

NGHIÊN CỨU TÍNH CHẤT QUANG, TỪ CỦA VẬT LIỆU $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$

Phạm Vũ Bích Hằng¹, Nguyễn Hải Yến², Phùng Thị Thanh Mai³, Đặng Đức Dũng⁴,
Nguyễn Mạnh Hùng⁵ và Nguyễn Cao Khang⁶

¹*Trường Trung học phổ thông Chuyên Hà Nội-Amsterdam*

²*Viện Khoa học Vật liệu, Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam*

³*Khoa Kỹ thuật Điện, Trường Đại học Điện lực*

⁴*Viện Vật lý Kỹ thuật, Trường Đại học Bách khoa Hà Nội*

⁵*Khoa Cơ bản, Trường Đại học Mở - Địa chất, Hà Nội*

⁶*Trung tâm Khoa học và Công nghệ Nano, Trường Đại học Sư phạm Hà Nội*

Tóm tắt. Trong nghiên cứu này, chúng tôi trình bày quy trình công nghệ chế tạo vật liệu $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ ($x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$) bằng phương pháp sol-gel. Kết quả kính hiển vi điện tử quét cho thấy các hạt có kích thước khoảng 50 nm. Giảm độ nhiễu xạ tia X chỉ ra rằng các mẫu là đơn pha, thay đổi cấu trúc rõ ràng khi tỉ lệ x tăng từ 0 đến 1. Hằng số mạng, độ dài liên kết cũng thay đổi theo giá trị x như được chỉ ra trên phổ tán xạ Raman. Kết quả phép đo từ kế mẫu rung cho thấy, từ tính của vật liệu $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ thay đổi theo giá trị của x và đạt cực đại trong khoảng x từ 0,5 đến 0,7.

Từ khóa: NiMn_2O_4 , FeMn_2O_4 , spinel, phương pháp sol-gel.

1. Mở đầu

Các hợp chất spinel có công thức tổng quát AB_2O_4 , trong đó cation A có hoá trị 2 và cation B hoá trị 3. Mỗi ô cơ sở được hình thành bởi 32 anion O^{2-} , 8 cation A^{2+} và 16 cation B^{3+} . Trong mỗi ô cơ sở có 96 vị trí cho các cation, bao gồm 64 vị trí bát diện và 32 vị trí tứ diện [1-4]. Dựa trên sự phân bố các cation trong các vị trí tứ diện và bát diện mà vật liệu này được chia làm ba loại là spinel thuận, spinel đảo, và spinel hỗn hợp. Bên cạnh đó, bán kính nguyên tử khác nhau của các cation A^{2+} và B^{3+} tại các vị trí tứ diện, bát diện cũng sẽ làm cho cấu trúc của vật liệu khác nhau, làm cho tính chất của vật liệu khác nhau. Vật liệu spinel có đặc tính quan trọng là độ chịu lửa cao, bền với các tác nhân oxi hoá cũng như tác nhân khử do đó chúng có nhiều ứng dụng trong các lĩnh vực khác nhau như xử lý môi trường, làm điện cực của pin điện hóa, hay chế tạo siêu tụ điện [5-9].

Trong số các vật liệu spinel, NiMn_2O_4 ít được quan tâm nghiên cứu hơn so với các vật liệu khác. Tuy nhiên gần đây, NiMn_2O_4 đã thu hút được nhiều sự quan tâm nghiên cứu do tính chất điện và từ của chúng có thể ứng dụng làm các vật liệu nhiệt điện trở và các vật liệu điện khác [10, 11]. Trong tinh thể, các ion mangan có thể có trạng thái Mn^{2+} , Mn^{3+} , hoặc Mn^{4+} , trong khi niken thường chỉ là Ni^{2+} . Những trạng thái hóa trị hỗn hợp này làm cho tính chất từ của vật liệu này trở lên đặc biệt, nhất là tại những nhiệt độ xung quanh nhiệt độ chuyển pha. Bên cạnh NiMn_2O_4 ,

Ngày nhận bài: 15/3/2021. Ngày sửa bài: 23/3/2021. Ngày nhận đăng: 30/3/2021.

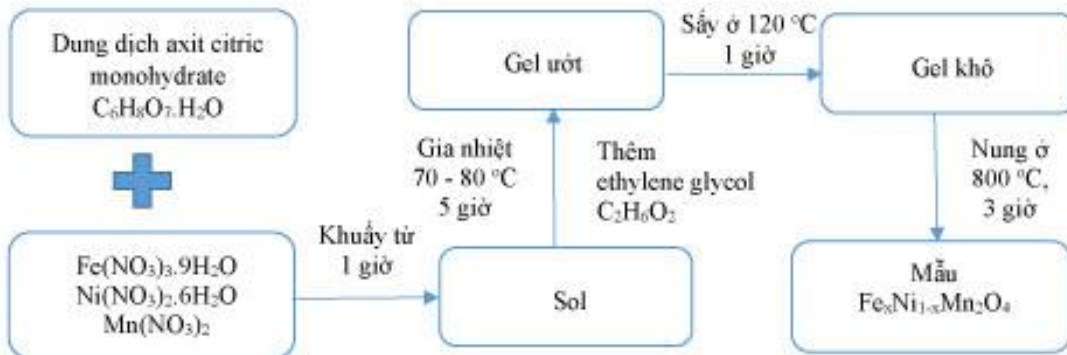
Tác giả liên hệ: Nguyễn Cao Khang. Địa chỉ e-mail: khangnc@hnue.edu.vn

những vật liệu nền NiMn_2O_4 cũng thu hút được nhiều sự quan tâm nghiên cứu [12]. Vật liệu $(\text{Fe},\text{Ni})\text{Mn}_2\text{O}_4$ có nguồn gốc từ NiMn_2O_4 và FeMn_2O_4 là một trong những vật liệu thu được nhiều sự quan tâm nghiên cứu trong những năm gần đây. Hỗn hợp oxit này dự kiến sẽ tạo ra nhiều trạng thái hóa trị của mangan trong sự phối trí bát diện với oxi. Mục đích chính của bài báo này là tập trung nghiên cứu ảnh hưởng của tỉ lệ các chất của $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ lên cấu trúc, tính chất từ và các trạng thái liên kết bên trong vật liệu. Phép đo nhiễu xạ tia X và phép đo từ kế mẫu dung sẽ là những cách tiếp cận chính để thấy được sự thay đổi và chuyển pha cấu trúc, cũng như sự thay đổi của tính chất từ khi tỉ lệ mol của Fe/Ni tăng lên trong mẫu.

2. Nội dung nghiên cứu

2.1. Thực nghiệm

Vật liệu $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ được chế tạo bằng cách hòa tan 5 g citric acid monohydrate $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ trong 20 ml nước cất rồi khuấy đều với các dung dịch $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ nồng độ 2 M, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$ nồng độ 2 M, và dung dịch $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ nồng độ 2 M trong 1 giờ. Thêm 1 ml ethylene glycol $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ vào dung dịch và tiếp tục khuấy đều và gia nhiệt ở 80°C cho đến khi thu được gel khô. Nung gel khô ở 800°C trong 3 giờ, sau đó nghiền nhỏ và thu được mẫu dưới dạng bột. Các mẫu $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ với tỉ lệ $x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$ lần lượt được điều chế bằng cách thay đổi thể tích của các dung dịch ban đầu $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$, và $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Quy trình chế tạo $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ có thể được mô tả như trên sơ đồ Hình 1.

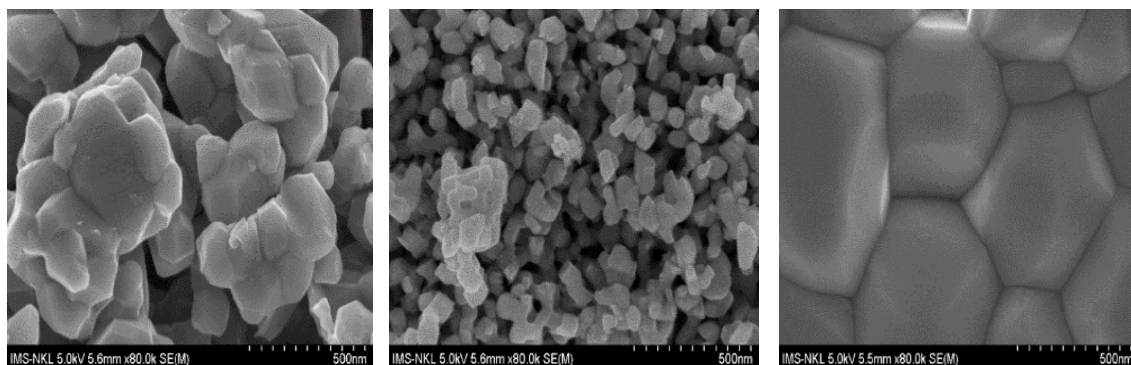


Hình 1. Quy trình chế tạo hệ mẫu $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ ($x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$)

Tính chất của các mẫu được khảo sát bằng các phép đo hiển vi điện tử quét SEM, phổ tán xạ Raman và đo phổ hấp thụ. Phép đo nhiễu xạ tia X được thực hiện trên hệ nhiễu xạ kế D5005-SIEMENS trong nhiệt độ phòng với bức xạ $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,514 \text{ \AA}$), tốc độ quét là $1^\circ/\text{phút}$ với góc 2θ từ 10° đến 60° . Hình thái và kích thước hạt được xác định bằng phép đo SEM. Phổ tán xạ Raman được ghi lại bởi hệ đo T6400 (Jobin-Yvon). Phổ hấp thụ của các mẫu được đo trên máy đo phổ V-670 (Jasco), trong vùng bước sóng từ 190 nm đến 2500 nm tại nhiệt độ phòng.

2.2. Kết quả và thảo luận

Hình 2 là ảnh SEM các mẫu NiMn_2O_4 , FeMn_2O_4 , và $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$. Các mẫu có kích thước hạt khá đồng đều. Mẫu FeMn_2O_4 kết tinh thành các hạt có kích thước đồng đều có đường kính vào khoảng 50 nm, lớn hơn giá trị ước tính từ công thức Debye – Scherrer (41 nm). Mẫu NiMn_2O_4 cũng có sự kết đám tương tự mẫu $\text{FeNiMn}_2\text{O}_4$, tạo nên những tinh thể lớn có đường kính vào cỡ 500 nm.



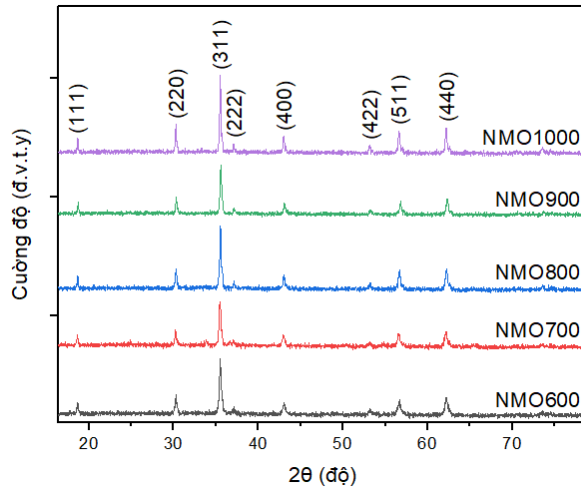
Hình 2. Ảnh SEM của các mẫu $NiMn_2O_4$, $FeMn_2O_4$, và $FeNiMn_2O_4$

Hình 3 là giản đồ nhiễu xạ tia X của các mẫu $NiMn_2O_4$ phụ thuộc nhiệt độ nung. Kết quả cho thấy tất cả các mẫu đều xuất hiện các đỉnh đặc trưng của pha spinel $NiMn_2O_4$ tương ứng với thẻ chuẩn JCPDS số 74-1865. Theo thẻ chuẩn, spinel $NiMn_2O_4$ có cấu trúc lập phương, thuộc nhóm không gian $Fd-3m$, hằng số mạng $a = 8,4028 \text{ \AA}$, vị trí các đỉnh nhiễu xạ tương ứng với các họ mặt phẳng mạng (hkl): (111); (220); (311); (222); (400); (422); (511); (440). Đồng thời kết quả phân tích nhiễu xạ tia X không thấy xuất hiện các đỉnh nhiễu xạ của các pha khác trong dải nhiệt độ nung, chứng tỏ pha spinel $NiMn_2O_4$ rất bền với nhiệt. Tuy nhiên, giá trị hằng số mạng của các mẫu có sự thay đổi khi nhiệt độ nung tăng từ $600 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ như kết quả trong Bảng 1. Sự thay đổi hằng số mạng này có thể do nguyên nhân của sự tự pha tạp khi một số ion Ni^{2+} ở vị trí A đã thay thế cho vị trí B của Mn^{3+} trong cấu trúc AB_2O_4 , hoặc do hiện tượng đa hóa trị của mangan gây ra. Các ion Mn^{2+} , Mn^{3+} và Mn^{4+} có bán kính lần lượt là $0,067$, $0,058$ và $0,053 \text{ nm}$ trong khi bán kính $0,069 \text{ nm}$ của ion Ni^{2+} , nên hiệu ứng Jahn – Teller sẽ làm thay đổi hằng số mạng tinh thể $NiMn_2O_4$.

Bảng 1. Hằng số mạng và kích thước hạt phụ thuộc vào nhiệt độ nung $NiMn_2O_4$

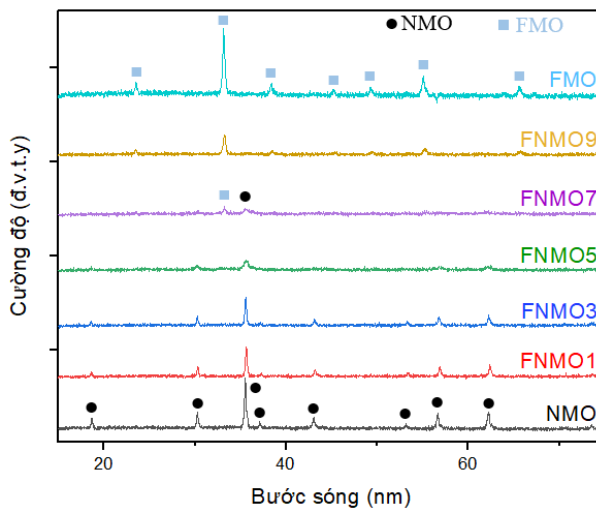
Bước sóng tia X (Å)	Mẫu $NiMn_2O_4$	Đỉnh nhiễu xạ	Độ bán rộng đỉnh	Hằng số mạng (Å)	Kích thước hạt (nm)
1,5406	Nung $600 \text{ }^\circ\text{C}$	35,51	0,263	8,408	38,7
	Nung $700 \text{ }^\circ\text{C}$	35,50	0,235	8,41	43,4
	Nung $800 \text{ }^\circ\text{C}$	35,51	0,214	8,412	47,5
	Nung $900 \text{ }^\circ\text{C}$	35,60	0,203	8,401	50,3
	Nung $1000 \text{ }^\circ\text{C}$	35,49	0,156	8,417	65,3

Kết quả nhiễu xạ tia X cho thấy các mẫu $NiMn_2O_4$ chế tạo bằng phương pháp sol - gel đều đơn pha trong dải nhiệt độ nung thiêu kết từ $600 \text{ }^\circ\text{C}$ đến $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 3 giờ. Do đó, hệ mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ ($x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$) được lựa chọn nung thiêu kết tại nhiệt độ $800 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 3 giờ. Đặc trưng cấu trúc của hệ mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ được nghiên cứu dựa trên kết quả phân tích nhiễu xạ tia X. Giản đồ nhiễu xạ tia X của các mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ phụ thuộc tỉ lệ Fe/Ni được mô tả trên Hình 3.

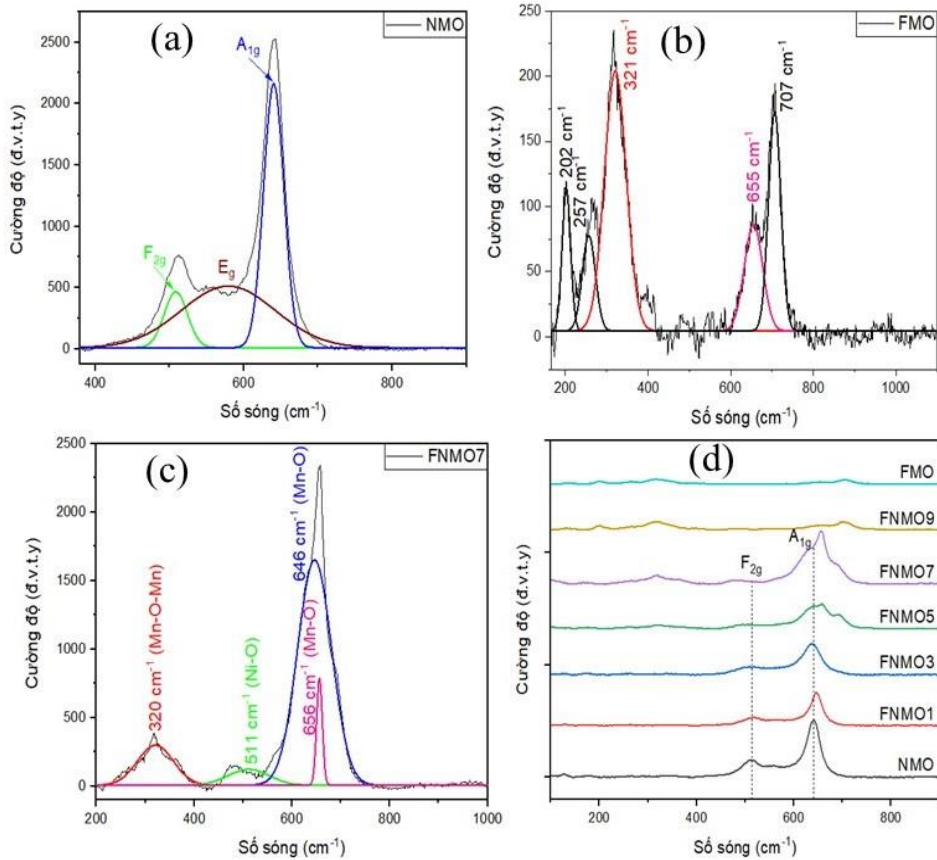


Hình 3. Giản đồ nhiễu xạ tia X của các mẫu $NiMn_2O_4$ theo nhiệt độ nung

Giản đồ nhiễu xạ tia X trên Hình 4 cho thấy, khi hàm lượng Fe pha vào $NiMn_2O_4$ tăng lên thì vị trí các đỉnh có xu hướng dịch về phía đỉnh của $FeMnO_3$. Với tỉ lệ Fe chiếm 70%, trên giản đồ XRD xuất hiện cả đỉnh nhiễu xạ (222) của cấu trúc $FeMnO_3$ (góc $2\theta = 33,22^\circ$) và đỉnh nhiễu xạ (311) của cấu trúc $NiMn_2O_4$ (góc $2\theta = 35,49^\circ$). Mặt khác, đỉnh nhiễu xạ tại vị trí góc $2\theta = 35,51^\circ$ ứng với họ mặt phẳng mạng (311) có cường độ giảm dần khi hàm lượng Fe tăng. Khi hàm lượng Fe tăng đến 90% thì đỉnh ứng với mặt phẳng (311) bị mất hoàn toàn. Khi đó pha tinh thể của vật liệu tỉ lệ Fe/Ni đã gần như trùng hoàn toàn với pha của $FeMnO_3$. Sự phụ thuộc của hằng số mạng vào tỉ lệ Fe/Ni của các mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ trong bảng 1 cho thấy, với nồng độ Fe nhỏ hơn 50%, sự thay đổi hằng số mạng là không đáng kể, hằng số mạng của vật liệu pha tạp khá gần với giá trị hằng số mạng của $NiMn_2O_4$ theo thẻ chuẩn JCPDS số 74-1865 ($a = 8,4028 \text{ \AA}$). Với nồng độ Fe lớn hơn 70%, hằng số mạng của vật liệu pha tạp đã có sự thay đổi khá lớn, trở nên gần với hằng số mạng của $FeMnO_3$ theo thẻ chuẩn JCPDS số 75-0894 ($a = 9,4 \text{ \AA}$).



Hình 4. Giản đồ nhiễu xạ tia X của hệ mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ (với các giá trị $x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$) nung ở $800^\circ C$ trong 3 giờ



Hình 5. Phổ tán xạ Raman của mẫu $NiMn_2O_4$, $FeMn_2O_4$, $Fe_{0.3}Ni_{0.7}Mn_2O_4$, và $FeNiMn_2O_4$ với các tỉ lệ mol Fe/Ni khác nhau

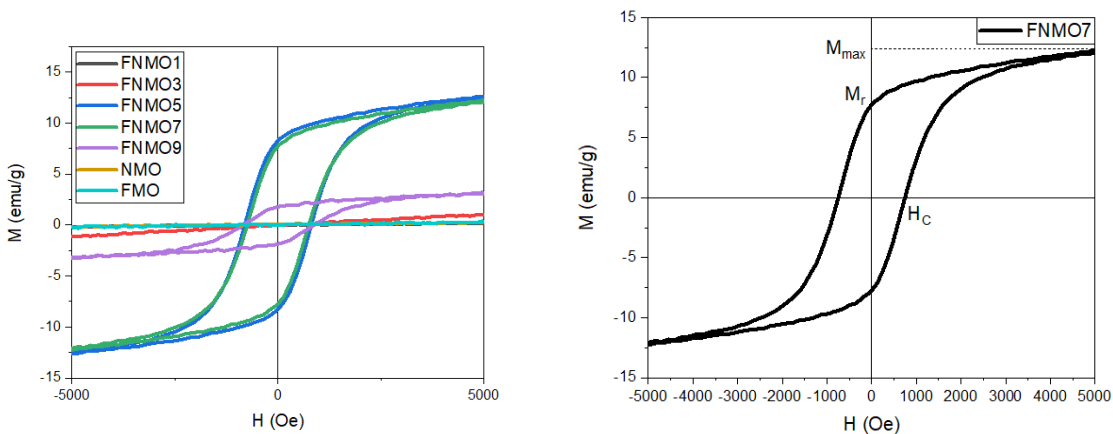
Hình 5 là phổ tán xạ Raman của các mẫu $NiMn_2O_4$, $FeMn_2O_4$, $Fe_{0.3}Ni_{0.7}Mn_2O_4$, và $FeNiMn_2O_4$ với các tỉ lệ mol Fe/Ni khác nhau. Các đỉnh phổ 509 cm^{-1} , 579 cm^{-1} , 641 cm^{-1} của mẫu $NiMn_2O_4$ trên hình 5a sau khớp hàm Gaussian lần lượt ứng với các mode dao động chuẩn F_{2g} , E_g , A_{1g} của pha spinel $NiMn_2O_4$ và không có sự xuất hiện của đỉnh lạ. Vị trí 509 cm^{-1} (mode F_{2g}) đặc trưng cho dao động kéo dài liên kết Ni–O. Vị trí 641 cm^{-1} (mode A_{1g}) đặc trưng cho sự dao động kéo dài liên kết Mn–O không đối xứng trong bát diện MnO_6 [14]. Hình 5b là phổ tán xạ Raman của $FeMn_2O_4$. Sau khi sử dụng phần mềm Origin khớp hàm Gaussian, các đỉnh phổ được xác định tại các vị trí số sóng 202 cm^{-1} , 257 cm^{-1} , 321 cm^{-1} , 655 cm^{-1} và 707 cm^{-1} . Vị trí 321 cm^{-1} đặc trưng cho sự dao động kéo dài không đối xứng của liên kết Mn–O–Mn. Vị trí đỉnh 655 cm^{-1} có thể là do phương thức dao động kéo dài của các liên kết Mn–O vuông góc với hướng của các chuỗi kép bát diện MnO_6 [9]. Các vị trí 202 cm^{-1} , 257 cm^{-1} , 707 cm^{-1} có thể là do sự có mặt của oxit Mn_2O_3 trong mẫu [2]. Phổ tán xạ Raman của mẫu $x=0.7$ trên hình 5c với các đỉnh phổ được xác định tại các vị trí số sóng 320 cm^{-1} và 656 cm^{-1} (đặc trưng cho dao động kéo dài của các liên kết Mn–O–Mn và Mn–O), 511 cm^{-1} và 646 cm^{-1} (đặc trưng cho dao động kéo dài các liên kết Ni–O và Mn–O), chứng tỏ ở nồng độ Fe/Ni này đã bắt đầu có sự chuyển pha trong cấu trúc mẫu. Phổ tán xạ Raman của hệ mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ ($x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$) nung ở $800\text{ }^\circ\text{C}$ trong 3 giờ được thể hiện trên hình 5d. Như đã phân tích ở trên, mode F_{2g} đặc trưng cho liên kết Ni–O, còn mode A_{1g} đặc trưng cho liên kết Mn–O của mẫu NMO. Đối với các mẫu pha tạp, khi nồng độ Fe^{2+} tăng lên, đỉnh phổ ứng với mode F_{2g} có cường độ giảm dần,

chứng tỏ có sự suy giảm các liên kết Ni–O. Đồng thời, vị trí đỉnh phổ ứng với mode A_{1g} có xu hướng dịch về phía số sóng cao, chứng tỏ có sự thay đổi độ dài liên kết Mn–O khi Fe^{2+} thay thế cho Ni^{2+} trong mạng tinh thể.

Bảng 2. Các thông số đặc trưng cho tính chất từ của các mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$

Mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$	H_c (Oe)	M_r (emu/g)	M_{max} (emu/g) ở $H = 5$ kOe	Hằng số mạng (Å)
x = 0,0	--	--	0,26	8,412
x = 0,1	--	--	0,2	8,409
x = 0,3	--	--	1	8,408
x = 0,5	796	8,3	12,5	8,376
x = 0,7	752	7,8	12,2	9,327
x = 0,9	857	1,8	3,2	9,386
x = 1,0	--	--	0,38	9,413

Để khảo sát tính chất từ của hệ vật liệu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ ($x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$), phép đo VSM ở nhiệt độ phòng với từ trường lớn nhất đạt 5 kOe đã được dùng. Hình 6 là đường cong từ hóa của hệ mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ và mẫu với giá trị $x = 0,7$. Kết quả cho thấy, các mẫu với $x = 0; 0,1; 0,3$; và 1 thể hiện tính thuận từ, còn các mẫu với $x = 0,5; 0,7; 0,9$ thể hiện tính chất sắt từ. Các giá trị từ độ bão hòa M_{max} , từ độ dư M_r và lực kháng từ H_c của các mẫu được thống kê trên Bảng 2. Với mẫu NMO, vật liệu có tính thuận từ. Khi nồng độ Fe tăng lên đến 50%, 70%, 90% thì vật liệu chuyển sang trạng thái sắt từ, từ tính đã mạnh lên rõ rệt. Điều này có thể giải thích khi Fe^{2+} thay thế cho Ni^{2+} trong mạng tinh thể, đã xuất hiện thêm các tương tác siêu trao đổi $Ni^{2+} - O^{2-} - Fe^{2+}$, $Fe^{2+} - O^{2-} - Mn^{3+}$ làm tăng từ tính của mẫu. Ngoài ra, có thể do sự khác biệt về bán kính ion, cấu hình electron và độ âm điện của Ni^{2+} và Fe^{2+} , dẫn tới việc xuất hiện một số nút khuyết tại các vị trí O^{2-} . Điều này làm một số ion Mn^{3+} phải giảm hóa trị, trở thành Mn^{2+} để đảm bảo cân bằng điện tích, do đó trong vật liệu có thêm tương tác siêu trao đổi $Fe^{2+} - O^{2-} - Mn^{2+}$ cũng góp phần làm tăng từ tính của mẫu.



Hình 6. Đường cong từ hóa của hệ (a) $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ (với các giá trị $x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1$) nung ở $800^\circ C$ trong 3 giờ và (b) mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ với giá trị $x = 0,7$

3. Kết luận

Chúng tôi đã chế tạo thành công vật liệu spinel $NiMn_2O_4$ bằng phương pháp sol - gel. Vật liệu chế tạo được đơn pha với cấu trúc lập phương, hình thành ở dạng hạt có sự kết đám với kích thước 50 - 60 nm với nhiệt độ nung ở 600 °C. Các mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ ($x = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7$) ở nhiệt độ nung 800 °C bằng phương pháp sol - gel đều kết tinh tốt. Sự chuyển pha cấu trúc của vật liệu này bắt đầu xảy ra khi nồng độ Fe lớn hơn 70%. Phổ tán xạ Raman cho thấy khi nồng độ Fe^{2+} trong mẫu $Fe_xNi_{1-x}Mn_2O_4$ tăng lên, cường độ đỉnh F_{2g} giảm dần chứng tỏ có sự suy giảm các liên kết Ni-O. Bên cạnh đó, đỉnh A1g dịch về phía số sóng cao chứng tỏ có sự thay đổi độ dài liên kết Mn-O khi Fe^{2+} thay thế cho Ni^{2+} trong mạng tinh thể. Từ tính của vật liệu tăng lên đáng kể khi pha tạp Fe vào $NiMn_2O_4$, nó đạt giá trị cực đại ở các nồng độ Fe trong khoảng từ 50% đến 70%.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] H.B. Li, P. Liu, Y. Liang, J. Xiao, G.W. Yang, 2013. Amorphous nickel hydroxide nanospheres with ultrahigh capacitance and energy density as electrochemical pseudocapacitor materials. *Nat. Commun.*, 4, pp 1894-1900.
- [2] H.Y. Wu, X.L. Zhang, F.Y. Su, T.T. Liu, X.C. Zheng, 2013. Preparation and Characterization of NiO Nanoarrays with Different Hierarchical Porous Structure. *Adv. Mater. Res.* 661, pp 53-56.
- [3] A. Khansari, M. Enhessari, M. Salavati-Niasari. 2013. Synthesis and Characterization of Nickel Oxide Nanoparticles from Ni(salen) as Precursor. *J. Clust. Sci.* 24, pp 289-297.
- [4] W.J. Duan, S.H. Lu, Z.L. Wu, Y.S. Wang. 2012. Size Effects on Properties of NiO Nanoparticles Grown in Alkalisalts. *Phys. Chem. C*, 116, pp 26043-26051.
- [5] S. Larumbe, J.I. Perez-Landazabal, J.M. Pastor, C. Gomez-Polo, J. Appl. 2012. Sol-gel $NiFe_2O_4$ nanoparticles: Effect of the silica coating. *Phys.*, 111, pp 103911.
- [6] Y. Liu, C. Yu, W. Dai, X. Gao, H. Qian, Y. Hu, X. Hu. 2013. One-pot solvothermal synthesis of multi-shelled α - Fe_2O_3 hollow spheres with enhanced visible-light photocatalytic activity. *J. Alloys Comp.* 551, pp 440-443.
- [7] G. Sharma, P. Jeevanandam. 2013. Synthesis of self-assembled prismatic iron oxide nanoparticles by a novel thermal decomposition route. *RSC Adv.* 3, pp 189-200.
- [8] N.C. Khang. 2016. Nano titanium dioxide coated on multi-wall carbon nanotubes for photocatalytic application. *Journal of Science of HNUE.* 61, pp 176-181.
- [9] H. Gao, D. Gao, J. Zhang, Z. Zhang, G. Yang, Z. Shi, J. Zhang, Z. Zhu, D. Xue. 2012. Synthesis and magnetic properties of Zr doped ZnO Nanoparticles. *Micro Nano Lett.* 7, pp. 5-8.
- [10] O. Pena, Y. Ma, P. Barahona, M. Bahout, P. Duran, C. Moure, M.N. Babich, G. Martinez, Electrical properties of screen-printed $NiMn_2O_{4+\delta}$, 2005. *J. Eur. Soc.*, 25, pp. 3027-3031.
- [11] J.M.A. Almeida, C.T. Meneses, A.S. de Menezes, R.F. Jardim, J.M. Sasaki. 2008. Synthesis and characterization of $NiMn_2O_4$ nanoparticles using gelatin as organic precursor. *J. Magn. Magn. Mater.*, 320, pp. 304-307.
- [12] Marin Tadic, S.M. Savic, Z. Jaglicic, K. Vojisavljevic, A. Radojkovic, S. Prsic, Dobrica Nikolic. 2014. Magnetic properties of $NiMn_2O_4$ d (nickel manganite): Multiple magnetic phase transitions and exchange bias effect. *Journal of Alloys and Compounds*, 588, pp 465-469.

ABSTRACT

Study on optical and magnetic properties of $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ materials

Pham Vu Bich Hang¹, Nguyen Hai Yen², Phung Thi Thanh Mai³, Dang Duc Dung⁴,
Nguyen Manh Hung⁵ and Nguyen Cao Khang⁶

¹*Hanoi-Amsterdam High School for the Gifted*

²*Institute of Materials Science, Vietnam Academy of Science and Technology*

³*Faculty of Electrical Engineering, Electric Power University.*

⁴*School of Engineering Physics, Hanoi University of Science and Technology.*

⁵*Faculty of Basic Sciences, Hanoi University of Mining and Geology*

⁶*Center for Nano Science and Technology, Hanoi National University of Education*

In this study, we present the process of synthesis $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ ($x = 0; 0.1; 0.3; 0.5; 0.7; 0.9; 1$) by method sol-gel. Scanning electron microscope results shows that the particle size is about 50 nm. The X-ray diffraction diagram shows that the samples are single phase, changing structure clearly as the x ratio increases from 0 to 1. The lattice constant, the bond length also changes with x-value as shown on the Raman scattering spectrum. The results of the vibrating sample magnetometer show that the magnetism of the material $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}\text{Mn}_2\text{O}_4$ changes with the value of x and reaches a maximum in the range x from 0.5 to 0.7.

Keywords: NiMn_2O_4 ; FeMn_2O_4 , spinel, sol-gel method.