# Hấp thụ các ion kim loại Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> và Pb<sup>2+</sup> bằng nano chitosan chế tạo từ chitosan cắt mạch bằng bức xạ Co-60

Lê Xuân Cường<sup>1</sup>, Nguyễn Trọng Hoành Phong<sup>1\*</sup>, Nguyễn Duy Hạng<sup>1</sup>, Lê Văn Toàn<sup>1</sup>, Nguyễn Tấn Mân<sup>1</sup>, Lê Ngọc Chung<sup>2</sup>

> <sup>1</sup>Trung tâm Công nghệ bức xạ, Viện Nghiên cứu hạt nhân <sup>2</sup>Trường Đại học Đà Lạt

Ngày nhận bài 12/11/2018; ngày chuyển phản biện 16/11/2018; ngày nhận phản biện 17/12/2018; ngày chấp nhận đăng 2/1/2019

# <u>Tóm tắt:</u>

Chitosan khối lượng phân tử thấp được tạo ra bằng kỹ thuật chiếu xạ gamma Co-60. Hạt nano chitosan (N-CTS) được điều chế từ chitosan khối lượng phân tử thấp bằng kỹ thuật tạo gel ion hóa với tác nhân tạo liên kết ngang natri tripolyphotphat (TPP). Các thông số ảnh hưởng đến kích thước hạt như hàm lượng chitosan, khối lượng phân tử của chitosan và nồng độ TPP sử dụng cũng được nghiên cứu. Kết quả cho thấy, khối lượng phân tử của chitosan càng thấp tạo ra hạt N-CTS có kích thước càng nhỏ. Các đặc trưng của N-CTS được xác định bằng phổ hồng ngoại chuỗi Fourier (FT-IR), phân tích nhiệt quét vi sai (DSC), tán xạ ánh sáng động (DLS) và kính hiển vi điện tử quét (SEM). Khả năng hấp thụ các ion kim loại Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> và Pb<sup>2+</sup> của N-CTS đã được khảo sát.

Từ khóa: cắt mạch bức xạ, hấp thụ, ion kim loại, N-CTS.

<u>Chỉ số phân loại:</u> 2.9

# Đặt vấn đề

Ngày nay, ô nhiễm kim loại nặng trong môi trường đất và nước do các hoạt động sản xuất công nghiệp và sinh hoạt của con người diễn ra ngày càng nghiêm trọng. Vì vậy, việc nghiên cứu tìm ra các vật liệu mới, an toàn, công nghệ rẻ tiền để thu gom và xử lý kim loai năng là hết sức cần thiết. Việc ứng dụng các vật liệu tự nhiện hoặc tận dụng phụ phẩm nông nghiệp để thu gom các kim loại nặng là một trong những hướng nghiên cứu đang được giới khoa học quan tâm. Chitosan là một loại polysacchacaride tự nhiên được sản xuất chủ yếu từ vỏ tôm, cua và các loài giáp xác, gần đây được rất nhiều nhà khoa học nghiên cứu sử dụng làm chất hấp phụ các ion kim loai năng và kim loai chuyển tiếp. Chitosan có khả năng hập phụ một số ion kim loại như Cu<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>; Cd<sup>2+</sup> [1]. Phạm vi và hiệu quả ứng dung của chitosan được mở rộng khi khối lượng phân tử của chúng được giảm cấp bằng bức xạ gamma [2]. Nghiên cứu sử dụng N-CTS thay thể chitosan là hướng nghiên cứu ứng dụng nhiều tiềm năng trong công nghệ sinh học, hóa học và môi trường [3], bởi N-CTS với kích thước hạt cỡ nano mét, có diện tích bề mặt lớn, dễ hập thụ các ion kim loại [4]. Bài viết này trình bày các kết quả nghiên cứu về ảnh hưởng của các thông số gia công đến kích thước hat và khả năng hấp thu các ion kim loại của N-CTS.

# Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

#### Nguyên vật liệu

- Chitosan từ vỏ cua, khối lượng phân tử M<sub>w</sub> ~ 101,9 kDa.

\*Tác giả liên hệ: Email: sharahio@yahoo.com

- Chuẩn đa nguyên tố, Merck.

- Các hóa chất chuẩn phân tích PA của Merck: TPP,  $Cu(NO_3)_2$ ,  $Pb(NO_3)_2$ ,  $CdSO_4$ ,  $Zn(NO_3)_2$ , NaOH,  $HNO_3$ ,  $CH_3COONa$ ,  $CH_3COOH$ ,  $H_2O_3$ ...

- Nước cất 2 lần được sử dụng cho thí nghiệm.

# Phương pháp nghiên cứu

Cắt mạch chitosan bằng kỹ thuật đồng vận: các mẫu chitosan được ngâm trương 1 giờ trong dung dịch  $H_2O_2$  5%, sau đó đem chiếu xạ ở khoảng liều xạ 0-25 kGy bằng thiết bị chiếu xạ gamma Co-60 GC - 5000 (BRIT, Ấn Độ), hoạt độ 4000 Ci, suất liều 2,0 kGy/giờ (trung tâm buồng chiếu). Mẫu sau khi chiếu xạ sẽ được xác định khối lượng phân tử trung bình bằng sắc ký gel GPC [5].

Điều chế N-CTS bằng kỹ thuật tạo gel ion hóa với tác nhân TPP: N-CTS được điều chế bằng kỹ thuật tạo gel ion hóa với tác nhân tạo liên kết ngang là TPP. Các mẫu chitosan được hòa tan thành nồng độ 3 mg/ml trong dung dịch CH<sub>3</sub>COOH 2%, sau đó nhỏ từ từ từng giọt dung dịch TPP nồng độ 1 mg/ml vào, khuấy ở tốc độ 1000 vòng/phút cho tới khi dung dịch chuyển sang màu vàng đục. Các hạt N-CTS tạo thành trong dung dịch được xác định kích thước hạt [6, 7].

*Thu nhận N-CTS:* hạt N-CTS được thu nhận bằng thiết bị đông khô IlShinBioBase (Hàn Quốc), sau đó được đo FT-IR và DSC để xác định các đặc trưng cấu trúc.

# Absorption of heavy metal ions Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> and Pb<sup>2+</sup> onto nano-chitosan particles prepared from radiation degraded chitosan

Xuan Cuong Le<sup>1</sup>, Trong Hoanh Phong Nguyen<sup>1\*</sup>, Duy Hang Nguyen<sup>1</sup>, Van Toan Le<sup>1</sup>, Tan Man Nguyen<sup>1</sup>, Ngoc Chung Le<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Radiation Technology Center, Nuclear Research Institute <sup>2</sup>Da Lat University

Received 12 November 2018; accepted 2 January 2019

#### <u>Abstract:</u>

Preparation of low molecular weight chitosan by irradiation technique was carried out. Nano-chitosan particles (N-CTS) were synthesised by ionic cross linking of chitosan with sodium tripolyphosphate (TPP). The effects of concentration and molecular weight of chitosan, concentration of TPP on the particle size of the resulting N-CTS were studied. Results showed that a lower molecular weight chitosan corresponded to a smaller N-CTS size. Characteristics of the resulting product were determined by Fourier transform infrared (FT-IR) spectrometer, differential scanning calorimeter (DSC), dynamic light scattering (DLS) and scanning electron microscope (SEM). The ability to absorb metal ions of N-CTS was investigated.

<u>Keywords:</u> absorbent, metal ion, nano-chitosan particles (N-CTS), radiation degradation.

Classification number: 2.9

Xác định các đặc trưng tính chất của chitosan và N-CTS:

Xác định độ deacetyl (ĐĐA) của chitosan: ĐĐA của chitosan được xác định bằng phương pháp đo phổ IR trên máy FT-IR 4600, Jasco (Nhật Bản). ĐĐA được tính theo phương trình [8]:

$$DDA\% = 100 - [(A_{1320}/A_{1420} - 0,3822)/0,03133]$$
(1)

Với  $A_{1320}$ ,  $A_{1420}$  là độ hấp thụ tương ứng tại các số sóng 1320, 1420 cm<sup>-1</sup>.

Xác định khối lượng phân tử trung bình của chitosan bằng sắc ký thẩm thấu gel: khối lượng phân tử của chitosan  $(M_w)$  được xác định bằng phương pháp sắc ký gel thấm qua (GPC) trên máy LC-20AD Shimadzu (Nhật Bản), sử dụng detector RID-20A và cột Shodex SB-803 HQ, kích thước cột 8×300 mm. Chất chuẩn là Pullulan ( $M_w \sim 12200-100000$  Da). Nhiệt độ buồng cột là 40°C, pha động là dung môi CH,COOH 0,25M/CH,COONa 0,25M với

tốc độ bơm là 0,5 ml/phút. Thể tích mẫu tiêm vào cột khoảng 50 μl.

Xác định tính chất nhiệt trên thiết bị phân tích nhiệt quét vi sai bù năng lượng DSC-60, Shimadzu (Nhật Bản): cân chính xác một lượng mẫu (khoảng 4 mg) cho vào nồi phân tích mẫu bằng nhôm, sau đó niêm mẫu bằng thiết bị chuyên dụng, làm tương tự với mẫu so sánh dùng  $Al_2O_3$ . Sau khi chuẩn bị xong, đặt mẫu so sánh và mẫu cần đo vào buồng nhiệt của DSC-60 và tiến hành đo mẫu. Tốc độ dòng khí nitơ 50-100 ml/phút, tốc độ gia nhiệt 20°C/phút, khoảng nhiệt độ đo 30-600°C.

Xác định kích thước hạt nano và thế zeta: hạt N-CTS được xác định kích thước và thế zeta bằng thiết bị Zetasizer nano SZ, Malvern (Anh). Sử dụng cuvet thạch anh 4 mặt và chọn góc đo 173°C.

Khảo sát khả năng hấp thụ các ion kim loại của chitosan và N-CTS:

Hiệu suất hấp thụ được tính theo công thức:

$$H\% = \frac{(c_0 - c_e)}{c_0} x \ 100$$
(2)

Trong đó:  $C_o$  là nồng độ ion kim loại ban đầu trong dung dịch (mg/l),  $C_o$  là nồng độ ion kim loại còn lại trong dung dịch (mg/l).

Dung lượng hấp thụ được tính theo công thức:

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{W} \tag{3}$$

Trong đó, W là khối lượng chất hấp thụ đã dùng (g).

Xác định dung lượng hấp thụ các ion kim loại: cân 0,1 g N-CTS rồi lần lượt cho vào bình tam giác 250 ml chứa 50 ml dung dịch ion Cu<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> có nồng độ 100 ppm, khuấy 250 vòng/phút với thời gian khuấy lần lượt là 20, 40, 60, 80, 120, 140 và 160 phút. Dung dịch sau khi khuấy được ly tâm với tốc độ 12000 vòng/phút trong 30 phút. Lọc thu lấy dung dịch và xác định lượng ion kim loại được hấp thụ bởi N-CTS bằng phương pháp AAS trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử Shmadzu A4-6800 (Nhật Bản).

Mỗi thí nghiệm tiến hành 3 lần, lấy giá trị trung bình.

# Xử lý số liệu thực nghiệm

Kết quả đánh giá và xử lý số liệu bằng phần mềm SPSS 16.0. Phân tích phương sai một yếu tố với mức tin cậy là 95% (p<0,05).

#### Kết quả và thảo luận

# Một số thông số ban đầu của chitosan trước khi chiếu xạ

*Phổ hồng ngoại:* kết quả đo phổ FT-IR của chitosan trình bày ở hình 1 cho thấy, phổ hồng ngoại của chitosan có đỉnh hấp thụ nằm trong vùng 3297 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động hoá trị của nhóm -OH liên hợp; đỉnh hấp thụ ở 2875 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động hoá trị bất đối xứng và đối xứng của nhóm -CH; đỉnh hấp thụ ở 1653 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động biến dạng -NH<sub>2</sub> của amin bậc một; đỉnh hấp thụ ở 1589, 1420, 1381 cm<sup>-1</sup> lần lượt tương ứng với dao động đối xứng của nhóm -CH và dao động đối xứng của nhóm -CH và dao động đối xứng của nhóm -CH<sub>3</sub>; đỉnh hấp thụ ở 1320 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động của nhóm sự trưng cho dao động của nhóm -CH<sub>3</sub>; đỉnh hấp thụ ở 1149 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động của nhóm C=O cầu nối oxy kết quả của sự deacetyl hóa chitosan và đỉnh hấp thụ ở 895 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động C-H trong cấu trúc vòng của polysacarit.





Hình 1. Phổ hồng ngoại của chitosan.

ĐĐA của chitosan được tính theo phương trình (1): các kết quả chỉ ra rằng, độ ĐĐA của chitosan ban đầu là 78,05%.

Khối lượng phân tử của chitosan: khối lượng phân tử của mẫu chitosan ban dầu được xác định bằng phương pháp sắc ký gel thấm qua (GPC) trên máy LC-20AD Shimadzu (Nhật Bản), sử dụng detector RID-20A và cột Shodex SB-803 HQ, kích thước cột 8×300 mm. Sắc ký đồ được thể hiện ở hình 2.



Hình 2. Sắc ký đồ GPC của chitosan nguồn.

Các kết quả khảo sát khối lượng phân tử của chitosan ban đầu trong hình 2 cho thấy, khối lượng phân tử trung bình khối  $(M_{w})$  của chitosan ban đầu là 101,9 kDa; khối lượng phân tử trung bình số  $(M_{w})$  là 54,7 và chỉ số đa phân tán (PI) là 1,86.

#### Ảnh hưởng của liều xạ lên M<sub>w</sub> chitosan

Ånh hưởng của liều xạ lên hiệu suất cắt mạch chitosan trương trong dung dịch  $H_2O_2$  5% được trình bày ở hình 3.



**Hình 3. Ảnh hưởng của liều xạ đến M<sub>w</sub> của chitosan.** (Nếu không chiếu xạ (0 kGy) thì KLPT của chitosan ban đầu là 101,9 kDa)

KHOA HỌC V: Công nghệ Việt Nam 61(6) 6.2019 Các kết quả nghiên cứu chỉ ra rằng, khối lượng phân tử trung bình ( $M_w$ ) của chitosan giảm theo liều xạ đạt  $M_w$ ~21,47 ở liều chiếu xạ 15 kGy;  $M_w$ ~17,96 kDa ở liều chiếu xạ 20 kGy và  $M_w$ ~12,36 kDa ở liều chiếu xạ 25 kGy.

#### Ảnh hưởng của một số thông số kỹ thuật đến kích thước hạt N-CTS

Ảnh hưởng của khối lượng phân tử chitosan: tiến hành tạo hạt N-CTS với các mẫu chitosan khối lượng phân tử khác nhau để khảo sát ảnh hưởng của khối lượng phân tử chitosan đến kích thước hạt nano. Các kết quả khảo sát được trình bày ở hình 4.



Hình 4. Ảnh hưởng của M<sub>w</sub> chitosan đến kích thước hạt N-CTS.

Kết quả nghiên cứu cho thấy kích thước hạt N-CTS tạo thành tỷ lệ thuận với khối lượng phân tử chitosan. Chitosan có  $M_w$  ban đầu càng thấp thì kích thước hạt nano tạo thành càng nhỏ và ngược lại. Từ các kết quả nghiên cứu này cũng chỉ ra rằng, ở khoảng  $M_w$  chitosan 12,36-21,47 kDa thì kích thước hạt N-CTS tạo thành thay đổi không đáng kể, dao động trong khoảng 110-117 nm. Vì vậy, chúng tôi chọn chitosan  $M_w$ ~21,47 kDa cho các nghiên cứu tiếp theo.

*Ảnh hưởng của nồng độ TPP:* trong nghiên cứu này, chúng tôi đã tiến hành khảo sát ảnh hưởng của tỷ lệ chitosan/TPP đến kích thước hạt N-CTS tạo thành với chitosan  $M_w$ ~21,47 kDa ở nồng độ ban đầu là 3 mg/ml.



Hình 5. Ảnh hưởng của nồng độ TPP đến kích thước hạt N-CTS.

Kết quả nghiên cứu ở hình 5 chỉ ra rằng, nồng độ TPP ảnh hưởng rất lớn đến quá trình hình thành hạt N-CTS và quá trình hình thành hạt nano bằng phản ứng khâu mạch nội phân trải qua 3 giai đoạn chính. Giai đoạn 1 là khi nồng độ TPP ở mức nhỏ, dung dịch nano tạo thành trong suốt. Giai đoạn 2 là khi tăng nồng độ TPP lên dần, dung dịch N-CTS tạo thành bắt đầu chuyển sang màu vàng đục. Giai đoạn 3 là khi nồng độ TPP quá cao, dung dịch bắt dầu kết tủa.

Các kết quả khảo sát cũng chỉ ra rằng, ở nồng độ TPP là 1 mg/ml tương ứng với tỷ lệ chitosan/TPP là 3/1 (w/w), dung dịch chitosan bắt đầu chuyển qua màu vàng đục, điều này chứng tỏ hạt nano đã được hình thành và đạt kích thước khoảng 122 nm. Kết quả nghiên cứu này cũng phù hợp với các nghiên cứu của Grenha [9].

*Ảnh hưởng của pH:* kết quả khảo sát ở hình 6 cho thấy pH có ảnh hưởng mạnh đến kích thước hạt N-CTS, pH càng cao thì kích thước hạt càng lớn.



Hình 6. Ảnh hưởng của pH đến kích thước hạt N-CTS.

Trong khoảng pH từ 3-3,5 hạt N-CTS có kích thước từ 120-122 nm, nhưng khi tăng pH lên từ 4 đến 5 thì kích thước hạt có chiều hướng tăng mạnh và có xu hướng tách lớp. Điều này có thể giải thích khi tăng dần pH sẽ diễn ra sự trung hòa về mặt điện tích trong dung dịch chitosan, nhóm  $-NH_3^+$  sẽ bị mất proton trở thành  $-NH_2$  làm cho điện thế hạt giảm, gây hiện tượng tụ hạt và làm cho kích thước hạt tăng lên.

#### Các đặc trưng tính chất của N-CTS

*Phổ hồng ngoại:* phổ hồng ngoại IR của N-CTS được trình bày ở hình 7.



Hình 7. Phổ hồng ngoại của N-CTS, chitosan (CTS), TPP.

Trên phổ hồng ngoại của N-CTS có các đỉnh hấp thụ tương tự chitosan. Tuy nhiên, đỉnh hấp thụ ở 1653 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động của  $NH_2$  của chitosan, đỉnh này của N-CTS xuất hiện ở 1632 cm<sup>-1</sup>. Điều đó chứng tỏ  $NH_2$  đã liên kết với TPP trong N-CTS. Đỉnh hấp thụ ở 1215 cm<sup>-1</sup> đặc trưng cho dao động của nhóm -P=O, dao động này chỉ xuất hiện ở N-CTS.

*Phân tích nhiệt vi sai DSC:* kết quả phân tích nhiệt vi sai DSC của chitosan và N-CTS được trình bày ở hình 8 cho thấy, nhiệt độ nóng chảy  $T_m$  và nhiệt độ phân hủy  $T_c$  của chitosan (a) và N-CTS (b) có sự thay đổi rõ ràng. Với mẫu chitosan (a),  $T_m$  ở nhiệt độ 90,32°C đặc trưng cho sự mất nước hấp thụ trong phân tử chitosan và  $T_c$  là 314,18°C đặc trưng cho sự phân hủy hoàn toàn các phân tử chitosan. Ở giản đồ nhiệt của N-CTS (b), ngoài  $T_m$  ở nhiệt độ 79,48°C đặc trưng cho sự mất nước hấp thụ trong phân tử chitosan có thêm một  $T_m$  ở nhiệt độ 230,87°C cho thấy sự phá hủy liên kết -P=O trong các hạt N-CTS và chưa có  $T_c$  ở khoảng nhiệt độ 600°C. Các kết quả nghiên cứu chỉ ra rằng, TPP đã liên kết các phân tử chitosan và bị phân hủy đứt liên kết ở nhiệt độ 230,87°C. Độ tinh thể giảm đi cho thấy sự thay đổi cấu trúc trạng thái rắn của chitosan do sự liên kết chéo, vì vậy làm tăng độ bền nhiệt của hạt N-CTS.



Hình 8. Giản đồ nhiệt của chitosan (a) và N-CTS (b).

Ánh SEM và sự phân bố kích thước hạt của N-CTS: kết quả chụp SEM của N-CTS ở hình 9 cho thấy, N-CTS tạo thành có kích thước hạt tương đối đồng đều. Kết quả khảo sát sự phân bố kích thước hạt của N-CTS chế tạo từ chitosan 21,47 kDa được thể hiện ở hình 10 cho thấy, hạt N-CTS phân bố tập trung và có kích thước hạt khoảng 122 nm.





Hình 9. Ánh SEM của N-CTS.

Hình 10. Phân bố kích thước hạt của N-CTS.



#### Khả năng hấp thụ các ion kim loại của N-CTS

Khả năng hấp thụ ion kim loại của chitosan và N-CTS: khả năng hấp thụ các ion kim loại Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>và Pb<sup>2+</sup> nồng độ 100 ppm của chitosan ( $M_w$ ~21,47 kDa) và N-CTS kích thước hạt ~122 nm trong 120 phút được trình bày ở hình 11. Kết quả cho thấy N-CTS có hiệu suất hấp thụ các ion kim loại Cu<sup>2+</sup>; Cd<sup>2+</sup> và Pb<sup>2+</sup>cao hơn hẳn chitosan khối lượng phân tử thấp.



Hình 11. Khả năng hấp thụ ion kim loại của chitosan và N-CTS.

#### Hình 12. Khả năng hấp thụ ion kim loại của N-CTS theo thời gian.

Kết quả khảo sát khả năng hấp thụ ion kim loại nồng độ 100 ppm của 0,1 g N-CTS 122 nm theo thời gian khuấy được trình bày ở hình 12 cho thấy, hàm lượng ion kim loại hấp thụ tăng theo thời gian. Sau 150 phút, hiệu suất hấp thụ các ion kim loại Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> và Pb<sup>2+</sup> lần lượt là: 80,23, 88,25 và 96,74%. Kết quả khảo sát cũng cho thấy, thời gian đạt trạng thái cân bằng hấp phụ là khoảng 120 phút. Do ion kim loại dễ bị kết tủa ở nồng độ cao và pH dung dịch cao nên ảnh hưởng của pH dung dịch tới sự hấp thụ của N-CTS chỉ được khảo sát ở giá trị pH cao nhất là 5 và đây được coi là giá trị pH tối ưu.

Dung lượng hấp thụ tối đa của N-CTS: trên cơ sở các điều kiện thời gian, pH tối ru đã tìm được, tiến hành quá trình hấp phụ với nồng độ của Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> và Pb<sup>2+</sup> ban đầu khác nhau. Các dữ liệu hấp thụ được phân tích theo mô hình đẳng nhiệt hấp phụ Langmuir. Dạng tuyến tính của phương trình Langmuir được biểu diễn trong hình 13.



Hình 13. Dạng tuyến tính của phương trình Langmuir đối với Cu<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup>.

Kết quả nghiên cứu cho thấy, mô hình hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir mô tả khá chính xác sự hấp phụ của  $Cu^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  và  $Pb^{2+}$ lên N-CTS. Dung lượng hấp phụ cực đại qmax của N-CTS đối với  $Cu^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$  và  $Pb^{2+}$  lần lượt là 232,55, 256,41 và 333,33 mg/g. Năng lượng liên kết b (Kqmax) trong trường hợp này là:  $Cu^{2+}$ : 0,4721;  $Cd^{2+}$ : 0,3115 và Pb<sup>2+</sup>: 0,1415.

# Kết luận

Kết hợp hiệu ứng đồng vận giữa tia bức xa gamma Co-60 và dung dich  $H_2O_25\%$  (v/v) ở liều xạ 25 kGy có thể phân cắt chitosan khối lương phẫn tử 102 kDa thành chitosan khối lương phân tử thấp M ≈12.36 kDa. Hat N-CTS được điều chế từ chitosan khối lượng phân tử thấp bằng phương pháp tạo gel ion hóa với tác nhân tao liên kết ngang TPP. Kích thước hat nano tao thành phu thuộc vào khối lượng phân tử, nồng đô và pH của dung dịch chitosan. Khối lượng phân tử của chitosan càng thấp thì hat N-CTS tao thành có kích thước nhỏ, nổng đô dung dịch chitosan càng cao thì kích thước hạt N-CTS tạo thành càng lớn, pH của dung dịch càng cao thì tạo ra dung dịch nano có kích thước hạt lớn. Ảnh SEM cho thấy hat N-CTS tao thành có hình cầu. Phân tích cho thấy hat N-CTS có kích thước khoảng 122 nm, phân bố khá đồng đều. Kết quả khảo sát sư hấp thu các ion kim loại Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> và Pb<sup>2+</sup> của N-CTS theo mô hình hấp phụ đẳng nhiệt Langmuir cho thấy: dung lương hấp phụ cực đại qmax của N-CTS đối với Cu2+, Cd2+ và Pb2+ lần lượt là 232.55, 256.41 và 333.33 mg/g. Năng lượng liên kết b (Komax) của Cu<sup>2+</sup> là 0,4721, Cd<sup>2+</sup> là 0,3115 và Pb<sup>2+</sup> là 0,1415.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] Ahmad, et al. (2015), "Adsorption of heavy metal ions: Role of chitosan and cellulose for water treatment", *International Journal of Phamacognosy*, **2(6)**, pp.280-289.

[2] Daniel Elieh-Ali-Komi, et al. (2016), "Chitin and Chitosan: Production and Application of Versatile Biomedical Nanomaterials", *Int. J. Adv. Res. (Indore)*, **4(3)**, pp.411-427.

[3] Prem Lal Kashyap, et al. (2015), "Chitosan nanoparticle based delivery systems for sustainable agriculture", *International Journal of Biological Macromolecules*, **77**, pp.36-51.

[4] Katrina C.M. Kwok, et al. (2018), "Adsorption/desorption of arsenite and arsenate on chitosan and nanochitosan", *Environmental Science and Pollution Research*, **25(15)**, pp.14734-14742.

[5] Nguyen Quoc Hien, et al. (2012), "Degradation of chitosan in solution by gamma irradiation in the presence of hydrogen peroxide", *Carbohydrate Polymers*, **87**, pp.935-938.

[6] M.S. Sivakami, et al. (2013), "Preparation and characterization of nanochitosan for treatment wastewaters", *International Journal of Biological Macromolecules*, **57**, pp.204-212.

[7] Nguyen Trong Hoanh Phong, et al. (2017), "Preperation of nanochitosan from radiation degraded oligochitosan for shelf life extension of strawberry", *Nuclear Science and Technology*, **7(3)**, pp.34-41.

[8] J. Brugnerotto, et al. (2001), "An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization", *Polymer*, **42**, pp.3569-3580.

[9] A. Grenha (2012), "Chitosan nanoparticles: a survey of preparation methods", *Journal of Drug Targeting*, **20(4)**, pp.291-300.