

39^{èmes} journées du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer
18 et 19 mai 2017

**Physique et chimie du solide, nanomatériaux et applications de la
spectrométrie Mössbauer**

**Université Sultan Moulay Slimane
Faculté des Sciences et Techniques
Laboratoire de Physique des Matériaux
Béni-Mellal, Maroc**

Mot de bienvenue

Bienvenue à Béni-Mellal et aux 39^{èmes} journées du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer (GFSM-2017). Ces journées font suite à la série des réunions que le Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer organise depuis 1979. Celles-ci ont connu un grand succès grâce à la forte participation de spécialistes Mössbauristes de différents pays francophones. Les 39^{èmes} journées suivront la même tradition et ont pour thème « *Physique et chimie du solide, nanomatériaux et applications de la spectrométrie Mössbauer* ».

Ce thème sera étudié par des participants nationaux et internationaux. Le programme est riche en conférences invitées animées par des spécialistes ainsi qu'en communications orales et par affiche à travers l'intervention d'enseignants chercheurs, chercheurs et doctorants.

Organisées pour la première fois au Maroc, ces journées ont pour triple ambition de sensibiliser les jeunes à utiliser la technique de spectrométrie Mössbauer dans leurs travaux, d'encourager et consolider les échanges scientifiques entre les différents participants et de rapprocher la recherche fondamentale des préoccupations industrielles.

Le comité d'organisation remercie tous ceux qui ont rendu possible ces moments d'échange et de partage à savoir :

- Monsieur le Président de l'université Sultan Moulay Slimane et Monsieur le Doyen de la Faculté des Sciences et Techniques pour leurs soutiens financier et logistique ainsi que toute personne ayant contribué à l'organisation de cet événement ;
- Monsieur le Président et les membres du bureau du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer ;
- Les membres du comité scientifique.

Nous vous souhaitons un agréable séjour à Béni-Mellal.

Pour le comité d'organisation
Mohammed Sajieddine

Remerciements

Le comité d'organisation remercie pour leur support financier et/ou matériel pour l'organisation des 39^{èmes} journées du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer.

- Le Ministère de l'Education Nationale, de la Formation Professionnelle, de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique, Rabat
- L'Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal
- La Faculté des Sciences et Techniques, Béni-Mellal
- Le Centre National pour la Recherche Scientifique et Technique, Rabat
- L'Agence Universitaire de la Francophonie, Bureau-Maghreb
- Le Groupement d'Assurances du Supérieur (GASUP)
- Le Ministère de la Culture-Direction régionale de Béni-Mellal Khénifra
- La société MasterTec
- La société Radaco
- La société Technology for you -T4U
- La société Tadla Com
- La société ESCOM
- La société SONYA TRADE

ROYAUME DU MAROC
Ministère de l'Education Nationale,
de la Formation Professionnelle,
de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique



RADACO



T4U
TECHNOLOGY FOR YOU

Physique et chimie du solide, nanomatériaux et applications de la spectrométrie Mössbauer

Comité d'honneur

- Pr. Bouchaib Mernari, Président de l'Université Sultan Moulay Slimane
- Pr. Ahmed Zeghal, Doyen de la Faculté des Sciences et Techniques, Béni-Mellal
- Pr. Yann Garcia, Président du Groupe Francophone de Spectrométrie Mössbauer

Comité scientifique

- Pr. Yann Garcia, Président du GFSM, Université Catholique de Louvain, Belgique
- Dr. Jean Marc Grenèche, Université du Maine, France
- Dr. Pierre Emmanuel Lippens, Université Montpellier II, France
- Pr. Mohammed Sajieddine, Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal, Maroc
- Pr. Hassan Lasri, Université Hassan II, Casablanca, Maroc
- Pr. Smail Radi, Université Mohamed 1^{er}, Oujda, Maroc

Comité local d'organisation

- Mohammed Sajieddine
- Mohammed Sahlaoui
- Abdelatif Essoumhi
- El Hocine Agouriane
- Lahoucine Oufni
- Abdelati Razouk
- Abderrahim Salhi
- Houda Chakib

Conférenciers invités

- **Pr. Hiroki Oshio**

Faculty of Pure and Applied Sciences, University of Tsukuba, Tsukuba, Japan.

- **Pr. Abdelillah Benyoussef**

LMPHE, Faculté des Sciences, Université Mohammed V, Rabat, Maroc.

Centre Matériaux et Nanomatériaux, MAScIR, Rabat, Maroc.

Académie Hassan II des Sciences et Techniques, Rabat, Maroc.

- **Dr. Moulay Tahar Sougrati**

ICG/AIME (UMR 5253 CNRS), Université de Montpellier, France.

ALISTORE-ERI, FR CNRS 3104, Amiens, France.

Réseau sur le Stockage Electrochimique de l'Energie (RS2E), FR CNRS 3459, France.

- **Pr. Stanislaw Mieczyslaw Dubiel**

AGH University of Science and Technology, Department of Physics and Applied Computer Science, Kraków, Poland.

Précédentes réunions du GFSM

| | | |
|--------------------------------------|---|------------------------------------|
| Poitiers | Matériaux vitreux et amorphes Spectroscopie Mössbauer et techniques nouvelles J.P. EMERY | 31 mai -1 ^{er} juin 1979 |
| Lyon | Surface, grains fin, catalyse P. BUSSIERE | 20-21 mars 1980 |
| Saclay | Phénomènes de relaxation P. IMBERT | 5-6 mars 1981 |
| Strasbourg | Quelques développements récents en métallurgie physique J.M. FRIEDT | 6-7 mai 1982 |
| Grenoble | Applications de la spectroscopie Mössbauer aux sciences de la terre J.R. REGNARD | 5-6 mai 1983 |
| Paris | Verres de spin – Actinides J.L. DORMANN et J. JOVE | 17-18 mai 1984 |
| Le Mans | Chimie J. TEILLET | 30-31 mai 1985 |
| Aussois | Magnétisme C. MEYER | 29-30 mai 1986 |
| Nancy | Couches minces - surfaces et interfaces M. PIECUCH | 21-22 mai 1987 |
| Bordeaux | Les matériaux L. FOURNES | 19-20 mai 1988 |
| Lyon | Les céramiques G. MAREST | 25-26 mai 1989 |
| Montpellier | Les semiconducteurs B. DUCOURANT, J. OLIVIER-FOURCADE et J.C. DUMAS | 17-18 mai 1990 |
| Rouen | Multicouches et super-réseaux J. TEILLET | 23-24 mai 1991 |
| Paris | Electronique moléculaire F. VARRET | 21-22 mai 1992 |
| Poitiers | Applications récentes de la spectroscopie Mössbauer (Physique, chimie, Biophysique, Minéralogie, Géologie) J.P. EYMERY et J.N. RIMBERT | 18-19 mai 1993 |
| Caen | Les oxydes supraconducteurs à haute température critique. L'irradiation des matériaux par des ions lourds de haute énergie A. DUCOURET et F. STUDER | 18-19 mai 1994 |
| Le Mans | Les matériaux nanostructurés J.M. GRENECHE | 31 mai – 1 ^{er} juin 1995 |
| Toulouse | La chimie organométallique supramoléculaire A. BOUSSEKSOU et J.P. TUCHAGHES | 30-31 mai 1996 |
| Nancy | Superréseaux métalliques – composés intermétalliques J.P. BAUER et R. GERARDIN | 28-29 mai 1997 |
| Bordeaux | La chimie dans tous ses états L. FOURNES et A. WATTIAUX | 26-27 mai 1998 |
| Montpellier | Les transferts d'électrons : application aux batteries rechargeables J. OLIVIER-FOURCADE, J.C. JUMAS et P.E. LIPPENS | 05-07 juillet 1999 |
| Versailles Gif sur Yvette | La spectroscopie Mössbauer dans tous ses états F. VARRET et P. BONVILLE | 25-26 mai 2000 |
| Rouen | Pluridisciplinarité et spectroscopie Mössbauer – Physique, Chimie, Biologie – les Matériaux Porteurs B. HANNOYER et J.M. LE BRETON | 17-18 mai 2001 |
| Strasbourg | Magnétisme, catalyse, électrochimie C. ESTOURNES et J.L. REHSPRINGER | 30-31 mai 2002 |
| Liège | Minéralogie et instrumentation F. GRANDJEAN | 05-06 juin 2003 |
| Nantes | Structure et réactivité des matériaux P. LEONE | 26-28 mai 2004 |

| | | |
|-------------------------|---|----------------------|
| Montpellier | ICAME 2005 J.C. JUMAS | 05-09 septembre 2005 |
| Le Mans | Les nanoparticules dans tous leurs états J.M. GRENECHE et N. RANDRIANANTOANDRO | 18-19 mai 2006 |
| Caen | Matériaux et couches minces A. DUCOURET, F. STUDER et N. NGUYEN | 22-23 mai 2007 |
| Louvain la Neuve | Chimie et matériaux fonctionnels Y. GARCIA et J. LADRIERE | 22-23 mai 2008 |
| Grenoble | Applications récentes de la spectroscopie Mössbauer de la biologie aux matériaux J.M. LATOUR, J.L. ODDOU, R. GARCIA-SERRES, G. BLONDIN, M. CLEMANCEY et F. BERTHON | 18-20 mai 2009 |
| Lisbonne | L'effet Mössbauer au cœur des applications L. FERREIRA, M.D. CARVALHO | 20-21 mai 2010 |
| Strasbourg | Spectroscopie Mössbauer et matériaux magnétiques C. LEFEVRE, J.L. RESPRINGER et C. LEUVREY | 18-20 mai 2011 |
| Rouen | Nanomatériaux, matériaux pour l'énergie et l'environnement S. JOUEN, J. JURASZEK, A. DALLE-QUIRION et M. MORAND | 23-24 mai 2012 |
| Nancy | Spectroscopie Mössbauer et interdisciplinarité : des matériaux aux sciences environnementales C. RUBY, M. ABDELMOULA, S. NAILLE | 16-17 mai 2013 |
| Montpellier | Spectrométrie Mössbauer et Energie P.E. LIPPENS | 21-23 mai 2014 |
| Jülich | Sondes nucléaires et instrumentation R. HERMANN | 21-22 mai 2015 |
| Le Mans | Nanostructures, Spectrométrie Mössbauer et approches numériques J.M. GRENECHE et N. RANDRIANANTOANDRO | 19-20 mai 2016 |

Programme du GFSM-2017

Jeudi 18 mai 2017

| | |
|-------------|--|
| 08h30-09h15 | <i>Accueil et inscription</i> |
| 09h15-09h45 | <i>Mots d'ouverture</i> Président de l'Université, Doyen de la Faculté, Président du GFSM, Comité d'organisation |
| 09h45-10h50 | Animateur : Yann Garcia , Université Catholique de Louvain, Belgique |
| 09h45-10h30 | Conférence 1 : State conversions in multinuclear metal complexes. Hiroki Oshio , University of Tsukuba, Japan |
| 10h30-10h50 | O-1 : Le fer au cœur des phosphates se dévoile... Apports de la spectrométrie Mössbauer Mathieu Duttine , Université de Bordeaux, France |
| 10h50-11h05 | <i>Pause-café</i> |
| 11h05-12h40 | Animateur : Pierre E. Lippens , Université Montpellier II, France |
| 11h05-11h50 | Conférence 2 : Matériaux pour le stockage et la conversion électrochimiques de l'énergie, apport de la spectrométrie Mössbauer. Moulay Tahar Sougrati , Université de Montpellier, France |
| 11h50-12h10 | O-2 : Propriétés magnétiques de couches minces de Fe-N. Liliana P. Ferreira , Universidade de Lisboa, Portugal |
| 12h10-12h40 | O-3 : Propriétés magnétiques et structurales de $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ($0 \leq x \leq 1$) synthétisé par co-précipitation. Bouchra Rabi , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc |
| 12h40-14h45 | <i>Déjeuner</i> |
| 14h45-16h10 | Animateur : Hassan Lassri , Université Hassan II, Maroc |
| 14h45-15h30 | Conférence 3 : Propriétés Magnétiques de Nanoferrites : de la prédiction par la DFT à la confirmation expérimentale. Abdelilah Benyoussef , Université Mohammed V, Maroc |
| 15h30-15h50 | O-4 : Cristallographie et propriétés magnétiques de nanomatériaux TR-Fe-M (TR=Gd, Sm, Pr, Nd - M =Si, Ga, Co, Mo) Lotfi Bessais , Université Paris Est, France |
| 15h50-16h10 | O-5 : Etude d'un procédé de recyclage des aimants permanents Nd-Fe-B à faible empreinte environnementale. Samuel Jouen , Normandie Université, France |
| 16h10-16h50 | Animateur : Jean-Claude Jumas , Université de Montpellier II, France |
| 16h10-16h50 | <i>Présentation des posters</i> |
| 16h50-18h00 | <i>Pause-café et session posters</i> |
| 18h00-20h00 | <i>Départ visite Aïn Asserdoune</i> |
| 20h30 | <i>Banquet GFSM au restaurant Rim-Atlas</i> |

Vendredi 19 mai 2017

| | |
|-------------|---|
| 08h30-09h30 | <i>Assemblée générale – Yann Garcia, Président GFSM</i> |
| 09h30-10h35 | Animateur : Jean-Marc Grenèche , Université du Maine, France |
| 09h30-10h15 | Conférence 4 : Magnetic, electronic and dynamic properties of selected Frank-Kasper phases. Stanislaw M. Dubiel , AGH University of Science and Technology, Kraków, Poland |
| 10h15-10h35 | O-6 : Effet de la composition chimique des ferrites de cobalt $Co_xFe_{3-x}O_4$: importance de l'analyse locale par spectroscopie Mössbauer. Najeh Thabet Mliki , Université de Tunis El Manar, Tunisie |
| 10h35-10h50 | <i>Pause-café</i> |

| | |
|-------------|---|
| 10h50-12h30 | Animatrice : Maria D. Carvalho , Université de Lisbonne, Portugal |
| 10h50-11h10 | O-7 : Analysing operando Mössbauer spectra of battery materials : a chemometric approach to the study of NaFeO ₂ as positive electrode material for Na-ion batteries. Lorenzo Stievano , Université de Montpellier, France |
| 11h10-11h30 | O-8 : Sorption des anions phosphate par des géomatériaux de Côte d'Ivoire (schiste ardoisier, grès, latérite). D. Eude Kpannieu , CNRS-Université de Lorraine, France / Université Nangui Abrogoua, Côte d'Ivoire |
| 11h30-11h50 | O-9 : Propriétés structurales et hyperfines d'alliages nanocristallins obtenus par broyage mécanique haute énergie. Safia Alleg , Université Badji Mokhtar Annaba, Algérie |
| 11h50-12h10 | O-10 : Etude par la Spectroscopie Mössbauer du ⁵⁷ Fe et la diffraction des rayons X des triples pérovskites Sr _{3-x} Ca _x Fe ₂ TeO ₉ (0 ≤ x ≤ 1) Abdelhadi El Hachmi , Université Hassan 1 ^{er} , Maroc. |
| 12h10-12h30 | O-11 : Phosphates de type NASICON comme matériaux d'électrode pour batteries sodium-ion à haute densité d'énergie Siham Difi , Université de Montpellier, France / Université Cadi Ayyad, Maroc |
| 12h30-12h45 | Prix et clôture des journées |
| 12h45-14h30 | Déjeuner au restaurant Rim Atlas |

Conférences invitées

| Conférence | Page |
|--|-------------|
| CI-1 State conversions in multinuclear metal complexes. <i>Hiroki Oshio</i> , University of Tsukuba, Japan | 9 |
| CI-2 Matériaux pour le stockage et la conversion électrochimiques de l'énergie, apport de la spectrométrie Mössbauer. <i>Moulay Tahar Sougrati</i> , Université de Montpellier, France | 10 |
| CI-3 Propriétés Magnétiques de Nanoferrites : de la prédiction par la DFT à la confirmation expérimentale. <i>Abdelilah Benyoussef</i> , Université Mohammed V, Maroc | 11 |
| CI-4 Magnetic, electronic and dynamic properties of selected Frank-Kasper phases. <i>Stanislaw M. Dubiel</i> , AGH University of Science and Technology, Kraków, Poland | 12 |

State conversions in multinuclear metal complexes

Hiroki Oshio

*Faculty of Pure and Applied Sciences, University of Tsukuba
Tennodai 1-1-1, Tsukuba 305-8571, Japan
oshio@chem.tsukuba.ac.jp*

Molecules may have flexible structures with easily controlled electronic states. When molecules have several stable electronic states and their structures are flexible upon state changes, such molecular systems can be promising candidates for molecular switching devices.

Spin crossover (SCO) and mixed valence (MV) complexes rest in two spin states and two valence states, respectively. Multi-component molecules, in which each component possesses several states due to spin conversion and electron transfer, are expected to show synergistic behaviors with stepped and/or selective state conversions. In this lecture, multi-component systems showing selective spin state conversion,¹ photo-induced SCM,² and lability controlled cluster syntheses³ will be presented.

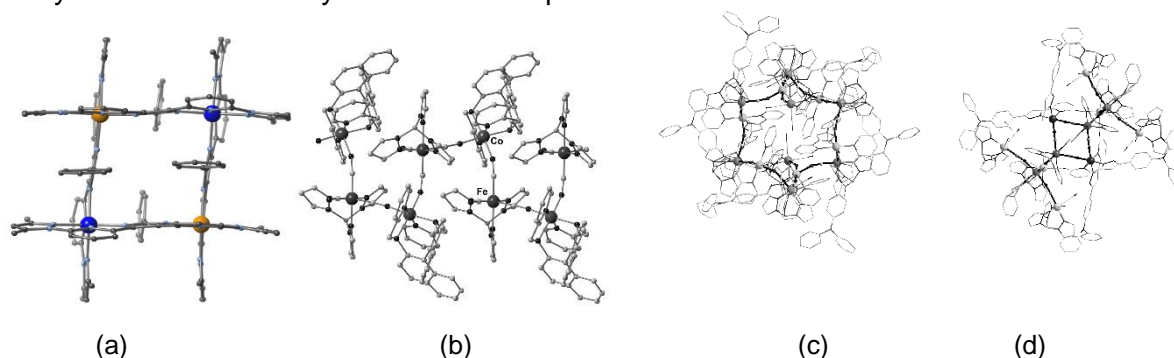


Figure Mixed valence Fe^{III/II} SCO complex (a), cyanide bridged 1D (b), and discrete complexes (c) showing selective spin state conversion, photo-induced SCM and clusters generated from different electronic states, respectively.

- 1 T. Matsumoto, T.; Newton, G. N. ; Shiga, T. ; Hayami, S. ; Matsui, Y. ; Okamoto, H. ; Kumai, R. ; Murakami, Y. ; Oshio, H. *Nat. Commun.* **2014**, *5*, 3865/1.
- 2 Hoshino, N.; Iijima, F.; Newton, G.N.; Yoshida, N. ; Shiga, T.; Nojiri, H.; Nakao, A.; Kumai, R.; Murakami, Y. ; Oshio, H. *Nat. Chem.* **2012**, *4*, 921.
- 3 Newton, G. N.; Mitsumoto, K.; Wei, R.-J.; Iijima, F.; Shiga, T.; Nishikawa, H.; Oshio, H. *Chem., Int. Ed.* **2014**, *53*, 2941.

Matériaux pour le stockage et la conversion électrochimiques de l'énergie, apport de la spectrométrie Mössbauer

Moulay Tahar Sougrati^{1,2,3}

¹ ICG/AIME (UMR 5253 CNRS), Université de Montpellier, France.

² ALISTORE-ERI, FR CNRS 3104, 80039 Amiens Cedex, France

³ Réseau sur le Stockage Electrochimique de l'Energie (RS2E), FR CNRS 3459, France.

Moulay-Tahar.Sougrati@univ-montp2.fr

Pour des raisons écologiques et économiques, le développement des énergies dites renouvelables est devenu un axe de recherche majeur : au cours de ces dernières années, les plans nationaux d'envergure pour la production, le stockage et la distribution des énergies d'origines renouvelables se sont multipliés. En France, la production d'énergies renouvelables a progressé de près de 50%¹ au cours des dix dernières années. En 1995, elles ont représenté 9,4 % de la consommation d'énergie primaire et 14,9 % de la consommation finale brute d'énergie. Par nature, la production d'électricité d'origine renouvelable est intermittente. Si l'on prend l'exemple de l'énergie solaire, le pic de production des centrales photovoltaïques ne coïncide pas avec le pic de consommation observé sur le réseau de distribution d'électricité. La solution est donc de stocker l'électricité produite au moment où la source renouvelable est la plus efficace pour pouvoir l'utiliser au moment opportun. Le stockage électrochimique de l'énergie, une solution particulièrement performante pour ce type d'application, est à l'origine de la forte demande en batteries rechargeables qui est observée. Parmi les différentes technologies développées dans le domaine des batteries, la technologie lithium-ion est la plus avancée, boostée notamment la demande grandissante en moyens de transport électriques et hybrides. Le choix de favoriser la mobilité électrique, entre autre, a également contribué au développement des systèmes de conversion d'hydrogène en énergie électrique. Les avancées réalisées ou espérées dans ce domaine dépendent principalement de la découverte de matériaux innovants et de la compréhension de leurs mécanismes réactionnels.

Parmi les matériaux développés pour le stockage ou pour la conversion de l'énergie, les matériaux à base de fer, d'étain et d'antimoine occupent une place importante. Particulièrement performante pour sonder l'environnement chimique de ces éléments, la spectroscopie Mössbauer s'est imposée comme principale méthode de caractérisation d'un grand nombre de matériaux d'électrode tels que les phosphates², les sulfates^{3, 4}, les silicates⁵, les oxydes^{6, 7}, les nitrures⁸ et les intermétalliques⁹. Cette présentation vise à illustrer la contribution de la spectroscopie Mössbauer à l'étude des matériaux pour batteries Li- et Na-ion ainsi que les catalyseurs à base de fer pour les pile à combustibles¹⁰.

Références :

1. Denis Cavaud; Zoé Coléou; Fabien Guggemos; Didier Reynaud; Moreau, S., Chiffres clés des énergies renouvelables. *Rapport du commissariat général au développement durable (DataLab N° 9)* 2016.
2. Amisse, R.; Sougrati, M. T.; Stievano, L.; Davoisine, C.; Dražič, G.; Budič, B.; Dominko, R.; Masquelier, C., Singular structural and original electrochemical properties in highly defective "LiFePO₄" powders. *Chemistry of Materials* 2015, 27, 4261–4273.
3. Ati, M.; Sougrati, M. T.; Recham, N.; Barpanda, P.; Leriche, J. B.; Courty, M.; Armand, M.; Jumas, J. C.; Tarascon, J. M., Fluorosulfate Positive Electrodes for Li-Ion Batteries Made via a Solid-State Dry Process. *J. Electrochem. Soc.* 2010, 157, (9), A1007-A1015.
4. Barpanda, P.; Ati, M.; Melot, B. C.; Rousse, G.; Chotard, J. N.; Doublet, M. L.; Sougrati, M. T.; Corr, S. A.; Jumas, J. C.; Tarascon, J. M., A 3.90 V iron-based fluorosulfate material for lithium-ion batteries crystallizing in the triplite structure. *Nat. Mater.* 2011, 10, (10), 772-779.
5. Sun, S.; Ghimbeu, C. M.; Vix-Guterl, C.; Sougrati, M.-T.; Masquelier, C.; Janot, R., Synthesis of Li₂FeSiO₄/carbon nano-composites by impregnation method. *Journal of Power Sources* 2015, 284, 574-581.
6. McCalla, E.; Abakumov, A.; Rousse, G.; Reynaud, M.; Sougrati, M. T.; Budic, B.; Mahmoud, A.; Dominko, R.; Van Tendeloo, G.; Hermann, R. P.; Tarascon, J.-M., Novel Complex Stacking of Fully-Ordered Transition Metal Layers in Li₄FeSbO₆ Materials. *Chemistry of Materials* 2015, 27, (5), 1699-1708.
7. McCalla, E.; Prakash, A. S.; Berg, E.; Saubanère, M.; Abakumov, A. M.; Foix, D.; Klobes, B.; Sougrati, M.-T.; Rousse, G.; Lepoivre, F., Reversible Li-Intercalation through Oxygen Reactivity in Li-Rich Li-Fe-Te Oxide Materials. *Journal of The Electrochemical Society* 2015, 162, (7), A1341-A1351.
8. Emery, N.; Sougrati, M. T.; Panabiere, E.; Bach, S.; Fraisse, B.; Jumas, J. C.; Pereira-Ramos, J. P.; Willmann, P., Unidimensional unit cell variation and Fe³⁺/Fe⁴⁺ redox activity of Li₃FeN₂ in Li-ion batteries. *J. Alloys Compd.* 2017, 696, 971-979.
9. Darwiche, A.; Sougrati, M. T.; Fraisse, B.; Stievano, L.; Monconduit, L., Facile synthesis and long cycle life of SnSb as negative electrode material for Na-ion batteries. *Electrochemistry Communications* 2013, 32, (0), 18-21.
10. Zitolo, A.; Goellner, V.; Armel, V.; Sougrati, M.-T.; Mineva, T.; Stievano, L.; Fonda, E.; Jaouen, F., Identification of catalytic sites for oxygen reduction in iron- and nitrogen-doped graphene materials. *Nat Mater* 2015, 14, (9), 937-942.

Propriétés Magnétiques de Nanoferrites : de la prédiction par la DFT à la confirmation expérimentale

Abdelilah Benyoussef

*LMPHE, Faculté des Sciences, Université Mohammed V, Rabat, Maroc
Centre Matériaux et Nanomatériaux, MAScIR, Rabat, Maroc
Académie Hassan II des Sciences et Techniques, Rabat, Maroc*

Les propriétés magnétiques des Nanoferrites ($MFe_{12}O_{19}$, $M'Fe_2O_4$, $M=Sr$, $M'=Co$, Ni , Mn , Zn , Mg , Cu , Nd , Sn) et leurs spectres Mössbauer sont prédits par la Théorie de la Fonctionnelle de la Densité (DFT). Le calcul self consistent est basé sur un pseudopotentiel doux en utilisant des ondes planes augmentées. L'approximation du gradient généralisé avec la correction du potentiel de Hubbard (GGA+U) est utilisée. Ces Nanoferrites ($MFe_{12}O_{19}$, $M'Fe_2O_4$, $M=Sr$, $M'=Co$, Ni , Mn , Zn , Mg , Cu , Nd , Sn) ont été préparés par des méthode de chimie douce à différentes températures de calcination. Les propriétés structurales, morphologiques, magnétiques et le spectre Mössbauer ont été réalisés. Un bon accord avec les prédictions théoriques a été observé.

Magnetic, electronic and dynamic properties of selected Frank-Kasper phases

S. M. Dubiel

AGH University of Science and Technology, Department of Physics and Applied Computer Science,
al. A. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Poland
(Stanislaw.Dubiel@fis.agh.edu.pl)

Frank-Kasper (F-K) phases, also known as topologically close-packed structures, are a family of intermetallic compounds with a complex crystallographic structure and physical properties. The most known examples of F-K are: A15, Laves phases (λ), σ , μ , M, P, and R. Characteristic structural feature common to all F-K phases are high coordination numbers ranging between 12 and 16 – see Fig.1. The physical properties of F-K phases are characteristic of the phase, and for a given phase they depend on composition. By changing the latter one can tailor these properties. A15 compounds, for example Nb_3Sn , Nb_3Zr or Nb_3Ge , are known for their superconductivity, hence have a practical applications. All F-K compounds containing Fe as component are suitable for Mössbauer spectroscopic studies e. g. [1-6]. This contribution will be devoted to presentation of results relevant to magnetic, electronic and lattice-dynamical properties of σ , μ and R phases in Fe-X (X=Cr, Mo, V) compounds. Concerning their physical properties, a magnetic ordering temperature, T_C will be discussed. Electronic properties will be tackled by showing results on the isomer shift, whereas the Debye temperature, force constant, mean-square amplitude of vibrations as well as mean-square velocity of vibrations will illustrate the lattice-dynamical properties of the investigated compounds. Noteworthy, T_C in σ -FeV can be changed by two-orders of magnitude reaching the value of $\sim 315\text{K}$ by adjusting the composition, the isomer shift can differ by 0.12 mm/s between μ and σ in Fe-Mo having the same composition. Even more spectacular properties were revealed as regards the lattice-dynamical properties. A strong effect of magnetism on values of the Debye temperature, force constant and the

mean-square amplitude of vibrations was discovered.

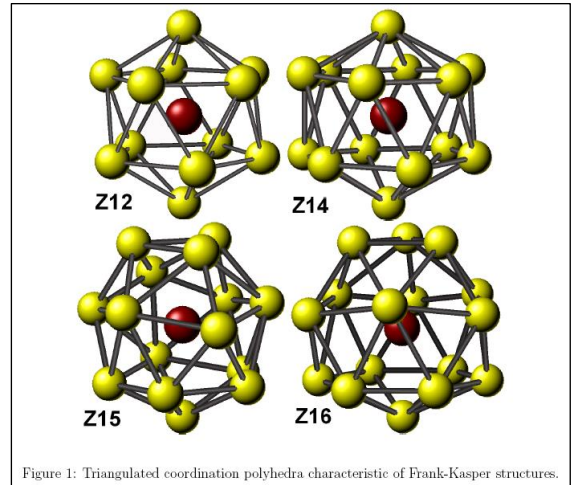


Fig. 1 Coordination polyhedra typical of the Frank-Kasper phases [Internet].

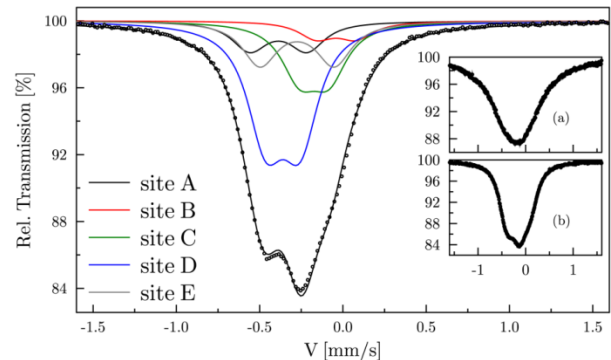


Fig. 2 RT Mössbauer spectrum of σ -FeCr with 5 subspectra corresponding to 5 sites. The inset shows the 4.2 K (a) and RT (b) spectra [3].

- [1] J. Cieślak, S. M. Dubiel, J. Żukrowski et al., Phys. Rev. B., 65 (2002) 212301; [2] J. Cieślak, B. F. O. Costa, S. M. Dubiel et al., J. Magn. Magn. Mater., 321 (2009) 2160; [3] J. Cieślak, J. Tobała, S. M. Dubiel et al., J. Phys. Cond. Matter, (2008) 235234; [4] S. M. Dubiel, J. Cieślak, M. Reissner, Eurphys. Letters, 101 (2013) 16008; [5] J. Cieślak, Przewoźnik, S. M. Dubiel, J. Alloy. Comp., 612 (2014) 465; [6] J. Żukrowski, S. M. Dubiel, J. Alloy. Comp., 663 (2016) 540.

Communications orales

| | Communication | Page |
|-------------|---|-------------|
| O-1 | Le fer au cœur des phosphates se dévoile... Apports de la spectrométrie Mössbauer <i>Mathieu Duttine</i> , Université de Bordeaux, France | 14 |
| O-2 | Propriétés magnétiques de couches minces de Fe-N. <i>Liliana P. Ferreira</i> , Universidade de Lisboa, Portugal | 15 |
| O-3 | Propriétés magnétiques et structurales de $Ni_{1-x}Zn_xFe_2O_4$ ($0 \leq x \leq 1$) synthétisé par co-précipitation. <i>Bouchra Rabi</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc | 16 |
| O-4 | Cristallographie et propriétés magnétiques de nanomatériaux TR-Fe-M (TR=Gd, Sm, Pr, Nd - M =Si, Ga, Co, Mo) <i>Lotfi Bessais</i> , Université Paris Est, France | 17 |
| O-5 | Etude d'un procédé de recyclage des aimants permanents Nd-Fe-B à faible empreinte environnementale. <i>Samuel Jouen</i> , Normandie Université, France | 18 |
| O-6 | Effet de la composition chimique des ferrites de cobalt $Co_xFe_{3-x}O_4$: importance de l'analyse locale par spectroscopie Mössbauer. <i>Najeh Thabet Mliki</i> , Université de Tunis El Manar, Tunisie | 19 |
| O-7 | Analysing operando Mössbauer spectra of battery materials : a chemometric approach to the study of $NaFeO_2$ as positive electrode material for Na-ion batteries. <i>Lorenzo Stievano</i> , Université de Montpellier, France | 20 |
| O-8 | Sorption des anions phosphate par des géomatériaux de Côte d'Ivoire (schiste ardoisier, grès, latérite). <i>D. Eude Kpannieu</i> , CNRS-Université de Lorraine, France | 21 |
| O-9 | Propriétés structurales et hyperfines d'alliages nanocristallins obtenus par broyage mécanique haute énergie. <i>Safia Alleg</i> , Université Badji Mokhtar Annaba, Algérie | 22 |
| O-10 | Etude par la Spectroscopie Mössbauer du ^{57}Fe et la diffraction des rayons X des triples pérovskites $Sr_{3-x}Ca_xFe_2TeO_9$ ($0 \leq x \leq 1$) <i>Abdelhadi El Hachmi</i> , Université Hassan 1 ^{er} , Maroc. | 23 |
| O-11 | Phosphates de type NASICON comme matériaux d'électrode pour batteries sodium-ion à haute densité d'énergie <i>Siham Difi</i> , Université de Montpellier, France / Université Cadi Ayyad, Maroc | 24 |

Le fer au cœur des phosphates se dévoile...

Apports de la spectrométrie Mössbauer

Mathieu Duttine et Alain Wattiaux

CNRS, Univ. Bordeaux, ICMCB, UPR 9048, F-33600 Pessac, France

Depuis le début de la spectroscopie Mössbauer au sein de notre Institut, l'apport de cette technique aux phosphates de fer n'a cessé d'être un outil des plus pertinents. Ces études ont permis de dévoiler le fer dans tous ses états tant dans ces divers degrés d'oxydation (+2, +3, +4) mais aussi dans ces multiples coordinations ([4], [5], [6]). Le but de ce travail est de mettre en lumière l'importance de la spectrométrie Mössbauer au travers de quelques exemples :

- Monophosphates de fer ^(1,2,3,4,5,8)
- Phosphates de fer et matériaux d'électrodes ^(10,11)
- Etude à 4.2 K du système $\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{AsO}_4)_x(\text{PO}_4)_{1-x}$ ^(7,8)
- Etude du composé LiFePO_4

Bibliographie

1. Besma L., Doctorat en chimie de l'Université de Monastir (2005) caractérisation structurale, magnétique et par spectroscopie Mössbauer des monophosphates apparentés aux systèmes $\text{A}_3\text{PO}_4\text{-FePO}_4$ (A=Na,K). (Mongi Ben Amara, J. Darriet, A. Wattiaux)
2. Hidouri M., Doctorat en chimie de l'Université de Monastir (2006), Les monophosphates de fer, de sodium et d'éléments divalents $M = \text{Mg, Zn, Cu, Ni, Co, Mn, Cd, Ca}$. Etude structurale par diffraction des rayons X, spectroscopie Mössbauer et mesures magnétiques. (Mongi Ben Amara, J. Darriet, A. Wattiaux)
3. Gleitzer C., Eur. J. Solid State Inorg. Chem., 28, 77-85 (1981).
4. Salmon R. et al., 2^{ème} congrès Européen de la Chimie de l'état Solide, Veldhoven (Pays Bas) 7-9 juin 1982 ($\text{Na}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$ et $\text{Fe}_2(\text{MO}_4)_3$).
5. Goni A. et al., Chem. Mater., 12, 62-66 (2000). ($\alpha\text{Li}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$).
6. Beltran-Porter D. et al., Revue Phys.Appl, 15, 1155-1160 (1980) ($\alpha\text{Na}_3\text{Fe}_2(\text{PO}_4)_3$).
7. Jirak Z. et al., Inorg. Chem. 21, 4218-4223 (1982), ($\text{Fe}_2(\text{MO}_4)_3$).
8. Leflem G., application de l'effet Mössbauer à l'étude de la cristallographie des phosphates de fer (communication interne) (2012).
9. Trad K., Doctorat de l'université de Bordeaux et de l'Université de Monastir (2010), Phosphates de fer de structures originales comme matériaux d'électrode positive pour batterie au lithium ou au sodium (C. Delmas, L. Croguennec).
10. Marx N., Doctorat de l'université de Bordeaux (2010), Synthèse et caractérisation de nouveaux phosphates utilisés comme matériaux d'électrode positive pour batterie au lithium (C. Delmas, D. Carlier).

Propriétés magnétiques de couches minces de Fe-N

L. P. Ferreira (1,2), M. D. Carvalho (3), C. Silva (1), A. Vovk (1), R. C. da Silva (4),
P. Štrichovanec (5), P. A. Algarabel (6), M. Godinho (1), M. M. Cruz (1)

1. *BioISI, Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Campo Grande, 1749-016 Lisboa, Portugal*
2. *Department of Physics, University of Coimbra, 3004-516 Coimbra, Portugal*
3. *CQB, Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Campo Grande, 1749-016 Lisboa, Portugal*
4. *IPFN, Instituto Superior Técnico, Universidade de Lisboa, Campus Tecnológico e Nuclear, E.N.10, 2685-066 Bobadela LRS, Portugal*
5. *INA, University of Zaragoza, 50018 Zaragoza, Spain*
6. *ICMA, University of Zaragoza-CSIC, Facultad de Ciencias, Zaragoza 50009, Spain*

Les propriétés de films de nitrure de fer, notamment aimantation, polarisation de spin et stabilité chimique font de ces films de bons candidats pour des applications en électronique de spin.

Dans ce travail, des couches minces de Fe-N ont été déposées par pulvérisation réactive dans des mélanges Ar + N₂, visant la production de Fe₄N cubique. Dans une première étape, deux types de nitrures ont été obtenus, selon la concentration de l'azote pendant la croissance : Fe₄N cubique et/ou Fe_{3+x}N hexagonale. Les différentes phases Fe-N ont été identifiées par spectrométrie Mössbauer. De façon à optimiser l'obtention de la phase Fe₄N cubique, la fraction d'azote dans le mélange a été fixée à 10% et 15% et deux séries de films ont été produits. Des substrats différents (TiO₂, MgO et Al₂O₃) et des orientations spécifiques ont été choisies pour induire la formation de couches anisotropes. Des films ferromagnétiques de Fe₄N (cubique) ont été obtenus, avec une bonne cristallinité, des valeurs de magnétisation de saturation au-dessus de 1,6 μB par ion de fer, et une anisotropie magnétique en corrélation avec la déformation induite par le substrat.

Ce travail a été soutenu par FCT - Fundação para a Ciência e a Tecnologia (projets PTDC/FIS/102270/2008, SFRH/BD/70150/2010, UID/MULTI/04046/2013 et UID/MULTI/00612/2013).

Propriétés magnétiques et structurales de $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($0 \leq x \leq 1$) synthétisé par co-précipitation

B. Rabi¹, A. Essoumhi^{1,2}, M.A. Valente³, J.M. Grenèche⁴, M. Sajieddine¹

¹Laboratoire de Physique des Matériaux, Université Sultan Moulay Slimane, FST, 23000 Béni-Mellal (Maroc)

²Laboratoire Interdisciplinaire de Recherche en Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, FP, 23000 Béni-Mellal (Maroc)

³IN and Physics Department, University of Aveiro, 3810-193 Aveiro, Portugal

⁴Institut des Molécules et Matériaux du Mans, IMMM UMR CNRS 6283, Université du Maine, Avenue Olivier Messiaen, 72085 Le Mans Cedex 9, France

Les ferrites spinelles sont des oxydes magnétiques très intéressants tant d'un point de vue fondamental que technologique et ce en raison de leurs propriétés magnétiques et électriques remarquables. En effet, ces nanomatériaux présentent une forte aimantation, une résistivité élevée, une faible perte diélectrique, Ces nanomatériaux, considérés comme étant indispensable dans la technologie moderne, entrent dans la composition de nombreux dispositifs électromécaniques et électroniques. Ainsi la connaissance de leurs structures et de la distribution des cations est nécessaire pour la compréhension de leurs propriétés.

Notre travail concerne l'étude des propriétés structurales et magnétiques des ferrites spinelles synthétisées par co-précipitation, soit $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ où x varie de 0 à 1. Ainsi, les échantillons synthétisés ont été caractérisés par différentes techniques à savoir l'analyse thermogravimétrique (ATD /ATG), la diffraction des rayons X, la microscopie électronique en transmission, la spectrométrie Mössbauer en transmission et les mesures magnétiques aux VSM. En s'appuyant sur les mesures ATD/ATG, les échantillons ont été calcinés à différentes températures.

Les spectres de diffraction X réalisés pour l'ensemble des compositions calcinés à 1000°C ne font apparaître aucunes impuretés. Le paramètre de maille a croit en fonction de la teneur en Zn, de 8,34 à 8,44Å.

Pour la composition $x=0,5$, l'analyse des spectres de diffraction X montre que la taille des grains évolue de 25 à 83 nm lorsque la température de calcination passe de 600 à 1000°C, en accord avec les observations réalisées au microscope électronique en transmission. De leurs côtés, les spectres Mössbauer enregistrés à la température ambiante des échantillons calcinés montrent que pour l'échantillon brut les atomes de fer sont paramagnétiques alors que pour les échantillons calcinés à 600, 800, 900 et 1000°C, les spectres ont changé de formes. Leurs ajustements sont rendus possibles par la superposition de sextuplets et d'un doublet. Le poids du doublet diminue en augmentant la température de calcination. Afin d'évaluer les poids des sites tétraédriques et octaédriques des mesures de spectrométrie Mössbauer sous champ magnétique appliqué ont été effectuées. Les résultats ainsi obtenus sont complétés par des mesures magnétiques.

Cristallographie et propriétés magnétiques de nanomatériaux TR-Fe-M (TR = Gd, Sm, Pr, Nd - M =Si, Ga, Co, Mo)

L. Bessais¹, S. Alleg², A. Charai³, E. Dhahri⁴, E.K. Hlil⁵, H. Lassri⁶, N. Mliki⁷

¹Université Paris Est, ICMPE(UMR7182), CNRS-UPEC, F-94320 Thiais, France

²Univ Badji Mokhtar, LM2S, Dept Phys, Fac Sci, Annaba BP 12, Annaba 23000, Algérie

³CNRS, IM2NP, UMR 6242, Fac Sci & Tech, F-13397 Marseille, France

⁴Univ Sfax, Fac Sci, Lab Phys Appl, BP 1171, Sfax 3000, Tunisie

⁵Univ J Fourier, Inst Neel, CNRS, BP 166, F-38042 Grenoble, France

⁶Univ Hassan II, Fac Sci Ain Chock, LPMMAT, BP 5366 Maarif, Casablanca, Maroc

⁷Univ Tunis El Manar, Fac Sci Tunis, LMOP LR99ES17, Tunis 2092, Tunisie

Dans cette étude, nous présenterons la corrélation entre les propriétés structurales, microstructurales et magnétiques de nanomatériaux intermétalliques. Un matériau à structure nanométrique présente un comportement nouveau par rapport au matériau massif du fait de sa forte fraction d'atomes de surface induisant une réactivité élevée, et de sa dimension de l'ordre de grandeur de la longueur de corrélation caractéristique des propriétés étudiées. Dans le cas des matériaux magnétiques, la taille d'une particule devient inférieure à l'épaisseur de paroi de domaines magnétiques ou inférieure à la longueur d'échange. Cependant, le contrôle des dimensions et de l'architecture du matériau reste délicat en raison du caractère métastable. Un défi important est donc de maîtriser la composition et les dimensions de ces matériaux dans le but de comprendre leur organisation, ainsi que les mécanismes régissant leur comportement dans une approche de recherche fondamentale.

L'apport de la spectrométrie Mössbauer dans la compréhension des propriétés physiques et structurales des systèmes étudiés s'avère d'une très grande importance.

A travers quelques exemples simples nous montrerons l'influence de la structure cristallographique sur les propriétés magnétiques : type d'ordre magnétique et anisotropie. Nous montrerons différents domaines d'applications potentielles : les aimants permanents de nouvelle génération [1], l'enregistrement magnétique à haute densité ainsi que la réfrigération magnétique.

Références :

- [1] R. Bensalem, W. Tebib, S. Alleg, J.J. Suñol, L. Bessais, J.M. Greneche, Journal of Alloys and Compounds 471, 24 (2009).
- [2] Z. Yamkane, H. Lassri, A. Menai, S. Khazzan, N. Mliki, L. Bessais, Journal of Alloys and Compounds 584 (2014) 352–355
- [3] H. Gharsallah, M. Bejar, E. Dhahri, E. K. Hlil, L. Bessais, Ceramics International 42, 697-704, (2016).

Etude d'un procédé de recyclage des aimants permanents Nd-Fe-B à faible empreinte environnementale

N. Maat, V. Nachbaur, S. Jouen, J.M. Le Breton

Groupe de Physique des Matériaux, UMR CNRS 6634, Normandie Université, INSA de Rouen, 76801 Saint Etienne du Rouvray Cedex (France)

Les Terres Rares sont utilisées pour de nombreuses applications technologiques, dans des secteurs d'activités très divers [1,2]. Certains éléments tels que le samarium et le néodyme, du fait de leurs propriétés magnétiques remarquables, sont utilisés dans la fabrication d'aimants permanents de haute performance tels que les aimants Samarium-Cobalt et Néodyme-Fer-Bore (NdFeB) [3]. Le prix des Terres Rares étant élevé, leur quantité limitée, dans un marché où la Chine possède un quasi-monopole, les Etats Unis les ont classées comme matériaux critiques et stratégiques en 2010, suivis par l'Union Européenne en 2011. Depuis quelques années, de nombreuses recherches sont menées afin de trouver des matériaux pouvant se substituer aux aimants à base de Terres Rares. Cependant, face à l'accumulation des déchets d'origine électrique et électronique dans les pays industrialisés, le recyclage des matériaux contenant des Terres Rares est sur le point de devenir une alternative comme source d'approvisionnement. En 2011, moins de 1% des Terres Rares étaient recyclées.

Un nouveau procédé de recyclage des aimants NdFeB à faible empreinte environnementale a été développé au laboratoire [4]. Ce procédé, applicable également pour d'autres catégories de déchets magnétiques, se révèle facile à mettre en œuvre et ne nécessite aucun produit chimique autre que de l'eau et du chlorure de sodium. La réaction, effectuée à basse température ($\sim 250^{\circ}\text{C}$), se décompose en deux étapes : la première est un traitement hydrothermal des aimants dans un réacteur fermé, qui conduit à la désintégration de l'aimant et à la formation d'une poudre constituée de cristaux d'hydroxyde de néodyme $\text{Nd}(\text{OH})_3$ et de magnétite Fe_3O_4 ; la seconde consiste en une séparation magnétique de ces deux types de cristaux.

Le procédé mis au point a été testé pour recycler des aimants NdFeB commerciaux utilisés dans les disques durs d'ordinateur. L'étude des modifications structurales et chimiques de l'aimant lors du processus de recyclage a été réalisée en caractérisant les composés obtenus à différentes étapes du traitement par diffraction des rayons X, microscopie électronique et spectrométrie Mössbauer. Les résultats ont permis d'établir un mécanisme réactionnel expliquant la séparation du néodyme des autres constituants de l'aimant.

Références :

- [1] Schüler, D.; Buchert, M; Liu, R.; Dittrich, S.; Merz, C. Study on rare earths and their recycling. Final Report for The Greens / EFA Group in the European Parliament; Öko-Institut e.V. : Freiburg, Germany, 2011
- [2] Industrial Applications of Rare Earth Elements; American Chemical Society: Washington, DC, 1981; Vol. 164, p 326
- [3] J. M. D. Coey, Rare-earth Iron Permanent Magnets. Clarendon Press, 1996
- [4] Maât M.; Nachbaur V.; Lardé R.; Juraszek J.; Le Breton J.M. *ACS Sustainable Chem. Eng.* **2016**, 4, 6455-6462

Effet de la composition chimique des ferrites de cobalt $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$: importance de l'analyse locale par spectroscopie Mössbauer

Saidani M^a, Belkacem W^a, Bezergeanu A^b, Cizmas C. B.^b Bradeau J-F^c, Grenèche J-M^c, Patout L.^d, Charai A^d, Mliki N.^a

(a) *LMOP: LR99ES17, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092, Tunisie*

(b) *Département d'Ingénierie Electrique et Physique Appliquée, Université Transilvania de Brasov, Romania*

(c) *Institut des Molécules et Matériaux du Mans, UMR CNRS 6283, Université du Maine, Avenue Olivier Messiaen, 72085, Le Mans Cedex 9, France*

(d) *Laboratoire IM2NP, UMR 7334, CNRS, Aix Marseille Université, Faculté des Sciences de St Jérôme, Case 261, F13397, Marseille cedex 20, France*

Les matériaux magnétiques nanostructurés constituent un domaine très large de recherche vu leurs applications très avancées dans différents domaines tels que la médecine, la catalyse, les biocapteurs... Ceci est dû à la possibilité de contrôler leurs propriétés structurales et magnétiques par différents paramètres.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude des ferrites de cobalt de formule chimique $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ ($0 \leq x \leq 1,8$, avec un pas de 0,2) synthétisés par voie solvothermale.

Les mesures magnétiques et l'étude par diffractions électronique et des rayons X (DE, DRX) montrent que les propriétés magnétiques et structurales dépendent énormément de la quantité de cobalt x .

Les taux de substitutions élevés de cobalt montrent l'existence des effets de taille finie et les faibles valeurs de x favorisent la formation d'un système biphasé en interaction d'échange. Ceci a été prouvé indirectement en effectuant des traitements thermiques suivis par des mesures magnétiques. Ces analyses ont été corrélées, en premier lieu, par des analyses par spectroscopie micro-Raman in situ pour comprendre l'arrangement ainsi que la phase formée ($x < 1$) avec la ferrite de cobalt.

La compréhension des interactions d'échanges entre les deux phases a nécessité une analyse approfondie par microscopie électronique en haute résolution (MET-HR) corrélée avec une analyse par spectroscopie Mössbauer sous champ externe (8 T/12 K). Nous avons montré l'existence d'une couche de moments magnétiques frustrés. Les images MET-HR montrent l'existence de défauts type macles sigma 3 qui pourraient être, en partie, à l'origine des moments en frustration.

De plus, en utilisant la spectroscopie Mössbauer, nous avons montré que les effets de taille finie ($x=1,6$ & $1,8$) sont dus à une couche de moments magnétiques frustrés d'environ 0.35 nm pour une taille de nanoparticule d'environ 6 nm.

Via ce travail, nous avons prouvé que le recourt aux techniques d'analyses locales, telles que la spectroscopie Mössbauer, permet de mieux comprendre les propriétés magnétiques et de les corrélérer aux celles structurales.

Analysing *operando* Mössbauer spectra of battery materials: a chemometric approach to the study of NaFeO₂ as positive electrode material for Na-ion batteries

Lorenzo Stievano^{1,2}, Moulay. T. Sougrati^{1,2}, Ali Darwiche¹, Dimitrios Bessas³,
Abdelfattah Mahmoud⁴, Raphaël P. Hermann⁵

¹*Institut Charles Gerhardt Montpellier, UMR CNRS 5253, Université de Montpellier, 34095 Montpellier, France*

²*Réseau sur le Stockage de l'Énergie (RS2E), CNRS FR3459, 33 rue Saint Leu, 80039 Amiens cedex, France*

³*European Synchrotron Radiation Facility, F-38043 Grenoble, France*

⁴*LCIS/GREENMAT, Institut de Chimie B6, University of Liège 4000 Liège (Belgien)*

⁵*Materials Science and Technology Division, Oak Ridge National Laboratory, 37831 Oak Ridge, TN (USA)*

Among the possible positive electrode materials for Na-ion batteries, iron-based oxides have been regarded as promising solids for the reversible insertion/deinsertion of Na on the basis of their abundance in the Earth's crust. In particular, O3-type NaFeO₂, easily prepared from the reaction of iron oxide and Na₂CO₃ at 600°C, has been identified as the most interesting one from the viewpoint of both gravimetric and volumetric energy density.[1–3] Na/NaFeO₂ cells cycle through a relatively flat potential plateau between 3.3 and 3.4 V vs. Na⁺/Na, commonly associated with the Fe⁴⁺/Fe³⁺ redox couple. However, if cycling is extended above 3.5 V, other irreversible reaction plateaux appear, which completely inactivate the material. ⁵⁷Fe Mössbauer spectroscopy is thus a method of choice for the study of both (1) the cycling mechanism and (2) the irreversible reactions occurring above 3.5 V.

In this work, *operando* ⁵⁷Fe Mössbauer spectra were collected during the electrochemical cycling of NaFeO₂ vs. Na metal using a specifically designed in situ cell,[4] and analysed using an alternative and innovating data analysis approach based on chemometric tools such as Principal Component Analysis (PCA) and multivariate curve resolution (MCR).[5,6] This approach, which allows the unbiased extraction of all possible information from the *operando* data, enabled the stepwise reconstruction of the “real” spectral components occurring during the cycling of NaFeO₂. In this way, a clear description of the electrochemically active iron species could be obtained, allowing a clearer comprehension of the cycling mechanisms of this material vs. sodium.

Références :

- [1] J. Zhao, L. Zhao, N. Dimov, O. Shigeto, T. Nishida, J. Electrochem. Soc. 160 (2013) A3077.
- [2] H. Yoshida, N. Yabuuchi, S. Komaba, in: ECS Meet. Abstr. MA2012-02, ECS, Honolulu, 2011, p. 1850.
- [3] P. Barpanda, Chem. Mater. 28 (2016) 1006.
- [4] J.-B. Leriche, S. Hamelet, J. Shu, M. Morcrette, C. Masquelier, G. Ouvrard, M. Zerrouki, P. Soudan, S. Belin, E. Elkaïm, F. Baudelet, J. Electrochem. Soc. 157 (2010) A606.
- [5] R. Tauler, Chemom. Intell. Lab. 30 (1995) 133.
- [6] A. Voronov, A. Urakawa, W. van Beek, N.E. Tsakoumis, H. Emerich, M. Rønning, Anal. Chim. Acta 840 (2014) 20.

Sorption des anions phosphate par des géomatériaux de Côte d'Ivoire (schiste ardoisier, grès, latérite)

D.E. Kpannieu^{1,2}, M. Mallet¹, L. Coulibaly², M. Abdelmoula¹, C. Ruby¹

¹Laboratoire de Chimie Physique et Microbiologie pour l'Environnement - LCPME UMR 7564 CNRS-Université de Lorraine, 405 rue de Vandoeuvre, 54600 Villers-lès-Nancy (France)

²Laboratoire d'Environnement et Biologie Aquatique, Université Nangui Abrogoua, 02 BP 801, Abidjan 02 (Côte d'Ivoire)

L'eutrophisation se définit comme l'enrichissement des milieux aquatiques en nutriments (principalement en phosphore et azote). Elle se manifeste par le développement intensif d'algues et de végétaux aquatiques avec comme conséquence environnementale directe une modification de l'équilibre des écosystèmes, notamment par un appauvrissement de la biodiversité. Le phénomène d'eutrophisation est accentué par les rejets agricoles domestiques ou industriels dans les milieux aquatiques. C'est le cas en Côte d'Ivoire où la lagune Ebrié, réceptacle de toutes les eaux usées d'Abidjan, est sujette à une eutrophisation avancée. Une des conséquences est la dégradation de la qualité de ce plan d'eau ce qui le rend en particulier impropre à la consommation humaine [1]. Cette étude a pour objectif de comparer la capacité de trois géomatériaux de Côte d'Ivoire, le schiste ardoisier, le grès et la latérite, à éliminer les ions phosphate des eaux usées. En effet, leur composition minéralogique, notamment la présence de composés contenant du fer, de l'aluminium et du calcium, permet d'envisager une application de ces matériaux dans le traitement des eaux usées de la lagune Ebrié [2]. Les propriétés structurales des géomatériaux ont été notamment caractérisées par spectrométrie Mössbauer (Figure 1), diffraction des rayons X et par spectroscopie de photoélectrons X (XPS) [3]. En particulier, la spectrométrie Mössbauer s'est avérée un outil de choix pour identifier les minéraux à base de fer contenus dans ces matériaux et pour essayer de comprendre leur rôle dans la sorption des ions phosphate. Le spectre Mössbauer du schiste réalisé à 12K (Figure 1) révèle la présence de goéthite (sextuplets S) ainsi que de Fe(III) (doublet D1) et de Fe(II) (doublet D2) probablement en substitution dans des argiles.

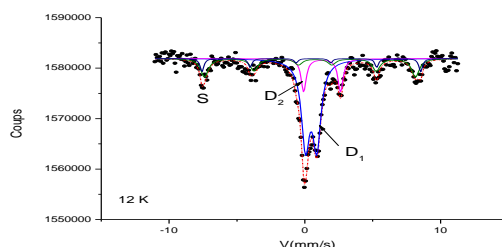


Figure 1: Spectre Mössbauer du ⁵⁷Fe du schiste ardoisier enregistré à 12K.

Des études d'adsorption des anions phosphate en réacteur batch ont été réalisées. La latérite présente les capacités d'adsorption les plus élevées, résultat très remarquable aux plus faibles doses de géomatériaux, suivie du grès puis enfin du schiste. Ce résultat pourrait s'expliquer en partie par la présence de fer sous forme de goéthite en plus grande quantité dans la latérite et le grès. La latérite apparaît donc comme le géomatériau le plus efficace en termes de capacité d'adsorption et du rapport masse d'adsorbant taux d'abattement.

Références

- [1] K.M., Yao, B.S., Metongo, A., Trokourey, Y., Bokra (2009) *International Journal of Biological and Chemical Sciences* 3 (4): 755-770.
- [2] C., Vohla, M., Kõiv, H.J., Bavor, F., Chazarenc, Ü. Mander (2011) *Ecological Engineering*, 37(1), 70-89.
- [3] C., Ruby, M., Usman, S., Naille, K., Hanna, C., Carteret, M., Mullet, M., François, M. Abdelmoula (2010) *Applied Clay science* 48, 195-202.

Propriétés structurales et hyperfines d'alliages nanocristallins obtenus par broyage mécanique haute énergie

S. Alleg¹, A. Brahim¹, L. Hamza¹, S. Souilah¹, J.J. Suñol², L. Bessais³, J.M. Greneche⁴

¹Laboratoire de Magnétisme et Spectroscopie des Solides, Département de Physique, Université Badji Mokhtar Annaba, BP 12, 23000 Annaba, Algérie.

²Dept. De Fisica, Universitat de Girona, campus Montilivi, 17071 Girona, Spain.

³Université Paris Est, ICMPE(UMR7182), CNRS-UPEC, F-94320 Thiais, France

⁴Institut des Molécules et Matériaux du Mans, IMMM, UMR CNRS 6283, Université du Maine, Le Mans cedex 9, France.

e-mails : safia.alleg@univ-annaba.dz safia_alleg@yahoo.fr

L'affinement de la taille des grains jusqu'à l'échelle nanométrique et l'augmentation de la densité des défauts cristallins tels que les dislocations, les lacunes, les joints de grains, les défauts d'empilement ..., qui sont induits par les déformations plastiques sévères au cours du processus de broyage mécanique haute énergie, favorisent la formation des alliages à l'état solide. Ainsi, les propriétés hyperfines sont sensibles aux changements de la structure cristalline. Par conséquent, une large distribution des distances interatomiques et une hétérogénéité structurale se traduisent par l'élargissement des raies du spectre Mössbauer. Les effets de l'addition de différents éléments sur les propriétés structurales et hyperfines seront discutés en fonction du temps de broyage dans le cas des alliages à base de FeSi et les phosphures.

Mots clés : Diffraction des rayons X ; Structure ; Spectrométrie Mössbauer ; Broyage mécanique haute énergie.

Etude par la Spectroscopie Mössbauer du ^{57}Fe et la diffraction des rayons X des triples pérovskites $\text{Sr}_{3-x}\text{Ca}_x\text{Fe}_2\text{TeO}_9$ ($0 \leq x \leq 1$)

A. El Hachmi¹, B. Manoun^{1,2,*}, Y. Tamraoui^{1,2}, F. Mirinioui¹, R. Abkar¹, M.A. El Aamrani¹, I. Saadoun^{2,3}, M. Sajieddine⁴ et P. Lazor⁵.

¹ *Laboratoire des Sciences des Matériaux, des Milieux et de la modélisation (LS3M), FP Khouribga, Université Hassan I^{er}, Maroc.*

² *Materials Science and Nano-engineering Department, Mohammed VI Polytechnic University, Ben Guerir, Morocco.*

³ *LCME, FST Marrakech, Université Cadi Ayyad, Av. A. Khattabi, 40000 Marrakech, Morocco.*

⁴ *Laboratoire de Physique des Matériaux, FST, Université Sultan Moulay Sliman, Béni-Mellal, Maroc.*

⁵ *Department of Earth Sciences, Uppsala University, SE-752 36, Uppsala, Sweden.*

* E-mail: manounb@gmail.com

Les pérovskites, ont été largement étudiées en raison de leurs propriétés structurales et physiques avec une large variété d'applications telle que le stockage d'énergie. Les pérovskites sont utilisées comme anode ou cathode dans les piles à combustible (SOFCs) [1,2]. On cite aussi leurs applications dans le domaine de l'énergie solaire, récemment les pérovskites hybrides sont largement étudiés comme des cellules solaires qui peuvent être compétitives aux cellules conventionnelles [3,4], ainsi que plusieurs applications dans l'électronique moderne [5,6]. Ces propriétés structurales et physiques sont directement affectées par la composition chimique, la stabilité de la structure à haute température ou bien à basse température, ainsi que le degré de désordre dans les sites A, B et B' de la pérovskite de formule générale ABO_3 (simple pérovskite), $\text{A}_2\text{BB}'\text{O}_6$ (double pérovskite), $\text{A}_3\text{B}_2\text{B}'\text{O}_9$ (triple pérovskite).

Récemment, plusieurs recherches ont été focalisées sur l'étude du degré d'ordre-désordre notamment dans les sites B et B' tout en changeant la composition chimique ou bien par effet de la température par l'utilisation de la diffraction des rayons X, la spectroscopie Mössbauer, la spectroscopie Raman et les techniques d'analyse thermique.

Dans ce travail, nous présentons la synthèse de la solution solide type triple pérovskites $\text{Sr}_{3-x}\text{Ca}_x\text{Fe}_2\text{TeO}_9$ ($0 \leq x \leq 1$) par réaction à l'état solide. L'étude structurale, en utilisant la diffraction des rayons X, par la méthode Rietveld montre que cette solution solide cristallise dans un système quadratique avec le groupe d'espace $I4/m$, et la distribution des cations Fe^{+3} et Te^{+6} dans les sites B_{2a} et B'_{2b} du groupe d'espace $I4/m$ ainsi que le comportement paramagnétique et ferromagnétique sont évalués par la spectroscopie Mössbauer.

Références :

- [1] Y.-H. Huang, R.I. Dass, Z.-L. Xing, J.B. Goodenough, Double Perovskites as Anode Materials for Solid-Oxide Fuel Cells, *Science* 312 (2006) 254-257.
- [2] J.T.S. Irvine, A. Sauvet, Improved Oxidation of Hydrocarbons with New Electrodes in High Temperature Fuel Cells, *Fuel Cells*. 1 (2001) 205–210.
- [3] P.P. Boix, K. Nonomura, N. Mathews, S.G. Mhaisalkar, Current progress and future perspectives for organic/inorganic perovskite solar cells, *Mater. Today*. 17 (2014) 16–23.
- [4] R.F. Berger, J.B. Neaton, Design of Low Band Gap Double Perovskites from First Principles, (2012) 7.
- [5] M. Uehara, M. Yamada, Y. Kimishima, Physical properties of double perovskite compounds ALaVMoO_6 (A=Ca, Sr, Ba) a possible half-metallic antiferromagnetic system, *Solid State Commun.* 129 (2004) 385–388.
- [6] Z. Zhong, W. Ding, Y. Chen, X. Chen, Y. Zhu, N. Min, The ferroelectricity of perovskite-type oxides with alkylamine interlayer, *Appl. Phys. Lett.* 75 (1999) 1958.

Phosphates de type NASICON comme matériaux d'électrode pour batteries sodium-ion à haute densité d'énergie

Siham Difi^{1,2}, Ismael Saadoune^{2,3}, Rachid Hakkou^{2,3}, Kristina Edstrom⁴, Moulay Tahar Sougrati¹ et Pierre-Emmanuel Lippens¹

¹Institut Charles Gerhardt, Université de Montpellier, 34095 Montpellier cedex 5, France

²Chimie des Matériaux et de l'Environnement, Université Cadi Ayyad, BP 549 Marrakech, Maroc

³Materials Science and Nano-engineering Department, Université Mohammed VI Polytechnique, Lot 660-Hay Moulay, Rachid, Ben Guerir, Morocco

⁴Angstrom laboratory, Uppsala University. Box 538, SE-751 21, Uppsala, Suède

Les systèmes électrochimiques de stockage de l'énergie sont essentiels pour le développement des véhicules électriques, de l'électronique portable ou des énergies renouvelables. Les batteries Li-ion offrent actuellement la plus forte densité d'énergie mais la demande croissante et la répartition géographique inégale des ressources en lithium risquent à terme de limiter la production industrielle. Le sodium est plus abondant, mieux réparti et moins coûteux. Il pourrait constituer une solution alternative intéressante, en particulier pour les systèmes stationnaires. Toutefois, le développement des batteries Na-ion nécessite la recherche de nouveaux matériaux d'électrode comme les NASICON (Na super ionic conductors) qui possèdent une forte conductivité ionique et peuvent, dans certains cas, être utilisés comme anode ou cathode.

Dans cet exposé, nous présentons une étude des performances et des mécanismes réactionnels de deux familles : $\text{Na}_{1+x}\text{Fe}_x\text{Ti}_{2-x}(\text{PO}_4)_3/\text{C}$ et $\text{Na}_{1+x}\text{Fe}_x\text{Sn}_{2-x}(\text{PO}_4)_3/\text{C}$ avec $0 \leq x \leq 1$. Ces composites ont été synthétisés par voie solide suivie d'une pyrolyse avec le saccharose. Ils sont constitués de particules ayant une porosité élevée et enrobées par du carbone conférant à l'électrode une bonne conductivité ionique et électronique. La structure cristalline des particules est basée sur un enchaînement d'octaèdres MO_6 ($\text{M}=\text{Fe}, \text{Ti}, \text{Sn}$) et de tétraèdres PO_4 et leurs propriétés électrochimiques sont fortement liées à la nature de M. Les mécanismes réactionnels se produisant lors des cycles de charge-décharge ont été analysés en mode *operando* par diffraction des rayons X, spectroscopies Mössbauer du ^{57}Fe et de ^{119}Sn et spectroscopie d'absorption X. Pour les composites fer-titane, ces mécanismes sont essentiellement basés sur la diffusion des ions Na^+ dans les canaux des phases cristallisées avec changements d'état d'oxydation des métaux. Pour les composites fer-étain, les mécanismes sont plus complexes incluant insertion, conversion conduisant à la destruction des phases NASICON, puis formation d'alliages Na_xS

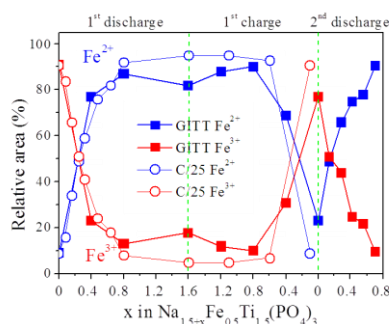


Fig. 1: Variations des surfaces relatives des sous-spectres Mössbauer du ^{57}Fe associés à Fe^{3+} et Fe^{2+} dans $\text{Na}_{1.5-x}\text{Fe}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}(\text{PO}_4)_3/\text{C}$ en fonction de la quantité, x , d'ions Na^+ insérés électrochimiquement à courant constant (C/25 : 1 Na^+ en 25 h) ou avec périodes de relaxation (GITT).

Remerciements

Les auteurs remercient Campus France (PHC Volubilis-Toubkal), l'institut de recherche IRESEN ainsi que le CNRS (France) et le CNRST (Maroc) pour leur soutien financier.

Posters

| | Communication | Page |
|-------------|--|-------------|
| P-1 | Etude structurale et magnétique des nanoparticules $Ni_{1-x}Cu_xFe_2O_4$ <i>Sara Tillaoui</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc | 27 |
| P-2 | Mössbauer spectra of single sheet iron (III)-(oxy)hydroxides and their related materials: evidence for structural imperfections <i>Mustapha Abdelmoula</i> , Université de Lorraine, France. | 28 |
| P-3 | Etude des ondes de spin dans les alliages amorphes $Fe_xRu_{90-x}Zr_{10}$ <i>Meriem Bouhbou</i> , Université Hassan II de Casablanca, Maroc. | 29 |
| P-4 | Etude structurale et magnétique de l'implantation du Fe dans le carbure de silicium ($6H-SiC$) par Spectrométrie Mössbauer <i>Abdeslem Fnidiki</i> , Université de Rouen, France. | 30 |
| P-5 | Etude par effet Mössbauer de ruban amorphe $Fe_{65}Gd_{15}B_{12}Si_8$ <i>Fatim Zahra Rachid</i> , Université Hassan II de Casablanca, Maroc | 31 |
| P-6 | La spectroscopie Mössbauer appliquée à l'étude des verres phosphate : nouveaux matériaux pour la vitrification des déchets nucléaires <i>Anouar Ettayk</i> , Université Hassan II Casablanca, Maroc | 32 |
| P-7 | Etude des propriétés structurales, magnétiques et l'analyse par effet Mössbauer des alliages nanocristallins $Fe_{88}Sm_9Mo_3/C$ <i>Zineb Yamkane</i> , Université Hassan II Casablanca Maroc | 33 |
| P-8 | Aimants permanents nanocomposites à base d'hexaferrite de strontium <i>Virginie Nachbaur</i> , Normandie Université, France | 34 |
| P-9 | Propriétés magnétiques, magnétocaloriques et étude par effet Mössbauer des alliages amorphes Fe-V-B-Si <i>Abderrahim Cherkaoui</i> , Université Hassan II Casablanca, Maroc. | 35 |
| P-10 | Capteurs thermiques à base de dérivés du thiourée du 4H-1,2,4-triazole <i>Houria Benaissa</i> , Université catholique de Louvain, Belgique. | 36 |
| P-11 | Propriétés magnétiques des nanoparticules à base de fer et spectroscopie Mössbauer : Approche numérique <i>Soukaina Eddahri</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc | 37 |
| P-12 | Mécanismes de vieillissement des anodes à base de $FeSn_2$ pour batteries Li-ion <i>Pierre-Emmanuel Lippens</i> , Université de Montpellier, France | 38 |
| P-13 | Effet de la substitution par des terres rares sur les propriétés structurales et magnétiques de ferrites de cobalt <i>Amira Cherif</i> , Université de Tunis El Manar, Tunisie | 39 |

| | | |
|-------------|--|----|
| P-14 | Synthèse et caractérisations structurales et magnétiques de nanoparticules d'oxydes de fer <i>Mohammed Ounacer</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc | 40 |
| P-15 | Effet du recuit sur les propriétés structurales et magnétiques du ruban $Fe_{72}Cr_8Si_8B_{12}$ <i>Abdelhamid El Boubekri</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal, Maroc | 41 |
| P-16 | Structural and Magnetic Properties of Nanosized strontium Hexaferrite Powders: Experimental and theoretical investigation <i>Omar Mounkachi</i> , Materials and nanomaterials center, MAScIR, Morocco | 42 |
| P-17 | Comparaison des mécanismes réactionnels de $NaSn_2(PO_4)_3/C$ en batteries Li-ion et Na-ion <i>Siham Difi</i> , Université de Montpellier, France, Université Cadi Ayyad, Maroc | 43 |
| P-18 | Hollow magnetic nanoparticles: experimental and numerical study <i>Fatima Sayed</i> , Université du Maine, France | 44 |
| P-19 | L'Effet de co-dopage en La sur les propriétés structurale, magnétique et électrique de céramique $Pb(Fe_{0.03}Ti_{0.97})O_3$ synthétisée par voie sol-gel <i>Lhaj El Hachemi Omari</i> , Université Hassan II, Casablanca, Maroc. | 45 |
| P-20 | Synthèse et caractérisation des composés $Bi_{1-x}Gd_xFeO_3$ <i>Taoufik El Bahraoui</i> , Université Mohammed V, Maroc | 46 |
| P-21 | Caractérisation du composé multiferroïque $Bi_2Fe_4O_9$ préparé par la technique sol-gel <i>Ayoub El-Bey</i> , Université Mohammed V, Maroc | 47 |
| P-22 | Effet de la composition chimique sur la stabilité de la structure apatitique $Na_{1-x}Pb_{1-x}Bi_xPb_3(PO_4)_3$ <i>Mohcine Jahid</i> , Université Hassan 1 ^{er} , Maroc | 48 |
| P-23 | Exploitation des mesures magnétiques dans l'étude de l'état de dégradation des sols agricoles, cas du périmètre irrigué de Béni-Amir, plaine de Tadla, Maroc <i>Hakima Oumenskou</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc | 49 |
| P-24 | Etude de la variation de la température d'incinération sur les caractéristiques minéralogiques et la susceptibilité magnétique des cendres de boue d'épuration <i>Mohamed Aadraoui</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc | 50 |
| P-25 | La susceptibilité magnétique du sol dans la partie Nord-Est de la plaine de Tadla <i>Widad Ennaji</i> , Université Sultan Moulay Slimane, Maroc | 51 |
| P-26 | Création et évolution des magnons dans les multicouches alliages CoFe/Cu <i>Nadia Ait Labyad</i> , Université Ibn Tofail, Maroc | 52 |
| P-27 | Les ions de terre rare pour l'amélioration du rendement de la conversion photovoltaïque <i>Saloua Belmokhtar</i> , Université Abdelmalek Essaâdi, Maroc | 53 |

Etude structurale et magnétique des nanoparticules $\text{Ni}_{1-x}\text{Cu}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$

S. Tillaoui¹, E. Agouriane¹, A. Essoumhi^{1,2}, A. Razouk¹, M. Sahlaoui¹,
B. F. O. Costa³, M. Sajjeddine¹

¹Laboratoire de Physique des Matériaux, FST, Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal, Maroc

²Laboratoire Interdisciplinaire de Recherche en Sciences et Techniques, FP, Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal, Maroc

³CFisUC, Physics Department, University of Coimbra, Rua Larga, 3004-516 Coimbra, Portugal

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de nanoparticules à base de fer, soient $\text{Ni}_{1-x}\text{Cu}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x=0, 0,25, 0,5, 0,75$ et 1), synthétisées par coprécipitation. Ces nanoparticules ont été calcinées sous air à une température de 1000°C .

L'étude des propriétés structurales et magnétiques est rendue possible en utilisant plusieurs techniques de caractérisation complémentaires à savoir :

- L'analyse thermique différentielle couplée à l'analyse thermogravimétrique, la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à balayage ;
- La spectrométrie Mössbauer en transmission sur ^{57}Fe à la température ambiante et les mesures magnétiques au VSM sous champ à différentes températures de mesure.

Les spectres de diffraction des rayons X ne font apparaître aucunes impuretés. Les échantillons calcinés à 1000°C cristallisent dans une structure cubique dans le système Fd-3m. Le paramètre de maille a et la taille des cristallites D ont été déterminés pour l'ensemble des échantillons.

L'analyse des spectres Mössbauer montrent que les atomes de fer se répartissent dans deux sites magnétiques différents (site-A et site-B), le champ hyperfin moyen mesuré pour ces nanoparticules montre une décroissance lorsque x augmente.

L'analyse des mesures magnétiques montrent que l'aimantation à saturation, l'aimantation rémanente et le champ coercitif diminuent lorsque la teneur en cuivre augmente ce qui est à relier au caractère diamagnétique du cuivre.

Mots Clés : Nanoparticules, ferrite, spinelle, coprécipitation, DRX, MEB, spectrométrie Mössbauer, mesures magnétiques.

Mössbauer spectra of single sheet iron (III)-(oxy)hydroxides and their related materials: evidence for structural imperfections

M. Abdelmoula¹, Z. Yin², L. Z. Huang², H. C. B. Hansen², C. Carteret¹, C. Ruby¹

(1) *Laboratoire de Chimie Physique et Microbiologie pour l'Environnement - LCPME UMR 7564 CNRS-Université de Lorraine, 405 rue de Vandoeuvre, 54600 Villers-lès-Nancy, France.*

(2) *Department of Plant and Environmental Sciences, University of Copenhagen, Thorvaldsenvej 40 DK-1871 Frederiksberg C, Denmark*

Deviations of the magnetic properties of iron oxides of small particles size (or poorly crystallized minerals) from those of their bulk counterparts lead to radical changes in the appearance of their Mössbauer spectra. In Mössbauer spectroscopy, the poor crystallinity is mainly reflected by superparamagnetic properties. As a consequence, the magnetic transition (sextet-doublet transition) occurs at much lower temperatures than in the well-crystallized case. Here, specific examples of poorly crystallized Fe(III) oxides and related minerals are presented and characterized by Mössbauer and Raman spectroscopy. Among these examples, we have focused on Single Sheet Iron oxides (SSI), a novel type of single sheet materials [1-2] synthesized by anion exchanging layered Green Rust chloride (GRCl) with dodecanoate, followed by solid state oxidation to form ferric double hydroxide and subsequently delaminated by dispersion in sodium hydroxide. Spectra of SSI were collected from room temperature to 9 K in order to distinguish unambiguously between SSI and other ferric oxides such as ferrihydrite, ferric green rust or feroxyhite. SSI at room temperature shows a paramagnetic behavior with hyperfine parameters similar to those of ferric GR and ferrihydrite. By comparing these spectra with those of the ferric oxides, one can see that the low temperature measurements eliminate all relaxation effects and temperature dependence is faster for the SSI than for the ferrihydrite. The magnetic ordering of SSI starts at 130 K, the corresponding spectrum displaying broad lines. A recent preliminary study on the ferric green rust seems to show a similar behavior with an analysis performed in the same temperature range as SSI but with a slightly slower magnetic transition temperature; the start of the relaxation effect occurs at 100 K for ferric GR against 130 K for SSI while the ferrihydrite starts to relax below 60 K. This Mössbauer study is coherent with Raman spectra obtained for the same materials and confirms that both poor crystallinity and the high degree of structural disorder followed the sequence: ferrihydrite > ferric GR > SSI.

References

- [1] L. Huang, L. Fang L, T. Hassenkam, K. Dalby, K. G. Scheckel and H. C. B. Hansen
Journal of Materials Chemistry A, 2013, 1(43): 13664-13671.
- [2] L. Fang, L. Huang, P. E. Holm, X. Yang, H. C. B. Hansen and D. Wang
Journal of Materials Chemistry A, 2015, 3(43): 7505-7512.

Etude des ondes de spin dans les alliages amorphes $\text{Fe}_x\text{Ru}_{90-x}\text{Zr}_{10}$

M. Bouhbou, A. Charkaoui, R. Moubah, A. Hassini et H. Lassri

*LPMMAT, Faculté des Sciences Ain Chock, Université Hassan II de Casablanca, B.P. 5366
Casablanca, Maroc.*

Les alliages amorphes $\text{Fe}_x\text{Ru}_{90-x}\text{Zr}_{10}$ ont été étudiés par spectroscopie Mössbauer et par magnétométrie. On a constaté que la substitution du Fe par le Ru conduit un changement des propriétés magnétiques en dégradant les interactions ferromagnétiques (FM) et en induisant des interactions antiferromagnétiques (AFM) dans le système, ce qui fait diminuer le champ hyperfin. La variation thermique du champ hyperfin pour $x = 90$ obéit à la loi de Bloch, ce qui nous a permis de déterminer la constante de la dureté d'échange des ondes de spin et la distance entre les plus proches voisins en atomes magnétiques.

Mots clés : Spectroscopie Mössbauer, champ hyperfin, théorie des ondes de spin, distance interatomique, constante d'échange.

Etude structurale et magnétique de l'implantation du Fe dans le carbure de silicium (6H-SiC) par Spectrométrie Mössbauer

A. Fnidiki¹, M. L. Diallo¹, L. Diallo¹, L. Lechevallier^{1,2}, F. Cuvilly¹, I. Blum¹, M. Viret³,
M. Marteau⁴, D. Eyidi⁴, A. Declémy⁴

1. Normandie Univ., INSA Rouen, UNIROUEN, CNRS, GPM, 76800 Rouen, France.

2. Département de GEII, Université de Cergy-Pontoise, rue d'Eragny, Neuville sur Oise, 95031 Cergy-Pontoise, France.

3. Service de Physique de l'Etat Condensé (DSM/IRAMIS/SPEC), UMR 3680 CNRS, Bât. 772, Orme des Merisiers, CEA Saclay, 91191 Gif sur Yvette, France.

4. Institut PPRIME, UPR 3346 CNRS, Université de Poitiers, ENSMA, SP2MI, téléport 2, 11 Bvd M. et P. Curie, 86962 Futuroscope, Chasseneuil, France.

L'implantation ionique de métaux de transition 3D dans des semiconducteurs à large bande est une voie prometteuse pour obtenir des semi-conducteurs magnétiques dilués (DMS) à haute température Curie T_C . Le SiC est reconnu comme un bon candidat DMS. De plus, l'implantation ionique est une voie standard de dopage dans l'industrie de la microélectronique et l'implantation avec du ^{57}Fe permet d'utiliser la spectroscopie de conversion Mössbauer (CEMS). Le but de l'étude est de comprendre l'ordre ferromagnétique apparaissant dans ces systèmes après recuit. Le spectre Mössbauer présenté ici a été ajusté avec la méthode de **Gunnlaugsson** [1]. Pour l'échantillon non recuit (spectre non représenté ici), la composante principale du spectre de Mössbauer qui apparaît est la composante de dommage dite Fd, résultant de l'endommagement du matériau provoqué durant l'implantation. Cette contribution tend à disparaître lorsque la température de recuit augmente. En plus de la fraction Fd, d'autres autres composantes Fe_i et F_s apparaissent respectivement, affectées à des sites interstitiels et substitutionnels (voir figure 1). On remarque que lorsque l'échantillon est recuit à cette température, on observe une contribution magnétique importante sur le spectre Mössbauer. Les aires résonnantes indiquent que 60% de la fraction Mössbauer est magnétique. Cette fraction importante est due aux atomes de Fe (ajusté avec un doublet) dilué dans la matrice SiC et à la présence de phase Fe₃Si.

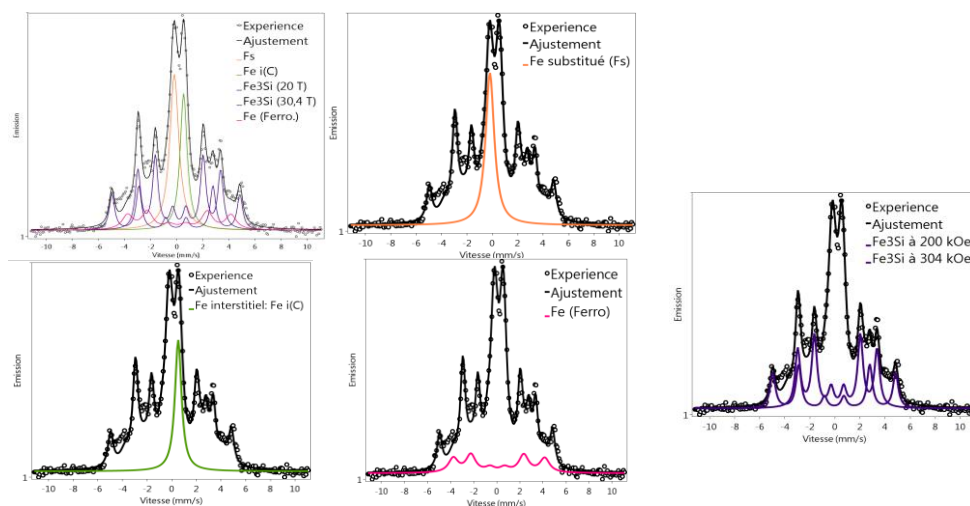


Figure 1 : Spectre Mössbauer de l'échantillon 6H-SiC implanté à 6% à 550°C recuit à 1300°C.

Référence

[1] H. P. Gunnlaugsson, K. Bharuth-Ram, M. Dietrich, M. Fanciulli, H. O. U. Fynbo, and G. Weyer, *Hyper. Interact.*, 169, 1–3 1319 (2006).

Etude par effet Mössbauer de ruban amorphe $\text{Fe}_{65}\text{Gd}_{15}\text{B}_{12}\text{Si}_8$

F.Z. Rachid¹, G. Alouhmy¹, Z. Yamkane¹, S. Elouahbi¹, S. Derkaoui¹, Y. Lghazi²,
I. Bimaghra², H. Lassri¹

¹*LPMMAT, Faculté des Sciences Aïn Chock, Université Hassan II de Casablanca, B.P.5366 Maârif,
Route d'El Jadida, km-8, Casablanca, Maroc*

²*Laboratoire de Bio-Géosciences et Ingénierie des Matériaux (LBGIM). Ecole normale supérieure de
Casablanca Université Hassan II, B.P. 50069 Ghandi Casablanca, Maroc*

Le ruban amorphe de $\text{Fe}_{65}\text{Gd}_{15}\text{B}_{12}\text{Si}_8$ a été étudié par spectrométrie Mössbauer dans une gamme de température comprise entre 4K et 300 K. L'échantillon présente une structure ferromagnétique colinéaire pour un faible champ magnétique appliqué témoignant d'un faible champ d'anisotropie magnétique locale. La variation de champ hyperfin en fonction de la température est bien décrite par la loi de Bloch en $T^{3/2}$. Nous avons pu extraire la constante des ondes de spin B, la constante de rigidité d'échange D et la distance entre les atomes magnétiques de fer les plus proches r_{ij} . La théorie du champ moyen a été utilisée pour décrire la variation du champ hyperfin en fonction de la température et pour calculer l'interaction d'échange Fe-Fe et la température de Curie.

Mots-clés : Spectrométrie de Mössbauer; Théorie des ondes de spin; Théorie des champs moyens.

La spectroscopie Mössbauer appliquée à l'étude des verres phosphate : nouveaux matériaux pour la vitrification des déchets nucléaires

A.Ettayk¹, E.H.Sayouty¹

¹Laboratoire de Physique des hautes énergies et de la matière condensée, Faculté des sciences Aïn Chock, université Hassan II Casablanca (Maroc).

Depuis l'apparition de l'énergie nucléaire, la gestion des déchets radioactifs est une préoccupation majeure, notamment pour ce qui est rejet des matières radioactives dans le milieu et les risques de contamination [1]. Du fait de leur propriétés remarquables, les verres à base de phosphate sont de plus en plus prisés et dont les applications ne cessent d'augmenter, parmi ces applications c'est la vitrification des déchets issues de l'industrie nucléaires.

Le travail présenté ici concerne l'étude de verres à base de phosphate par la spectroscopie Mössbauer, plusieurs échantillons ont été synthétisés à partir de mélange Stœchiométriques de Fe_2O_3 , Na_2O_3 et $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ traités thermiquement à des températures 300°C à 1100°C [2].

La spectroscopie Mössbauer constitue un outil particulièrement intéressant pour l'analyse de l'évolution de l'environnement local du fer dans différents composés étudiés sous l'action de la température et la concentration de l'oxyde Fe_2O_3 [3][4].

Références

- [1] D.E. Day, Z. Wu, C.S. Ray, P. Hrma, J. Non-Cryst. Solids 241 (1998) 1.
- [2] B. C. Sales and L. A. Boatner, "Physical and Chemical Characteristics of Lead-Iron Phosphate Nuclear Waste Glasses," Journal of Non-Crystalline Solids, Vol. 79, 1986, pp. 83-116. [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3093\(86\)90040-2](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3093(86)90040-2)
- [3] Y. Makhkhas and E.H. Sayouty "Chemical durability and characterization of the phosphate glasses containing iron, sodium and chromium" International Journal of Advances in Chemistry (IJAC) Vol.2, No.1, 23
- [4] J. Iseki, H. Higata, T. Yamanaka, Glass for sealing and sealing material which uses it, 2002 (Patent No. JP2002037644).

Etude des propriétés structurales, magnétiques et l'analyse par effet Mössbauer des alliages nanocristallins $\text{Fe}_{88}\text{Sm}_9\text{Mo}_3/\text{C}$

Z. Yamkane¹, F.Z Rachid¹, H. Lassri¹, A. Menai¹, S. Khazzan², N. Mliki², L. Bessais³

¹ LPMMAT, Université Hassan II – Ain Chock, Faculté des Sciences, B.P. 5366 Maarif, Casablanca, Maroc

² Laboratoire Matériaux Organisation et Propriétés, Faculté des Sciences de Tunis, Université de Tunis El Manar, 2092 Tunis, Tunisie

³ CMTR, ICMPE, UMR7182, CNRS Université Paris Est, 2-8 rue Henri Dunant, F-94320 Thiais, France

Les propriétés structurales et magnétiques des alliages nanocristallins $\text{Fe}_{88}\text{Sm}_9\text{Mo}_3$ et $\text{Fe}_{88}\text{Sm}_9\text{Mo}_3/\text{C}$ ont été étudiées par diffraction des rayons X couplée à des mesures magnétiques. La variation de l'aimantation en fonction du champ magnétique appliqué à l'approche de la saturation a été interprétée dans le cadre du modèle d'anisotropie magnétique aléatoire. L'insertion du carbone conduit à une diminution de l'aimantation et de la constante d'anisotropie magnétique local. Les arrangements atomiques sont plutôt complexes en raison de la distribution statistique de Mo. Pour l'analyse par effet Mössbauer, on tient compte de deux critères: (i) La solution la plus pertinente est celle qui utilise le plus petit nombre de sites magnétiques requis pour s'adapter aux spectres; (ii) l'affectation de l'ensemble de paramètres hyperfins d'un sextuplet sur son site cristallographique obéit à la relation entre le déplacement isomérique et le volume de la maille Wigner-Seitz (WS). Le volume de la maille WS a été calculés au moyen des domaines de Dirichlet et des polyèdres de coordination pour chaque famille cristallographique [1, 2]. Les valeurs de rayon qui ont été utilisées respectivement pour Sm, Fe, Mo sont 1,81, 1,26 et 1,39 Å. Le champ hyperfin moyen pour la phase $\text{Fe}_{88}\text{Sm}_9\text{Mo}_3$ et le déplacement isomérique moyen étaient respectivement de 21,5T et de 0,1 mm/s.

Références

- [1] S. Khazzan, N. Mliki, L. Bessais, C. Djega-Mariadassou, J. Magn. Mater. 322 (2010) 224.
- [2] L. Bessais, C. Djega-Mariadassou, Phys. Rev. B 63 (2001) 054412.

Aimants permanents nanocomposites à base d'hexaferrite de strontium

F. Ayadi¹, V. Nachbaur¹, S. Jouen¹, J.-M. Le Breton¹

¹*Groupe de Physique des Matériaux, Normandie Univ., UNIROUEN, INSA Rouen, CNRS, 76000 Rouen (France)*

Les aimants permanents surpuissants sont utilisés dans de nombreuses applications en électronique, et plus particulièrement pour celles qui requièrent de la miniaturisation. Bien que les aimants à base de terres rares soient les plus puissants des aimants permanents, les prix des terres rares fluctuants et la pression économique imposée par la Chine qui produit plus de 95% des terres rares mondiales implique une prise de conscience des pays occidentaux quant à leur dépendance à ces éléments. Ainsi, trouver des aimants alternatifs exempts de terres rares est devenu un défi technologique urgent.

Une voie possible pour développer des aimants permanents sans terres rares est l'étude et la fabrication de nanocomposites contenant une phase dure et une phase douce couplées par couplage d'échange [1, 2, 3]. Selon la théorie du couplage d'échange [1], il serait possible d'obtenir un nanocomposite contenant un matériau magnétique dur (forte anisotropie) et un matériau magnétique doux (forte aimantation) dans le but d'augmenter l'aimantation à saturation M_S et le produit énergétique $(BH)_{max}$, sans perdre la forte coercitivité. Le point clé pour atteindre un couplage d'échange effectif est de contrôler la taille de la phase douce de manière à ce qu'elle soit inférieure à deux fois l'épaisseur de la paroi de domaine de la phase dure [4].

Dans cette étude, des composites $SrFe_{12}O_{19}$ / Fe-Co ont été synthétisés par chimie douce. L'étude structurale par diffraction des rayons X, spectrométrie Mössbauer et la mesure des propriétés magnétiques, montrent que l'on a atteint un couplage d'échange entre les deux phases, et que l'augmentation du taux de Fe-Co dans le composite induit une augmentation à la fois de l'aimantation rémanente et de l'aimantation maximale comparées à celles de $SrFe_{12}O_{19}$ seule.

Références

- [1] E.F. Kneller and R Hawig, IEEE Transactions on Magnetism, 27, 3588 (1991)
- [2] T. Schrefl, R. Fischer, J. Fidler and H. Kronmüller, J. Appl. Phys., 76, 7053 (1994)
- [3] M. Pal, S. Bid, S.K. Pradhan, B.K. Nath, D. Das, D. Chakravorty, J. Magn. Magn. Mater., 269, 42 (2004)
- [4] R. Skomski and J. M. D. Coey, Phys. Rev. B., 48, 15812 (1993)

Propriétés magnétiques, magnétocaloriques et étude par effet Mössbauer des alliages amorphes Fe-V-B-Si

A. Cherkaoui¹, A. Boutahar^{1,2}, R. Moubah¹, L. Bessais³, H. Lassri¹, A. Hajjaji², M. El Mouden²

¹*LPMMAT, Université Hassan II-Casablanca, Faculté des Sciences Ain Chock, BP 5366, Mâarif - Casablanca, Morocco.*

²*Laboratoire des sciences de l'Ingénieur pour l'Energie (LabSIPE)
Ecole Nationale des Sciences Appliquées, Université Chouaib Doukkali d'El Jadida, BP1166, El Jadida, Plateau 24002. Morocco*

³*Université Paris Est, ICMPE, (UMR7182), CNRS-UPEC,
2/8 rue Henri Dunant, B.P. 28 F-94320 Thiais, France*

Les propriétés magnétiques des alliages amorphes $\text{Fe}_{80-x}\text{V}_x\text{B}_{12}\text{Si}_8$ ($x=8, 10$ and 13.7) ont été étudiées par magnétométrie et par effet de Mössbauer. En augmentant la teneur en V, les températures de cristallisation et de Curie augmentent linéairement, tandis que le moment magnétique par atome de fer et la variation de l'entropie magnétique diminuent. Une analyse des spectres Mössbauer montre que le champ hyperfin diminue avec l'augmentation de la concentration en V, ce qui est en bon accord avec le comportement du moment magnétique du fer.

Mots clés : Alliages amorphes, moment magnétique, effet Mössbauer, effet magnétocalorique.

Capteurs thermiques à base de dérivés du thiourée du 4H-1,2,4-triazole

Houria Benaissa,^a Ashta C. Ghosh,^a Marinela M. Dîrtu,^a Aurelian Rotaru,^b Yann Garcia^a

^a Institut de la Matière Condensée et des Nanosciences, Molécules, Solides et Réactivité (IMCN/MOST), Université catholique de Louvain, Place L. Pasteur 1, 1348 Louvain-la-Neuve, Belgique. Email : yann.garcia@uclouvain.be

^b Dep. of Electrical Engin. & Computer Sci., "Stefan cel Mare" Univ., Suceava, Roumanie.

La fabrication de nouvelles sondes de températures et de pression a attiré récemment beaucoup l'attention [1]. La famille des matériaux polymériques 1D de formule $[\text{Fe}(4\text{R-1,2,4-triazole})_3](\text{anion})_2$ présentant un phénomène de transition de spin (TS) thermochromes, apparaissent comme une source de candidats potentiels pour la réalisation de dispositifs électroniques, capteurs, etc. [1]. Nous présentons l'étude de complexes à base de dérivés du thiourée de 4H-1,2,4-triazole [2]. $[\text{Fe}(\text{Etutrz})_3](\text{ClO}_4)_2 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ (**1**) (Etutrz = 1-éthyl-3-(4H-1,2,4-triazol-4-yl)thiourée) de couleur mauve à 77K et blanc à 293 K, présente une TS abrupte à $T_c^\uparrow = 207$ K et $T_c^\downarrow = 204$ K, détectée par magnétométrie SQUID. L'étude par calorimétrie différentielle à balayage révèle une transition du premier ordre autour de 200 K, avec une variation d'entropie $\Delta S = 61,3 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Le spectre Mössbauer enregistré en mode de transmission à la température ambiante de composé (**1**) confirme une TS complète avec 100% de HS à 298 K ($\delta^{\text{HS}} = 1.04(1) \text{ mm/s}$, $\Delta E_Q = 2.86(2) \text{ mm/s}$) convertis en BS à 78K ($\delta^{\text{BS}} = 0.53(1) \text{ mm/s}$, $\Delta E_Q = 0.29(2) \text{ mm/s}$). Le composé (**2**) $[\text{Fe}(\text{Etutrz})_3](\text{BF}_4)_2 \cdot 2\text{MeOH}$ présente un comportement similaire avec une TS autour de $T_{1/2} = 225$ K, sans hystérèse (Fig. 1).

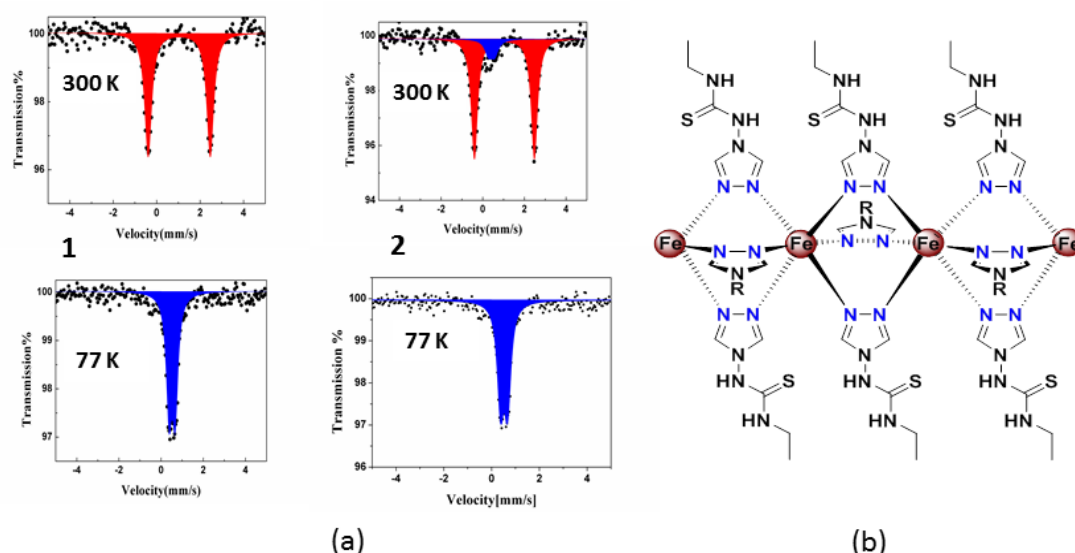


Fig. 1: (a) Spectres Mössbauer du ^{57}Fe de **1** et **2** à deux températures calibrés/ α -Fe. (b) Chaîne de Fe^{II} . Les contre-anions ont été omis.

Remerciements

Au GFSM pour l'aide attribuée à H. B. pour participer à GFSM 2017. A WBI-Académie Roumaine et WBI-Maroc, FNRS et WBI pour une bourse d'excellence attribuée à H. B.

Références

- [1] J. Linares, E. Codjovi, Y. Garcia, *Sensors* **2012**, *12*, 4479.
- [2] A. Bielenica *et al.*, *Lett. Drug. Discov.* **2016**, *12*, 263.

Propriétés magnétiques des nanoparticules à base de fer et spectroscopie Mössbauer : Approche numérique

S. Eddahri¹, M. Sahlaoui¹, A. Razouk^{1,2}, E. Agouriane¹, M. Sajieddine¹

¹ *Laboratoire de physique des Matériaux, Faculté des Sciences et Technique, Université Sultan Moulay Slimane, BP 523, 23000 Beni Mellal, Maroc*

² *Département de Physique, Faculté Polydisciplinaire, Université Sultan Moulay Slimane, BP 592, 23000 Beni Mellal, Maroc*

Nous avons réalisé une simulation des propriétés magnétiques des nanoparticules ferromagnétiques à base de fer qui peuvent être purement ferromagnétiques ou des nano-alliages à base de Fer de type (magnétique-Non magnétique). Cette simulation a été effectuée dans deux étapes. Le premier volet consiste à déterminer les propriétés magnétiques de ces nanoparticules à l'équilibre thermodynamique. Pour ce faire, nous avons retenu un modèle énergétique tenant compte des interactions d'échange et d'anisotropie magnétique. Il se base sur le modèle de spins classiques d'Heisenberg. La technique de simulation utilisée repose sur la méthode Monte Carlo basée sur l'algorithme de Metropolis. Cette méthode nous a permis de suivre l'évolution thermique des différentes grandeurs thermodynamiques telles que : l'énergie magnétique, l'aimantation, la chaleur spécifique et la susceptibilité magnétique pour différents types d'échantillons. Ainsi nous avons étudié les propriétés magnétiques des nanoparticules ferromagnétiques à base de fer en tenant compte de leur forme et de leur taille. Dans le deuxième volet, nous avons simulé les spectres Mössbauer par la superposition de fonctions lorentziennes. Nous y introduisons le champ hyperfin calculé dans chaque site du réseau à partir des résultats obtenus dans la première étape à base des paramètres caractéristiques du ⁵⁷Fe. Les spectres sont obtenus pour différentes températures de mesures. Ensuite la probabilité de la distribution du champ hyperfin est déterminée. Ceci permet de localiser les domaines magnétiques dans ces nanoparticules.

Mots clés : Magnétisme, nanoparticules, spectroscopie Mössbauer, simulation Monte Carlo, Modèle d'Heisenberg

Mécanismes de vieillissement des anodes à base de FeSn_2 pour batteries Li-ion

Mohamad Chamas¹, Abdelfattah Mahmoud^{2,3}, Junlei Tang^{1,4}, Moulay Tahar Sougrati^{2,5},
Pierre-Emmanuel Lippens^{2,5}

¹ School of Chemistry and Chemical Engineering, Southwest Petroleum University, Chengdu 610500, China

² Institut Charles Gerhardt, UMR 5253 CNRS, Université de Montpellier, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier cedex 5, France

³ LCIS/ GREENMAT, Institute of Chemistry B6, Liège University, Allée de la Chimie 3, B-4000 Liège, Belgium

⁴ Sichuan Provincial Key Laboratory of Oil /gas-field Applied Chemistry, Chengdu 610500, China

⁵ Réseau sur le Stockage Electrochimique de l'Energie (RS2E), FR 3459 CNRS, France

Les intermétalliques d'étain ont été proposés comme matériaux d'anode pour batteries Li-ion à forte densité d'énergie car leur capacité spécifique est bien supérieure à celle des anodes commerciales à base de carbone. Le mécanisme électrochimique est basé sur la transformation irréversible de FeSn_2 en un composite formé de nanoparticules de fer et de $\text{Li}_{3.5}\text{Sn}$ lors de la première lithiation, puis de réactions réversibles modifiant la composition de $\text{Li}_{3.5}\text{Sn}$, les particules de fer assurant la dispersion de ces particules à base d'étain [1].

Cependant, nous avons observé que l'électrode lithiée était instable dans le temps conduisant à l'autodécharge progressive de la batterie [2]. Ce phénomène de vieillissement a été caractérisé par spectrométrie Mössbauer du ^{57}Fe et de ^{119}Sn , par spectroscopie d'impédance et par mesures magnétiques (Figure 1). On montre que le composite $\text{Fe}/\text{Li}_{3.5}\text{Sn}$ se délithie progressivement au cours du temps conduisant à un composite faiblement lithié $\text{Fe}/\text{Li}_x\text{Sn}$ avec $x < 1$. Les nanoparticules de fer sont stables et ne réagissent pas avec Li_xSn . Les atomes de lithium libérés réagissent avec l'électrolyte et modifient la morphologie de la couche SEI (Surface Electrolyte Interphase) située à la surface des particules Li_xSn du composite.

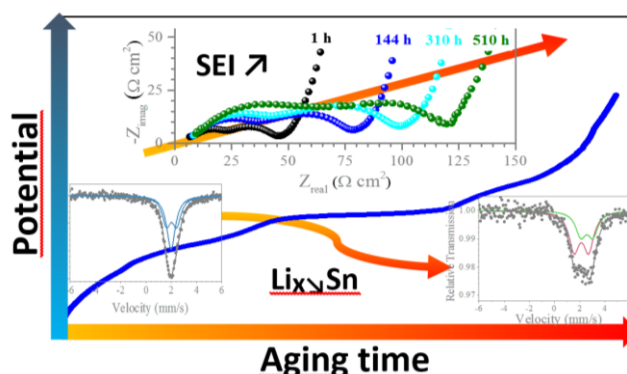


Figure 1. Illustration du phénomène de vieillissement de l'anode à base de FeSn_2 lithiée en fonction du temps, montrant l'augmentation de la tension aux bornes de la batterie, les évolutions des spectres Mössbauer et d'impédance.

[1] M. Chamas, M. T. Sougrati, C. Reibel, P.E. Lippens, Chem. Mater. 25, 2410 (2015).

[2] M. Chamas, A. Mahmoud, J. Tang, S. Panero, M. T. Sougrati, P. E. Lippens, J. Phys Chem. C 121, 217 (2017).

Effet de la substitution par des terres rares sur les propriétés structurales et magnétiques de ferrites de cobalt

Cherif A.^a, Saidani M.^a, Bessais L.^b, Hlil E.K.^c, Patout L.^d, Charai A.^d, Mliki N.^a

(a) *Université de Tunis El Manar, Laboratoire LR99ES17, Faculté des Sciences de Tunis, 2092, Tunisie*

(b) *Université Paris Est, ICMPE (UMR7182), CNRS-UPEC, F-94320 Thiais, France*

(c) *Université J Fourier, Inst Neel, CNRS, BP 166, F-38042 Grenoble, France*

(d) *Université Aix Marseille, Laboratoire IM2NP, UMR 7334, CNRS, Faculté des Sciences, Campus de St Jérôme, Case 142, F13397, Marseille cedex 20, France*

Les ferrites spinelles constituent une famille de composés particulièrement intéressante en raison de leurs remarquables propriétés magnétiques, électroniques, optiques et catalytiques... [1]. En effet, le contrôle de ces dernières dépend fortement de la méthode de synthèse, de la composition chimique et des paramètres microstructuraux [2]. Le dopage par des ions volumineux comme les ions lanthanides entraîne des modifications structurales importantes qui se répercutent sur les performances du matériau [1].

Suite à une étude menée dans notre laboratoire sur les ferrites de cobalt $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ ($x = 0; 0,2; \dots; 1,8$), nous avons choisi de doper l'échantillon $x = 1,4$ par 3 ions terre rare RE différents. Plusieurs composés de formule générale $\text{Co}_{1,4}\text{Fe}_{1,6-y}\text{RE}_y\text{O}_4$ où $\{y = 0; 0,1\}$ et $\text{RE} = (\text{La}; \text{Gd}; \text{Dy})$ ont été élaborés par voie solvothermale [4]. Les résultats préliminaires montrent un changement des propriétés magnétiques en fonction de RE. L'analyse des courbes ZFC-FC prouve que l'échantillon dopé avec La possède une température de blocage T_B d'environ 315 K, proche de la température ambiante, ce qui constitue un bon candidat pour la réfrigération magnétique basée sur l'effet magnétocalorique. Cependant, La^{3+} est diamagnétique et son effet sur T_B est inattendu par rapport aux autres ions. Dans le but de comprendre cette contradiction, une étude par spectroscopie Mössbauer s'avère nécessaire afin de déterminer la distribution cationique. Les spectres sans champ magnétique externe enregistrés à 300 K montrent l'existence des particules en état de relaxation pour les 4 échantillons, avec effectivement une variation de leurs concentrations respectives. De plus, les variations des paramètres hyperfins (le champ hyperfin, le déplacement isométrique) montrent qu'il y a une différence des distributions cationiques.

Références

[1] G. Dascalu, T. Popescu, M. Feder and O. F. Caltun; *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 333, (2013), 69-74.

[2] L. Avazpour, H. Shokrollahi, M. R. Toroghinejad and M. A. Zandi Khajeh; *Journal of Alloys and Compounds*, 662, (2016), 441-447.

[3] M. Saidani, W. Belkacem, A. Bezerghéanu, C.B. Cizmas and N. Mliki; *Journal of Alloys and Compounds*, 653, (2015), 513-522.

Synthèse et caractérisations structurales et magnétiques de nanoparticules d'oxydes de fer

M. Ounacer¹, A. Essoumhi^{1,2}, A. Razouk¹, M. Sahlaoui¹, E. Agouriane¹, Benilde F. O. Costa³,
M. Sajieddine¹

¹Laboratoire de Physique des Matériaux, FST, Université Sultan Moulay Slimane, 23000 Béni-Mellal, Maroc

²Laboratoire Interdisciplinaire de Recherche en Sciences et Techniques, FP, Université Sultan Moulay Slimane, 23000 Béni-Mellal, Maroc

³CFisUC, Physics Department, University of Coimbra, Rua Larga, 3004-516 Coimbra, Portugal

Les oxydes de fer sont des matériaux magnétiques qui possèdent des applications dans divers domaines à savoir la biomédecine, l'imagerie par résonance magnétique, l'enregistrement magnétique, etc. La synthèse de ces oxydes peut se faire par plusieurs méthodes telles que la méthode flash combustion, sol-gel, co-précipitation, broyage à haute énergie, etc.

Dans le cadre de ce travail, nous présentons l'étude des propriétés structurales et magnétiques de nanoparticules d'oxydes de fer élaborées par la méthode de co-précipitation. Après l'élaboration des matériaux, nous avons procédé à l'analyse thermique par ATD-ATG afin d'identifier les pertes de masses et les phénomènes thermiques qui leurs sont liés. Sur la base de ces résultats, les poudres ainsi obtenues ont été calcinées sous air pendant 2 heures à différentes températures. Pour leurs caractérisations, nous avons utilisé la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique en transmission (MET), la magnétométrie à échantillon vibrant (VSM) et la spectrométrie Mössbauer en transmission.

Les spectres DRX indiquent que l'échantillon brut correspond à la magnétite et sous l'effet du recuit on constate deux transitions de phases : de la magnétite à la maghémite pour $T = 250^\circ\text{C}$ et à l'hématite pour $T = 650^\circ\text{C}$. Notant que les tailles des cristallites estimées par la formule de Debye-Scherrer sont de l'ordre de 9 nm pour la magnétite, 12 nm pour la maghémite et 87 nm pour l'hématite. Ces valeurs sont en accord avec celles déduites des observations MET, ce qui suggère que la poudre est bien dispersée et que les grains sont majoritairement de formes sphériques.

Les cycles d'hystérésis montrent que l'aimantation à saturation (M_s) de la magnétite est très proche de celle de la maghémite aux deux températures de mesures (2 et 300 K). Par contre, l'hématite présente une aimantation à saturation très élevée. Par ailleurs, les spectres Mössbauer enregistrés à 300K ont permis de montrer les différentes transitions observées. Les ajustements de ces spectres ont permis de remonter aux différents paramètres hyperfins. Dans cette étude, le champ hyperfin moyen augmente avec la température de recuit ainsi que la taille des cristallites.

Références

- [1] F. Yazdani, M. Seddigh, J. Mat. Chem. Phys., 184 (2016) 318.
- [2] M. Golmohammad, F. Golestanifard, A. Mirhabibi, E.M. Kelder, J. Cerma. Inter, 42 (2016) 4370.
- [3] H. Shokrollahi, J. Magn. Magn. Mater., 426 (2017) 74.

Effet du recuit sur les propriétés structurales et magnétiques du ruban $\text{Fe}_{72}\text{Cr}_8\text{Si}_8\text{B}_{12}$

A. El Boubekri¹, A. Razouk¹, M. Sahlaoui¹, E. Agouriane¹, M.A. Valente², H. Lassri³, M. Sajieddine¹

¹*LPM, FST, Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal, Maroc*

²*IN and Physics Department, University of Aveiro, 3810-193 Aveiro, Portugal*

³*LPMMAT, Faculté des Sciences Ain Chock, Université Hassan II, Casablanca, Maroc*

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude des propriétés structurales et magnétiques de ruban amorphe $\text{Fe}_{72}\text{Cr}_8\text{Si}_8\text{B}_{12}$ recuit à différentes températures. Plusieurs techniques de caractérisation structurale et magnétique telles que la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage, la spectrométrie Mössbauer et les mesures magnétique au SQUID, ont été utilisées.

Lorsque la température de recuit augmente, les spectres de diffraction des rayons X changent de forme, le pic large disparaît à partir de $T_r = 500^\circ\text{C}$ et on assiste à l'apparition de pics fins signature de phases cristallines qui sont formées dans l'échantillon. L'analyse des spectres DRX montre l'existence des phases $\alpha\text{-Fe}$, $\alpha\text{-FeSi}$, Fe_2B et Fe_{23}B_6 , et l'augmentation de la taille des grains en fonction de la température de recuit. De leurs côtés les spectres Mössbauer enregistrés à la température ambiante montrent un changement de phase amorphe-polycristalline. L'analyse des spectres Mössbauer est rendu possible par la superposition de sextuplets, d'une distribution de champ et d'un doublet paramagnétique. Les valeurs des champs hyperfins déduites des calculs des spectres correspondent aux phases retrouvées par DRX et représentent 60% de l'aire total du spectre expérimental, soit 40% de la matière qui reste amorphe. Cette étude a été complétée par des mesures magnétiques au VSM.

Structural and Magnetic Properties of Nanosized strontium Hexaferrite Powders: Experimental and theoretical investigation

B. Abraime^{a, b}, M. Ait Tamer^d, A. Mahmoud^c, F. Boschini^c, A. Benyoussef^{a, b}, M. Hamedoun^a, Y. Xiao^d, A. El Kenz^b and O. Mounkachi^{a, *}

^a *Materials and nanomaterials center, MAScIR (Moroccan Foundation for Advanced Science, Innovation and Research), BP 10100, Rabat, Morocco.*

^b *LMPHE (URAC 12), Physics department, Faculty of Sciences, Mohammed V University, Rabat, Morocco.*

^c *GREENMAT, CESAM, Institute of Chemistry B6, University of Liege, 4000 Liège, Belgium.*

^d *Jülich Centre for Neutron Science JCNS and Peter Grünberg Institut PGI, JARA-FIT, Forschungszentrum Jülich GmbH, D-52425 Jülich, Germany.*

*Author to whom correspondence should be addressed, email:

o.mounkachi@mascir.com, o.mounkachi@gmail.com

Strontium M-type hexagonal ferrites were synthesized at different calcination temperatures (800 °C, 1000°C and 1100 °C) using sol-gel autocombustion method. Thermogravimetric analysis (TGA), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Mössbauer spectroscopy (MS) and superconducting quantum interference device magnetometer (SQUID) techniques were used to characterize crystal structure, phase composition, morphology and magnetic properties. TGA gives T=800 °C as beginning of suitable calcination. Hexaferrite structure of single phase is obtained according to XRD results for all samples with crystallite size between 28 nm and 35 nm. SEM images show the growth of grain size with increasing of annealing temperature. $(BH)_{max}$ is calculated based on SQUID results and shows an enhancement between T=800°C and T= 1000°C of 25%. The magnetic properties observed at low temperature are explained and confirmed by ab-initio calculations.

Comparaison des mécanismes réactionnels de $\text{NaSn}_2(\text{PO}_4)_3/\text{C}$ en batteries Li-ion et Na-ion

Siham Difi^{1,2}, Ismael Saadoune^{2,3}, Moulay Tahar Sougrati¹ et Pierre-Emmanuel Lippens¹

¹*Institut Charles Gerhardt, Université de Montpellier, 34095 Montpellier cedex 5, France*

²*Chimie des Matériaux et de l'Environnement, Université Cadi Ayyad, BP 549 Marrakech, Maroc*

³*Materials Science and Nano-engineering Department, Mohamed 6 Polytechnic University, Lot 660 – Hay Moulay Rachid, 43150 Benguerir, Morocco*

Différents dispositifs de stockage électrochimique de l'énergie se développent actuellement en fonction des applications. Ainsi, les batteries Li-ion sont particulièrement adaptées aux systèmes mobiles (transport, électronique portable) alors que les batteries Na-ion pourraient les remplacer pour des utilisations stationnaires (énergies renouvelables, réseaux électriques intelligents). En effet, si la technologie Li-ion est très avancée et offre les plus fortes densités d'énergie, la demande croissante en lithium associée à une répartition géographique inégale risque de limiter la production industrielle. Le sodium est plus abondant, mieux réparti et moins coûteux mais possède des performances électrochimiques moins intéressantes. Si ce dernier aspect n'est pas un obstacle pour les applications stationnaires, la technologie Na-ion en est toujours au stade de développement.

Ce travail concerne la recherche de nouveaux matériaux d'électrode qui pourraient s'adapter à ces deux technologies. Les phosphates de type NASICON (Na super ionic conductors) ont été sélectionnés car ils possèdent une forte conductivité ionique (lithium et sodium) et permettent de valoriser une ressource importante du Maroc. Il s'agit plus spécifiquement d'un composite formé de particules $\text{NaSn}_2(\text{PO}_4)_3$ enrobées de carbone pyrolytique (Figure 1), l'étain pouvant former des alliages riches en lithium ou sodium. L'objectif est ici de comparer les mécanismes électrochimiques de ce matériau utilisé comme anode dans des batteries Li-ion et Na-ion avec des électrolytes standards. Différentes techniques ont été utilisées pour la caractérisation du matériau et des mécanismes réactionnels dont la spectrométrie Mössbauer de ^{119}Sn .

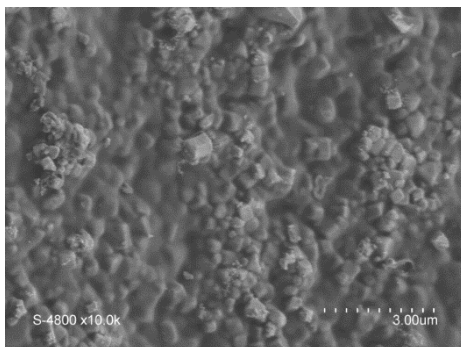


Figure 1 Photographie obtenue par microscopie électronique à balayage de $\text{NaSn}_2(\text{PO}_4)_3/\text{C}$

Remerciements

Les auteurs remercient Campus France (PHC Volubilis-Toubkal), le CNRS (France) et le CNRST (Maroc) pour leur soutien financier.

Hollow magnetic nanoparticles: experimental and numerical study

F. Sayed^{1,2}, N. Yaacoub¹, Y. Labaye¹, R. Sayed Hassan², F. El Haj Hassan², D. Peddis³,
J.M. Greneche¹

¹*Institut des Molécules et Matériaux du Mans (IMMM UMR CNRS 6283), Université du Maine, 72085
Le Mans, France*

²*MPLab, Lebanese University, Faculty of Sciences Section I, Beirut, Lebanon*

³*Istituto di Struttura della Materia, Area della Ricerca di Roma, CNR, Via Salaria km 29.500, CP 10-
00016 Monterotondo Stazione, Rome, Italy*
Email: fatima-sayed@hotmail.com

Our work is concerned in the study of structural and magnetic properties of hollow magnetic nanoparticles (HMNPs), shell and shell/shell. These HMNPs present enhanced surface effects resulting from the presence of both inner and outer surface layers. The experimental investigation combining magnetic measurements and ⁵⁷Fe Mössbauer spectrometry of such HMNPs has revealed a complex spin magnetic structure. Small HMNPs with ultrathin thickness show highly disordered magnetic structure and the corresponding in-field hyperfine structure can be described by means of 2 speromagnetic antiferromagnetically coupled, in addition to the significant exchange bias phenomenon. The in-field Mössbauer study of the effect of size and thickness of HMNPs shows that the spin disorder is strongly correlated to the surface to volume ratio. Those experimental magnetic behaviors were confirmed using Monte Carlo simulation. Indeed, after improving the numeric model, it is concluded that surface anisotropy K_s has a dominant role in the magnetic behavior of HMNPs and the value of critical K_s necessary to obtain radial (spike) configuration decreases as the size of HMNPs increases, keeping the same thickness. The numeric study for different sizes and shell thicknesses allows the effect of these parameters on the spin structure of HMNPs to be followed. Then, the experimental study extended to shell/shell HMNPs indicates that the spin disorder is enhanced in HMNPs with antiferromagnetic shell (NiO) in addition to larger exchange bias field. From those results, one can try to deduce the effect of spin disorder on the exchange bias phenomena in such system.

L'Effet de co-dopage en La sur les propriétés structural, magnétique et électrique de céramique $\text{Pb}(\text{Fe}_{0.03}\text{Ti}_{0.97})\text{O}_3$ synthétisée par voie sol-gel

L.H. Omari¹, M. Haddad², H. Lemziouka³

¹*LPMMAT, Faculté des Sciences Ain-Chock, Université Hassan II, Casablanca, Maroc*

²*LASMAR-URAC11, Faculté des Sciences - Université Moulay Ismail, Meknès, Maroc*

³*LPEDES, Faculté des Sciences Ain-Chock, Université Hassan II, Casablanca, Maroc*

Les céramiques poly-cristallines $\text{Pb}_{1-x}\text{La}_{2x/3}(\text{Fe}_{0.03}\text{Ti}_{0.97})\text{O}_3$ ($x = 0.12, 0.14, 0.18$ et 0.21) ont été synthétisées par voie sol-gel. Différentes techniques de caractérisation tels que: diffraction des rayons X (DRX), spectroscopie Raman, Infra-Rouge (IR), microscopie électronique à balayage, résonance paramagnétique électronique (RPE) and LCR-mètre (spectroscopie d'impédance) ont été utilisées pour étudier les propriétés structurale, magnétique et électrique de ces céramiques. Le co-dopage en Lanthane a contribué à la création de défauts structuraux dans le réseau cristallin des céramiques étudiées. Nous avons observé dans quelques spectres diélectriques l'existence de deux pics ; le premier est attribué à la transition ferroélectrique-paraélectrique et le deuxième est attribué à la transition ferromagnétique-paramagnétique ; ce qui indique un comportement magnétoélectrique de ces céramiques multiferroïques.

Synthèse et caractérisation des composés $\text{Bi}_{1-x}\text{Gd}_x\text{FeO}_3$

T. Slimani Tlemçani¹, T. El Bahraoui¹, M. Abd-Lefdil¹, M. Taibi², G. Schmerber³, A. Dinia³
et A. Belayachi¹

¹Université Mohammed V, Laboratoire de Physique des Matériaux, P. B. 1014, Rabat (Maroc)

²Université Mohammed V, LPCMIO, Ecole Normale Supérieure, Rabat (Maroc)

³IPCMS, CNRS-Université de Strasbourg, 23 rue du Loess, 67037 Strasbourg Cedex 2 (France).

Dans de ce travail, nous avons réussi à synthétiser par voie sol-gel des phases pures de $\text{Bi}_{1-x}\text{Gd}_x\text{FeO}_3$ ($0 \leq x \leq 0.20$) en vue d'étudier leurs propriétés structurales, thermiques, diélectriques, magnétiques et optiques.

Les composés $\text{Bi}_{1-x}\text{Gd}_x\text{FeO}_3$ ($x < 0.10$) cristallisent dans la même phase rhomboédrique de groupe d'espace $R3c$ (phase- α). L'analyse structurale par diffraction des rayons X a mis en évidence l'existence de deux transitions structurales entre phases cristallines en fonction du taux de dopage: une première transition $\alpha \rightarrow \beta$ (pseudo-cubique) à 10% et une deuxième transition $\beta \rightarrow \gamma$ (orthorhombique) pour $x \geq 0.15$.

Les mesures d'aimantation en fonction du champ magnétique à température ambiante, montrent que les propriétés magnétiques dépendent du taux de dopage et de la nature de la structure cristalline (α , β ou γ). L'interaction entre les deux cations de Fe^{3+} et Gd^{3+} domine le double-échange et impose un couplage antiferromagnétique relativement fort.

Ces composés multiferroïques possèdent d'autres types de transition magnétique et électrique à des températures supérieures à la température l'ambiante [1], il est particulièrement intéressant d'étudier l'impact des deux transitions structurales observées sur l'évolution de ces transitions à haute température.

Références

[1] A. Mukherjee, S. Basu, P.K. Manna, S.M. Yusuf, M. Pal, "Enhancement of multiferroic properties of nanocrystalline BiFeO_3 powder by Gd-doping", *Journal of Alloys and Compounds*, vol 598, pp 142–150, 2014.

Caractérisation du composé multiferroïque $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ préparé par la technique sol-gel

A. El-Bey¹, T. El Bahraoui¹, M. Taibi², M. Abd-Lefdil¹, A. Belayachi¹

¹Université Mohammed V, Laboratoire de Physique des Matériaux, P.B. 1014, Rabat (Maroc)

²Université Mohammed V, LPCMIO, Ecole Normale Supérieure, Rabat (Maroc)

Les matériaux qui combinent des propriétés ferroïques multiples, comme le ferromagnétisme, la ferroélectricité et la ferroélasticité, sont définis comme étant des composés multiferroïques. $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ est l'un des matériaux prometteurs qui a de nombreuses applications en tant que capteur de gaz à semi-conducteur [1-3] et comme catalyseur pour l'oxydation de l'ammoniac en oxyde d'azote qui est susceptible de remplacer les catalyseurs plus coûteux comme le : platine, le rhodium et le palladium. Ce matériau est actuellement utilisé pour la fabrication industrielle d'acide nitrique [4,5].

Le composé $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ a été synthétisé par la technique sol-gel et caractérisé par différentes techniques. L'analyse thermique a montré que le gel de $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$, passe de l'état amorphe à l'état cristallin à une température de transition égale à 665°C , la spectroscopie infrarouge nous a permis d'identifier les différentes liaisons entre les atomes. L'analyse structurale par diffraction des rayons X a montré que le composé $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ cristallise dans une structure orthorhombique avec un groupe d'espace Pbam avec une taille moyenne des particules de l'ordre de 60 nm. La morphologie de la poudre a été caractérisée par microscopie électronique à transmission (MET). Les propriétés électriques du composé synthétisé ont été étudiées par les mesures diélectriques en fonction de la fréquence à différentes températures.

Références

- [1] T. Liu, Y. Xu, and C. Zeng, "Synthesis of $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ via PVA sol-gel route", *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.*, vol. 176, no. 7, pp. 535–539, 2011.
- [2] G. Alvarez, J. Contreras, A. Conde-Gallardo, H. Montiel, and R. Zamorano, "Detection of para-antiferromagnetic transition in $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ powders by means of microwave absorption measurements", *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 348, pp. 17–21, 2013.
- [3] A. S. Poghossian, H. V. Abovian, P. B. Avakian, S. H. Mkrtchian, and V. M. Haroutunian, "Bismuth ferrites: New materials for semiconductor gas sensors", *Sensors Actuators B. Chem.*, vol. 4, no. 3–4, pp. 545–549, 1991.
- [4] Y. Liu and R. Zuo, "Morphology and optical absorption of $\text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9$ crystals via mineralizer-assisted hydrothermal synthesis," *Particuology*, vol. 11, no. 5, pp. 581–587, 2013.
- [5] N. I. Zakharchenko, "Catalytic Properties of the Fe_2O_3 – Bi_2O_3 System in Ammonia Oxidation to Nitrogen Oxides," *Kinet. Catal.*, vol. 43, no. 1, pp. 95–98, 2002.

Effet de la composition chimique sur la stabilité de la structure apatitique $\text{Na}_{1-x}\text{Pb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_3$

M. Jahid¹, Z. Hlimi¹, S. Louihi¹, Y. Tamraoui^{1,2} et B. Manoun^{1,2,*}

¹ *Laboratoire des Sciences des Matériaux, des Milieux et de la modélisation (LS3M), FP Khouribga, Université Hassan 1^{er}, Maroc*

² *Materials Science and Nano-engineering Department, Mohammed VI Polytechnic University, Ben Guerir, Morocco*

* E-mail: manounb@gmail.com

Les composés de formule générale $\text{ABB}'_3(\text{MO}_4)_3$ entre dans la case des structures apatitiques, dans cette structure généralement les cations A sont des cations monovalent ($\text{A} = \text{Na}^+, \text{K}^+, \text{Li}^+$) et les cations des sites B et B' sont des cations bivalent généralement on trouve le plomb, ce dernier assure la stabilité de la structure apatite mais ce cation peut être partiellement remplacé par d'autres cations tels que $\text{Ba}^{+2}, \text{Sr}^{+2}, \text{Ca}^{+2}, \text{Cd}^{+2} \dots$. Les cations M sont généralement $\text{V}^{+5}, \text{P}^{+5}$, ou $\text{As}^{+5} \dots$

Récemment des études de quelques propriétés structurale et catalytique sur de nombreuses solutions solides type apatite lacunaire à base de vanadate, phosphore ou d'arsénique [1-3] ont été menées par diffraction des rayons X, les spectroscopies Raman et infrarouge dans ces travaux. La structure adoptée par les apatites lacunaire est la structure hexagonale avec le groupe d'espace $\text{P6}_3/\text{m}$ [4].

Dans ce travail, nous présentons l'étude de la stabilité de la structure et les transitions de phase induite par la composition de la solution solide $\text{Na}_{1-x}\text{Pb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_3$ par la diffraction des rayons X et la spectroscopie Raman.

Mots-clés : $\text{Na}_{1-x}\text{Pb}_{1-x}\text{Bi}_x\text{Pb}_3\text{P}_3\text{O}_{12}$ ($0 \leq x \leq 1$), apatite lacunaire, diffraction des rayons X, spectroscopie Raman, transition de phase.

Références

- [1] M. Azrour, M. Azdouz, B. Manoun, R. Essehli, S. Benmokhtar, L. Bih, L. ElAmmari, A. Ezzahi, A. Ider, A. Ait Hou. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* (1199–1205) 72 (2011).
- [2] B. Manoun, M. Azdouz, M. Azrour, R. Essehli, S. Benmokhtar, L. El Ammari, A. Ezzahi, A. Ider, P. Lazor. (1–9) *Journal of Molecular Structure* 986 (2011).
- [3] M. Azdouz, B. Manoun, M. Azrour, L. Bih, L. El Ammari, S. Benmokhtar, P. Lazor. (258–266) *Journal of Molecular Structure* 963 (2010).
- [4] S. Lahrich, B. Manoun, M. A. Elmhammedi, Y. Tamraoui, F. Mirinioui, M. Azrour and P. Lazor. *Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* (2014).

Exploitation des mesures magnétiques dans l'étude de l'état de dégradation des sols agricoles, cas du périmètre irrigué de Béni-Amir, plaine de Tadla, Maroc

H. Oumenskou, M. El Baghdadi, A. Barakat, W. Ennaji, L. A. Karroum, M. Aadraoui.

*Laboratoire de Géo-ressources et Environnement, Faculté des Sciences et Techniques,
Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal.*

E-mail: hakimagarme@gmail.com

Les sols de périmètre irrigué de Béni-Amir ont été étudiés en vue de déterminer et d'estimer leur état de dégradation. L'étude a consisté à déterminer les mesures de quelques paramètres physiques de ces sols, tel que la susceptibilité magnétique des sols, cette étude est basée sur la comparaison des valeurs de susceptibilité magnétique et les concentrations en métaux lourds de ces sols. La susceptibilité magnétique a été mesurée à basse fréquence (χ_{lf}) et à haute fréquence (χ_{hf}) en utilisant un Bartington MS2. Dans la présente étude, les mesures de la susceptibilité magnétique et les concentrations en métaux lourds ont été faites sur 71 échantillons. Dans cette étude la susceptibilité magnétique à basse fréquence (χ_{lf}) varie de $47,16 \cdot 10^{-8}$ à $208,28 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3\text{kg}^{-1}$ avec une moyenne de $111,65 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3\text{kg}^{-1}$. Les cartes obtenues de la distribution spatiale des mesures de la susceptibilité magnétique montrent que les valeurs élevées de la susceptibilité magnétique sont enregistrées dans les zones les plus polluées en métaux lourds.

Les résultats obtenus dans cette étude se comparent favorablement avec les déterminations chimiques pour délimiter les zones les plus dégradées.

Mots clés : périmètre irrigué, sols agricole, susceptibilité magnétique, métaux lourds.

Etude de la variation de la température d'incinération sur les caractéristiques minéralogiques et la susceptibilité magnétique des cendres de boue d'épuration

M. Aadraoui^{1*}, M. El Baghdadi¹, J. Rais¹, A. Barakat¹, W. Ennaji¹, L.A. Karroum¹, H. Oumenskou¹, A. Ouigmane², S. Didi³, I. Karaoui⁴

1. *Laboratoire de Géosciences et Environnement, Faculté des sciences et techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni Mellal.*

2. *Laboratoire d'environnement et de valorisation des agro-ressources, Faculté des sciences et techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni Mellal.*

3. *Laboratoire d'Aménagement du Territoire, de l'Eau et de l'Environnement, Faculté des sciences et techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni Mellal.*

4. *Équipe de gestion et évaluation des ressources d'eau, Faculté des sciences et techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni Mellal.*

*E-mail: m.aadraoui@usms.ma; mohamedgat2012@gmail.com

Les déchets des boues d'épuration représentent un problème sérieux au niveau des stations de traitement. La quantité de boue d'épuration produite au Maroc par des stations de traitement des eaux usées (STEP) est autour de 320.000 tonnes par an. Les méthodes conventionnelles d'élimination des boues d'épuration sont le rejet au niveau des décharges publiques, l'incinération et l'application agricole. Les processus thermiques tels que l'incinération et la gazéification offrent de bonnes solutions pour le traitement de la boue d'épuration des STEP. Les traitements thermiques permettent l'oxydation de la matière organique et un résidu minéral (cendres) est obtenu, alors que les émissions gazeuses sont traitées pour empêcher la pollution atmosphérique.

Dans cette étude, l'incinération de la boue d'épuration a été effectuée dans un four électrique à 105 °C–950 °C. Il consiste à suivre les variations minéralogiques et magnétiques de la fraction minérale des boues d'épurations portées à des températures entre 105°C, 250°C, 550°C et 950°C. La détermination des phases minérales est faite par diffraction de rayon X et la fraction magnétique par le magnétomètre à double fréquence type Bartington MS3. Les résultats obtenus montrent l'apparition de plusieurs phases minéralogiques telles que la britholite, la merrillite, la calcite et l'andradite. La calcite est transformée en chaux. La susceptibilité magnétique montre une légère augmentation jusqu'à 400-500°C puis chute brutalement donnant un état paramagnétique.

Mots clés : cendre de boue d'épuration, susceptibilité magnétique, incinération et diffraction de rayon X

La susceptibilité magnétique du sol dans la partie Nord-Est de la plaine de Tadla

W. Ennaji^{1*}, A. Barakat¹, M. El Baghdadi¹, J. Rais¹, M. Aadraoui¹, L.A. Karroum¹,
H. Oumenskou¹, I. Karaoui²

¹Laboratoire de Géo-Ressources et Environnement, Faculté des Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal, Maroc

²Laboratoire de gestion et valorisation des ressources hydriques, Faculté des Sciences et Techniques, Université Sultan Moulay Slimane, Béni-Mellal, Maroc

* E-mail: widad.ennaji@gmail.com

Les minéraux magnétiques les plus importants dans les sols sont les oxydes de fer, tels que la magnétite et la maghémite (Mullins, 1977). Dans les sols non affectés par la pollution, la principale source des minéraux magnétiques est la matière mère à travers les processus de pédogénèse et d'autres processus de formation des sols. La susceptibilité magnétique du sol dépend de la forme, de la taille et de la concentration de ces minéraux, ainsi que de la méthode de mesure. Les études magnétiques de différents types de sols peuvent fournir des informations précieuses sur les conditions paléo-environnementales au moment de leur formation.

Cette étude nous a permis d'évaluer le contenu de la susceptibilité magnétique dans les sols de notre zone d'étude située dans la partie nord-est de la plaine de Tadla afin de caractériser et d'identifier ces sols. Chaque échantillon prélevé a été séparé en deux fractions par un tamis de maille de 2 mm. Les deux fractions ont fait l'objet de mesures de la susceptibilité magnétique à l'aide du susceptibilomètre Bartington à sonde MS2B créant un champ magnétique alternatif de l'ordre de 0.1μT à basse fréquence (0.47 kHz) et à haute fréquence (4.7 kHz), conduisant respectivement aux susceptibilités à basse fréquence χ_{bf} et haute fréquence χ_{hf} . La susceptibilité magnétique est calculée par l'équation (1) selon THOMPSON & OLDFIELD (1986).

$$\chi_{fd} (\%) = 100 * (\chi_{bf} - \chi_{hf}) / \chi_{bf} \cdot (1)$$

En général, sur la surface étendue dans notre zone d'étude, les valeurs de susceptibilité magnétique sont progressivement augmentées.

Mots clés : sol, partie nord-est de la plaine de Tadla, susceptibilité magnétique.

Création et évolution des magnons dans les multicouches alliages CoFe/Cu

N. Ait Labyad¹, A. Quachaou¹

¹Laboratoire de Physique de la Matière Condensée, Université Ibn Tofail, FSK, 14000 Kenitra (Maroc)

Dans ce travail nous étudions l'effet de l'alliage sur l'évolution et la stabilité des magnons créés dans le système en multicouches Co_{1-x}Fe_x/Cu. Cette étude est réalisée dans le cadre du modèle de Heisenberg permettant d'établir le spectre d'excitation ainsi que l'aimantation de ces magnons. Le hamiltonien de Heisenberg contient le terme de l'échange magnétique direct entre les premiers et les seconds voisins, l'anisotropie magnétocristalline, le terme de Zeeman et les anisotropies dipolaire et de surface. Le spectre d'excitation présente une structure avec deux sous-bandes, une correspond aux magnons créés en volume et l'autre à ceux créés en surface. L'existence d'un gap de création de ces magnons est également mise en évidence. Les durées de vie de ces magnons déduites de ces gaps sont en bon accord avec les résultats des études antérieures [1, 2, 3]. Une compétition entre les effets de l'interaction dipolaire et de l'anisotropie de surface est étudiée pour différentes valeurs de la concentration x . L'évolution thermique de l'aimantation par spin indique que le système passe par un crossover de dimensionnalité 3D-2D lorsque la température augmente. Les aimantations calculées et mesurées sont en bon accord [4].

Références

- [1] M. Mehdioui, A. Fahmi, H. Lassri, M. Fahoume, A. Qachaou, JMMM, 2014, 352, p: 107 [2] A. Fahmi, A. Qachaou, Physica B, 2009, 404, p: 2474–2480
- [3] H. Elmoussaoui, A. Fahmi, M. Fahoume, A. Qachaou, Physica E, 2014, 57, p: 149–154
- [4] I.L. Graff, A. Traverse, J. Geshev, S.R.Teixeira, L. Amaral, NIMB, 2007, 257, p: 424-427

Caractérisation structurale et optique de vitrocéramique à base de silice dopée ions de terre rare pour l'amélioration du rendement de la conversion photovoltaïque

Saloua Belmokhtar¹, Mariem El Ouafi¹, Adel Bouajaj¹, Mohammed Reda Britel¹

¹ *Laboratoire des Technologies Innovantes, LTI, Département de Génie industriel
ENSA – Tanger. Université Abdelmalek Essaâdi, Tanger, Maroc
belmoukhtar@ensat.ac.ma*

Les cellules solaires photovoltaïques qui dominent le marché actuel ont un rendement médiocre et un coût de production assez important ; le kilowattheure photovoltaïque coûte actuellement 5 fois plus cher que celui produit par un réacteur nucléaire. Du fait de nombreuses pertes, le rendement des cellules solaires est limité à environ 30%. Ces pertes proviennent principalement de l'inadéquation entre le spectre du rayonnement solaire incident et le spectre d'absorption de la cellule. Dans ce travail on s'intéresse aux pertes dues à un effet thermique des photons de haute énergie ($E > 1,12\text{eV}$, le band gap du silicium). Le mécanisme "down-conversion" est souvent exploité pour la modification du spectre solaire incident. Ce mécanisme permet de générer plusieurs photons à basse énergie à partir d'un photon plus énergétique.

Le couple ions terre rare étudié c'est $\text{Tb}^{3+}/\text{Yb}^{3+}$. Le transfert d'énergie entre ces ions permet de couper un photon de haute énergie ayant une longueur d'onde de l'ordre de 488 nm, en deux photons de basse énergie (980 nm).

Dans ce travail, nous avons étudié des guides d'ondes planaires en vitro-céramique et en verre à base de $70\text{SiO}_2\text{-}30\text{HfO}_2$ co-activés par des ions $\text{Tb}^{3+}/\text{Yb}^{3+}$ fabriqués par la voie sol gel. Différentes techniques de caractérisation structurales et optiques ont été utilisées. Le transfert d'énergie des ions Tb^{3+} à Yb^{3+} a été étudié en fonction du rapport molaire $\text{Tb}^{3+}/\text{Yb}^{3+}$ ainsi que de la concentration totale des ions de terres rares.

Références :

- [1] Hongzhou Lian, Zhiyao Hou, Mengmeng Shang, Dongling Geng, Yang Zhang, Jun Lin Energy 57 (2013) 270-283
- [2] Xiaomin Li, Fan Zhang, Dongyuan Zhao. Nano Today (2013) 8, 643-676
- [3] A. Boccolini, J. Marques-Huesoa, D. Chenb, Y. Wang, B.S. Richards. Solar Energy Materials & Solar Cells 122 (2014) 8-14
- [4] Sandip Das, Krishna C. Mandal. Materials Letters 66 (2012) 46-49

Participants aux 39^{èmes} journées du GFSM, Béni-Mellal 18-19 mai 2017

| NOM | Prénom | Université | Pays | E-mail |
|-------------|---------------|---------------------------------------|-------------|--------------------------------------|
| AADRAOUI | Mohamed | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | mohamedgat2012@gmail.com |
| ABDELMOULA | Mustapha | Univ. de Lorraine | France | mustapha.abdelmoula@univ-lorraine.fr |
| AGOURIANE | El Hocine | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | agouriane@yahoo.fr |
| AIT LABYAD | Nadia | Univ. Ibn Tofaïl | Maroc | n.aitlabyad012@gmail.com |
| ALLEG | Safia | Universite Badji Mokhtar | Algerie | safia_alleg@yahoo.fr |
| AYADI | Firas | GPM, Normandie Univ. | France | firas.ayadi@univ-rouen.fr |
| AZIAM | Hasna | Univ. Mohamed 6 P et Univ. Cadi Ayyad | Maroc | aziam.hasna@gmail.com |
| BARAKAT | Ahmed | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | a.barakat@usms.ma |
| BELAYACHI | Azzam | Univ. Mohamed V | Maroc | azzam.belayachi@gmail.com |
| BELMOKHTAR | Saloua | ENSA | Maroc | saloua.belmokhtar@gmail.com |
| BENAÏSSA | houria | Univ. Catholique de Louvain | Belgique | houria.benaïssa@uclouvain.be |
| BENYOUSSEF | Abdelilah | Univ. Mohamed V, MASCIR | Maroc | benyous.a@gmail.com |
| BESSAIS | Lotfi | Univ. Paris Est, ICMPE, CNRS-UPEC | France | bessais@icmpe.cnrs.fr |
| BOUAJAJ | Adel | ENSA Tanger | Maroc | dbouajaj@yahoo.fr |
| BOUHBOU | Meriem | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | meriem49boubou@gmail.com |
| CARVALHO | Maria Deus | Universidade Lisboa | Portugal | mdcarvalho@fc.ul.pt |
| CHAKIB | Houda | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | houda.chakib@yahoo.fr |
| CHARKAOUI | Abderrahim | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | cherki.abderrahim@gmail.com |
| CHERIF | Amira | Faculté des Sciences de Tunis | Tunisie | mirouammoura30@gmail.com |
| CHOUKRALLAH | Karim | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | karimchoukrallah@gmail.com |
| COSTA | Benilde | Univ. de Coimbra | Portugal | benilde@uc.pt |

| | | | | |
|-------------|----------------------|--|----------|-----------------------------------|
| DARFI | Salah | Univ. Chouaib Doukkali | Maroc | salah.darfi@yahoo.fr |
| DIFI | Siham | Institut Charles Gerhardt équipe AIME | France | siham.difi@gmail.com |
| DUBIEL | Stanislaw Mieczyslaw | AGH University of Science and Technology | Pologne | Stanislaw.Dubiel@fis.agh.edu.pl |
| DUTTINE | Mathieu | ICMCB-CNRS | France | mathieu.duttine@icmcb.cnrs.fr |
| ED-DAHRI | Soukaina | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | eddahri.soukaina@gmail.com |
| EL BOUBEKRI | Abdelhamid | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | elboubekri1989@gmail.com |
| EL OUAFI | Mariem | ENSA Tanger | Maroc | mariemelouafi@gmail.com |
| ELBAHRAOUI | Toufik | CRMEF | Maroc | elbahraoui2013@gmail.com |
| EL-BEY | Ayoub | Univ. Mohamed V | Maroc | elbeyayoub@gmail.com |
| ELHACHMI | Abdelhadi | Univ. Hassan I | Maroc | elhachmi.abdelhadi@gmail.com |
| ENNAJI | Widad | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | widad.ennaji@gmail.com |
| ESSOUMHI | Abdellatif | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | a.essoumhi@gmail.com |
| ETTAYK | Anouar | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | anouar.ettayk@gmail.com |
| ETTOUFI | Asmae | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | asmaeolienne@gmail.com |
| FAZOUAN | Nejma | Univ. Hassan II Mohammadia | Maroc | fazouan@yahoo.fr |
| FERREIRA | Liliana | Universidade Lisboa | Portugal | lferreira@fc.ul.pt |
| FNIDIKI | Abdeslem | GPM - Normandie Univ. | France | abdeslem.fnidiki@univ-rouen.fr |
| GARCIA | Yann | Univ. Catholique de Louvain | Belgique | yann.garcia@uclouvain.be |
| GRENECHE | Jean-Marc | Univ. du Maine | France | jean-marc.greneche@univ-lemans.fr |
| GRIMECH | Hassan | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | hassangrimech@gmail.com |
| IDRISSI | Oumaima | Univ. Mohamed V | Maroc | oumaima.idr@gmail.com |
| IHSANE | Zineb | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | zihsane3@gmail.com |
| ISSAOUI | Hajer | Faculté des Sciences | Tunisie | hajerissawui@yahoo.fr |
| JAHID | Mohcine | Univ. Hassan I | Maroc | mohcine.jahid@gmail.com |

| | | | | |
|------------------|-------------------|------------------------------|----------|---------------------------------|
| JOUEN | Samuel | GPM, Normandie Univ. | France | samuel.jouen@univ-rouen.fr |
| JUMAS | Jean-Claude | ICGM-AIME, Univ. Montpellier | France | jumas@univ-montp2.fr |
| JURASZEK | Jean | Univ. Rouen | France | jean.juraszek@univ-rouen.fr |
| KPANNIEU | Dan Baudouin Eude | Univ. de Lorraine | France | eude.kpannieu@univ-lorraine.fr |
| LAASSOULI | Abdelmajid | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | majid_lass@yahoo.fr |
| LAMSAKHAR | Nourelhouda | Univ. Mohamed V | Maroc | nourelhoudalamsakhar@gmail.com |
| LASSRI | Hassan | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | lassrih@hotmail.com |
| LGHAZI | Youssef | LBGIM ENS | Maroc | lghaziyou@gmail.com |
| LIBA | Ahmed | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | liba03@yahoo.fr |
| LIPPENS | Pierre-Emmanuel | Univ. de Montpellier | France | lippens@univ-montp2.fr |
| MARIANO | José | Universidade do Algarve | Portugal | jmariano@ualg.pt |
| MOUBAH | Reda | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | r.moubah@fsac.ac.ma |
| MOUNKACHI | Omar | MASCIR | Maroc | o.mounkachi@mascir.com |
| NACHBAUR | Virginie | GPM - Normandie Univ. | France | virginie.nachbaur@univ-rouen.fr |
| OLIVIER-FOURCADE | Josette | ICGM-AIME, Univ. Montpellier | France | jolivier@univ-montp2.fr |
| OMARI | Lhaj El Hachemi | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | bophysiq@gmail.com |
| OSHIO | Hiroki | University of Tsukuba | Japan | oshio@chem.tsukuba.ac.jp |
| OUFNI | Lhoucine | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | oufni@yahoo.com |
| OUMENSKOU | Hakima | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | hakimagarme@gmail.com |
| OUNACER | Mohamed | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | ounacer_mohamed@ymail.com |
| RABI | Bouchra | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | rabi.bouchra@gmail.com |
| RACHID | Fatim Zahra | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | rachidfatimzahra@yahoo.fr |
| RAIS | Jamila | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | j.rais@usms.ma |
| RAZOUK | Abdelati | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | razouk.abdelati@gmail.com |

| | | | | |
|----------------|--------------|--------------------------------------|---------|---------------------------------------|
| SABI | Noha | Univ. Cadi Ayyad / Univ. Mohammed VI | Maroc | sabinoha1992@gmil.com |
| SAHLAOUI | Mohammed | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | msahlaoui@yahoo.fr |
| SAJIEDDINE | Mohammed | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | sajieddinem@yahoo.fr |
| SALHI | Abderrahim | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | ab.salhi@gmail.com |
| SAYED | Fatima | Universite du Maine | France | fatima-sayed@hotmail.com |
| SOUGRATI | Moulay Tahar | CNRS-ICG Univ. Montpellier | France | moulay-tahar.sougrati@umontpellier.fr |
| SROUT | Mohammed | Univ. Cadi Ayyad | Maroc | srout.mohammed@gmail.com |
| STIEVANO | Lorenzo | Univ. de Montpellier | France | lorenzo.stievano@umontpellier.fr |
| THABET - MLIKI | Najeh | Univ. de Tunis El Manar | Tunisie | najeh.mliki@fst.utm.tn |
| TILLAOUI | Sara | Univ. Sultan Moulay Slimane | Maroc | sara.tillaoui@gmail.com |
| WATTIAUX | Alain | ICMCB-CNRS | France | alain.wattiaux@icmcb.cnrs.fr |
| YAMKANE | Zineb | Univ. Hassan II Casablanca | Maroc | zinebyamkane@yahoo.fr |
| ZAAROUR | Hamza | Univ. Mohamed V | Maroc | Hamza.zaarour@gmail.com |