ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
---

(19)

المملكة المغربية

المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية
---

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication :
MA 35571 B1

(51) Cl. internationale :
C04B 35/28

(43) Date de publication :
01.11.2014

---

(21) N° Dépôt :
35214

(22) Date de Dépôt :
13.09.2012

(71) Demandeur(s) :
MASCIR, RUE MOHAMED ELJAZOULI MADINAT ALIRFANE RABAT (MA)

(72) Inventeur(s) :
Abdelilah BENYOUSSEF ; Mohamed HAMEDOUN ; Fadwa HOUMMIRI ; Omar MOUNKACHI ; Mohamed BELAICHE ; Samir BRICHE

(74) Mandataire :
MOHAMED EL AMRANI

---

(54) Titre : **NOUVEAU PROCEDE DE FABRICATION DE FERRITES DE NICKEL A PARTIR DE PRECURSEURS A BASE DE MATIERE PREMIERE MAROCAINE**

(57) Abrégé : L'invention concerne un nouveau procédé combinant la chimie douce et la chimie du solide pour l'élaboration et la purification des poudres de ferrite de Nickel NiFe2O4 d'une part à partir de précurseurs non standard de qualité métallurgique et d'autre part l'élaboration se fait à basse température (900°) en un temps record (1 heure)

Abrégé :

L'invention concerne un nouveau procédé combinant la chimie douce et la chimie du solide pour l'élaboration et la purification des poudres de ferrite de Nickel $NiFe_2O_4$ d'une part à partir de précurseurs non standard de qualité métallurgique et d'autre part l'élaboration se fait à basse température (900°) en un temps record (1 heure) .

01 NOV 2014
35571

Domaine de l'invention

L'invention concerne un nouveau procédé combinant la chimie douce et la chimie du solide pour l'élaboration et la purification in-situ des poudres de ferrite de Nickel $NiFe_2O_4$ à 900°C pendant 1 heure, à partir de précurseurs non standard de qualité métallurgique (minerais marocains).

Etat de la technique

Le ferrite spinelle de Nickel $NiFe_2O_4$ présente des propriétés physiques et chimiques inhabituelles, plus particulièrement lorsque sa taille est réduite à l'échelle nano. Le procédé conventionnel de synthèse à l'état solide a été largement utilisé pour l'élaboration des ferrites de Nickel. Cependant il s'avère que cette technique présente de nombreux inconvénients, à savoir des températures de calcination très élevées, inhomogénéité du produit, problème de reproductibilité, mauvais contrôle de la stœchiométrie et une grande taille de cristallite. Toutes ces caractéristiques ont une forte influence sur les propriétés magnétiques de ferrite de Nickel. Pour surmonter ces inconvénients, de nombreuses techniques de synthèse ont été proposées dans la littérature comme une alternative pour préparer des nanoparticules de ferrite, telles que le procédé sol-gel [J.G. Lee, H.M. Lee, C.S. Kim, Y.G. Oh, J. Magn. Magn. Mater. 177 (1998) 181–182], la coprécipitation [V. Pillai, D. Shah, J. Magn. Magn. Mater. 163 (1996) 243–248], la mécanosynthèse [E. Manova, B. Kunev, D. Paneva, I. Mitov, L. Petrov, C. Estournes, C. D'Orleans, J.L. Rehspringer, M. Kurmoo, Chem. Mater. 16 (2004) 5689–5696], la microémulsion [M. Bellusci, S. Canepari, G. Ennas, A. La Barbera, F. Padella, A. Santini, A. Scano, L. Seralessandri, F. Varsano, J. Am. Ceram. Soc. 90 (2007) 3977–3983] et micro-ondes [I. Bilecka, I. Djerdj, M. Niederberger, Chem. Commun. 7 (2008) 886–888].

D'autre part, parmi les techniques de synthèse les plus économiques utilisées industriellement pour la production de ferrites de taille nanométrique en grande quantité, on trouve la précipitation chimique [W.C. Hsu, S.C. Chen, P.C. Kuo, C.T. Lie, W.S. Tsai, Mater. Sci. Eng. B 111 (2004) 142–149] et la synthèse solvothermale [R. Saez Puche, M.J. Torralvo

Fernandez, V. Blanco Gutierrez, R. Gomez, V. Marquina, M.L. Marquina, J.L. Perez Mazariego, R. Ridaura, Bol. Soc. Esp. Ceram. 47 (2008) 133–137]. En général, ces techniques offrent de nombreux avantages par rapport aux autres méthodes, telles que la simplicité de mise en œuvre, un taux de cristallinité très élevé et des températures de cristallisation relativement basses.

Toutes fois il existe une technique de synthèse simple et bas coût pour obtenir des oxydes complexes comme les ferrites spinelles [Y. Kan et al., Anisotropic grain growth of $Bi_4Ti_3O_{12}$ in molten salt fluxes. Mater. Res. Bull. 38 (2003) 567-576 *et* K. H. Yoon, Y. S. Cho, D. H. Lee, D. H. Kang, Powder characteristics of $Pb(Mg_{1/3}Nb_{1/3})O_3$ prepared by molten salt synthesis. J. Eur. Ceram. Soc. (1993)]. Elle est basée sur l'utilisation de sel avec un point de fusion bas et qui est soluble dans l'eau, tel que les chlorures, les nitrates et les sulfates alcalins. En effet ces oxydes sont normalement préparés par réaction à l'état solide à haute température, nécessaire à cause de la faible diffusion des anions et cations. La réaction en milieu sel fondu est une réaction qui a lieu à une interface solide-liquide où le sel fondu assure la solubilisation et le transport des espèces réactives. Elles sont plus rapides grâce aux faibles distances de diffusion ainsi qu'à la plus grande mobilité des oxydes dans la phase fondue. Ainsi, la température de préparation peut être abaissée et le temps de réaction raccourci. De plus, la synthèse en milieu sel fondu offre un contrôle de la taille et la morphologie des particules obtenues, ce qui n'est pas possible avec la méthode conventionnelle.

Le procédé habituel de fabrication de poudres de ferrite $NiFe_2O_4$ par réaction en milieu sel fondu à partir de réactifs standards (commerciales) est le suivant :

- les précurseurs sont mélangés sous forme de poudres, typiquement l'oxyde de fer Fe_2O_3, l'hydroxyde de nickel NiO et le sel (chlorures, sulfates ou carbonates alcalins). Celui-ci doit avoir un point de fusion bas à comparer à la température de formation du produit. De plus, le sel doit pouvoir être facilement éliminé une fois la réaction terminée afin de récupérer le produit pur. Il ne doit pas y avoir non plus de réaction entre le sel et les oxydes réactifs.

- Les poudres sont mélangées en considérant un rapport molaire Fe_2O_3/NiO voisin de 1, rapport qui correspond à la phase $NiFe_2O_4$. Le rapport massique r entre la masse des précurseurs et celui du sel est maintenu à la valeur de 1 : r = $\frac{m_{precurseurs}}{m_{sel}}$ = 1.
- On broie les poudres précurseurs et le sel pendant 2 heures et demi, moyennant un broyeur électrique à billes afin d'obtenir un mélange homogène.
- Le mélange réactif est mis dans un creuset en alumine, ensuite calciné à une température comprise entre 800°C et 1000°C pendant 1 à 6h jusqu'au terme de la transformation.
- La poudre calcinée formée est broyée, ensuite lavée à l'eau chaude afin de dissoudre le sel et ainsi libérer la poudre de ferrite.
- La poudre de ferrite est filtrée puis lavée à l'eau chaude avant d'être séchée à 80°C pendant plusieurs heures.

Problèmes posés

Les performances finales, plus particulièrement, les propriétés magnétiques (rémanence, coercitif et aimantation) de la matrice ferrite de Nickel, dépendent de la taille et la forme des particules, mais beaucoup plus de la pureté du produit final.

Or les précurseurs utilisés dans le cadre de ce travail, sont des réactifs non standards de qualité métallurgique qui présentent des pourcentages de pureté allant de 47 à 80 %. En effet les réactifs utilisés, contiennent des quantités importantes d'impureté, liées à la nature du procédé d'extraction utilisé et/ou à la composition du gisement exploité (Guemassa-Marrakech). Le résultat de l'analyse élémentaire par ICP (Inductively Coupled Plasma) est présenté dans le **tableau 1**. Il montre que les pourcentages massiques du fer et du nickel sont inférieurs aux pourcentages théoriques, ce qui implique une sous stœchiométrie dont il faut tenir compte.

Il est donc nécessaire de purifier les réactifs de départ afin d'obtenir un produit final pur, et dont les propriétés magnétiques lui sont propres. Toute fois il est très intéressant économiquement de purifier in situ le mélange des réactifs, afin de minimiser les étapes d'élaboration. Un inconvénient majeur dont est affecté le procédé de synthèse en milieu sel fondu est que les différentes étapes du procédé se produisent en milieu sec, avec une étape de broyage suivi d'un traitement thermique. Or il est difficile de faire un traitement de

purification du mélange de précurseurs sans passer par une étape de mise en solution indispensable pour éliminer les impuretés.

Dans la littérature de nombreuses études sur le traitement des déchets solides provenant des opérations de traitement des minéraux métalliques ou de l'affinage de certains métaux ont rapportés l'effet bénéfique de la soude sur l'élimination des impuretés métalliques.
Selon le rapport [Duan, S.Z., Qiao, Z.Y., 1990. Molten Salt Chemistry-Principle and Application, 1st ed. Metallurgical Industry Press, Beijing. (in Chinese)], l'hydroxyde de sodium en fusion est considéré comme un solvant ionisant au-dessus de 350 °C, dans laquelle les oxydes métalliques ont une solubilité élevée.
Wang, Xue et Chen [Wang Dong, Chu Jinglong, Li Jie, Qi Tao, Wang Weijing, Anti-caking in the production of titanium dioxide using low-grade titanium slag via the NaOH molten salt method Powder Technology 232 (2012) 99–105 *et* Tianyan Xue, Lina Wang, Tao Qi, Jinglong Chu, Jingkui Qu, Changhou Liu, Decomposition kinetics of titanium slag in sodium hydroxide system, Hydrometallurgy 95 (2009) 22–27] ont proposé une méthode de purification des déchets métallurgiques à basse teneur en titane, basée sur le traitement thermique des déchets en présence de la soude pour obtenir le titanate de sodium pur. Ce dernier est lavé à l'eau chauffée à 50°C ensuite dissout dans une solution de H_2SO_4 sous forme de sulfate de titanyl $TiOSO_4$. Enfin l'hydrolyse de $TiOSO_4$ a été effectuée par chauffage au reflux (pH = 0,3) à 105 ° C pendant 5 h pour conduire à la précipitation de H_2TiO_3 pur. Le dioxyde de titane est obtenu après calcination de H_2TiO_3 à haute température.

Donc, le but de l'invention est de procurer un procédé qui permet l'obtention d'une poudre de ferrite de Nickel, qui non seulement est intéressante du point de vue économique, mais fournit en outre, un produit pur dont les caractéristiques physico-chimique sont optimales.

D'autre part l'avantage de la présente invention est de fournir un procédé de fabrication économique et non toxique (respectueux à l'environnement) de poudre de ferrite de Nickel à partir de réactifs non standard de qualité métallurgique (minerais marocains).

Descriptif de l'invention

Le but précisé ci-dessus est atteint du fait que le procédé conforme à l'invention comporte essentiellement les opérations suivantes :

- Un approvisionnement en oxyde de fer ($Fe_{1,61}O_3$) et l'hydroxyde de nickel ($Ni_{0,47}(OH)_2$) sous forme de poudre, puis on fait le mélange des deux composés avec un rapport molaire n = $\frac{oxyde\ de\ fer}{hydroxyde\ de\ nickel} = 0{,}6$
- Le mélange obtenu a été broyé à l'aide d'un broyeur à billes en agate pendant 2 heures et demi de manière à avoir un mélange présentant un degré d'homogénéité élevé.
- Le mélange résultant a été porté à reflux dans une solution aqueuse de NaOH à 3 mole/l, pendant 2 à 4h afin de purifier le mélange.
- La poudre a été récupérée par filtration puis lavée à plusieurs reprises par de l'eau chaude déionisée, ensuite séchée à l'étuve.
- Le mélange pulvérulent a été mélangé à NaCl avec un rapport massique r = $\frac{m_{precurseurs}}{m_{NaCl}}$ = 1, puis broyé.
- Le mélange a été introduit dans une nacelle en alumine puis calciné dans un four à moufle à une température de 900°C pendant 1 heure, de manière à forme le ferrite de nickel.
- Le produit calciné a été récupéré sous forme d'agglomérat ensuite broyée de manière à obtenir une poudre très fine.
- Le solide a été ensuite lavé abondamment avec de l'eau chaude jusqu'à élimination de NaCl.
- Enfin la poudre lavée a été placée dans une étuve pour séchage

Selon l'invention l'étape de broyage, peut être constitué d'un broyage à sec ou comprendre un broyage en phase humide en présence d'éthanol, isopropanol ou acétone.

Le broyage à sec ou humide étant réalisé en présence d'éléments de broyage céramique, typiquement des billes en agate. En effet il est important que la distribution finale du mélange avant calcination soit homogène, avec la disparition totale des agrégats de particules.

Selon l'invention, le traitement à reflux du mélange entre 80 et 100°C pendant 2 à 4h, en présence d'une solution basique de NaOH à 3mole/l, permet de dissoudre sélectivement les impuretés piégées dans la matrice, et après élimination partielle de l'eau, typiquement par filtration, on obtient le produit de filtration pour séchage dans l'étuve.

Selon l'invention, le rapport massique r = $\frac{m_{precurseurs}}{m_{NaCl}}$ = 1 joue un rôle important dans le processus de la réaction en milieu liquide. En effet, il affecte la solubilité des réactifs dans le sel fondu, qui est à son tour affectent à la fois la vitesse de réaction et la morphologie des particules synthétisées. Selon des essais effectués au laboratoire, nous avons constatés que pour des valeurs de **r < 1**, la réaction devient incomplète et le risque de frittage augmente énormément. En effet une partie de Fe_2O_3 ne réagit pas du fait de l'insuffisance du sel. Cependant, plus le ratio **r** est supérieur à la valeur de 1, et plus la réaction devient lente, car la quantité du sel est très élevée ce qui ralentis la diffusion des réactifs

	Hydroxyde de Nickel	**Oxyde de Fer**
Al (%)	0,0093	0,37
As (%)	0,0172	0,0485
B (%)	0,0382	0,0069
Bi (%)	0,0103	0,0078
Ca (%)	0,0397	0,32
Cd (%)	0,0078	<0.000
Co (%)	0,55	<0.000
Fe (%)	0,0053	56,34
Mg (%)	3,07	0,27
Mn (%)	0,002	0,0444
Na (%)	0,43	0,0189
Ni (%)	30,08	3,92
Pb (%)	0,0736	0,38
Si (%)	0,15	0,42

Zn (%)	0,12	0,59
Cu (%)	0,0046	0,14
	$Ni_{0,47}(OH)_2$	**$Fe_{1,61}O_3$**

Tableau 1. Résultat de l'analyse élémentaire par ICP réalisé sur les réactifs utilisés.

fig.1 : Le comportement thermique sous air a été suivi par l'analyse thermogravimétrique en montée de température (de 20 à 1000°C à raison de 10°C/min) sur le mélange séché non calciné.

Le thermo-gramme présenté révèle une perte de masse globale de 20%. La courbe dérivée DTG, permet de déceler les étapes majeures de l'analyse thermique de l'échantillon.

Quatre pics ont été mis en évidence sur la courbe DTG, ils décrivent les quatre étapes majeures de la réaction en milieu sel fondu.

- De 20 à 100°C : perte de masse liée au départ des molécules de H_2O adsorbées à la surface des réactifs et du sel.
- De 100 à 400°C : perte de masse très significative centrée à 287°C, liée très probablement à la décomposition de l'hydroxyde de Nickel, qui se transforme en oxyde de Nickel NiO.
- De 400 à 700°C : départ de SO_3 qui est présent dans l'oxyde de fer en quantité non négligeable.
- De 700 à 950°C : perte de poids liée à la fusion de NaCl qui prend place à 800°C. D'après les données de la littérature, le NaCl fusionne à 800°C et se décompose aux alentours de 1460°C. Donc cette perte de poids, est due très probablement au débordement du liquide par le creuset de Pt utilisé pendant l'analyse, car la forme horizontale du creuset n'est pas adaptée à l'analyse des échantillons liquide.

Fig.2 : Le diffractogramme X obtenu à partir de la poudre de $NiFe_2O_4$ est bien caractéristique de la structure spinelle cubique avec le groupe spatial Fd3m (JCPDS 00-003-0875). On observe clairement les pics de diffraction à 2Θ = 18.45, 30.35, 35.77, 37.30, 43.39, 53.88, 57.42, 63.04, 71.46 et 74.74° correspondant respectivement aux plans (111), (220), (311),

(222), (400), (422), (511), (440), (620) et (533). D'autre part signalons qu'aucune raie parasite d'impureté n'a été observée.

Fig.3 : Il est possible d'appliquer la formule de Scherrer d = $\frac{0,9.\lambda}{\beta.cos\theta}$ sur les 8 réflexions les plus intenses (111), (220), (311), (222), (400), (422), (511) et (440) de $NiFe_2O_4$ afin de déterminer la taille des cristallites. La taille moyenne est estimée à 29 nm à cette température. Le paramètre de maille déduit de cette analyse est égale à 8,34 Å, est en accord avec les valeurs notées dans la littérature [S. Rajendran, V. Sitakara Rao "An anomalous behaviour in the phase stability of the system Fe_2O_3 and NiO" J. of Mat. Science, 29, p. 5673-5679, (1994) *et* A.A. Kamnev, M. Ristic "Fourier transform far infrared spectroscopic evidence for the formation of a nickel ferrite precursor in binary Ni(II)-Fe(III) hydroxides on coprecipitation" J. of Mol. Struct., 408/409, p. 301-304 (1997)]

Fig.4 : La spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (IRTF) a été utilisée pour contrôler la pureté du produit, en détectant les bandes de vibration dues aux ions présents dans les précurseurs de départ et non éliminés par le traitement basique et/ou thermique. Elle permet également de mettre en évidence la formation de la structure spinelle par la présence de bandes spécifiques à cette structure.

Le spectre IRTF de ferrite de nickel présente deux principales bandes d'absorption dans la gamme spectrale de 300 - 700 cm^{-1}. La première bande (v_1) est située à environ 408 cm^{-1} et la deuxième bande (v_2) est à environ 602 cm^{-1}. Ces deux bandes v_1 et v_2 de vibration correspondent respectivement aux vibrations intrinsèques aux réseaux octaédrique et tétraédrique dans la structure spinelle [R.K. Selvan, C.O. Augustin, L.B. Berchmans, R. Sarawathi, Mater. Res. Bull. 38 (2003) 41]. La large bande d'absorption située à 3400 cm^{-1} représente les vibrations d'élongation des molécules H_2O et groupements OH adsorbés à la surface des particules. Les bandes aux alentours de 1635, 987 et 895 cm^{-1} correspondent aux vibrations de déformation des molécules H_2O et groupements OH [Z. Huang, Y. Zhu, S. Wang, G. Yin, Cryst. Growth Des. 6 (2006) 1931].

Etude morphologique

Fig.5 : L'observation de la morphologie et l'évaluation relativement précise de la taille des particules nécessitent l'utilisation d'un Microscope Electronique en Transmission (MET). Les images MET de particules déposées sur une grille de carbone à partir de la suspension liquide optimisée de $NiFe_2O_4$. A partir de l'analyse de plusieurs images MET à faible grossissement, il a été déduit que la plupart des particules de $NiFe_2O_4$ ont un diamètre compris entre 23 et 50 nm. De plus, on aperçoit que ces nanoparticules sont agglomérées et se présentent sous forme de cristaux octaédrique caractéristique de la structure spinelle.

Fig.6 : Nous avons également analysé la composition de deux zones par spectrométrie dispersive en énergie (EDS ou EDX) dans le microscope MET. Le spectre montre bien la présence des éléments Ni, O et Fe en pourcentage proche de celui obtenu par le calcul théorique (**tableau 2**). Par ailleurs, la présence de cuivre vient du porte-échantillon, de la grille et du microscope. Le pic du carbone provient de la membrane présente sur la grille de cuivre et du dépôt de métallisation effectué lors de la préparation de l'échantillon.

Elément chimique	**% calculé**	**% expérimentale**
Ni	25	20
Fe	47,65	50
O	27,30	30

Tableau 2. Pourcentages calculés et expérimentales des éléments Ni, Fe et O contenus dans le ferrite de Nickel.

Fig.7 : Dans une optique d'étude des propriétés physiques des couches minces de ferrite de Nickel, en vue de les intégrer dans des dispositifs de microélectronique, nous avons déposé un film mince de $NiFe_2O_4$ à température ambiante, sur une plaque de verre (pyrex), par la technique de spin-coating à l'aide d'un appareil de MIKASA. La solution de dépôt a été préparée en dispersant des nanoparticules de ferrite de nickel dans l'isopropanol en utilisant une cuve ultrasons. Pour chaque dépôt, 200 µl de solution a été étalée sur le substrat à 1000 tours par minute pendant 2 secondes. Après chaque dépôt de film liquide, le solvant est évaporé lentement et une couche mince est formée à l'atmosphère ambiante. Ensuite la couche a été séchée à l'air pendant 2 min à 200 °C avant le dépôt ultérieur. Une procédure

multi-couche a été adoptée pour fixer l'épaisseur finale à environ 1 µm. La forme finale comprend 12 couches a été traitée thermiquement à 300 °C pendant 2h.

La topographie ainsi que la rugosité de surface des films ont été étudiée par Microscopie à Force Atomique AFM (Veeco Dimension Icon). L'analyse de l'échantillon a été effectuée en mode Tapping. L'image présentée sur la figure 7.a est une image en hauteur, ce type d'image donne une indication sur la topographie de surface. Elle montre ici que le dépôt est inhomogène en hauteur, puisque nous avons des zones plus sombres que d'autres. De plus les estimations de la rugosité dérivée des images AFM de ce film indiquent une valeur RMS inhomogène et relativement élevée d'environ 7-10 nm. Cette inhomogénéité est liée très probablement au processus d'élaboration du film mince qui nécessite des optimisations. L'image 7.b qui lui est associée, représente le déphasage entre l'aller et le retour de la pointe, elle donne des renseignements sur les hétérogénéités topographiques. L'analyse de cette image indique que notre dépôt est homogène en composition. D'autre part le microscope à force atomique a confirmé que les particules obtenues ont une taille nanométrique, par contre la distribution des particules est non uniforme avec des diamètres comprises entre 30 et 77 nm.

35571
01 NOV 2014

Revendications :

1. Procédé de fabrication poudre de ferrite de Nickel comprenant les étapes suivantes :
   - Le mélange de l'oxyde de fer et l'hydroxyde de nickel sous forme de poudre avec un rapport molaire n = $\frac{oxyde\ de\ fer}{hydroxyde\ de\ nickel} = 0{,}6$
   - Le broyage du mélange obtenu pendant deux heures et demi de manière à avoir un mélange présentant un degré d'homogénéité élevé.
   - Le mélange résultant a été porté à reflux entre 80 et 100°C dans une solution aqueuse de NaOH à 3 mole/l, pendant 2 à 4h afin de purifier le mélange.
   - La récupération de la poudre résultante par filtration puis lavage de ladite poudre à plusieurs reprises par de l'eau chaude déionisée
   - séchage de la poudre à l'étuve jusqu'à élimination de l'eau.
   - La poudre pulvérulente est mélangée à NaCl, puis l'ensemble est broyé.
   - L'introduction du mélange dans une nacelle en alumine puis il est calciné dans un four à moufle.
   - Le produit calciné est récupéré sous forme d'agglomérat ensuite broyé de manière à obtenir une poudre très fine de ferrite de Nickel.
   - Le solide est ensuite lavé abondamment avec de l'eau jusqu'à élimination totale de NaCl.
   - La poudre obtenue a été placé dans une étuve pour séchage.

2. Procédé de fabrication poudre de ferrite de Nickel selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** l'opération de broyage peut être à sec ou comprendre un broyage en phase humide en présence d'éthanol, isopropanol ou acétone. Le broyage à sec ou humide étant réalisé en présence d'éléments de broyage céramique, typiquement des billes en agate.

3. Procédé de fabrication poudre de ferrite de Nickel selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le traitement à reflux du mélange est en présence d'une solution basique de NaOH à 3 mol/l.

4. Procédé de fabrication poudre de ferrite de Nickel selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le traitement à reflux est réalisé entre 80 et 100°C pendant 2 à 4h.

5. Procédé de fabrication poudre de ferrite de Nickel selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le rapport massique r = $\frac{m_{precurseurs}}{m_{NaCl}}$ = 1.

6. Procédé de fabrication poudre de ferrite de Nickel selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la température de calcination est égale à 900°C.

7. Procédé de fabrication poudre de ferrite de Nickel selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la durée de calcination est égale à une heure.

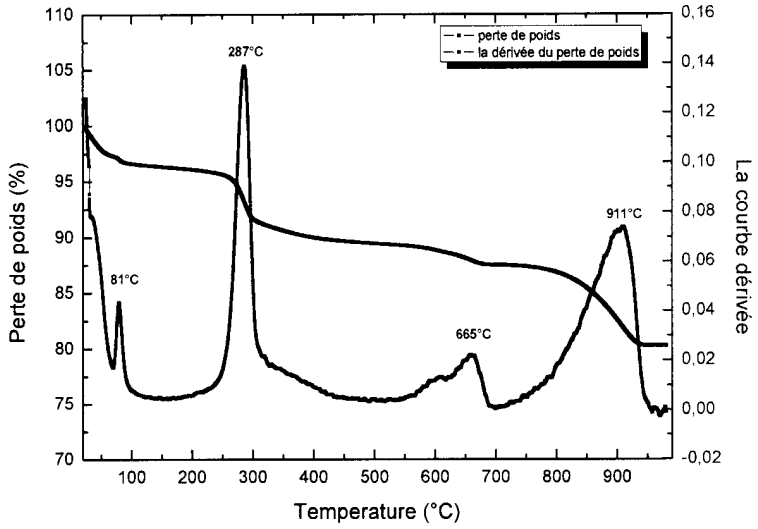

Fig 1. Courbes ATG et DTG du mélange séché non calciné.

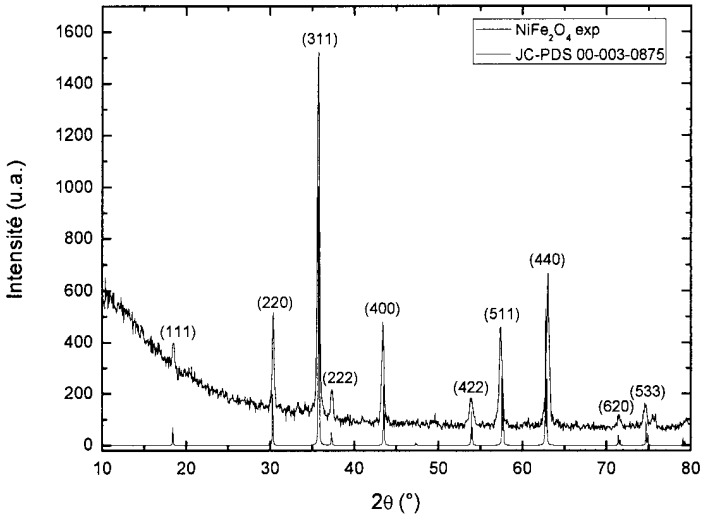

Fig 2. Diffractogramme X de la ferrite de nickel synthétisé à partir des précurseurs non standard fournit par MANAGEM. Les indices de Miller indexent les raies de la ferrite de nickel.

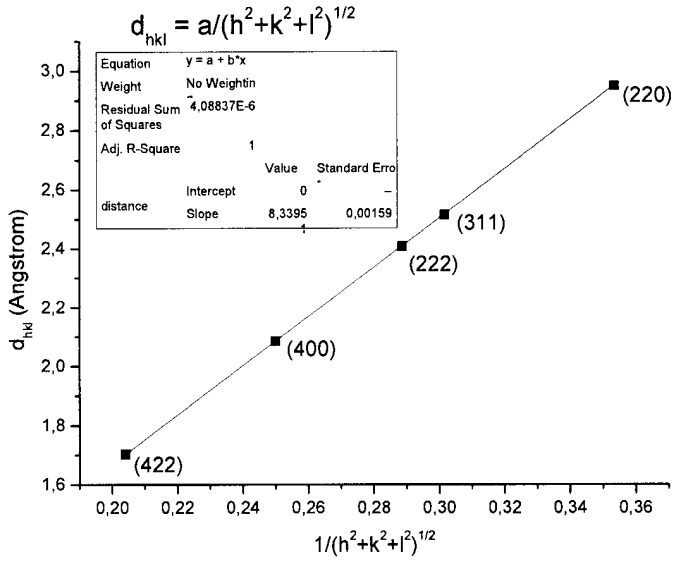

Fig 3. Distance inter-réticulaire d_{hkl} en fonction $(h^2+k^2+l^2)^{-1/2}$ des raies de diffraction de $NiFe_2O_4$.

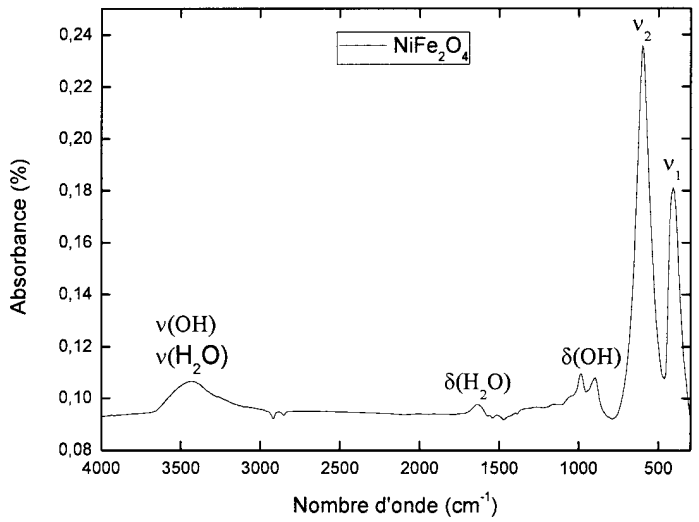

Fig 4. Spectre IRTF du ferrite de nickel synthétisé à partir des précurseurs non standard fournit par MANAGEM

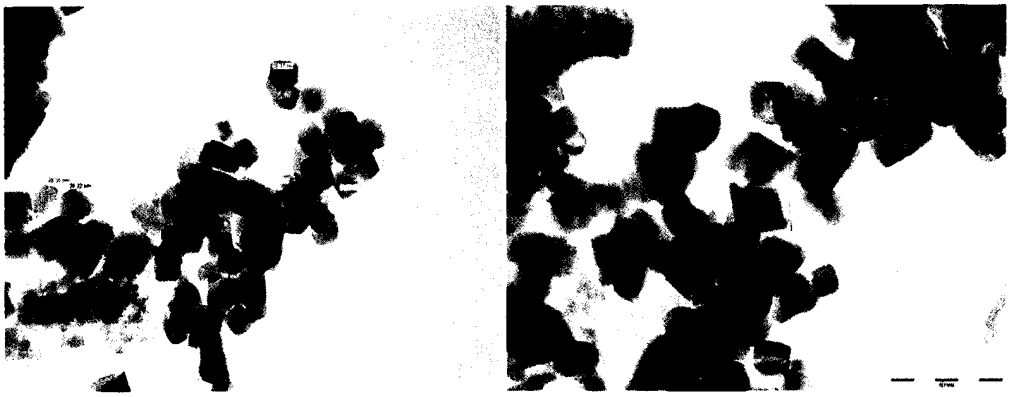

Fig 5. Images MET à faible grossissement de particules de ferrite de nickel synthétisé à partir des précurseurs non standard.

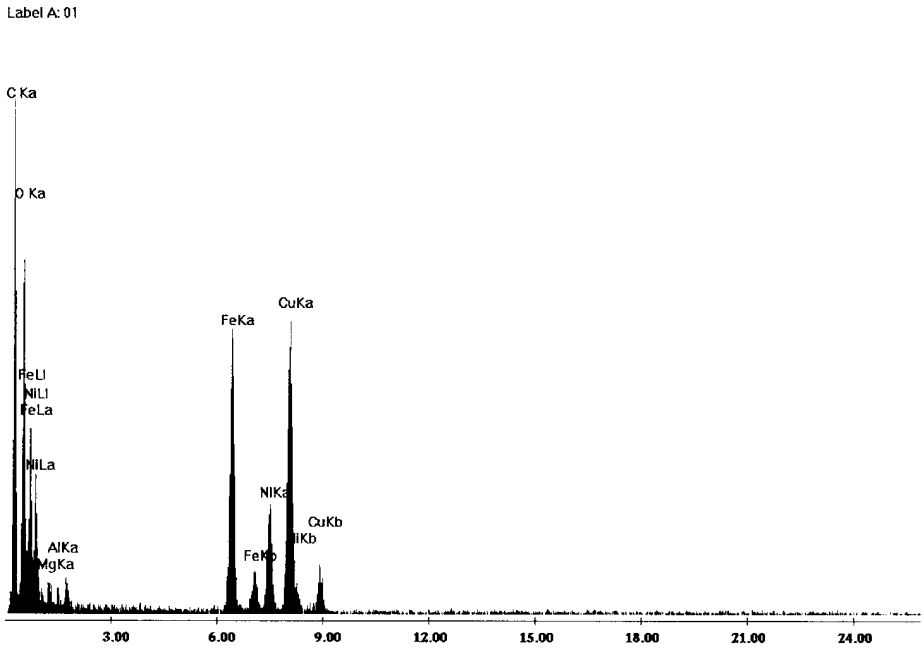

Fig 6. Spectre EDX de particules de ferrite de nickel synthétisé à partir des précurseurs non standard

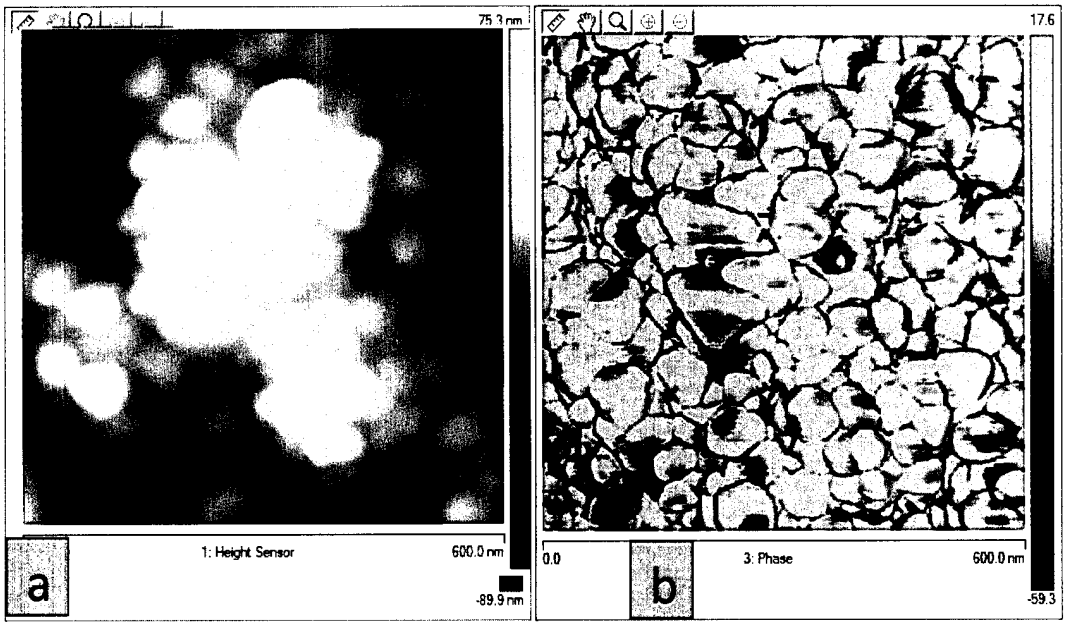

Fig 7. Images AFM du film mince de ferrite de nickel (a) en hauteur (b) du déphasage.