

## Nghiên cứu hoạt tính kháng khuẩn của tẩm vải cotton ngâm trong dung dịch keo nano bạc

Ngô Võ Kế Thành, Nguyễn Thị Phương Phong, Đặng Mậu Chiên

Phòng Thí Nghiệm Công Nghệ Nano, ĐHQG-HCM

(Bài nhận ngày 16 tháng 10 năm 2008, hoàn chỉnh sửa chữa ngày 25 tháng 11 năm 2008)

**TÓM TẮT:** Nano bạc với tính chất diệt khuẩn mạnh đã được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau trong đời sống, một trong những ứng dụng thực tiễn hiện nay là đưa nano bạc vào trong vải sợi nhằm tạo ra những sản phẩm vải kháng khuẩn. Trong bài báo này, tẩm vải cotton được ngâm trong dung dịch keo nano bạc với kích thước hạt từ 7-11nm. Dung dịch này được điều chế bằng phương pháp polyol với sự hỗ trợ gia nhiệt bằng vi sóng. Hoạt tính kháng khuẩn của vải cotton tẩm dung dịch keo nano bạc được khảo sát ở các nồng độ dung dịch keo nano bạc, thời gian tiếp xúc với vi khuẩn, và số lần giặt. Kết quả cho thấy rằng hoạt tính kháng khuẩn tăng với sự gia tăng nồng độ dung dịch keo nano bạc, thời gian tiếp xúc với vi khuẩn, và khả năng kháng khuẩn giảm đi khi tăng số lần giặt.

**Từ khóa:** Hạt nano bạc, vải cotton, hoạt tính kháng khuẩn, vi sóng

### 1. MỞ ĐẦU

Ứng dụng công nghệ nano vào trong các vật liệu dệt may đã tạo một sự hấp dẫn đối với các nhà khoa học nhằm tạo ra các vật liệu với nhiều tính năng tiện ích phục vụ đời sống con người. Đưa các hạt nano vào các sợi và tẩm vải là một trong những hướng nghiên cứu của công nghệ này, tác giả N.Burnision và các cộng sự đã sử dụng hạt nano TiO<sub>2</sub> với tính chất tự làm sạch đưa vào sợi bông nhằm tạo ra các sản phẩm bông vải phục vụ cho y tế và vệ sinh [1, 2, 3]. S. H. Choi và các cộng sự sử dụng hạt nano ZnO, với tính chất kháng tia UV và có tính chất kháng khuẩn, ứng dụng trong các y phục y tế và quần áo để bảo vệ tia nắng mặt trời [4, 5]. Hạt nano bạc, một trong những hạt nano kim loại với tính chất không độc và có khả năng diệt hơn 650 loài vi khuẩn, virút, và các loại nấm mốc, đã được đưa vào ứng dụng trong lĩnh vực dệt may nhằm tạo các sản phẩm vải kháng khuẩn [6].

Vải cotton là một vật liệu dệt may thông dụng cho việc sản xuất các sản phẩm áo quần trong thể thao và các loại áo quần mặc hàng ngày. Một trong những ưu điểm của vải cotton là có khả năng hút ẩm tốt. Tuy nhiên, tính chất hút ẩm này có thể dễ dàng bị tấn công bởi các vi khuẩn, nấm mốc và mùi từ cơ thể tạo ra [7]. Chính vì vậy, nghiên cứu khả năng kháng khuẩn của vải cotton đang được nhiều nhóm nghiên cứu quan tâm. Một trong những giải pháp để giải quyết vấn đề diệt khuẩn của vải cotton là đưa các hạt nano bạc lên trên bề mặt của sợi và tẩm vải cotton. Nhiều tác giả đã nghiên cứu trước đây đã có kết luận khả năng kháng khuẩn tốt của hạt nano bạc trên các nền vải và polymer [6, 8].

Trong bài báo nghiên cứu này, chúng tôi tổng hợp hạt nano bạc theo phương pháp polyol với sự hỗ trợ gia nhiệt bằng vi sóng. Đồng thời, khảo sát hình thái học của tẩm vải cotton tẩm keo nano bạc, mối quan hệ giữa tính chất kháng khuẩn và hàm lượng Ag trong tẩm vải cotton cũng như thời gian tiếp xúc với vi khuẩn. Hơn thế nữa, khả năng ảnh hưởng của quá trình giặt lên hoạt tính kháng khuẩn cũng được nghiên cứu.

### 2. VẬT LIỆU VÀ PHƯƠNG PHÁP

#### 2.1. Nguyên vật liệu và hóa chất

Tẩm vải cotton (107g/m<sup>2</sup>) được sản xuất bởi công ty dệt may Phước Thịnh, Tp. Hồ Chí Minh, Việt Nam. AgNO<sub>3</sub>, Polyvinylpyrrolidone (PVP, Mw = 10<sup>4</sup> gam/mol) và (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>(OH)<sub>2</sub>):

loại tinh khiết MERCH-Đức và Trung Quốc. Vi khuẩn *Escherichia coli* (*E. coli*) (ATTC 25922) và *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) (ATCC 290408) do Viện Pasteur Thành phố Hồ Chí Minh-Việt Nam cung cấp.

## 2.2.Phương pháp

### Tổng hợp dung dịch keo nano bạc

Cho một lượng 0,70 g PVP vào 1 cốc chứa 50 ml dung dịch  $C_2H_5(OH)_2$  đun trên máy khuấy từ từ  $80^0C$  –  $90^0C$  trong khoảng 1giờ đến khi hòa tan, thêm 0,05 g  $AgNO_3$  và tiếp tục khuấy. Đưa toàn bộ dung dịch vào trong lò vi sóng và tiến hành gia nhiệt bằng vi sóng trong 4 phút ở công suất lò 160 oát. Cuối cùng, dung dịch keo nano bạc được tạo ra với màu vàng đậm đặc trưng.

Đo phô UV-vis trên máy Cary 100, Varian, model 100, Úc. Kích thước và hình dáng của các hạt nano bạc được đo bằng thiết bị TEM, (JEM model 1400, 100kV). Sự phân bố kích thước hạt được xác định bằng phần mềm UTHSCSA Image Tool 3.00.

### Chế tạo tấm vải cotton kháng khuẩn

Tấm vải cotton (đường kính 9 cm) được ngâm trong dung dịch keo nano bạc với các nồng độ 20, 50, 80 và 100ppm trong thời gian 5 phút. Sau đó, tấm vải được vắt và sấy khô ở  $80^0C$  trong 15 phút. Một số mẫu sau đó được đem đi giặt bằng nước trong 15 phút với 5, 10, 15 lần giặt.

Sự phân tán các hạt nano bạc trên bề mặt tấm vải cotton được đánh giá bằng FE-SEM, (S-4800) được thực hiện ở 5 kV với độ phóng đại 20000. Đánh giá hàm lượng Ag trên nền cotton bằng thiết bị phổ hấp thu nguyên tử (ICP-AAS) tại Trung Tâm Phân Tích Tp Hồ Chí Minh.

### Thử nghiệm sinh học

Chúng tôi sử dụng phương pháp đếm khuẩn lạc [9] để tiến hành nghiên cứu tính chất kháng khuẩn của tấm vải cotton sau khi ngâm trong dung dịch keo nano bạc. Hiệu suất kháng khuẩn được tính theo công thức sau:

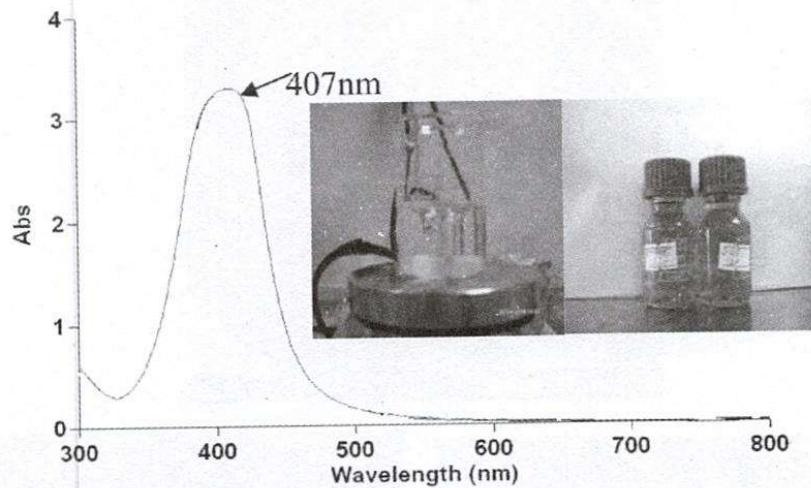
$$\eta = \frac{N1 - N2}{N1} \times 100\%$$

Trong đó  $\eta$ : phần trăm số vi khuẩn bị khử, N1: số vi khuẩn sống sót từ mẫu đối chứng, N2: số vi khuẩn sống sót từ mẫu kiểm tra.

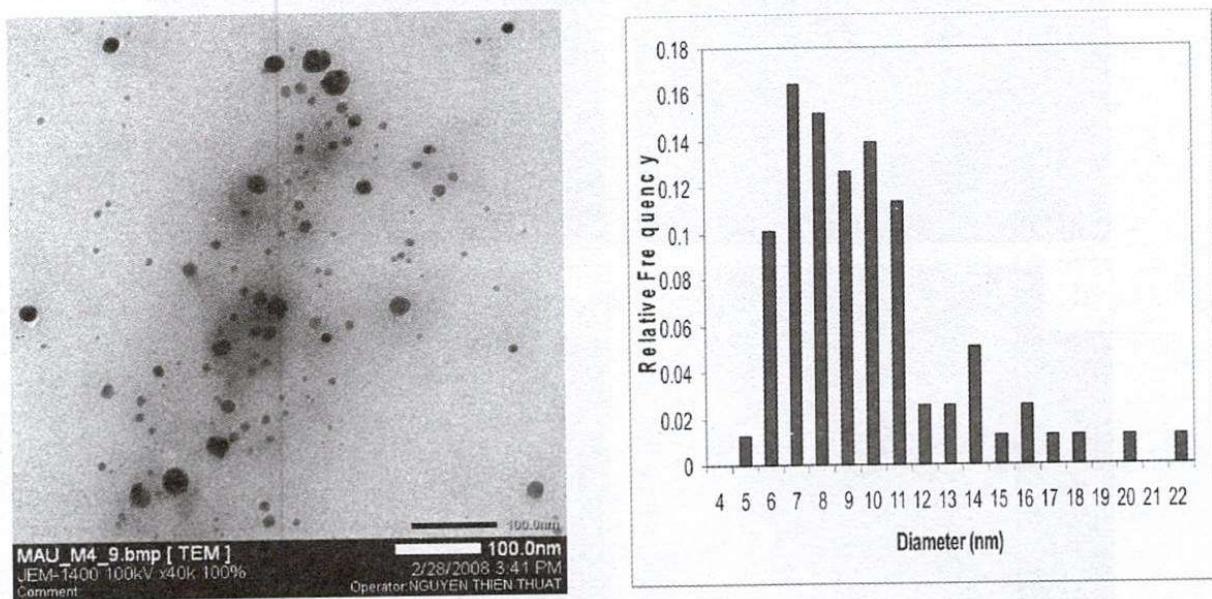
## 3.KẾT QUẢ VÀ BIỆN LUẬN

### 3.1.Tính chất dung dịch keo nano bạc

Quá trình khử hạt nano bạc bằng tác nhân khử  $C_2H_5(OH)_2$  được chứng minh bằng sự thay đổi màu sắc dung dịch từ màu trắng sang màu vàng đậm (Hình 1). Phổ hấp thu của dung dịch keo nano bạc có mũi ở 407 nm chứng minh sự hình thành hạt nano bạc trong dung dịch keo [10]. Bên cạnh đó, các kết quả nhận được từ ảnh TEM cho thấy hạt nano bạc có dạng hình cầu và kích thước hạt nano bạc vào khoảng từ 8-11 nm (Hình 2). Một số tác giả [10] cho rằng sự phân bố đồng đều hạt nano bạc trong dung dịch do sự phân bố đồng đều nhiệt trong lò vi sóng

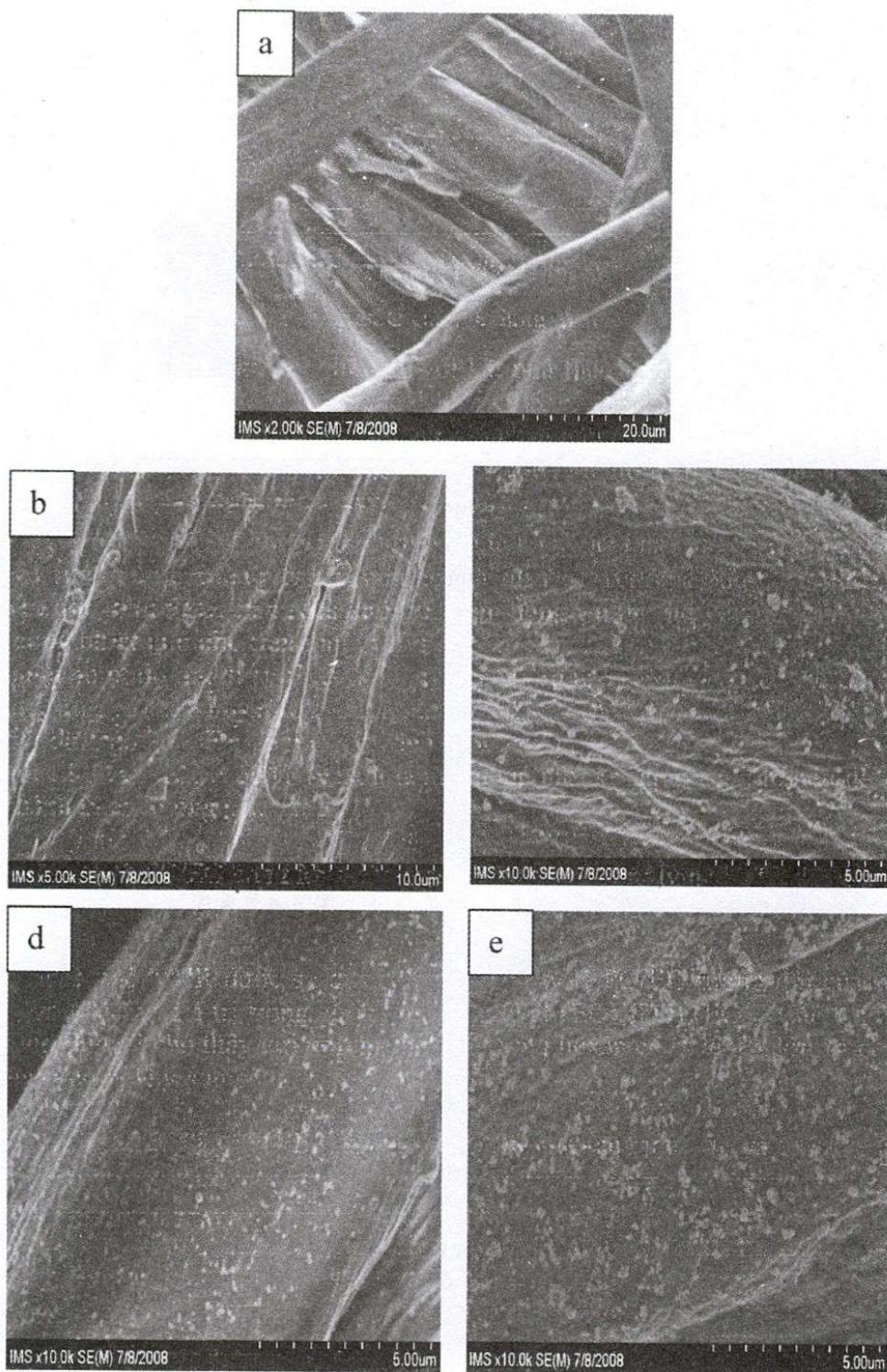


Hình 1. Phô UV-Vis và màu sắc của dung dịch nano bạc trước và sau khi điều chế



Hình 2. Hình TEM hạt nano bạc được điều chế bằng phương pháp vi sóng  
và đồ thị sự phân bố hạt nano bạc

### 3.2. Tính chất của tấm vải cotton/nano bạc



**Hình 3.** Hình FE-SEM của các mẫu vải kháng khuẩn được ngâm trong dung dịch keo nano bạc với các nồng độ khác nhau: (a): 0 ppm, (b): 20 ppm, (c): 50 ppm, (d): 80 ppm, (e): 100 ppm

Hình 3 trình bày bề mặt các mẫu vải ngâm trong các nồng độ keo nano bạc khác nhau được chụp từ kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường (FE-SEM-Scanning Electron Microscope). Từ các hình ảnh cho thấy các hạt nano bạc phân bố tương đối đồng đều trên bề mặt sợi vải và hình dạng của sợi vải vẫn không thay đổi sau khi ngâm vải cotton ở các nồng độ khác nhau. Bên cạnh đó, kết quả chụp phổ hấp thu nguyên tử (ICP-AAS) cho thấy hàm lượng hạt Ag trên bề mặt tấm vải cotton có sự tăng dần từ 276 mg/kg đến 758 mg/kg, đồng thời các hạt nano bạc bám trên sợi vải cũng tăng dần (Hình 3) khi ngâm tấm vải cotton ở nồng độ từ 20 ppm đến 100 ppm (bảng 1). Điều này có thể khẳng định các hạt keo nano bạc có khả năng bám dính khá tốt trên nền vải cotton.

**Bảng 1.**Hàm lượng nano bạc trong vải cotton ở các nồng độ khác nhau

Nồng độ dung dịch keo nano bạc (ppm)	20	50	80	100
Hàm lượng Ag trong vải (mg/kg)	276	698	702	758

### 3.3.Tính chất kháng khuẩn của tấm vải cotton/nano bạc

Ảnh hưởng của nồng độ dung dịch nano bạc đến hoạt tính kháng khuẩn

Hoạt tính kháng khuẩn của tấm vải cotton là kết quả do sự hiện diện các hạt nano bạc bám trên bề mặt tấm vải cotton. Ảnh hưởng nồng độ dung dịch keo nano bạc trong quá trình ngâm tấm vải cotton đến hoạt tính kháng khuẩn được trình bày trong bảng 2. Từ kết quả trong bảng 2 có thể kết luận rằng phần trăm diệt khuẩn tăng lên khi tăng nồng độ dung dịch keo nano bạc và đồng thời hàm lượng hạt nano bạc bám trên tấm vải cotton cũng tăng lên. Khi nồng độ dung dịch keo nano bạc dưới 50 ppm, hiệu suất kháng khuẩn của vi khuẩn *E. Coli* cao hơn so với vi khuẩn *S. aureus*. Điều này có thể giải thích do sự khác biệt về cấu tạo màng tế bào của hai loại vi khuẩn gram âm (*E.coli*) và vi khuẩn gram dương (*S.aureus*). Màng vi khuẩn gram âm có lớp peptidoglycan mỏng hơn (khoảng 7-8nm) so với vi khuẩn gram dương (lớp màng khoảng 20-80 nm), nên các phân tử nano bạc dễ dàng tấn công và xâm nhập qua màng tế bào, dẫn đến hiệu quả tiêu diệt vi khuẩn gram âm cao hơn gram dương [11]. Tuy nhiên, khi nồng độ dung dịch keo nano bạc trên 50 ppm, hiệu suất kháng khuẩn có sự tăng chậm.

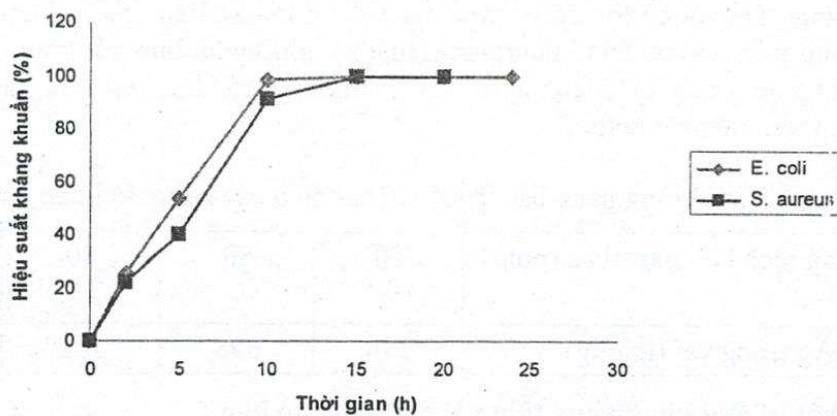
**Bảng 2.** Hiệu suất kháng *E.coli* và *S.aureus*

Nồng độ (ppm)	Hàm lượng bạc trên vải (mg/kg)	<i>E.coli</i>		<i>S.aureus</i>	
		H (%)	Độ lệch chuẩn	H (%)	Độ lệch chuẩn
20	276	44,88	4,18	39,62	2,29
50	698	96,12	1,00	94,08	0,96
80	702	99,31	0,11	99,91	0,028
100	758	99,97	0,014	99,96	0,007

Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc của tấm vải cotton/nano bạc đến hoạt tính kháng khuẩn

Ảnh hưởng của thời gian tiếp xúc của tấm vải cotton/nano bạc với hai dung dịch vi khuẩn *E. coli* và *S. Aureus* được trình bày ở hình 4. Kết quả cho thấy hiệu suất kháng khuẩn của tấm vải cotton/nano bạc trên 65% sau khoảng 10h tiếp xúc với vi khuẩn *E. coli* và *S. aureus*. Hiệu suất kháng khuẩn đối với vi khuẩn *S. Aureus* thấp hơn so với vi khuẩn *E. coli*. Hiện tượng này được giải thích do sự khác biệt về cấu trúc của lớp màng vi khuẩn gram âm (*E.coli*) và gram dương (*S.aureus*) [11]. Từ đồ thị có thể dễ dàng thấy rằng hiệu suất kháng khuẩn của tấm vải

cotton/nano bạc sau 15h tiếp xúc với vi khuẩn *E. Coli* và *S. Aureus* vào khoảng 99,99 % và 99,96 %. Vì vậy, có thể kết luận hoạt tính kháng khuẩn của tấm vải cotton ngâm trong dung dịch keo nano bạc là khá tốt.



**Hình 4.** Hiệu suất kháng khuẩn của tấm vải cotton tẩm dung dịch keo nano bạc ở nồng độ 100ppm kháng *E.coli* và *S.aureus* với những khoảng thời gian khác nhau

#### Ảnh hưởng số lần giặt đến hoạt tính kháng khuẩn

Các hạt nano bạc trên bề mặt của vải cotton có thể bị rửa trôi khi ngâm trong nước. Vì vậy, khả năng bám dính của các hạt nano bạc trên vải cotton được đánh giá bởi quá trình ngâm các mẫu (các mẫu được ngâm trong dung dịch keo nano bạc ở nồng độ 100ppm) trong nước và khuấy trộn ở các thời gian khác nhau. Hoạt tính kháng khuẩn được kiểm tra sau các thời gian ngâm và khuấy trong nước. Bảng 3 trình bày hiệu suất kháng khuẩn của vi khuẩn *E.coli* và *S.aureus* khảo sát theo số lần giặt. Hiệu suất kháng *E.coli* sau 5 lần giặt giảm xuống 97,42%, sau 10 lần giặt 55,66%, 15 lần giặt còn 36,85%. Tương tự với *S.aureus* cũng giảm dần đến 15 lần giặt còn 26,42%. Điều này có thể lý giải là do quá trình xử lý dưới các tác nhân vật lý như cọ, chà xát mạnh có thể làm đứt các liên kết giữa bạc và sợi vải, làm bạc bị rửa trôi. Từ kết quả có thể dự đoán khả năng kháng khuẩn của vải cotton tẩm nano bạc được duy trì tốt sau 10 lần giặt.

**Bảng 3.** Hiệu suất kháng *E.coli* và *S.aureus* của vải tẩm dung dịch keo nano bạc nồng độ 100ppm sau các lần giặt

Số lần giặt	<i>E.coli</i>		<i>S.aureus</i>	
	H (%)	Độ lệch chuẩn	H (%)	Độ lệch chuẩn
1	99,99	0,06	99,99	0,063
5	97,42	0,63	95,87	1,87
10	55,66	0,43	41,67	0,78
15	36,85	2,37	26,42	0,13

#### 4.KẾT LUẬN

Chúng tôi đã chế tạo thành công dung dịch keo nano bạc với dạng hình cầu và kích thước hạt khoảng 7-11 nm bằng phương pháp vi sóng. Dung dịch keo tẩm trên nền vải cotton cho thấy sự phân bố tương đối đồng đều của các hạt nano bạc qua phương pháp phân tích FE-SEM. Khả năng kháng khuẩn của tấm vải cotton/nano bạc tăng khi tăng nồng độ keo nano bạc và thời gian tiếp xúc giữa vi khuẩn với tấm vải cotton/nano bạc. Hiệu suất kháng khuẩn đạt cực đại khi ngâm tấm vải cotton ở nồng độ keo nano bạc 100 ppm. Bên cạnh đó, hoạt tính kháng khuẩn của tấm vải cotton giảm đi khi tăng số lần giặt tấm vải cotton. Có thể dự đoán hiệu suất kháng khuẩn duy trì tốt sau 10 lần giặt.

### STUDY ON ANTIBACTERIAL ACTIVITY OF COTTON FABRIC INCORPORATING NANO SILVER COLLOID

Ngo Vo Ke Thanh, Nguyen Thi Phuong Phong, Dang Mau Chien

Laboratory for Nanotechnology, VNU-HCM

**ABSTRACT:** Silver nanoparticles which are highly effective in killing bacteria have been applied in many fields. One of its practical applications is that the silver nanoparticles are applied in textiles for creating antibacterial fabric. In this work, the cotton fabrics were immersed in nano silver colloid (diameter =7-11 nm) which is prepared by polyol process with microwave heating. The antibacterial performance of the antibacterial cotton fabric was tested for different concentration of nano silver colloid, contact time germs, and washing time. It was found that antibacterial activity increased with the increasing concentration of nano silver colloid, contact time germs and with the decreasing washing time.

**Keyword:** Silver nanoparticles, cotton fabric, antibacterial activity, microwave irradiation

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. N.Burnision, C. Bygott, and J. Stratton, *Nano Technology Meets TiO<sub>2</sub>*, Surface Coating International Part A, 179-814 (2004)
- [2]. Fei, Z. Deng, J.H. Xin, Y. Zhang, G. Pang, *Room temperature synthesis of rutile nanorods and their applications on cloth*, Nanotechnology, 17, 1927-1931(2006)
- [3]. [Z. L. Shi, K. G. Neoh, E. T. Kang, *Antibacterial and mechanical properties of bone cement impregnated with chitosan nanoparticles*, Biomaterials, 26, 501 (2005)]
- [4]. [S. H. Choi, Y. P. Zhang. A. Gopalan, K.P. Lee, H.D. Kang, *Preparation of catalytically efficient precious metallic colloids by gama-irradiation and characterization*, Colloids and surface A: Physicochem. Eng. Aspects, 256, 165-170, (2005)]
- [5]. M. Satio, *Antibacterial Deodorizing and UV Absorbing Materials Obtained with ZnO Coated Fabric*, Journal of Coated Fabrics, 23, 150-164, (1993)
- [6]. H. J. Lee and S. H. Jeong, *Bacteriostasis and Skin innoxiousness of nanosize silver colloids on textile fabrics*. Textile Research Journal, 75, 551, (2005)

- [7]. M. Gorensek and P. Recel, *Nanosilver Functional Cotton Fabric*, Textile Research Journal, 77, 138-141, 2007
- [8]. S. Y. Yeo, H. J. Lee, and S. H. Jeong, *Preparation of nanocomposite Fibres for permanent antibacterial effect*, Journal of Material Sience, 38, 2199-2203 (2003)
- [9]. A. E. Greenberg, L. S. Clesceri, Andrew D. Eaton, *Standard Methods for examination of water and wastewater*, 18<sup>th</sup> Edition 1992
- [10]. H. Jiang, K. S. Moon, Z. Zhang, S. Pothukuchi and C. P. Wong, *Variable frequency microwave synthesis of silver nanoparticles*, Journal of Nanoparticle Research, 8, 117-124 (2006)
- [11]. S. Shrivastava, T. Bera, A. Roy, G. Singh, P. Ramachandrara and D. Dash, *Characterization of enhanced antibacterial effects of novel silver nanoparticles*, Nanotechnology, 18, 103-205 (2007)