

ANNONCE DE SOUTENANCE DE THESE DE DOCTORAT 3^{ème} cycle - ENPC

La soutenance de thèse de doctorat de Mr **Boussafel Hacene**, département Génie des matériaux.

Filière : **Génie mécaniques**, Spécialité : **Génie des matériaux**,

Sur le thème: ” **Elaboration and Characterization of a high-performance permanent magnet obtained by Co-deposition of doped Cobalt nanoferrites on graphene** ”.

Aura lieu

Mercredi 04 décembre 2024 à 16h

à la salle de conférences du 1^{er} étage.

Devant le Jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
. HAMANA Djamel	Prof	ENP. Malek Bennabi Constantine	Président
. SEDRATI Charaf Eddine	MCA	ENP. Malek Bennabi Constantine	Encadreur
. CHETIBI Loubna	Prof	ENP. Malek Bennabi Constantine	Examineur
. KABIR Abdennour	Prof	Université 20 aout 1955 -Skikda	Examineur
. SEFARDJELAH Hocine	MCA	Université 20 aout 1955 -Skikda	Examineur

Toute personne intéressée est cordialement invitée.

Sujet de these: " Elaboration and Characterization of a high-performance permanent magnet obtained by Co-deposition of doped Cobalt nanoferrites on grapheme "

Nom et prénom : Boussafel Hacene

Directeur de thèse : Dr. Sedrati Charaf eddine (MCA)

Etablissement de rattachement : Ecole Nationale Polytechnique " Malek Bennabi " Constantine

Département : Génie des matériaux

Thèse en vue de l'obtention d'un diplôme de doctorat troisième cycle dans la filière " génie mécanique ", spécialité " génie des matériaux ".

Résumé

Cette thèse vise à développer un matériau nano-composite composé de ferrite spinelle et d'oxyde de graphène réduit en utilisant la méthode de sol-gel par auto-combustion. L'étude examine les propriétés magnétiques et diélectriques du composite. La synthèse implique la création de ferrites de nickel-cobalt et de ferrite de cobalt dopée au nickel par auto-combustion avec de l'acide citrique et de l'extrait de feuilles d'olive comme combustibles, suivie d'une calcination à 600°C et 900°C. L'oxyde de graphène est synthétisé en utilisant la méthode modifiée de Hummer et combiné avec des Co-ferrites dopées au nickel. Les phases, la microstructure, la morphologie de surface et les propriétés sont analysées à l'aide de la diffraction des rayons X, de la spectroscopie FTIR, de la SEM avec EDX, et d'un magnétomètre à échantillon vibrant. Les ferrites, $Ni_xCo_{1-x}Fe_2O_4$, avec une teneur variable en nickel, sont étudiées pour évaluer l'impact des combustibles et de la température de calcination sur l'occupation des cations, la structure et le magnétisme. Le raffinement de Rietveld indique que l'ajout de nickel influence significativement les paramètres de réseau. La taille des cristallites et les propriétés magnétiques telles que la saturation et les magnétisations rémanentes sont corrélées à la température de recuit et au remplacement par le nickel. Les micrographies FE-SEM révèlent des morphologies quasi-sphériques et polyédriques avec agglomération. Des températures de calcination plus élevées entraînent des améliorations significatives de la taille des cristallites et de la croissance des grains, avec des échantillons calcifiés à 900°C présentant des propriétés magnétiques supérieures, y compris une magnétisation de saturation accrue (65,3 emu/g) et une coercivité. La méthode de synthèse verte s'avère non seulement efficace mais minimise également l'impact environnemental en réduisant la dépendance aux produits chimiques nocifs tout en atteignant des matériaux de haute pureté. Malgré certaines limitations dans l'efficacité de chélation affectant l'uniformité des particules, cette approche démontre un potentiel pour la production à grande échelle et durable de nanocomposites. L'oxyde de graphène synthétisé est confirmé par analyse X-ray et FTIR, montrant des couches exfoliées. Les spectres XRD et FTIR confirment la formation de composites rGO et NiCo-ferrites, indiquant la transformation de l'oxyde de graphène en oxyde de graphène réduit. La morphologie révèle la distribution des nanoparticules de ferrite sur les intercalaires de rGO. L'analyse magnétique exhibe un comportement ferromagnétique dans tous les échantillons. Les composites démontrent une conductivité électrique et des propriétés diélectriques considérablement améliorées, avec une constante diélectrique accrue et une perte diélectrique réduite grâce à la synergie entre le rGO conducteur et les NiCo-ferrites magnétiques, les rendant adaptés à des applications technologiques avancées.

Mots clé : $Ni_xCo_{1-x}Fe_2O_4$, extrait de feuilles d'olivier, Graphene oxide, et propriétés diélectriques.

Abstract

This thesis aims to develop a nanocomposite material composed of spinel ferrite and reduced graphene oxide utilizing the sol-gel auto-combustion method. The study investigates the magnetic and dielectric properties of the composite. The synthesis involves creating nickel-cobalt ferrites and nickel doped-cobalt ferrite through auto-combustion with citric acid and olive leaves extract as fuels, followed by calcination at 600°C and 900°C. Graphene oxide is synthesized using the modified Hummer's method and combined with nickel-doped Co-ferrites. The phases, microstructure, surface morphology, and properties are analyzed using X-ray diffraction, FTIR spectroscopy, SEM with EDX, and a vibrating sample magnetometer. Ferrites,

$Ni_xCo_{1-x}Fe_2O_4$, with varying nickel content, are studied to assess the impact of fuels and calcination temperature on cation occupancy, structure, and magnetism. Rietveld refinement indicates that nickel addition significantly influences lattice parameters. Crystallite size and magnetic properties such as saturation and remanent magnetizations are correlated with annealing temperature and nickel substitution. FE-SEM micrographs reveal quasi-spherical and polyhedral morphologies with agglomeration. Higher calcination temperatures result in significant improvements in crystallite size and grain growth, with samples calcined at 900°C exhibiting superior magnetic properties, including increased saturation magnetization (65.3 emu/g) and coercivity. The green synthesis method not only proves effective but also minimizes environmental impact by reducing reliance on harmful chemicals while achieving high-purity materials. Despite some limitations in chelation efficiency affecting particle uniformity, this approach demonstrates potential for large-scale, sustainable production of nanocomposites. Synthesized graphene oxide is confirmed by X-ray and FTIR analysis, showing exfoliated layers. XRD and FTIR spectra confirm the formation of rGO and NiCo-ferrites composites, indicating the transformation of graphene oxide to reduced graphene oxide. The morphology reveals the distribution of ferrite nanoparticles on rGO interlayers. Magnetic analysis exhibits ferromagnetic behavior in all samples. The composites demonstrate significantly enhanced electrical conductivity and dielectric properties, with the increased dielectric constant and reduced dielectric loss due to the synergy between conductive rGO and magnetic NiCo-ferrites, rendering them suitable for advanced technological applications.

Keywords: $Ni_xCo_{1-x}Fe_2O_4$, Olive leaves extract, graphene oxide, and dielectric properties.

الملخص:

تهدف هذه الرسالة إلى تطوير مادة نانو مركبة تتكون من الفريت السبينييل وأكسيد الجرافين المختزل باستخدام طريقة الاحتراق الذاتي بالهلام. تدرس الدراسة الخصائص المغناطيسية والديالكترونية للمركب. تتضمن عملية إنشاء فريتات النيكل والكوبالت وفريتات الكوبالت المخصب بالنيكل من خلال الاحتراق الذاتي باستخدام حمض الستريك واستخراج أوراق الزيتون كوقود، تليها عملية تكليس عند 600 درجة مئوية و 900 درجة مئوية. يتم تخليق أكسيد الجرافين باستخدام الطريقة المعدلة لهامر ودمجه مع فريتات الكوبالت المخصب بالنيكل. يتم تحليل الأطوار والميكروهيكل والخصائص السطحية باستخدام حيود الأشعة السينية، بمحتوى نيكل متغير $Ni_xCo_{1-x}Fe_2O_4$ ، ومغناطيس العينة المهتزة. يتم دراسة الفريتات ب EDX مع SEM، و FTIR و طيف الـ Ritveld لتقييم تأثير الوقود ودرجة حرارة التكليس على شغل الكاتيونات والبنية والمغناطيسية. تشير عمليات تحسين إضافة النيكل تؤثر بشكل كبير على معلمات الشبكة. يرتبط حجم البلورات والخصائص المغناطيسية مثل التشبع والمغناطيسية عن أشكال شبه كروية وبوليهدرالية مع FE-SEM المتبقية بدرجة حرارة التلدين واستبدال النيكل. تكشف الصور المجهرية تكتلات. تؤدي درجات حرارة التكليس الأعلى إلى تحسينات كبيرة في حجم البلورات ونمو الحبيبات، حيث تظهر العينات التي تم والقوة (65.3 emu/g) تكليسها عند 900 درجة مئوية خصائص مغناطيسية متفوقة، بما في ذلك زيادة في مغناطيسية التشبع الطاردة تثبت طريقة التخليق الخضراء فعاليتها وتقلل من التأثير البيئي منة خلال تقليل الاعتماد على المواد الكيميائية الضارة مع التي تؤثر على تجانس الجسيمات، فان هذه chelation تحقق مواد عالية النقاء. على الرغم من وجود بعض القيود في كفاءة الطريقة تظهر إمكانات للإنتاج المستدام على نطاق واسع من النانو مركبات. يتم تأكيد أكسيد الجرافين الذي تم تخليقه من خلال NiCo وفريتات rGO تشكيل مركبات FTIR و XRD، مما يظهر طبقات مفككة. تؤكد أطياف FTIR تحليل الأشعة و مما يشير إلى تحول أكسيد الجرافين إلى أكسيد جرافين مختزل. تكشف البنية عن توزيع جزيئات الفريت النانوية على الطبقات يظهر التحليل المغناطيسي سلوكا فيرومغناطيسي في جميع العينات. تظهر المركبات تحسينات كبيرة في الموصلية. rGO البيئية للموصل وفريتات rGO الكهربائية والخصائص الديالكترونية، مع زيادة ثابت العزل وتقليل خسارة العزل بسبب التآزر بين المغناطيسية، مما يجعلها مناسبة للتطبيقات التكنولوجية المتقدمة NiCo.

الكلمات المفتاحية: مستخلص أوراق الزيتون، أكسيد الجرافين، والخصائص العازلية $Ni_xCo_{1-x}Fe_2O_4$