

Nghiên cứu tối ưu điều kiện tổng hợp $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ từ cây Xuyên chi (*Bidens pilosa*) và ứng dụng trong hấp phụ màu crystal violet

Nguyễn Thị Cẩm Duyên

Trung tâm Phát triển Công nghệ cao, Viện Ứng dụng Công nghệ và Phát triển bền vững - Trường Đại học

Nguyễn Tất Thành

ntcduyen@ntt.edu.vn

Tóm tắt

Cây xuyên chi (*Bidens pilosa*) là loài xâm lấn có hại, cạnh tranh gay gắt với cây trồng, nhưng nhờ khả năng sinh trưởng mạnh mẽ, loài này cũng cung cấp một nguồn sinh khối tự nhiên dồi dào. Nghiên cứu này tập trung vào việc tổng hợp vật liệu composite từ tính $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ từ sinh khối cây xuyên chi để xử lý ô nhiễm thuốc nhuộm crystal violet. Bằng cách sử dụng phương pháp bề mặt đáp ứng, các điều kiện tổng hợp đã được tối ưu hóa một cách hiệu quả. Mô hình dự đoán cho thấy các điều kiện tối ưu để đạt được dung lượng hấp phụ cao nhất là: 28,82 % tải NFO, nhiệt độ 122,89 °C, và thời gian phản ứng 11,88 giờ. Dưới các điều kiện này, vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ cho thấy khả năng loại bỏ màu crystal violet vượt trội, với dung lượng hấp phụ thực nghiệm đạt 96,87 mg/g. Kết quả này khẳng định tiềm năng ứng dụng của vật liệu trong xử lý nước thải dệt nhuộm.

Nhận 27/08/2025

Được duyệt 30/10/2025

Công bố 28/11/2025

Từ khóa

vật liệu nano composite, hấp phụ, crystal violet, xuyên chi, *Bidens pilosa*

© 2025 Journal of Science and Technology - NTTU

1 Giới thiệu

Sử dụng thuốc nhuộm hữu cơ tổng hợp trong nhiều ngành công nghiệp như dệt may và in ấn mang lại lợi thế về chi phí và màu sắc bền [1]. Tuy nhiên, việc thải bỏ nước thải chứa các chất này ra môi trường thủy sinh gây ra nhiều rủi ro nghiêm trọng. Thuốc nhuộm cản trở sự xuyên thấu của ánh sáng, làm suy giảm lượng oxy hòa tan và ảnh hưởng đến quang hợp, đồng thời, nhiều loại, như crystal violet (CV), đã được chứng minh là chất gây ung thư và độc hại, yêu cầu các biện pháp xử lý hiệu quả [2, 3]. Do không có khả năng phân hủy sinh học, thuốc nhuộm tồn tại lâu dài, xâm nhập vào chuỗi thức ăn và gây ra các vấn đề sức khỏe như đột biến gen và ung thư [4].

Trong số các kỹ thuật xử lý nước thải, phương pháp hấp phụ nổi lên như một giải pháp ưu việt nhờ tính đơn giản

và hiệu quả về chi phí [5]. Than hoạt tính (Activated Carbon – AC) là một trong những vật liệu hấp phụ hiệu quả nhất [6]. Gần đây, việc sản xuất AC từ các loài thực vật xâm lấn như cây Xuyên chi (*Bidens pilosa*) – viết tắt XC đang thu hút sự quan tâm, tạo ra một hướng đi bền vững và tiết kiệm [7-9].

Tuy nhiên, AC truyền thống có nhược điểm về khả năng thu hồi. Để giải quyết vấn đề này, việc biến tính than carbon bằng vật liệu gốc ferrite tạo ra composite từ tính đã được đề xuất, giúp tăng cường hiệu quả hấp phụ và thuận lợi cho việc thu hồi bằng từ trường ngoài [10]. Trong đó, NiFe_2O_4 đặc biệt được quan tâm do dễ điều chế và có ái lực hấp phụ cao [11-13].

Nghiên cứu này nhằm mục đích tối ưu hóa các điều kiện tổng hợp vật liệu composite từ tính $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ từ cây XC, bằng sử dụng phương pháp bề mặt đáp ứng

(Response Surface Methodology – RSM) kết hợp với thiết kế Box-Behnken (BBD), khảo sát ảnh hưởng tương tác của các yếu tố nhiệt độ, thời gian phản ứng, và tỷ lệ (%) tải NiFe_2O_4 đến hiệu suất hấp phụ màu CV, nhằm phát triển giải pháp đôi bên cùng có lợi: xử lý chất thải sinh học xâm lấn để tạo ra vật liệu hiệu suất cao, từ đó giải quyết vấn đề ô nhiễm thuốc nhuộm trong nước thải.

2 Vật liệu và phương pháp nghiên cứu

2.1 Vật liệu nghiên cứu

Cây XC được thu hái tại khu vực Thành phố Hồ Chí Minh vào tháng 3 năm 2025.

2.2 Phương pháp nghiên cứu

2.2.1 Quy trình tổng hợp vật liệu

Quy trình tổng hợp vật liệu được tham khảo từ công bố trước và có điều chỉnh [14]. Gồm các bước chính:

Bước 1: tổng hợp biochar từ bột cây XC ở 400 °C, trong 3 giờ ở điều kiện hạn chế oxy.

Bước 2: tổng hợp AC bằng cách sử dụng H_3PO_4 với nồng độ ban đầu và khối lượng riêng lần lượt là 85 % (w/v) và 1,71 g/mL. Thể tích cần thiết của H_3PO_4 cho mỗi 1 g biochar từ *Bidens pilosa* là 1,376 mL để đạt tỷ lệ ngâm tẩm 1:2 (w/w). Sau khi thêm 5 mL nước khử ion, trộn đều hỗn hợp, để qua đêm ở nhiệt độ 25 °C trong 6 giờ. Sau đó chuyển phần rắn vào lò sấy ở nhiệt độ 100 °C trong 6 giờ để loại độ ẩm còn lại. Mẫu đã hoạt hóa được nung ở nhiệt độ 600 °C trong 3 giờ trong môi trường khí N_2 , với tốc độ gia nhiệt là 5 °C/phút, từ nhiệt độ phòng. Sau đó, nhiệt độ của lò được làm giảm với tốc độ làm mát –5 °C/phút về lại nhiệt độ phòng. Carbon hoạt tính được hoạt hóa bằng H_3PO_4 từ *Bidens pilosa* được thu được và ký hiệu là ACH sau quá trình rửa nước, trung hòa, sấy khô ở 80 °C trong 6 giờ, nghiền nhỏ và bảo quản.

Bước 3: tổng hợp composite mang từ tính. NiFe_2O_4 được tải lên carbon hoạt tính ACH với tỷ lệ tải 30 wt% được tổng hợp thông qua quy trình thủy nhiệt với dung môi ethylene glycol. Cụ thể, 0,5 g ACH được thêm vào 40 mL ethylene glycol và phân tán bằng sóng siêu âm trong 1 giờ. Sau đó, đưa lần lượt $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ và $\text{FeCl}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ với khối lượng tương ứng vào hỗn hợp trên trong 1 giờ dưới tác dụng của sóng siêu âm. Các tỷ lệ mol phù hợp này cho phép tạo ra hạt nano NiFe_2O_4 . Quá trình tiếp tục bằng việc thêm từng giọt natri axetat

trihidrat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) và polyethylene glycol (PEG-4000) vào mỗi hỗn hợp. Bước cuối cùng là chuyển hỗn hợp vào Teflon dung tích 100 mL và đặt trong tủ sấy ở 180 °C trong 12 giờ. Hỗn hợp được để nguội đến nhiệt độ phòng. Composite tạo ra được rửa sạch nhiều lần bằng nước và ethanol, sau đó sấy khô ở 65 °C trong 3 giờ.

Bước 4: rửa các hỗn hợp nanocomposite nhiều lần bằng nước cất cho đến khi nước sau rửa có pH = 7. Tiếp tục sấy vật liệu thu được ở 60 °C trong tủ sấy qua đêm.

2.2.2 Phương pháp tối ưu điều kiện tổng hợp vật liệu bằng RSM – thiết kế Box–Behnken

Sử dụng phần mềm Design Expert 11.0 (Minneapolis, Minnesota, USA). Các thông số khảo sát bao gồm tỷ lệ NiFe_2O_4 tải lên ACH, nhiệt độ tổng hợp (120-180) °C và thời gian hoạt hóa (6-18) giờ như Bảng 1.

Bảng 1 Các thông số trong thiết kế thí nghiệm tối ưu điều kiện tổng hợp $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ từ cây XC

STT	Thông số	Ký hiệu	Mức		
			–1	0	+1
1	Tỷ lệ NiFe_2O_4 tải lên ACH	A	10	30	50
2	Nhiệt độ tổng hợp	B	120	150	180
3	Thời gian	C	6	12	18

2.2.3 Phân tích bố trí thí nghiệm hấp phụ màu hữu cơ bằng vật liệu đã tổng hợp

Dung dịch màu CV được pha ở các nồng độ khác nhau (5-30) mg/L. Lấy 0,1 g/L các vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ cho vào erlen 250 mL chứa sẵn 20 mL màu ở nồng độ 10 mg/L. Lắc các erlen đã chuẩn bị ở nhiệt độ phòng, sau 6 giờ, 2 mL dung dịch màu được hút ra khỏi erlen trên và đo UV-Vis để xác định nồng độ màu và đánh giá mô hình thiết kế bằng RSM-BBD. Vật liệu tối ưu được khảo sát mô hình động học sau mỗi thời gian (0, 1, 2, 3, 4, 5 và 6) giờ và đẳng nhiệt hấp phụ ở các nồng độ khác nhau (5, 10, 15, 20 và 30) mg/L.

Công thức của dung lượng hấp phụ như sau:

$$Q_m (\text{mg/g}) = \frac{C_0 - C_e}{m} \times V \quad (1)$$

Trong đó: Q_m (mg g⁻¹) là dung lượng hấp phụ

C_0 (mg/L) là nồng độ ban đầu của màu CV

C_e (mg/L) là nồng độ sau khi bị loại bỏ của màu CV

V (L) là thể tích dung dịch màu CV

m (g) là khối lượng của chất hấp phụ



3 Kết quả nghiên cứu

3.1 Tối ưu điều kiện tổng hợp vật liệu

3.1.1 Phân tích hồi quy

Việc tối ưu hóa các điều kiện tổng hợp vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ có nguồn gốc từ cây XC nhằm loại bỏ màu CV đã được thực hiện bằng phần mềm Design Expert. Các thí nghiệm này tuân theo cấu trúc thiết kế dựa trên phương pháp thiết kế Box-Behnken và phương pháp bề mặt đáp ứng. Thiết kế bao gồm ba yếu tố độc lập với ba cấp độ khác nhau, bao gồm A – tỷ lệ tải hạt nano từ tính (10-50) %, B – nhiệt độ thủy nhiệt (120-180) °C, và C – thời gian thủy nhiệt (6-18) giờ, tạo ra tổng cộng 13 lượt thí nghiệm (Bảng 1). Thông tin chi tiết về các thông số của quá trình tổng hợp và kết quả về các giá trị đáp ứng quan sát được và ước tính cho việc loại bỏ màu CV (Q_m), Bảng 2.

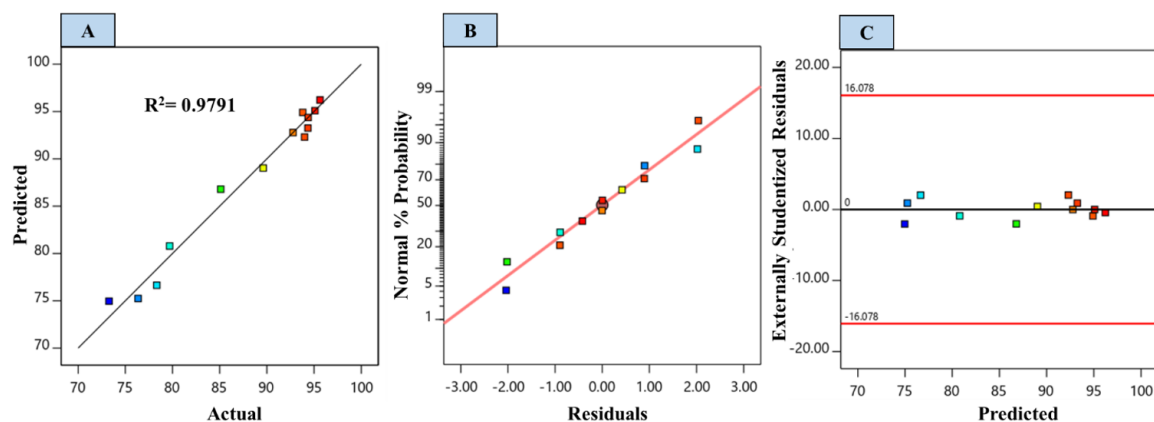
Bảng 2 Các giá trị thực nghiệm và dự đoán cho sự hấp phụ CV sử dụng các vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ khác nhau

Các yếu tố			Dung lượng hấp phụ CV (Q_m , mg/g)	
A (%)	B (°C)	C (giờ)	Thực tế	Dự đoán
10	150	18	93,80	94,90
30	120	6	92,77	92,78
50	150	18	78,33	76,64
50	120	12	79,69	80,79
30	180	18	95,10	95,09
30	150	12	94,37	94,37
10	120	12	93,99	92,30
30	180	6	89,61	89,03
10	180	12	94,35	93,25
30	120	18	95,63	96,22
50	180	12	73,27	74,96
10	150	6	85,11	86,79
50	150	6	76,35	75,25

Để đánh giá sự phù hợp và độ tin cậy thống kê của mô hình, một loạt các biểu đồ chẩn đoán đã được xây dựng và phân tích. Hình 1A thể hiện mối tương quan giữa các giá trị hiệu suất loại bỏ CV thu được từ thực nghiệm và các giá trị được dự đoán bởi mô hình. Có thể thấy, các điểm dữ liệu (tương ứng với các thí nghiệm) phân bố rất gần với đường thẳng chéo (đường $y = x$), cho thấy sự tương quan chặt chẽ giữa kết quả thực tế và kết

quả dự đoán. Hệ số xác định $R^2 = 0,9791$ khẳng định mức độ phù hợp rất cao của mô hình với dữ liệu thực nghiệm, ngụ ý rằng mô hình được phát triển đã thành công trong việc mô tả và dự đoán hiệu suất hấp phụ. Hình 1B là biểu đồ xác suất chuẩn của phần dư. Biểu đồ này rất cần thiết để kiểm tra giả định về phân phối chuẩn của sai số. Các điểm dữ liệu gần như nằm trên một đường thẳng, điều này cho thấy các phần dư tuân theo phân phối chuẩn. Giả định về tính chuẩn được thỏa mãn, do đó không cần thực hiện phép biến đổi nào đối với biến đáp ứng. Hình 1C trình bày biểu đồ phần dư student hóa so với hiệu suất loại bỏ CV dự đoán. Biểu đồ này được sử dụng để kiểm tra giả định về phương sai không đổi. Quan sát cho thấy các điểm phần dư được phân tán một cách ngẫu nhiên xung quanh đường trung tâm (giá trị không) và không tạo thành một hình mẫu hay xu hướng rõ rệt. Tất cả các điểm đều nằm trong giới hạn thống kê từ $-16,078$ đến $+16,078$. Điều này chứng tỏ rằng phương sai của sai số là hằng định và mô hình bậc hai đã thiết lập hiệu quả mối quan hệ giữa các biến độc lập và hiệu suất loại bỏ thuốc nhuộm. Tóm lại, các phân tích từ biểu đồ chẩn đoán đã xác nhận rằng mô hình hồi quy được xây dựng là hoàn toàn phù hợp, có ý nghĩa thống kê và đáng tin cậy để mô tả và tối ưu hóa quá trình loại bỏ chất màu CV bằng vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$.

Các kết quả thực nghiệm được phân tích thống kê bằng Phân tích phương sai (ANOVA) để đánh giá sự phù hợp của mô hình hồi quy bậc hai và ý nghĩa của các thành phần trong mô hình, được trình bày chi tiết trong Bảng 3. Giá trị kiểm định Fisher (F-value) và giá trị xác suất (p-value) là hai tham số then chốt để xác định ý nghĩa thống kê của mô hình. Giá trị p nhỏ (thường $< 0,05$) và giá trị F lớn cho thấy mô hình có ý nghĩa thống kê cao, đáng tin cậy và có khả năng mô tả tốt sự biến thiên của dữ liệu. Đối với mô hình loại bỏ CV, giá trị F-value của mô hình là 15,60 với p-value tương ứng là 0,02248. Vì $p\text{-value} < 0,05$, có thể kết luận mô hình có ý nghĩa thống kê ở mức tin cậy 95 %. Điều này cho thấy một phần lớn sự biến thiên trong hiệu suất hấp phụ có thể được giải thích bằng phương trình hồi quy. Phân tích cũng ngụ ý rằng chỉ có 2,25 % khả năng giá trị F-value cao như vậy là do nhiều ngẫu nhiên.



Hình 1 Các biểu đồ giá trị dự đoán so với thực nghiệm (A), xác suất chuẩn so với phần dư (B), và phần dư so với dự đoán (C) cho các mô hình loại bỏ CV bằng $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$

Bảng 3 Kết quả ANOVA cho các mô hình được tạo ra của $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ đối với hiệu suất hấp phụ CV

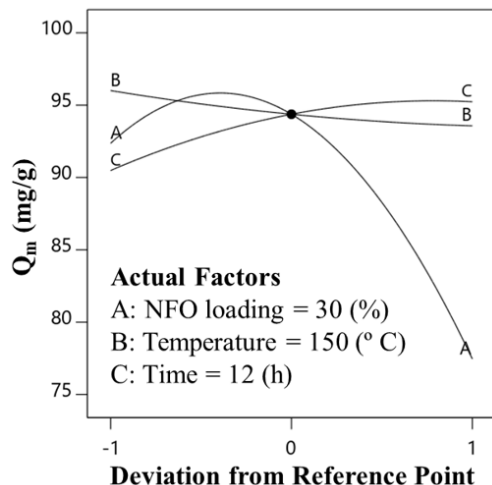
Nguồn	Tổng bình phương	Bậc tự do	Trung bình bình phương	Giá trị F	Giá trị p	Ghi chú
Mô hình	791,027	9	87,8919	15,5967	0,02248	Độ lệch chuẩn (SD) = 2,37 Trung bình = 87,88 Hệ số biến thiên (C.V.%) = 2,70 $R^2 = 0,9791$ $R^2(\text{adj.}) = 0,9163$ Độ chính xác (A.P.) = 10,211
A- Tỷ lệ NiFe_2O_4 tải lên ACH	444,200	1	444,2	78,8248	0,00301	
B- Nhiệt độ tổng hợp	11,896	1	11,8964	2,11105	0,24219	
C-Thời gian	45,224	1	45,2239	8,02513	0,06603	
AB	11,489	1	11,4893	2,03882	0,24863	
AC	11,267	1	11,2668	1,99933	0,25228	
BC	1,717	1	1,71739	0,30476	0,61938	
A^2	204,734	1	204,734	36,3308	0,00915	
B^2	0,400	1	0,39961	0,07091	0,80727	
C^2	5,223	1	5,22251	0,92675	0,40672	
Phần dư	16,906	3	5,63528			
Tổng (hiệu chỉnh)	807,9336	12				

3.1.2 Ảnh hưởng của điều kiện tổng hợp vật liệu
 Dấu của các hệ số trong phương trình 1 cho thấy các yếu tố được khảo sát ảnh hưởng đáng kể đến việc loại bỏ màu CV, nhưng không thể hiện được mức độ tác động của từng yếu tố một cách trực quan. Biểu đồ nhiễu loạn (perturbation plot) được sử dụng để đánh giá ảnh hưởng riêng lẻ của mỗi yếu tố đến dung lượng hấp phụ màu, qua đó định lượng được mức độ tác động của chúng.

Hình 2 thể hiện nhiễu loạn cho dung lượng hấp phụ màu CV, với ba yếu tố được khảo sát là: tỷ lệ (%) tải

NFO (A), nhiệt độ (B) và thời gian (C). Đáp ứng được mô tả bằng cách thay đổi một cách có hệ thống một tham số trong phạm vi của nó, trong khi giữ các tham số khác ở một giá trị cố định (điểm tham chiếu, được mã hóa là 0). Theo hình, điểm tham chiếu là: A = 30 %, B = 150 °C, và C = 12 giờ. Biểu đồ này minh họa rằng các đường cong tương ứng với tỷ lệ (%) tải NFO (A) và thời gian (C) có độ dốc lớn hơn so với nhiệt độ (B). Điều này cho thấy dung lượng hấp phụ màu CV nhạy cảm hơn với những thay đổi của yếu tố A và C so với B. Thứ tự về mức độ quan trọng của các biến là A > C

> B, với biến A (quyết định tỷ lệ (%) tải NFO trên AC) có ảnh hưởng đáng kể nhất. Mức độ quan trọng của các biến này được chứng minh bằng độ dốc của các đường cong tương ứng.



Hình 2 Biểu đồ nhiễu loạn cho hiệu suất loại bỏ màu CV bằng vật liệu NiFe₂O₄@AC

Biểu đồ cũng cho thấy bất kỳ sự di chuyển nào sang bên phải của điểm tham chiếu (tăng giá trị của biến) sẽ dẫn đến độ dốc âm cho đường cong của yếu tố A. Điều này ngụ ý rằng việc tăng tỷ lệ (%) tải NFO vượt quá 30 % sẽ làm giảm dung lượng hấp phụ màu. Đối với yếu tố B (nhiệt độ), độ dốc dương của đường cong cho thấy nhiệt độ cao hơn có lợi cho việc loại bỏ CV, trong khi đối với yếu tố C (thời gian), việc tăng thời gian thủy nhiệt vượt quá 12 giờ cũng giúp cải thiện dung lượng hấp phụ màu. Ngược lại, việc di chuyển sang bên trái của điểm tham chiếu, tức là giảm thời gian phản ứng, dẫn đến giảm khả năng loại bỏ màu CV.

Hình 3 và Hình 4 lần lượt minh họa các bề mặt 3D và đường đồng mức của dung lượng hấp phụ màu CV, Q_m (mg/g), như một hàm của hai yếu tố tương tác, trong khi yếu tố thứ ba được giữ ở mức trung tâm. Các biểu đồ này giúp xác định mối quan hệ tương quan giữa các yếu tố và tìm ra các điều kiện tối ưu để đạt được dung lượng hấp phụ màu cao nhất.

Hình 3A và Hình 4A thể hiện mối quan hệ giữa tỷ lệ (%) tải NFO (A) và nhiệt độ (B) đối với dung lượng hấp phụ màu CV, với thời gian (C) được giữ cố định ở 12 giờ. Trong phạm vi khảo sát, dung lượng hấp phụ Q_m tăng khi nhiệt độ và tỷ lệ (%) tải NFO tăng, đạt giá trị cực đại gần điểm tối ưu. Điều này cho thấy có một

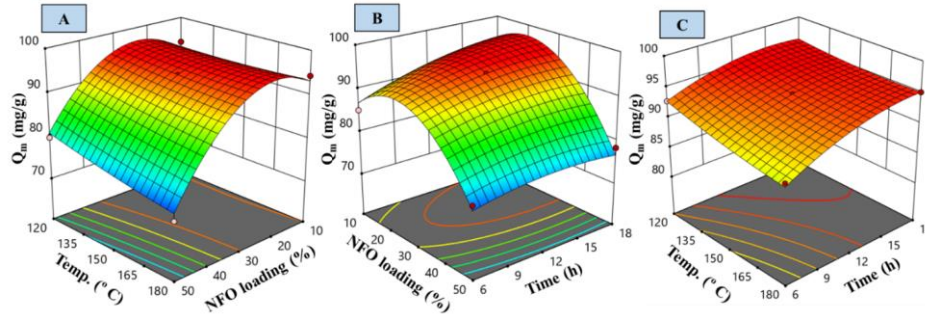
điểm tối ưu cho cả hai yếu tố để đạt được dung lượng hấp phụ màu cao nhất. Biểu đồ đường đồng mức (Hình 4A) cho thấy các đường cong gần với điểm có giá trị Q_m lớn nhất (khoảng 95 mg/g). Điều này chỉ ra rằng dung lượng hấp phụ tối ưu đạt được khi tỷ lệ (%) tải NFO nằm trong khoảng 25 % đến 35 % và Nhiệt độ nằm trong khoảng 140 °C đến 160 °C. Sự gia tăng tỷ lệ (%) tải NFO vượt quá một ngưỡng nhất định (khoảng 35 %) và nhiệt độ quá cao không có lợi cho việc loại bỏ thuốc nhuộm. Điều này có thể được giải thích là do nhiệt độ cao thúc đẩy sự hình thành các hạt nano NiFe₂O₄ trên bề mặt AC, có thể chiếm giữ các vị trí hấp phụ hoạt động và làm giảm dung lượng hấp phụ. Tuy nhiên, trong một phạm vi nhất định, nhiệt độ cao hơn có thể cải thiện khả năng loại bỏ thuốc nhuộm bằng cách thúc đẩy quá trình tổng hợp vật liệu composite với các tính chất hấp phụ tối ưu.

Hình 3B và Hình 4B mô tả ảnh hưởng của tỷ lệ (%) tải NFO (A) và thời gian (C) đến dung lượng hấp phụ, với Nhiệt độ (B) được giữ cố định ở 150 °C. Các biểu đồ cho thấy dung lượng hấp phụ màu CV thay đổi đáng kể khi các thông số này thay đổi. Việc kéo dài thời gian phản ứng từ 6 giờ lên 18 giờ giúp cải thiện dung lượng hấp phụ. Tuy nhiên, việc tăng tỷ lệ (%) tải NFO vượt quá khoảng 35 % lại làm giảm dung lượng hấp phụ. Dung lượng hấp phụ cao nhất được quan sát thấy với thời gian từ (15 đến 18) giờ và tỷ lệ (%) tải NFO trong khoảng 25 % đến 35 %. Điều này cho thấy có một điểm tối ưu cho cả hai yếu tố này để đạt được hiệu suất hấp phụ cao nhất. Sự giảm dung lượng hấp phụ màu khi tỷ lệ (%) tải NFO quá cao có thể liên quan đến việc các hạt NiFe₂O₄ có thể kết tụ lại, làm giảm diện tích bề mặt hiệu dụng và số lượng vị trí hấp phụ có sẵn.

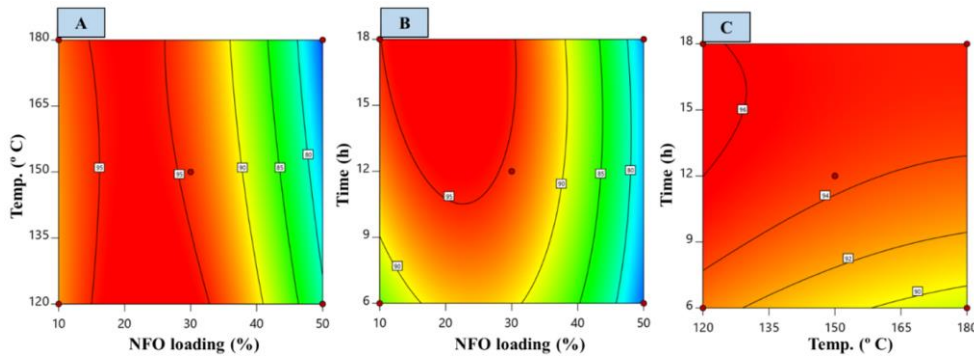
Hình 3C và Hình 4C trình bày ảnh hưởng kết hợp của nhiệt độ (B) và thời gian (C) đến dung lượng hấp phụ màu CV, với tỷ lệ (%) tải NFO (A) được giữ cố định ở 30 %. Các biểu đồ cho thấy dung lượng hấp phụ màu CV tăng khi cả nhiệt độ và thời gian thủy nhiệt tăng, đạt đến một cực đại. Sau đó, việc tăng thêm hai yếu tố này có thể dẫn đến sự giảm dung lượng hấp phụ màu. Các đường đồng mức (Hình 4C) cho thấy dung lượng hấp phụ lớn nhất (trên 94 mg/g) đạt được trong vùng mà nhiệt độ nằm trong khoảng 140 °C đến 160 °C và

Thời gian khoảng 12 giờ đến 18 giờ. Sự tương tác giữa nhiệt độ và thời gian đóng vai trò quan trọng trong việc xác định các đặc tính của vật liệu composite, ảnh hưởng

đến cả cấu trúc và thành phần, từ đó tác động trực tiếp đến khả năng hấp phụ.



Hình 3 Các biểu đồ bề mặt đáp ứng thể hiện ảnh hưởng của tỷ lệ (%) tải NFO và nhiệt độ (A), tỷ lệ (%) tải NFO và thời gian (B), nhiệt độ và thời gian thủy nhiệt (C) đến mô hình hấp phụ CV



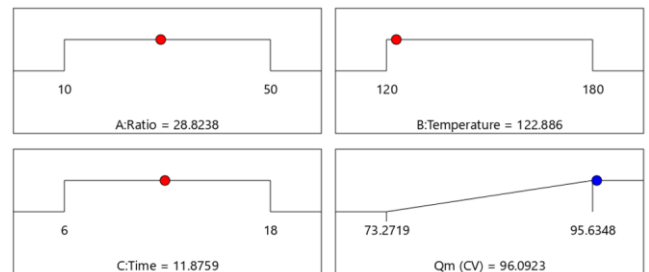
Hình 4 Biểu đồ đường đồng mức thể hiện ảnh hưởng của tỷ lệ (%) tải NFO và nhiệt độ (A), tỷ lệ (%) tải NFO và thời gian (B), nhiệt độ và thời gian thủy nhiệt (C) đến mô hình hấp phụ CV

3.1.3 Tối ưu hóa quy trình

Mục tiêu chính của việc lập mô hình là dự báo các điều kiện tổng hợp tối ưu của vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ để đạt được dung lượng hấp phụ màu CV (Q_m) cao nhất. Các giá trị tối ưu này cho các yếu tố tổng hợp đã được tính toán bằng phần mềm Design-Expert. Trong mô hình, các giá trị của tỷ lệ (%) tải NFO, nhiệt độ thủy nhiệt, và thời gian phản ứng được chọn "trong phạm vi khảo sát" ("within the range"), trong khi dung lượng hấp phụ Q_m được chọn là "cực đại" ("maximum") để đạt hiệu quả hấp phụ cao nhất. Phần mềm đã phân tích dữ liệu thực nghiệm và đưa ra các giải pháp tối ưu. Điểm 'mức độ mong muốn' ('desirability') là 1,00 cho thấy điều kiện tốt nhất.

Hình 5 minh họa hàm dốc đại diện cho giải pháp tối ưu được chọn, với các điểm tối ưu nằm trong phạm vi của các giá trị tối thiểu và tối đa đã nghiên cứu. Như biểu đồ cho thấy, dung lượng hấp phụ màu CV tối đa, với giá trị dự đoán là 96,09 mg/g, xảy ra khi vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ được tổng hợp với các thông số sau: tỷ

lệ (%) tải NFO là 28,82 %, nhiệt độ thủy nhiệt là 122,89 °C, thời gian tổng hợp vật liệu là 11,88 h.



Hình 5 Biểu đồ hàm dốc của giải pháp mong muốn để dự đoán các điều kiện tổng hợp tối ưu của $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$

Để xác thực mô hình, vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ đã được chế tạo bằng cách sử dụng các thông số dự đoán này. Kết quả thực nghiệm cho thấy dung lượng hấp phụ thực tế là 96,87 mg/g, với sai số rất nhỏ là -0,78 mg/g so với giá trị dự đoán (Bảng 4). Sự khác biệt nhỏ này chứng tỏ sự phù hợp tốt giữa mô hình được phát triển cho các điều kiện tổng hợp $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ và các kết quả thực nghiệm.

Bảng 4 Xác nhận mô hình cho việc loại bỏ CV bằng vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ tối ưu

Điều kiện tối ưu			Dung lượng hấp phụ		
Tỷ lệ tải NFO (%)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (giờ)	Dự đoán (mg/g)	Thực tế (mg/g)	Sai số (mg/g)
28,82	122,89	11,88	96,09	96,87	-0,78

4 Kết luận

Đã tổng hợp thành công vật liệu composite từ tính $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ từ cây XC và tối ưu hóa điều kiện tổng hợp bằng phương pháp bề mặt đáp ứng, thu được mô hình dự đoán có ý nghĩa thống kê cao. Điều kiện tổng hợp tối ưu để đạt được dung lượng hấp phụ màu CV cao nhất là: tỷ lệ (%) tải NFO là 28,82 %, nhiệt độ

122,89 °C, và thời gian phản ứng 11,88 giờ. Vật liệu $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}-\text{OP}$ đã được tối ưu hóa cho thấy hiệu suất loại bỏ màu CV vượt trội, với dung lượng hấp phụ lên đến 96,87 mg/g.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu được tài trợ bởi Trường Đại học Nguyễn Tất Thành, Thành phố Hồ Chí Minh, trong khuôn khổ đề tài mã số 2025.01.239.

Tài liệu tham khảo

1. Abd Malek, N. N., Jawad, A. H., Ismail, K., Razuan, R., & Alothman, Z. A. (2021). Fly ash modified magnetic chitosan-polyvinyl alcohol blend for reactive orange 16 dye removal: Adsorption parametric optimization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 189, 464-476. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.08.160>
2. Shabna, S., Singh, C. J. C., Dhas, S. D. S. J., Jeyakumar, S. C., & Biju, C. S. (2024). An overview of prominent factors influencing the photocatalytic degradation of cationic crystal violet dye employing diverse nanostructured materials. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 99(5), 1027-1055. <https://doi.org/10.1002/jctb.7593>
3. Sharma, P., Kar, S., Sahu, M., & Ganguly, M. (2025). Copper-based nanoparticles for the removal of the crystal violet dye via degradation and adsorption: a comparative account. *RSC Advances*, 15(34), 27995-28020. <https://doi.org/10.1039/D5RA04003E>
4. Boukarma, L., Aziam, R., Aboussabek, A., El Qdhy, S., Zerbet, M., Sinan, F., & Chiban, M. (2024). Novel insights into crystal violet dye adsorption onto various macroalgae: Comparative study, recyclability and overview of chromium (VI) removal. *Bioresource Technology*, 394, 130197. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2023.130197>
5. Sharma, V. T., Kamath, S. V., Mondal, D., & Kotrappanavar, N. S. (2020). Fe-Al based nanocomposite reinforced hydrothermal carbon: Efficient and robust absorbent for anionic dyes. *Chemosphere*, 259, 127421. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127421>
6. Khoshbouy, R., Takahashi, F., & Yoshikawa, K. (2019). Preparation of high surface area sludge-based activated hydrochar via hydrothermal carbonization and application in the removal of basic dye. *Environmental Research*, 175, 457-467. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2019.04.002>
7. X Nguyen, X. C., Nguyen, T. T. H., Nguyen, T. H. C., Van Le, Q., Vo, T. Y. B., Tran, T. C. P., & Nguyen, D. D. (2021). Sustainable carbonaceous biochar adsorbents derived from agro-wastes and invasive plants for cation dye adsorption from water. *Chemosphere*, 282, 131009. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131009>
8. Lian, W., Yang, L., Joseph, S., Shi, W., Bian, R., Zheng, J., & Pan, G. (2020). Utilization of biochar produced from invasive plant species to efficiently adsorb Cd(II) and Pb(II). *Bioresource Technology*, 317, 124011. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.124011>
9. Wang, J., Zhao, M., Zhang, J., Zhao, B., Lu, X., & Wei, H. (2021). Characterization and utilization of biochars derived from five invasive plant species *Bidens pilosa* L., *Praxelis clematidea*, *Ipomoea cairica*, *Mikania micrantha*

- and *Lantana camara* L. for Cd^{2+} and Cu^{2+} removal. *Journal of Environmental Management*, 280, 111746. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.111746>
10. Hu, Z. T., Wang, X. F., Xiang, S., Ding, Y., Zhao, D. Y., Hu, M., & Zhao, J. (2022). Self-cleaning MnZn ferrite/biochar adsorbents for effective removal of tetracycline. *Science of The Total Environment*, 844, 157202. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.157202>
11. Patra, J., & Verma, V. K. (2025). Nickel ferrite: Advances in the synthesis methods, properties and its applications. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 42, 101458. <https://doi.org/10.1016/j.nanoso.2025.101458>
12. Shu, R., Yun, K., Liu, X., & Xu, L. (2025). Fabrication of core-shell nickel ferrite@ polypyrrole composite for broadband and efficient electromagnetic wave absorption. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 188, 108558. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2024.108558>
13. Muhaymin, A., Mohamed, H. E. A., Hkiri, K., Safdar, A., Kotsedi, L., & Maaza, M. (2024). Green synthesis of NiFe_2O_4 nanoparticles using *Hyphaene thebaica*: a facile route towards magnetic and photocatalytic application. *Materials Today Chemistry*, 40, 102286. <https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2024.102286>
14. Yuan, Y., Huang, L., Zhang, T. C., Ouyang, L., & Yuan, S. (2021). One-step synthesis of ZnFe_2O_4 -loaded biochar derived from leftover rice for high-performance H_2S removal. *Separation and Purification Technology*, 279, 119686. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119686>

Optimization of synthesis conditions of $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ from *Bidens pilosa* using response surface methodology for crystal violet dye adsorption

Duyen Thi Cam Nguyen

Institute of Applied Technology and Sustainable Development, Center for Hi-Tech Development - Nguyen Tat Thanh University, Saigon Hi-Tech Park, Ho Chi Minh City, Viet Nam
ntcduyen@ntt.edu.vn

Abstract *Bidens pilosa* is a harmful invasive species that competes fiercely with crops, yet thanks to its vigorous growth, it also provides an abundant natural biomass source. This study focused on the synthesis of a magnetic nanocomposite, $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ derived from *B. pilosa* biomass for the removal of Crystal Violet dye. Using the Response Surface Methodology (RSM), the synthesis conditions were successfully optimized. The predictive model identified the optimal parameters for maximum adsorption capacity as: 28.82 % NFO loading, 122.89 °C temperature, and 11.88 hours reaction time. Under these conditions, the optimized $\text{NiFe}_2\text{O}_4@\text{AC}$ exhibited excellent dye removal efficiency, with an experimental adsorption capacity of 96.87 mg/g, confirming its potential for wastewater treatment.

Keywords *Bidens pilosa*, adsorption, composite, crystal violet