



Nano nickel (II) oxide: Tổng hợp, đặc trưng và khả năng kháng khuẩn *Escherichia coli*

Nano nickel (II) oxide: Synthesis, characterization and antibacterial ability against *Escherichia coli*

Nguyễn Nho Dũng¹, Trần Đức Sỹ², Nguyễn Mậu Thành^{2,*}

¹ Trường Đại học Thể dục Thể thao Đà Nẵng

² Trường Đại học Quảng Bình

* Email: thanhnm@quangbinhuni.edu.vn

ARTICLE INFO

Received: 20/07/2025

Accepted: 22/09/2025

Published: 30/09/2025

Keywords:

Nano nickel (II) oxide;
hydrothermal method;
antimicrobial activity;
bacteria *E. coli*.

ABSTRACT

Nanomaterials have gained interest in multisector due to their size and specific properties. Metal oxide nanoparticles found its greater height in nanotechnology with various applications. In this article, Uniform nickel (II) oxide (NiO) nanosheets were successfully synthesized by hydrothermal method, followed by calcination. Synthesised NiO nanoparticles were characterized using various techniques like X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive X-ray analysis (EDX), and UV-visible spectroscopy (UV-vis). The size of the nanoparticles ranged from 10.43 to 19.13 nm which also shows a high crystalline nature. Moreover, the antibacterial activity of the synthesized NiO nanoparticles was also tested on Gram-negative bacteria *Escherichia coli* via agar disc diffusion method to observe the sensitivity of bacterial train. It was also found that the antibacterial activity increased with an increase in the concentration of NiO.

Giới thiệu chung

Kể từ khi thuốc kháng sinh ra đời vào đầu thế kỷ 19, thì đã có những cải thiện đáng kể trong nỗ lực chống lại các bệnh nhiễm trùng do vi khuẩn; tuy nhiên, tình trạng kháng thuốc kháng sinh ngày càng gia tăng đã trở thành một thách thức đáng kể. Việc sử dụng quá mức thuốc kháng sinh trong chăn nuôi, nông nghiệp và y học, kết hợp với sự khan hiếm các liệu pháp mới, đã dẫn đến sự xuất hiện của vi khuẩn kháng nhiều loại thuốc (multidrug-resistant, MDR) [1]. Hiện tượng vi khuẩn đa kháng thuốc này đã và đang làm giảm hiệu quả của nhiều loại kháng sinh vốn được xem là thành tựu lớn của y học hiện đại. Chẳng hạn, các chủng *Escherichia coli* hay *Klebsiella pneumoniae* kháng lại nhóm β -lactam và

carbapenem, hoặc *Staphylococcus aureus* kháng methicillin, đã khiến cho nhiều phác đồ điều trị chuẩn trước đây trở nên kém hiệu quả. Điều này cho thấy MDR không chỉ thách thức mà còn làm đảo lộn nhiều tiến bộ trong điều trị nhiễm khuẩn của khoa học y sinh [2]. Bên cạnh đó, các chủng MDR của vi khuẩn phổ biến cũng tác động tiêu cực đến kết quả lâm sàng của nhiều nhóm bệnh nhân phải nằm viện, bao gồm những bệnh nhân ở các đơn vị chăm sóc đặc biệt, đang phẫu thuật, cấy ghép hoặc điều trị ung thư [3]. Vi khuẩn Gram âm *Escherichia coli* (*E. coli*) là một trong những vi sinh vật được nghiên cứu nhiều nhất trên toàn thế giới nhưng các đặc điểm của nó liên tục thay đổi. Nhiễm trùng *E. coli* ngoài ruột, chẳng hạn như nhiễm trùng đường tiết niệu và nhiễm trùng huyết ở trẻ sơ sinh, là một vấn đề lớn đối với sức khỏe cộng đồng. Nó vốn nhạy cảm với

hầu hết các tác nhân kháng khuẩn có liên quan đến lâm sàng, nhưng loài vi khuẩn này có khả năng tích lũy gen kháng thuốc rất lớn, chủ yếu thông qua chuyển gen ngang [4]. Một nghiên cứu cho thấy, tại các cơ sở xử lý nước thải ở châu Phi phát hiện khoảng 66% các chủng *E. coli* đề kháng với ít nhất một loại kháng sinh, và 42 – 48% là MDR [5]. Ngoài ra, ở một khảo sát lâm sàng tại Ai Cập, tỷ lệ MDR ở *E. coli* từ mẫu nước tiểu lên đến 87%, cho thấy mức độ đề kháng rất cao trong môi trường y tế [6]. Trong khi đó, thành công ban đầu của thuốc kháng sinh được cho là nhờ vào tính đặc hiệu của hoạt động kháng khuẩn của chúng, nhắm vào màng vi khuẩn, các protein chính, tổng hợp oligonucleotide và các con đường chuyển hóa. Vì vi khuẩn có khả năng tiến hóa nhanh chóng thông qua đột biến và chuyển gen theo chiều ngang giữa các vi khuẩn, nên chúng có thể nhanh chóng vượt qua mối đe dọa do các loại kháng sinh này gây ra [7]. Để giải quyết vấn đề kháng thuốc kháng sinh, các nhà khoa học cần tập trung khám phá và phát triển các liệu pháp kháng khuẩn thay thế. Trong số các phương pháp điều trị thay thế có thể, thì vật liệu nano đã chứng minh được kết quả đầy hứa hẹn thông qua việc phá vỡ màng vi khuẩn và nhắm mục tiêu vào các protein liên kết màng và nội bào [3]. Các hạt nano oxide kim loại thể hiện hoạt tính kháng khuẩn đáng kể, ngay cả ở nồng độ thấp. Nhiều oxide vô cơ, bao gồm TiO_2 , ZnO , NiO , Al_2O_3 , CuO , MgO , Ag_2O và CaO , đã được chứng minh có đặc tính kháng khuẩn mạnh mẽ [8]. Trong số các hạt nano này, các hạt nano nickel (II) oxide (NiO) thể hiện hoạt động kháng khuẩn khá cao. Điều này liên quan đến thực tế là Ni^{2+} có độc tính cao đối với tế bào và kích thích của các hạt NiO nhỏ nên có thể làm tăng khả năng hòa tan của chúng. Hơn nữa, sự hiện diện của Ni^{2+} ngoại bào có khả năng can thiệp vào quá trình chuyển hóa Ca^{2+} nội bào và gây tổn thương tế bào [9]. Tính chất diệt khuẩn của các hạt nano như vậy phụ thuộc vào kích thước, độ ổn định và nồng độ được thêm vào môi trường phát triển, giúp tăng thời gian lưu giữ cho tương tác giữa vi khuẩn và các hạt nano [10]. Cho đến nay, có nhiều phương pháp tổng hợp các hạt nano như vật lý, hóa học và sinh học. Một số phương pháp khác nhau thường sử dụng để tổng hợp các hạt nano nickel oxide như: Đốt cháy [11], sole-gel [12], cắt bỏ bằng laser [13], đồng kết tủa hóa học [14], phủ hóa học [15], hồ quang plasma [16], tổng hợp trung gian qua chất hoạt động bề mặt [17] và thủy nhiệt [18]. Trong số đó, phương pháp thủy nhiệt có thể tạo ra các hạt nhỏ hơn nhiều, với độ tinh khiết cao, kích thước ổn định, thao tác đơn giản và thân thiện với môi trường, [18]. Vì vậy, trong bài báo này chúng tôi đề cập đến các kết quả nghiên cứu tổng hợp nano nickel (II) oxide (NiO), đặc trưng và ứng dụng trong kháng vi khuẩn *E. coli*.

Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu

Hóa chất và thiết bị:

Các hóa chất sử dụng trong nghiên cứu là các hóa chất tinh khiết được mua từ hãng Merck, Đức gồm: $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NaOH ; Còn $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ được mua từ hãng Guangzhou, Trung Quốc. Nước cất hai lần (cất trên thiết bị cất nước Fistream Cyclon, England) được sử dụng để pha chế hóa chất và tráng, rửa các dụng cụ thủy tinh. Cốc thủy tinh chịu nhiệt nhiều kích cỡ khác nhau, micropipet các loại, cân phân tích, máy khuấy từ gia nhiệt, cối chày mã não, lò nung, tủ sấy, bình thủy nhiệt (bộ Autoclave).

Nghiên cứu vật liệu tổng hợp được bằng các phương pháp vật lý hiện đại như: Cấu trúc tinh thể đặc trưng bởi sự nhiễu xạ tia X (XRD) của mẫu được ghi trên máy D8-Advance, Bruker với tia phát xạ CuK_α có bước sóng $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Hình thái sản phẩm quan sát bằng quét kính hiển vi điện tử (SEM) và thành phần các nguyên tố được ghi trên phổ EDX được thực hiện trên thiết bị SEM-JEOL-JSM 5410 LV (Nhật) ở 10 kV. Độ hấp thụ cực đại của nano nickel oxide trong dung dịch lọc được xác định bằng máy quang phổ hấp thụ phân tử UV-vis (UV-1800, Nhật Bản).

Tổng hợp nano nickel (II) oxide

Cho 9,508 g $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ vào một cốc thủy tinh 250 mL, thêm 180 mL nước cất, dùng máy khuấy từ khuấy đều thu được dung dịch A. Hòa tan 3,199 g NaOH vào 20 mL nước cất, sau đó nhỏ từng giọt dung dịch NaOH vào cốc thủy tinh chứa dung dịch A tiếp tục khuấy đều bằng máy khuấy từ, giữ dung dịch ở nhiệt độ phòng trong thời gian 15 phút, xuất hiện kết tủa màu xanh nhạt (B). Cho hỗn hợp B vào bình teflon 250 mL đầy nắp rồi đưa vào bộ Autoclave, vặn chặt. Thủy phân hỗn hợp trên bằng cách cho bộ Autoclave có chứa dung dịch B vào lò nung. Tiến hành gia nhiệt ở nhiệt độ là 170°C trong thời gian 4 giờ [19], sau đó để nguội bình thủy nhiệt đến nhiệt độ phòng, thu được dung dịch chứa kết tủa và các chất hoà tan. Phần kết tủa thu được bằng phương pháp ly tâm ở tốc độ 6000 vòng/phút trong 10 phút, sau đó rửa bằng ethanol và nước cất nhiều lần đến khi $\text{pH} \approx 7$ rồi sấy khô ở 60°C trong vòng 12 giờ. Tiếp tục cho toàn bộ sản phẩm trên vào trong chén nung bằng cốc sứ chịu nhiệt có nắp và hỗn hợp này được nung ở 500°C trong 2 giờ, rồi để nguội tự nhiên đến nhiệt độ phòng, cuối cùng nghiền mịn ta được các hạt nano nickel (II) oxide có màu trắng xám [20].

Thí nghiệm kháng khuẩn *E. coli*

Vi khuẩn *Escherichia coli* ATCC 25922, Gram âm (*E. coli*) được mua từ bộ sưu tập chủng giống Hoa Kỳ và được cung cấp từ phòng thí nghiệm Viện Công nghệ Sinh học và Môi trường, Trường Đại học Tây Nguyên. Vi khuẩn được cấy hoạt hóa trong môi trường lỏng Brain Heart Infusion (BHI), ủ ở 37 °C (tủ ấm) trong vòng 24 giờ để dung dịch trong ống nghiệm có độ đục bằng độ đục Mc Farland 0,5 (giá trị OD tại bước sóng 600 nm trong khoảng 0,08–0,1), tương đương với nồng độ $1,0 - 1,5 \times 10^8$ vi khuẩn/mL. Pha loãng 100 lần để được mẫu có nồng độ $1,0 - 1,5 \times 10^6$ vi khuẩn/mL cho các thử nghiệm. Mẫu vi khuẩn phải được sử dụng ngay trong vòng 15 phút sau khi pha loãng. Mật độ vi khuẩn sau khi nuôi cấy được xác định theo phương pháp đo mật độ quang học (Optical density - OD) ở bước sóng 600 nm trên máy quang phổ UV - VIS (U2900, Hitachi, Nhật Bản) [21].

Xác định hoạt tính kháng khuẩn trong môi trường đặc: Hoạt tính kháng khuẩn trong môi trường đặc được thực hiện bằng phương pháp khuếch tán trên đĩa thạch – Kirby – Bauer cải tiến [22]. Vi khuẩn thử nghiệm được trải trên thạch MHA. Đục 4 giếng, cho vào mỗi giếng 50 μ L dung dịch: giếng a là chứng dương (kháng sinh), giếng d: chứng âm (không nhỏ dịch nano) còn giếng b và c thì nhỏ dung dịch nano ở các nồng độ khác nhau (mẫu nano được pha loãng trong DMSO). Ủ mẫu ở 37 °C, quan sát đường kính vòng vô khuẩn (không có vi khuẩn mọc) sau 24 giờ. Đo bằng thước điện tử và ghi lại D: đường kính vòng kháng khuẩn ngoài. Sau thời gian ủ đường kính kháng khuẩn ($L_n = D_n - d$, (mm)) được xác định bằng hiệu đường kính vòng kháng ngoài (D, mm) và đường kính đĩa giấy ($d = 6$ mm) khi $L_n = D_n - d > 0$ thì vật liệu được xem là có tính kháng khuẩn. Kết quả ghi nhận D là trung bình của 3 lần đo lặp lại ($n=3$) trên cùng một đơn vị thí nghiệm.

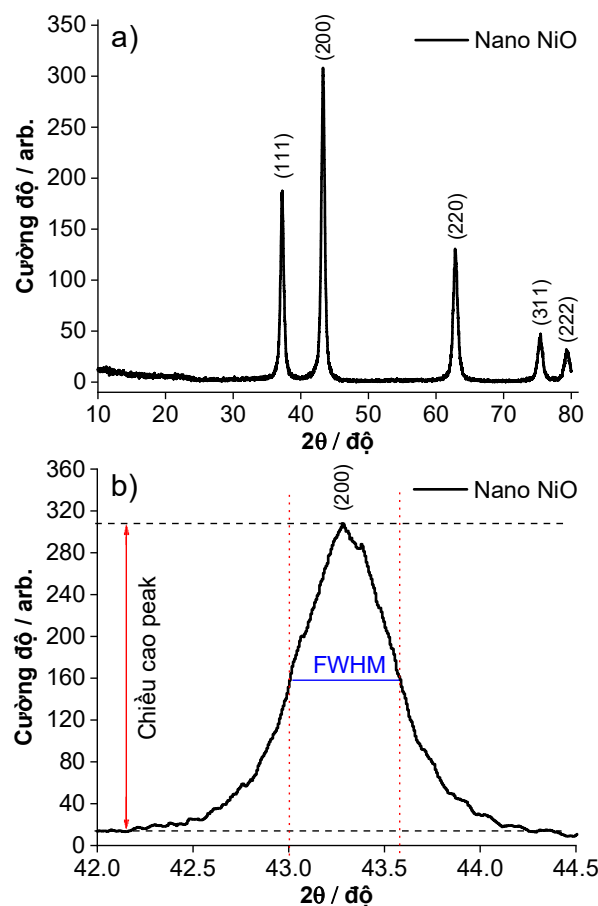
Kết quả và thảo luận

Đặc trưng vật liệu bằng kết quả XRD

Phương pháp nhiễu xạ tia X là một trong những phương pháp thường được sử dụng để mô tả đặc điểm, nhận dạng cấu trúc, độ tinh thể của vật liệu và nó còn cho phép tính toán kích thước của hạt có trong vật liệu. Và phổ XRD thể hiện sự biến thiên cường độ nhiễu xạ theo góc 2θ (10–80°) của các hạt nano nickel (II) oxide tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt, như được trình bày ở hình 1a.

Từ các dữ liệu trên hình 1a cho thấy rõ các đỉnh riêng biệt tại $2\theta = 37,26^\circ$; $43,28^\circ$; $62,82^\circ$; $75,51^\circ$ và $79,41^\circ$. Các đỉnh đã được xác định là các đỉnh của tinh thể NiO lập phương của cấu trúc khối đối, tương ứng với các giá trị

mặt phẳng nhiễu xạ (hkl) khác nhau là [111], [200], [220], [311] và [222]. Mẫu hình XRD cho thấy sự hình thành pha lập phương tâm mặt của NiO, thuộc nhóm không gian $Fm3m$ và phù hợp với thẻ tiêu chuẩn JCPDS 04-0835 [23]. Ngoài ra, không quan sát thấy các đỉnh khác liên quan đến tạp chất. Điều này chứng tỏ vật liệu nickel (II) oxide mà chúng tôi tổng hợp được có độ tinh khiết cao.



Hình 1: a) Giản đồ XRD của nano NiO; b) Mô hình FWHM của đỉnh nhiễu xạ

Các thông số cấu trúc vi mô như kích thước tinh thể, khoảng cách mặt phẳng mạng tinh thể và trạng thái ứng suất bề mặt sẽ được định lượng thông qua phân tích dữ liệu nhiễu xạ tia X (XRD) và được theo tiếp cận theo phương trình Scherrer-Debye [24]:

$$D = \frac{0,89 \times \lambda}{\rho \times \cos(\theta)} \quad (1).$$

Trong đó: D là kích thước tinh thể trung bình, λ là bước sóng tia X là 1,5418 Å, ρ là độ bán rộng nửa chiều cao đỉnh (full-width half-maximum - FWHM) và được mô phỏng qua Hình 1b, θ là góc nhiễu xạ tương ứng (Góc Bragg). Và các giá trị kích thước hạt tính cho các đỉnh XRD khác nhau của các hạt nickel (II) oxide được trình bày trong bảng 1.

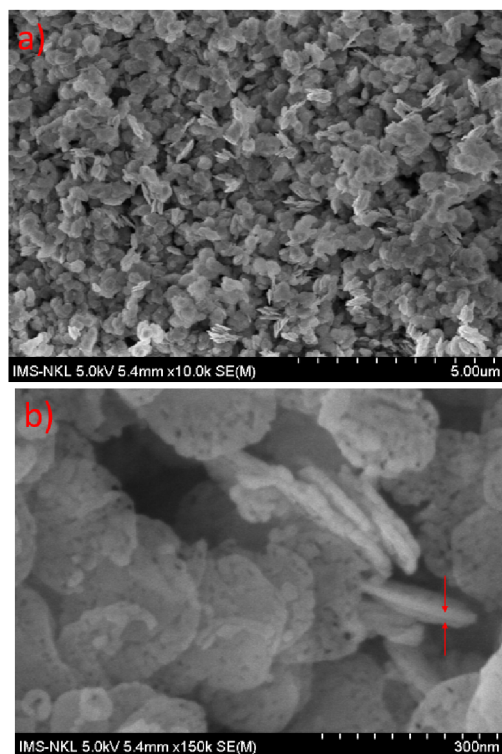
Bảng 1: Các thông số của tinh thể nano NiO được tính theo giản đồ XRD

TT	Peak	2 θ (°)	λ (nm)	FWHM	cos θ (radian)	Kích thước tinh thể (nm)	D (nm)
1	111	37,26	0,15418	0,71	0,95	11,69	13,21 $\pm$ 1,56
2	200	43,28	0,15418	0,63	0,93	13,43	
3	202	62,82	0,15418	0,81	0,85	11,37	
4	311	75,51	0,15418	0,52	0,79	19,13	
5	222	79,41	0,15418	0,98	0,77	10,43	

Bảng 1 cho thấy kích thước tinh thể của các hạt nano nickel (II) oxide được tổng hợp tương đối nhỏ từ khoảng 10,43 đến 19,13 nm và trung bình là 13,21 $\pm$ 1,56 nm, nhỏ hơn so các tác giả Jaya và cs đã tổng hợp bằng phương pháp sol-gel (23 nm) [25] hay Lontio Fomekon và cs theo phương pháp nhiệt phân (70–80 nm) [26]. Hay nhỏ hơn so với nano ZnO (19,06 $\pm$ 1,29) mà chúng tôi cũng đã tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt [27]. Điều đó cho thấy vật liệu nickel (II) oxide mà chúng tôi tổng hợp được thuộc kích thước nano (1 đến 100 nm) nên phù hợp để sử dụng trong việc ứng dụng xúc tác, hấp phụ hay kháng khuẩn [28].

Đặc trưng vật liệu bằng ảnh SEM

Để quan sát được hình thái học bề mặt của vật liệu, chúng tôi tiến hành khảo sát vật liệu nano NiO qua ảnh hiển vi điện tử quét SEM với các độ phóng đại khác nhau, với thang đo 5 μ m và 300 nm và được thể hiện lần lượt trong hình 2a và 2b.

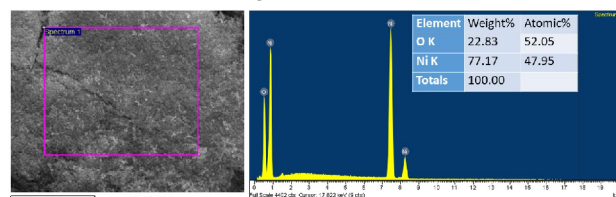


Hình 2: Ảnh SEM của nano NiO ở các độ phóng đại khác nhau

Từ hình 2a cho thấy có sự hiện diện của các tấm nano có hình dạng tròn với chu vi gồ ghề và bề mặt nhẵn, có kích thước vài chục micromet. Các lỗ chân lông có thể nhìn thấy và được phân bố đồng đều trên bề mặt của các tấm. Hình 2b cho thấy ảnh chụp SEM của các tấm nano NiO có các lỗ, xốp và dường như phát triển theo hướng xuyên tâm theo phương thẳng đứng. Độ dày của các tấm nano này được ước tính trong khoảng từ 20 đến 30 nm. Chúng sắp xếp không theo trật tự với nhiều khoảng trống giữa các hạt và có khoảng cách giữa hai mặt phẳng mạng liền kề. Bởi, Moghaddam và cs cho rằng các hạt nhẹ hơn kết hợp lại với nhau để tạo thành các hạt nặng hơn, các hạt ở tầng trên hợp nhất với nhau do hiệu ứng hiệp đồng của nó, và điều này dẫn đến sự hình thành các tấm nano, có kích thước hạt lớn hơn với tỷ lệ bề mặt trên thể tích cao hơn [14]. Các vật liệu này thường bao gồm sự lan rộng của các hạt sơ cấp ở cấp độ nano (5–50 nm) bằng liên kết hóa học hay hiệu ứng cộng hưởng bề mặt hoặc dao động cộng hưởng electron tự do trên bề mặt nano, giúp giảm năng lượng bề mặt. Nhờ đó, vật liệu thu được có hình thái đồng nhất, thuận lợi cho các ứng dụng trong xúc tác và kháng khuẩn [29]. Nhưng nếu chúng có cấu trúc lớn hơn thì được tạo ra bởi sự tập hợp gọi là các khối kết tụ và chúng được giữ lại với nhau bằng những lực yếu hơn như lực tĩnh điện, lực van der Waals, lực dung môi hoặc lực mao dẫn [30].

Đặc trưng vật liệu bằng kết quả EDX

Phân tích nguyên tố và độ tinh khiết của mẫu tinh thể nano nickel (II) oxide đã được xác nhận bằng cách quét hình ảnh FESEM sử dụng phương pháp EDX để thu được thành phần nguyên tố của vật liệu tổng hợp và các đỉnh thu được thể hiện trong hình 3.



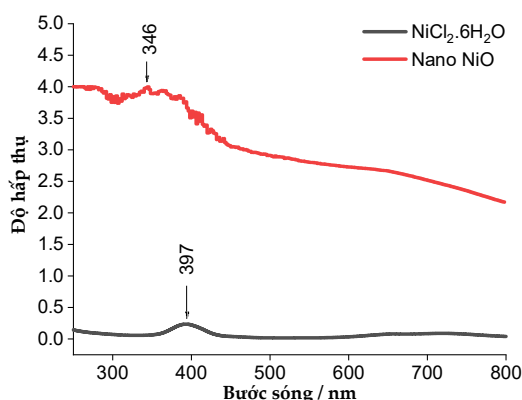
Hình 3: Phổ EDX của nano NiO

Quang phổ EDX ở hình 3 cho thấy, chỉ có các đỉnh của hai nguyên tố nickel (Ni) và oxygen (O) là nổi bật, điều

này khẳng định rằng quá trình tổng hợp thủy nhiệt sau đó nhiệt phân đã tạo ra các nano nickel (II) oxide có độ tinh khiết cao, và chưa có phản ứng phụ nào có thể tạo ra các sản phẩm khác. Vì NiO bao gồm tỷ lệ nguyên tử niken so với oxy là 1:1, nên về lý thuyết thì % nguyên tử đối với nickel và oxygen là 50%. Và phổ này cho thấy sự hiện diện của Ni và O trong các hạt nano đã được tổng hợp xấp xỉ với lý thuyết, lần lượt là 47,95 và 52,05%. Kết quả này cũng tương đồng với H. H. Lim và cs đã công bố khi tổng hợp NiO hình que bằng phương pháp đồng kết tủa (47,78% Ni và 52,22% O) [31]

Đặc trưng bằng phương pháp phổ phản xạ khuếch tán UV-vis

Phổ hấp thụ UV-Vis là một phương pháp quan trọng để ước tính cấu trúc năng lượng và tính chất quang học của các hạt nano. Đối với nghiên cứu quang phổ UV-Vis, nickel (II) oxide và nickel chloride hexahydrate (1 g/100 mL) lần lượt được phân tán trong nước cất hai lần bằng siêu âm, sau đó chuyển vào cuvet và ghi phổ trong phạm vi bước sóng 250–800 nm để tìm bước sóng thích hợp cho độ hấp thụ tối đa; kết quả được trình bày trên hình 4.



Hình 4: Phổ phản xạ khuếch tán UV-vis của nano NiO

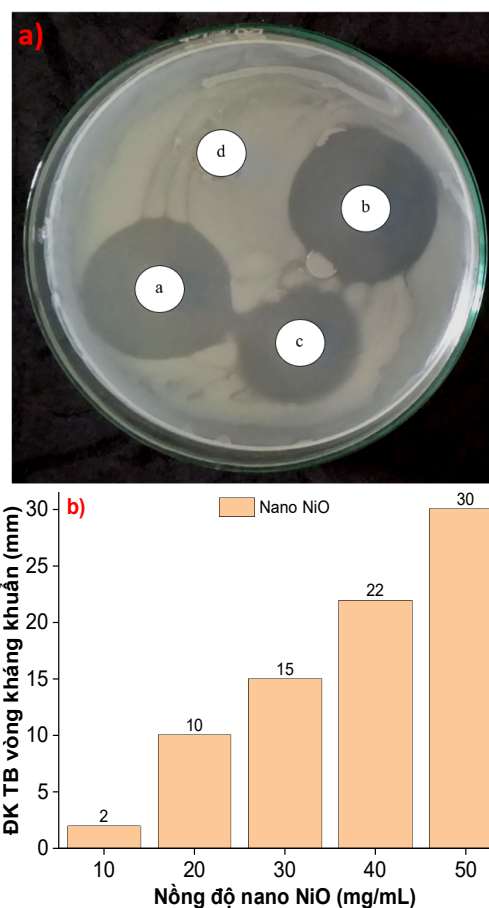
Từ hình 4 cho thấy, phổ hấp thụ của nickel chloride hexahydrate có một đỉnh hấp thụ tù và rộng ở bước sóng 397 nm. Trong khi đó phổ của nickel (II) oxide có một dải hấp thụ rộng với một cực đại rõ nét ở vùng bước sóng khoảng 346 nm, đây là đỉnh đặc trưng của các hạt nano nickel (II) oxide. Điều này phù hợp với một nghiên cứu trước đây của K. Anandan và cs đã báo cáo độ hấp thụ tối ưu của nano NiO ở bước sóng là 346 nm [32] hay Ali Haider và cs ở 350 nm [33]. Từ đó cho thấy, vị trí hấp thụ exciton đối với nano nickel oxide phụ thuộc vào một số yếu tố như nhiệt độ, phương pháp tổng hợp, kích thước và hình dạng của các hạt nano. Đỉnh hấp thụ 346 nm đối với nano nickel (II) oxide có thể là do sự hấp thụ khoảng cách dải nội tại của nano NiO, bởi sự chuyển đổi trực tiếp của các electron giữa vùng hóa trị và vùng dẫn, tức là oxygen (O) 2p đến nickel (Ni) 3d [34], [27].

<https://doi.org/10.62239/jca.2025.034>

Điều này cho thấy rõ ràng sự hình thành nano NiO từ nickel chloride hexahydrate trong quá trình tổng hợp. Hơn nữa, sự dịch chuyển của dải từ 397 nm sang 346 nm xác nhận tính chất nano của các hạt nano NiO [32].

Khả năng kháng khuẩn của nano nickel (II) oxide

Hoạt tính kháng khuẩn *E. coli* của nano nickel (II) oxide trong môi trường đặc được thực hiện theo phương pháp Kirby - Bauer cải tiến [22]. Vi khuẩn thử nghiệm được trải trên thạch trong môi trường Muller Hinton agar (MHA, Himedia, Ấn Độ) đã chuẩn bị trước như mục 2.3 và kết quả được thể hiện ở hình 4a.



Hình 5: Hoạt tính kháng khuẩn *E. coli* của nano NiO

Từ hình 5a cho thấy, hoạt tính kháng khuẩn của nano nickel (II) oxide đối với vi khuẩn *E. coli*, ở nồng độ khác nhau thì cho chứng khác nhau. Cụ thể ở vị trí số d cho chứng âm khi nồng độ nano nickel (II) oxide là 0 mg/mL. Các vị trí b và c đều cho chứng dương với nồng độ nano nickel (II) oxide tương ứng lần lượt là 50 và 40 mg/mL, còn vị trí a là chứng dương của Penicillin 1 mg/mL. Và kết quả thử nghiệm hoạt tính kháng khuẩn của vật liệu nano nickel (II) oxide được thể hiện ở hình 5b.

Qua kết quả ở hình 5b cho thấy, đường kính trung bình (ĐKTB) vòng kháng khuẩn *E. coli* phụ thuộc vào nồng độ của nano nickel (II) oxide, khi tăng nồng độ từ 0 – 50

mg/mL thì khả năng tác dụng kháng khuẩn *E. coli* đều tăng do ĐKTB tăng. Tuy nhiên, khi nồng độ nano nickel oxide từ 0 – 10 mg/mL thì đường kính trung bình của vòng kháng khuẩn tăng không đáng kể (0 – 2 mm) và cho chứng âm. Nhưng khi nồng độ nano nickel oxide tăng từ 20 – 50 mg/mL thì đường kính trung bình của vòng kháng khuẩn của vi khuẩn tăng mạnh (10 – 30 mm) và đều cho chứng dương. Sự tăng mạnh ban đầu phản ánh điểm ngưỡng hiệu quả nồng độ ức chế tối thiểu và sự nhạy cảm lớn của hệ vi khuẩn tại vùng đó. Còn việc tăng chậm hơn ở nồng độ cao hơn là hệ quả của giới hạn khuếch tán trong môi trường agar, bão hòa cơ chế giải phóng ion/ROS, và khả năng kết tụ của hạt nano. Điều này có thể được giải thích bằng sự tăng số lượng các tâm hoạt động của vật liệu nên khả năng khuếch tán tăng. Hơn nữa điểm đẳng điện của NiO là 10,8 cao hơn so với các oxit kim loại khác như ZnO, ZrO₂, TiO₂, ..v.v. Do đó, hạt nano NiO có thể mang điện tích dương trong môi trường có pH thấp hơn điểm đẳng điện của nó [35]. Trong khi đó, màng tế bào của *E. coli* (vi khuẩn Gram âm) mang điện tích âm. Nên lực hút tĩnh điện giữa NiO mang điện tích dương và màng tế bào vi khuẩn mang điện tích âm, giúp các hạt nano bám dính hiệu quả vào bề mặt vi khuẩn. Khi bám dính vào, các hạt nano này gây ra sự biến dạng, làm mất sự mất ổn định và phá vỡ màng tế bào của vi khuẩn *E. coli*. Điều này tạo ra các lỗ hổng hoặc làm tăng tính thấm của màng, cho phép các thành phần thiết yếu bên trong tế bào như protein, ion hay DNA bị rò rỉ ra ngoài. Sự rò rỉ này làm rối loạn nghiêm trọng các chức năng sinh lý của tế bào, nên làm giảm đáng kể đến hoạt động của vi khuẩn, thậm chí có thể vô hiệu hóa vi khuẩn kháng thuốc. Bên cạnh đó, khi mang điện tích dương thì nano NiO sẽ giải phóng dần các ion Ni²⁺, nên nó có khả năng kích hoạt tạo thành gốc hydroxyl (*OH) từ NiO trong môi trường hiếu khí. Sự hiện diện của các gốc *OH có tác động đáng kể đến hoạt động kháng khuẩn [36].

Mặt khác, nồng độ ức chế tối thiểu (Minimum Inhibitory Concentration-MIC) được xác định theo phương pháp pha loãng trong ống nghiệm [37]. Đó là, cho vào các ống nghiệm (giống nhau về kích thước, thể tích là đều 4 mL) mẫu thử (mẫu nano), mẫu đối chiếu (Penicillin) với nồng độ giảm dần từ ống 1 đến ống 5 tương ứng là: 150, 125, 100, 75 và 50 mg/L. Rồi thêm tiếp 200 µL vi khuẩn thử nghiệm trên vào mỗi ống. Ủ ở 37 °C. Sau 24 giờ, kết quả được ghi nhận bằng cách quan sát độ đục, với MIC là nồng độ thấp nhất mà dung dịch bên trong ống không bị đục, cho thấy sự phát triển của vi khuẩn đã bị ức chế.

Kết quả thu được cho thấy nano NiO có khả năng kháng khuẩn đối với *E. coli* với giá trị MIC là 100 mg/L, trong khi đó giá trị MIC của Penicillin là 6,25 mg/L. Giá trị này nhỏ hơn so các tác giả Y. Yuan và cs đã công bố khi sử dụng Chitosan WSCS, Chitosan AKCS và Chitosan CCS với các

giá trị MIC tương ứng là 125, 250 và 500 mg/L [38]. Tuy nhiên, so với Penicillin (một loại kháng sinh thông thường) có MIC là 6.25 mg/L thì nano NiO đòi hỏi nồng độ cao hơn đáng kể để ức chế sự phát triển của *E. coli*. Điều này có thể mở ra tiềm năng ứng dụng của nano NiO trong các lĩnh vực mà kháng sinh truyền thống gặp phải vấn đề kháng thuốc, hoặc trong các ứng dụng cần vật liệu có hoạt tính kháng khuẩn nhưng không phải là kháng sinh.

Kết luận

Các hạt nano nickel (II) oxide đã được tổng hợp thành công từ các tiền chất là NiCl₂.6H₂O và NaOH. Kết quả XRD xác nhận vật liệu có độ tinh khiết cao, kích thước tinh thể trung bình được tính toán từ phương trình Scherrer-Debye của nano NiO là 13,21 ± 1,56 nm. Phân tích ảnh SEM cho thấy, vật liệu chứa các tấm nano tròn tương đối đồng nhất và có các lỗ, xếp phát triển theo hướng xuyên tâm trên các tấm đó. Kết quả EDX khẳng định rằng quá trình tổng hợp thủy nhiệt sau đó nhiệt phân đã tạo ra các nano nickel (II) oxide có độ tinh khiết cao. Độ hấp thụ quang cực đại của các hạt nano NiO đạt được tại bước sóng 346 nm và được xác định bằng quang phổ UV-vis. Hoạt động kháng khuẩn của các hạt nano nickel (II) oxide tổng hợp được cũng đã thử nghiệm đối với vi khuẩn *E. coli* và thấy rằng, hiệu suất kháng khuẩn đáng kể và khi tăng nồng độ các hạt nano nickel oxide thì hoạt động kháng khuẩn *E. coli* tăng lên, nên có tiềm năng ứng dụng trong xử lý môi trường và làm xúc tác.

Lời cảm ơn

Nhóm tác giả xin chân thành cảm ơn sự tài trợ của Sở Khoa học và Công nghệ tỉnh Quảng Bình, theo hợp đồng Thực hiện Nhiệm vụ Khoa học và Công nghệ, số 31-24/HĐ-KHCN ngày 02 tháng 10 năm 2024

Tài liệu tham khảo

1. C.L. Ventola, Pharm. Ther., 40(4) (2015) 277-283. <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC4378521/>
2. M.J. Nasiri, M. Mirsaeidi, S.M.J. Mousavi, A. Hedayat, F. Shams, A. Salari, Microb. Drug Resist., 26(12) (2020) 1491-1502. <https://doi.org/10.1089/mdr.2019.0440>
3. J.M.V. Makabenta, A. Nabawy, C.-H. Li, O. Schmidt-Malan, R. Patel, V. Rotello, Nat. Rev. Microbiol., 19(1) (2021) 23-36. <https://doi.org/10.1038/s41579-020-0420-1>
4. L. Poirel, J.-Y. Madec, A. Lupo, V. Schink, R. Kieffer, A. Nordmann, Microbiol. Spectr., 6(1) (2018) 11-15. <https://doi.org/10.1128/9781555819323.ch17>
5. R.R. Abdelgalel, R.A. Ibrahim, D.S. Mohamed, H.A. Ibrahim, S.A. Mahmoud, BMC Microbiol., 25 (2025) 498. <https://doi.org/10.1186/s12866-025-04244-5>

6. N. Mousa, B.M. Aiesh, R. Jomaa, R. Abou Assi, S. Al Hattab, L. Abou Khater, *Sci. Rep.*, 15 (2025) 26667. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-12384-x>
7. A. Gupta, S. Mumtaz, C.-H. Li, I. Hussain, V.M. Rotello, *Chem. Soc. Rev.*, 48 (2019) 415-427. <https://doi.org/10.1039/C7CS00748E>
8. M. Rai, A. Yadav, A. Gade, *Biotechnol. Adv.*, 27(1) (2009) 76-83. <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2008.09.002>
9. M. Horie, K. Nishio, K. Fujita, S. Endoh, A. Miyauchi, Y. Saito, M. Iwahashi, K. Nakazato, H. Niki, N. Yoshida, *Chem. Res. Toxicol.*, 22(3) (2009) 1415-1426. <https://doi.org/10.1021/tx900171n>
10. A. Azam, A.S. Ahmed, M. Oves, M.S. Khan, A. Habib, A. Memic, *Int. J. Nanomed.*, 7 (2012) 3527-3535. <https://doi.org/10.2147/IJN.S29020>
11. S.B. Patil, T. Ravishankar, K. Lingaraju, H. Nagabhushana, B.M. Nagabhushana, S.C. Sharma, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, 29(1) (2018) 277-287. <https://doi.org/10.1007/s10854-017-7914-2>
12. M. Alagiri, S. Ponnusamy, C. Muthamizhchelvan, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, 23(3) (2012) 728-732. <https://doi.org/10.1007/s10854-011-0479-6>
13. K.S. Khashan, G.M. Sulaiman, A.H. Hamad, S.H. Abdulameer, A.K. Hussain, *Appl. Phys. A*, 123 (2017) 82. <https://doi.org/10.1007/s00339-017-0826-4>
14. J. Moghaddam, E. Hashemi, *Korean J. Chem. Eng.*, 31(3) (2014) 503-508. <https://doi.org/10.1007/s11814-013-0233-2>
15. T. Theivasanthi, M. Alagar, *Nanosci. Nanotechnol.*, 2(5) (2012) 167-170. <https://doi.org/10.5923/j.nn.20120205.01>
16. H. Qiao, Z. Wei, H. Yang, J. Zhu, X. Du, H. Yan, *J. Nanomater.*, 2009 (2009) 795928. <https://doi.org/10.1155/2009/795928>
17. L.G. Teoh, K.-D. Li, Y.H.J.N. Liu, M.H. Hon, J. Chiou, *Nanosci. Nanotechnol. Lett.*, 3(6) (2011) 798-804. <https://doi.org/10.1166/nnl.2011.1263>
18. S. Safa, R. Hejazi, M. Rabbani, R. Rahimi, *Desalin. Water Treat.*, 57 (2016) 21982-21989. <https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1125799>
19. N. Prasad, F. Veillon, W. Prellier, *J. Alloys Compd.*, 858 (2021) 157639. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157639>
20. R. Goel, R. Jha, M. Bhushan, A. Bhatnagar, S. Sharma, *Mater. Today Proc.*, 48 (2022) 687-689. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.08.094>
21. A.M. Bobenchik, E. Deak, J.A. Hindler, D. Charlton, J. Eells, J. Reuben, S. Chatellier, *J. Clin. Microbiol.*, 53(3) (2015) 816-823. <https://doi.org/10.1128/JCM.02697-14>
22. T. Gini, G.J. Jothi, *Am. J. Phytomed. Clin. Ther.*, 3(3) (2015) 313-329.
23. C. Nie, W. Zeng, X. Jing, M. Xu, Y. He, J. Wang, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, 29(9) (2018) 7480-7488. <https://doi.org/10.1007/s10854-018-8739-3>
24. A. Patterson, *Phys. Rev.*, 56(10) (1939) 978-982. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.56.978>
25. S. Sumithra, N.V. Jaya, *J. Supercond. Nov. Magn.*, 30 (2017) 1129-1136. <https://doi.org/10.1007/s10948-017-4025-5>
26. R.L. Fomekong, H.T. Kamta, J.N. Lambi, F. Tchuindjang, *J. Alloys Compd.*, 731 (2018) 1188-1196. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.10.089>
27. G.N. Nguyen, T.B. Nguyen, T.K.L. Tran, T.V. Do, Q.H. Pham, *Hue Univ. J. Sci. Nat. Sci.*, 134(1A) (2025) 31-42. <https://doi.org/10.26459/hueunijns.v134i1A.7684>
28. G.T. Anand, R. Nithiyavathi, R. Ramesh, A. Suresh, S. Vennila, *Surf. Interfaces*, 18 (2020) 100460. <https://doi.org/10.1016/j.surf.2020.100460>
29. C. Moya, J. Ara, A. Labarta, X. Batlle, *Magnetism*, 4(3) (2024) 252-280. <https://doi.org/10.3390/magnetism4030017>
30. S.C. Endres, L.C. Ciacchi, L. Mädler, *J. Aerosol Sci.*, 153 (2021) 105719. <https://doi.org/10.1016/j.jaerosci.2020.105719>
31. H.H. Lim, B.A. Horri, B. Samiee, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, 398(1) (2018) 012033. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/398/1/012033>
32. B. Anandan, V. Rajendran, *Mater. Sci. Semicond. Process.*, 14(1) (2011) 43-47. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2011.01.001>
33. A. Haider, M. Ijaz, S. Ali, M. Haider, S. Khan, M. Hamayun, *Nanoscale Res. Lett.*, 15 (2020) 116. <https://doi.org/10.1186/s11671-020-3283-5>
34. Z. Sabouri, N. Fereydouni, A. Akbari, A. Mohammadi, *Rare Met.*, 39(10) (2020) 1134-1144. <https://doi.org/10.1007/s12598-019-01333-z>
35. S. Mohan, P. Srivastava, S. Maheshwari, S. Patni, *Analyst*, 136 (2011) 2845-2851. <https://doi.org/10.1039/C1AN15031F>
36. J. Sukumaran, M. Priya, R. Venkatesan, A. Ramesh, *Microsc. Res. Tech.*, 88(12) (2025) 2830-2842. <https://doi.org/10.1002/jemt.70054>
37. G. Bagherzade, M.M. Tavakoli, M.H. Namaei, *Asian Pac. J. Trop. Biomed.*, 7(3) (2017) 227-233. <https://doi.org/10.1016/j.apjtb.2016.12.014>
38. Y. Yuan, L. Chen, W. Shi, Z. Zhao, C. Liu, *Molecules*, 25(18) (2020) 4074. <https://doi.org/10.3390/molecules25184074>