụ thể, độ ẩm, hàm lượng tro và hàm lượng protein cao hơn (tương ứng 15,2; 6,4; 11,3%), trong khi xơ tổng thì thấp hơn (63,4%). Sự khác biệt về giống cây trồng, điều kiện địa lý và khí hậu trồng trọt, quá trình tiền xử lý mẫu có sự khác biệt.

Bảng 1. Thành phần hóa học của bột gốc măng tây đã sấy khô

Thành phần	Hàm lượng
Hàm ẩm (%)	9,06 $\pm$ 0,02
Lipid (%)	7,31 $\pm$ 0,01
Protein (%)	7,98 $\pm$ 0,01
Tro (%)	1,95 $\pm$ 0,01
Xơ thô (%)	73,70 $\pm$ 0,01
Xơ tan (%)	5,80 $\pm$ 0,02
Xơ không tan (%)	67,90 $\pm$ 0,01

Độ ẩm bột thấp giúp cho việc bảo đảm chất lượng của bột gốc măng tây, kéo dài thời gian bảo quản, ngăn ngừa sự hư hỏng do hoạt động của vi sinh vật và enzyme.

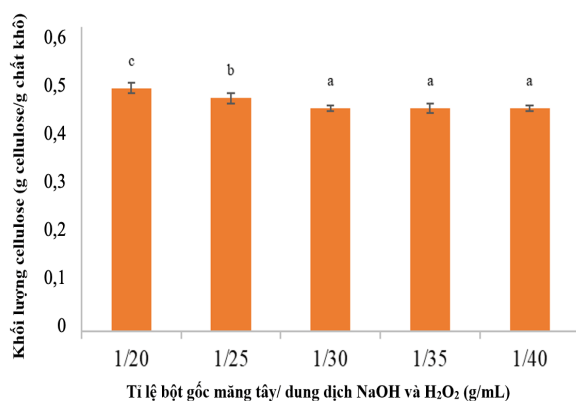
Hàm lượng xơ không tan cao (67,9%, bảng 1) quyết định trực tiếp đến hiệu suất thu hồi sản phẩm bởi MCC được điều chế từ cellulose. Thành phần này chiếm tỉ lệ lớn trong bột gốc măng tây.

3.2. Khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến quá trình thu nhận cellulose thô từ bột gốc măng tây

3.2.1. Ảnh hưởng của tỉ lệ giữa bột gốc măng tây so với hỗn hợp dung dịch NaOH và H_2O_2

Kết quả ở hình 1 cho thấy, từ 100 g mẫu bột gốc măng tây ban đầu, khối lượng cellulose thô thu được sau phản ứng giảm từ 48 g xuống 44 g khi tăng tỉ lệ bột gốc măng tây/dung dịch NaOH và H_2O_2 từ 1/20 - 1/40 g/mL. Tuy nhiên, khối lượng cellulose thu được không có sự khác biệt ($p < 0,05$) khi tăng tỉ lệ bột gốc măng tây/dung dịch NaOH và H_2O_2 từ 1/30 - 1/40 g/mL.

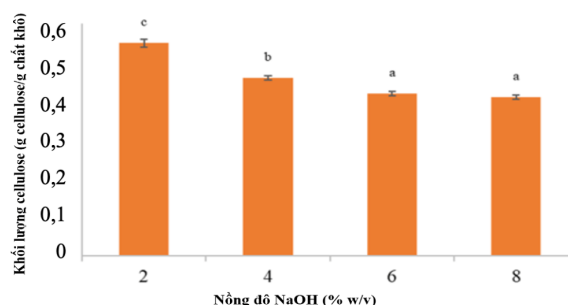
Lượng dịch phản ứng là một trong những yếu tố quan trọng ảnh hưởng đến hiệu suất thu nhận vì nó tác động đến lượng chất hòa tan. Có nghĩa là, khi nồng độ NaOH và H_2O_2 từ 1/20 - 1/25 g/mL không đủ phản ứng để tách hemicellulose và lignin. Trong thí nghiệm này, tỉ lệ 1/30 g/mL được sử dụng cho các thí nghiệm khảo sát tiếp theo vì khối lượng cellulose giảm nhiều nhất chứng tỏ hàm lượng hemicellulose và lignin được loại bỏ sau phản ứng càng nhiều.



Hình 1. Ảnh hưởng của tỉ lệ bột gốc măng tây/ dung dịch NaOH và H_2O_2 (g/mL) đến khối lượng cellulose thô thu nhận

Ghi chú: Các chữ cái in thường khác nhau thể hiện các giá trị trung bình của khối lượng cellulose khác nhau có nghĩa ($p < 0,05$).

3.2.2. Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch NaOH



Hình 2. Ảnh hưởng của nồng độ NaOH (% w/v) đến khối lượng cellulose thô thu nhận

Ghi chú: Các chữ cái in thường khác nhau thể hiện các giá trị trung bình của khối lượng cellulose khác nhau có nghĩa ($p < 0,05$).

Kết quả ở ở hình 2 cho thấy, từ 100 g mẫu bột gốc măng tây ban đầu, khối lượng cellulose thô thu được sau phản ứng giảm từ 55 g xuống 44 g khi tăng nồng độ NaOH từ 2 - 8%. Khối lượng cellulose thu được không có sự khác biệt về mặt thống kê khi tăng nồng độ NaOH từ 6 - 8%. Vì vậy, giá trị nồng độ NaOH ở 6% được sử dụng cho các thí nghiệm khảo sát tiếp theo.

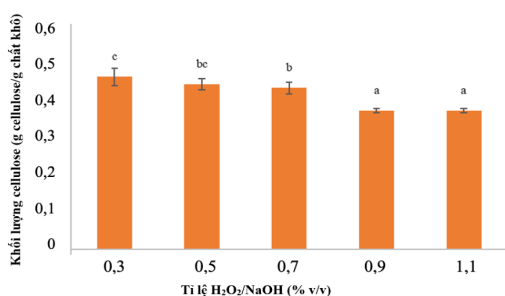
Xử lý kiềm sẽ làm phá vỡ thành tế bào bởi vì kiềm hòa tan hemicellulose, lignin và silica, phân hủy liên kết este của axit uronic và acetic, làm trương cellulose và làm giảm độ kết tinh của cellulose. Hơn nữa, kiềm phá vỡ liên kết α -ete giữa lignin và hemicellulose, liên kết este giữa lignin và/hoặc hemicellulose và các axit hydroxycinnamic như axit p-coumaric và axit ferulic. Chính vì vậy, xử lý kiềm sẽ thay đổi bề mặt của sợi cellulose bằng cách loại bỏ lignin, hemicellulose, sáp và dầu bao phủ ở bề mặt bên ngoài của sợi cellulose. Tuy nhiên, nếu giá trị nồng độ NaOH không được tối ưu hóa, quá trình này có thể gây ra hiện tượng biến tính cellulose. Do đó, nồng độ NaOH là một trong những yếu tố khá quan trọng ảnh hưởng đến hiệu suất tách lignin và hemicellulose khỏi cellulose trong mẫu nguyên liệu ban đầu [15].

Theo Liu và cs (2018) [11], hàm lượng cellulose thu được cao nhất là 77% với nồng độ NaOH là 4%, có sự khác biệt so với kết quả nghiên

cứ này vì sự khác biệt về thành phần hóa học của nguyên liệu vỏ bưởi và măng tây. Cụ thể, tổng hàm lượng các tạp chất như: Protein, lipid, tro trong bột gốc măng tây chiếm 17,24% (Bảng 1), trong khi ở nguyên liệu bột vỏ bưởi là 10,19%. Do đó, cần lượng NaOH lớn hơn để vừa loại bỏ tạp chất ra khỏi nguyên liệu, vừa phá hủy hemicellulose và lignin để thu nhận cellulose thô.

3.2.3. Ảnh hưởng của tỉ lệ H_2O_2 so với dung dịch NaOH

Kết quả ở hình 3 cho thấy, từ 100 g mẫu bột gốc măng tây ban đầu, khối lượng cellulose thô thu được sau phản ứng giảm từ 46 g xuống 37 g khi tăng tỷ lệ H_2O_2 so với dung dịch NaOH từ 0,3 – 1,1%. Khối lượng cellulose thu được khi tăng tỷ lệ H_2O_2 so với dung dịch NaOH từ 0,9 – 1,1% không có sự khác biệt đáng kể. Vì vậy, tỷ lệ H_2O_2 so với dung dịch NaOH là 0,9% được sử dụng cho các thí nghiệm khảo sát tiếp theo.



Hình 3. Ảnh hưởng của tỉ lệ H_2O_2 so với dung dịch NaOH (% v/v) đến khối lượng cellulose thô thu nhận

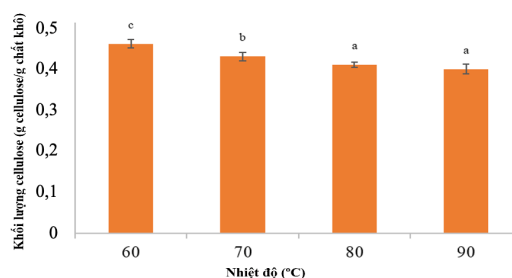
Ghi chú: Các chữ cái in thường khác nhau thể hiện các giá trị trung bình của khối lượng cellulose khác nhau có nghĩa ($p < 0,05$).

Mục đích của H_2O_2 trong quá trình tiền xử lý mẫu bột gốc măng tây là tẩy trắng. NaOH đóng vai trò như một môi trường tạo điều kiện cho H_2O_2 phân ly. Trong nước, H_2O_2 phân ly thành các ion H^+ và ion perhydroxyl (HO_2^-) là ion hoạt động tẩy trắng. Các ion này tác động vào các nối đôi trên mạch và dẫn xuất vòng thơm có trong lignin và hemicellulose giúp loại bỏ lớp vỏ bọc bên ngoài, giải phóng cấu trúc cellulose. Lúc này, mẫu sẽ có màu trắng sáng hơn so với ban đầu chưa qua giai đoạn tiền xử lý. Việc giải phóng hoàn toàn cấu trúc cellulose sẽ giúp các nhóm $-OH$ trong cấu trúc lộ

ra ngoài, giúp cho giai đoạn vi tinh thể hóa bằng axit HCl thuận tiện hơn [16]. Tuy nhiên, sử dụng H_2O_2 với nồng độ cao sẽ gây tốn kém chi phí và khả năng làm biến tính cellulose tăng cao. Do đó, việc khảo sát tỷ lệ H_2O_2 so với dung dịch NaOH là cần thiết.

3.2.4. Ảnh hưởng của nhiệt độ phản ứng

Biểu đồ hình 4 cho thấy, từ 100 g mẫu bột gốc măng tây ban đầu, khối lượng cellulose thô thu được sau phản ứng giảm từ 45 g xuống 37 g khi tăng nhiệt độ phản ứng từ 60 - 90°C. Khối lượng cellulose thu được khi tăng nhiệt độ phản ứng từ 80 - 90°C không có sự khác biệt đáng kể. Kết quả này khác biệt so với kết quả nghiên cứu của Liu và Wen (2017) [17], theo đó hàm lượng cellulose thu được tăng khi nhiệt độ phản ứng tăng mạnh từ 60-85°C và không có sự khác biệt khi tiếp tục tăng nhiệt độ phản ứng từ 85 - 90°C. Do đó, lựa chọn 85°C là nhiệt độ thích hợp cho quá trình này. Tuy nhiên, trong nghiên cứu này, giá trị nhiệt độ phản ứng được chọn là 80°C để sử dụng cho các thí nghiệm khảo sát tiếp theo.



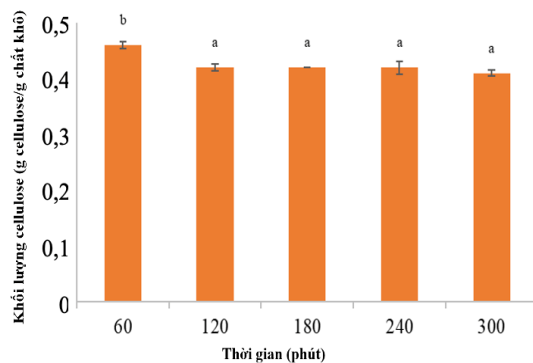
Hình 4. Ảnh hưởng của nhiệt độ đến khối lượng cellulose thu nhận

Ghi chú: Các chữ cái in thường khác nhau thể hiện các giá trị trung bình của khối lượng cellulose khác nhau có nghĩa ($p < 0,05$).

3.2.5. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng

Kết quả ở hình 5 cho thấy, từ 100 g mẫu bột gốc măng tây ban đầu, khối lượng cellulose thô thu được sau phản ứng giảm từ 46 g xuống 41 g khi tăng thời gian phản ứng từ 60 - 300 phút. Khối lượng cellulose thu được có sự khác biệt không đáng kể ($p < 0,05$) khi tăng thời gian phản ứng vượt quá 180 phút. Vì vậy, giá trị nhiệt độ phản ứng là 180 phút được sử dụng cho các thí nghiệm khảo sát tiếp theo.

Khi kéo dài thời gian phản ứng, hiệu suất phản ứng cũng tăng cao. Tuy nhiên, thời gian phản ứng quá dài có khả năng gây phân hủy lignin, hemicellulose dẫn đến việc thu hồi khó khăn [18]. Theo Liu và cs (2018) [11], lựa chọn 4 giờ là khoảng thời gian thích hợp cho quá trình này, có sự khác biệt so với kết quả trong nghiên cứu này là 3 giờ. Nguyên nhân là do sự khác biệt về bản chất cấu trúc cellulose của nguyên liệu dẫn đến thời gian phản ứng với gốc mangan tây ngắn hơn với vỏ bưởi.



Hình 5. Ảnh hưởng của thời gian phản ứng (phút) đến khối lượng cellulose thu nhận

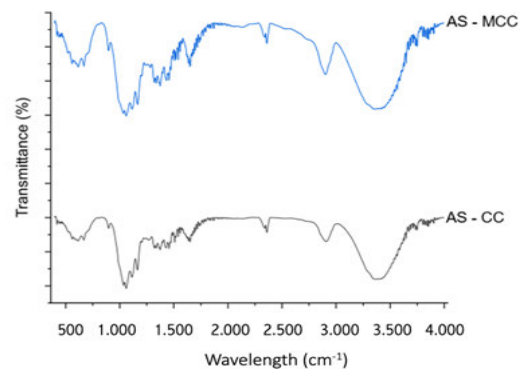
Ghi chú: Các chữ cái in thường khác nhau thể hiện các giá trị trung bình của khối lượng cellulose khác nhau có nghĩa ($p < 0,05$).

3.3. Điều chế MCC từ cellulose thu nhận từ gốc mangan tây

Điều kiện tiền xử lý để thu bột cellulose thô là tỉ lệ bột/dung dịch NaOH: 1/30 g/mL; nồng độ NaOH: 6% (w/v); tỉ lệ H_2O_2 /dung dịch NaOH: 0,9% (v/v); nhiệt độ: 80°C; thời gian: 120 phút. Với các điều kiện tiền xử lý này, hiệu suất thu hồi cellulose là $42 \pm 0,01\%$.

Bột cellulose thô được tinh sạch và xử lý tạo vi tinh thể bằng dung dịch HCl 6%. Mẫu bột cellulose vi tinh thể và mẫu cellulose thô được phân tích phổ hồng ngoại FTIR, kết quả thu được thể hiện ở hình 6. Ở dải bước sóng từ 1.600 - 1.500 cm^{-1} là dải bước sóng đặc trưng cho lignin, phổ của mẫu cellulose thô (AS - CC) và cellulose vi tinh thể (AS - MCC) đều xuất hiện nhiều mũi với cường độ khác nhau. Trong đó, ở mẫu AS - CC cho cường độ các mũi trong vùng này cao nhất cho thấy quá trình kiềm hóa vẫn chưa loại bỏ được toàn bộ hemicellulose

và lignin. Mẫu AS - MCC vẫn còn rất nhiều mũi xuất hiện trong dải bước sóng từ 1.600 - 1.500 cm^{-1} so với phổ FTIR của mẫu MCC theo TCVN 11921-1:2017 [19] và mẫu cellulose vi tinh thể theo nghiên cứu của Kian và cs (2020) [10]. Chính vì vậy, mẫu AS - MCC với kết quả chụp phổ FTIR ở trên vẫn chưa phải là mẫu tối ưu thu nhận được, cần có thêm những nghiên cứu để tối ưu quá trình vi tinh thể hoá.



Hình 6. Phổ FTIR của mẫu bột gốc mangan tây thô (AS - CC) và cellulose vi tinh thể (AS-MCC)

Bảng 2. So sánh cường độ mũi 1.430 cm^{-1} và tính chất chức năng giữa AS-MCC và bột gốc mangan tây thô

Tính chất	Bột gốc mangan tây thô	AS-MCC
Cường độ	Vừa	Mạnh
Khả năng hút nước (%)	$9,48 \pm 0,03^b$	$6,12 \pm 0,08^a$
Khả năng hút dầu (%)	$6,77 \pm 0,06^b$	$5,18 \pm 0,06^a$

Ghi chú: Các chữ cái in thường khác nhau thể hiện các giá trị trung bình khác nhau có nghĩa ($p < 0,05$); AS-MCC: Cellulose vi tinh thể.

Mũi 1.430 cm^{-1} đặc trưng cho liên kết CH_2 đối xứng trong C6 và vùng tinh thể. Cường độ mũi càng lớn chứng tỏ vùng tinh thể càng nhiều [1]. Theo kết quả FTIR, mẫu AS - MCC cho cường độ mũi này mạnh, phù hợp với kết quả mẫu AS - MCC có độ kết tinh cao nhất. Kết quả ở bảng 2 cho thấy, khả năng hút nước của MCC thu nhận được thấp hơn có ý nghĩa thống kê ($p < 0,05$) so với mẫu bột gốc mangan tây nguyên liệu. Tương tự, khả năng hút dầu của MCC thu nhận được cũng thấp hơn có ý nghĩa thống kê ($p < 0,05$) so với mẫu bột gốc mangan tây nguyên liệu. Có thể trong quá

trình thủy phân, tinh sạch đã làm thay đổi cấu trúc bề mặt của hạt nguyên liệu và loại bỏ một phần các chất có chứa nhóm acyl nên làm giảm khả năng hấp thụ nước và hấp thụ dầu.

4. KẾT LUẬN

Thành phần hóa học của bột gốc măng tây có hàm lượng xơ không tan cao (67,9%) cho thấy, nguyên liệu gốc măng tây là có tiềm năng và việc điều chế MCC từ gốc măng tây là khả thi. Điều kiện phản ứng để thu được khối lượng cellulose nhiều nhất bao gồm: Tỷ lệ bột/dung dịch NaOH: 1/30 g/mL; nồng độ NaOH: 6% (w/v); tỷ lệ H₂O₂/dung dịch NaOH: 0,9% (v/v); nhiệt độ: 80°C; thời gian: 120 phút. Để hoàn thiện hơn về sản phẩm MCC từ bột gốc măng tây và ứng dụng trong các sản phẩm thực phẩm công nghiệp, cần có thêm các nghiên cứu khảo sát quá trình tinh sạch để lựa chọn điều kiện tối ưu cho quá trình loại bỏ hemicellulose, lignin nhưng không làm biến tính cấu trúc cellulose.

LỜI CẢM ƠN

Chúng tôi xin cảm ơn Trường Đại học Bách khoa, Đại học Quốc gia, thành phố Hồ Chí Minh đã hỗ trợ cho nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Trache, D. (2016). Microcrystalline cellulose and related polymer composites: synthesis, characterization and properties. *Handbook of composites from renewable materials, structure and chemistry*, 1, 61 - 92.
2. Tarchoun, A. F., Trache, D. & Klapötke, T. M. (2019). Microcrystalline cellulose from *Posidonia oceanica* brown algae: Extraction and characterization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 138, 837 - 845. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.07.176>
3. Imeson, A. (2011). Food stabilisers, thickeners and gelling agents. John Wiley & Sons. Retrieved from <https://books.google.com/books?hl=en&lr=&id=AERPFBV4MuwUC&oi=fnd&pg=PR9&dq=Food+Stabilisers,+Thickeners+and+Gelling+Agents&ots=M5SXsTkaCz&sig=8OmK5JPm2IB9b5kBWUOCDHT9kZo>
4. McGinley, E. J., Thomas, W. R., Champion, S. A., Phillips, G. O. & Williams, P. A. (1984). The

use of microcrystalline cellulose in oil in water emulsions. *Gums and stabilisers for the food industry*, 2, 241 - 249.

5. Oza, K. P. (1987). Colloidal microcrystalline cellulose stabilized emulsions. The Ohio State University. Retrieved from <https://search.proquest.com/openview/db195a1024e8335b3fac7fb51a4c4b9d/1?pq-origsite=gscholar&cbl=18750&diss=y>
6. Keeney, P. G. (1979). Confusion over heat shock [ice cream]. *Food Engineering* (USA).
7. Wada, M., Heux, L. & Sugiyama, J. (2004). Polymorphism of cellulose I family: Reinvestigation of cellulose IV₁. *Biomacromolecules*, 5(4), 1385 - 1391. <https://doi.org/10.1021/bm0345357>
8. Malucelli, L. C., Lacerda, L. G., Dziedzic, M. & Da Silva Carvalho Filho, M. A. (2017). Preparation, properties and future perspectives of nanocrystals from agro-industrial residues: a review of recent research. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 16(1), 131 - 145. <https://doi.org/10.1007/s11157-017-9423-4>
9. Ventura-Cruz, S. & Tecante, A. (2021). Nanocellulose and microcrystalline cellulose from agricultural waste: Review on isolation and application as reinforcement in polymeric matrices. *Food Hydrocolloids*, 118, 106771. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106771>
10. Kian, L. K., Saba, N., Jawaid, M. & Fouad, H. (2020). Characterization of microcrystalline cellulose extracted from olive fiber. *International Journal of Biological Macromolecules*, 156, 347 - 353.
11. Liu, Y., Liu, A., Ibrahim, S. A., Yang, H. & Huang, W. (2018). Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from pomelo peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 111, 717 - 721. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.01.098>
12. Owolabi, A. F., Haafiz, M. K. M., Hossain, Md. S., Hussin, M. H. & Fazita, M. R. N. (2017). Influence of alkaline hydrogen peroxide pre-hydrolysis on the isolation of microcrystalline

- cellulose from oil palm fronds. *International Journal of Biological Macromolecules*, 95, 1228 - 1234. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.11.016>
13. AOAC (2000). Official Methods of Analysis. 17th Edition. The Association of Official Analytical Chemists. Gaithersburg, MD, USA.
14. Iwassa, I. J., Piai, J. F. & Bolanho, B. C. (2019). Fiber concentrates from asparagus by-products: Microstructure, composition, functional and antioxidant properties. *Ciência e Agrotecnologia*, 43, e007319.
15. de Oliveira, R. L., da Silva Barud, H., de Assunção, R. M., da Silva Meireles, C., Carvalho, G. O., Filho, G. R., ... Ribeiro, S. J. L. (2011). Synthesis and characterization of microcrystalline cellulose produced from bacterial cellulose. *Journal of Thermal analysis and Calorimetry*, 106(3), 703 - 709.
16. Sun, R. C., Tomkinson, J., Ma, P. L. & Liang, S. F. (2000). Comparative study of hemicelluloses from rice straw by alkali and hydrogen peroxide treatments. *Carbohydrate Polymers*, 42(2), 111 - 122.
17. Ai-lu, Liu. & Wen, H. (2017). Extraction of cellulose from pomelo peel using alkaline hydrogen peroxide. *Natural product Research and Development*, 29(10), 1779.
18. Nguyễn Thị Minh Nguyệt, Nguyễn Cao Cường (2020). Tách loại lignin từ phế phụ phẩm nông nghiệp (rơm rạ) bằng phương pháp xử lý axit formic. *Tạp chí Khoa học và Công nghệ Lâm nghiệp*, (2), 112 - 118.
19. Tiêu chuẩn Quốc gia TCVN 11921-1:2017. Phụ gia thực phẩm - Các hợp chất cellulose - Phần 1: Cellulose vi tinh thể.

STUDY OF THE FACTORS INFLUENCING THE COLLECTION OF CELLULOSE FROM THE BY-PRODUCT OF OLD ASPARAGUS OFFICINALIS

Tran Thi Hong Hanh^{1,2}, Tran Van Nguyen^{1,2}

¹*Department of Food Technology, Faculty of Chemical Engineering,*

Ho Chi Minh city University of Technology

²*Vietnam National University Ho Chi Minh city*

Summary

Agricultural by-products rich in cellulose, such as cotton shoots, corn stalks, bagasse and rice husks, are currently utilized in various applications, including producing food additives and extracting biological compounds. This study used by-products from asparagus roots to extract cellulose for functional food applications. The analysis revealed that the chemical composition of the asparagus root powder contained 73.7% fiber, with 67.9% insoluble fiber and 5.8% soluble fiber. The optimal reaction conditions for obtaining the highest cellulose mass involved the use of asparagus roots powder/NaOH solution, the concentration of NaOH, H₂O₂/NaOH solution ratio, temperature, and time were 1/30 g/mL, 6% (w/v), 0.9% (v/v), 80°C and 120 minutes, respectively.

Keywords: *Microcrystalline cellulose, asparagus, by-product.*

Ngày nhận bài: 25/7/2024

Ngày chuyển phản biện: 8/8/2024

Ngày thông qua phản biện: 16/8/2024

Ngày duyệt đăng: 6/9/2024