



## Avis de Soutenance

Monsieur Bilel HOSNI

Présentera ses travaux en soutenance

Co-tutelle avec l'université "Université de Tunis" (TUNISIE)

Soutenance prévue le **mardi 17 juillet 2018** à 9h30

Lieu : Avenue taha hussein Montfleury, 1008 Tunis, Tunisie  
salle A2

Titre des travaux : Élaboration par mécano synthèse d'alliages à base Ti-Fe: caractérisation de leurs propriétés de stockage électrochimique d'hydrogène

Ecole doctorale : SPIM - Sciences Physiques pour l'Ingénieur et Microtechniques

Section CNU : 33

Unité de recherche : Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne

Directeur de thèse : Nour-Eddine FENINECHE

Codirecteur de thèse : Omar EL KEDIM  HDR  NON HDR

Soutenance :  Publique  A huis clos

Membres du jury :

<u>Nom</u>	<u>Qualité</u>	<u>Etablissement</u>	<u>Rôle</u>
M. Nour-Eddine FENINECHE	Professeur des Universités	Université Bourgogne - Franche-Comté	Directeur de these
M. Joan Josep SUNYOL	Professeur des Universités	Université de Girona	Rapporteur
M. Mohamed Ali ZAIBI	Professeur des Universités	Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Tunis	Rapporteur
M. Omar ELKEDIM	Maître de Conférences	Université de technologie de Belfort-Montbéliard	CoDirecteur de these
M. Chokri KHALDI	Maître de Conférences	Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Tunis	CoDirecteur de these
M. Adnen MELLITI	Professeur des Universités	Université de Carthage	Examineur
M. Jilani LAMLOUMI	Professeur des Universités	Ecole Nationale Supérieure d'ingénieurs de Tunis	Examineur

## Résumé de la thèse (en français) :

L'hydrogène est la solution potentielle pour réussir la transition énergétique d'un système actuel basé en grande partie sur les combustibles fossiles vers un système non émetteur de gaz toxiques et respectueux de l'environnement. Cependant, le stockage de l'hydrogène est un grand défi qui freine son application pratique dans les différents domaines. Les hydrures métalliques permettent de stocker une grande quantité d'hydrogène de façon réversible dans de bonnes conditions (Température, pression, sécurité...) comparée aux autres modes de stockage (gazeux et liquide). En plus, ces mêmes matériaux sont utilisés comme électrode négative dans les batteries Nickel-Métal Hydrure. Dans la première partie de cette thèse, les alliages Ti-Fe ont été synthétisés par mécanosynthèse pour différents temps de broyage et différents rapports massiques billes/poudre. Afin d'optimiser les paramètres d'élaboration, ces alliages ont été caractérisés par différentes techniques telles que la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à balayage, la chronopotentiométrie, la chronoampérométrie et la voltamétrie cyclique. Dans une seconde partie, les alliages  $\text{TiFe}+4\%\text{MWNTs}$ ,  $\text{TiFe}_{0.95-x}\text{M}_x$ ,  $\text{TiFe}_{0.90}\text{M}_{0.10}$  et  $\text{TiFe}_{0.90}\text{Mn}_{0.05}\text{V}_{0.05}$  ( $x=0.05, 0.15$ ) (M : Mn ou V) ont été élaborés selon les paramètres optimaux déterminés précédemment. L'influence de l'additif Nanotubes de Carbone à multiparois (MWNTs), de la substitution partielle du Fe par Mn et/ou V et de l'excès de Titane sur les propriétés structurales, morphologiques et électrochimiques telles que l'activation, la capacité de décharge électrochimique, la réversibilité, la tenue au cyclage, le coefficient de diffusion ont ensuite été étudiés. Les propriétés redox des électrodes, le potentiel de Nernst et la densité du courant d'échange, ont été déterminés, en se basant sur la première loi de Stern et le modèle théorique de Bulter-Volmer. Les résultats électrochimiques obtenus montrent que l'alliage  $\text{TiFe}+4 \text{ wt.}\% \text{ MWNTs}$  présente les meilleures performances : une activation rapide (au 1er cycle) et une meilleure capacité maximale de décharge (266 mAh g<sup>-1</sup>) avec une réversibilité qui reste inchangée.

## Abstract (in English)

Hydrogen is the potential solution to make a success of the energy transition of a current system basically based on fossil fuels towards a system friendly to environment. However, the storage of hydrogen is a big challenge that hinders its practical application in different areas.. Metal hydrides can store a large amount of hydrogen reversibly under good conditions (temperature, pressure, safety ...) compared to other storage modes (gaseous and liquid). In addition, these same materials are used as negative electrode in Nickel-Metal Hydride batteries In the first part of this thesis, Ti-Fe alloys were synthesized using mechanical alloying (MA) under argon atmosphere at room temperature, with different ball to powder weight ratio and at different milling times. In order to determine the optimal parameters of the elaboration the metallic composite were investigated using different techniques such as X-ray diffraction, scanning electron microscopy (EDS support), chronopotentiometry, chronoamperometry and cyclic voltammetry, In the second part, the metallic compounds,  $\text{TiFe}+4\%\text{MWNTs}$ ,  $\text{TiFe}_{0.95-x}\text{M}_x$ ,  $\text{TiFe}_{0.90}\text{M}_{0.10}$  and  $\text{TiFe}_{0.90}\text{Mn}_{0.05}\text{V}_{0.05}$  ( $x=0.05, 0.15$ ) (M : Mn or V), which are used as the negative electrode material for Ni-MH secondary batteries, were synthesized by mechanical alloying according to optimal parameters, previously determined. The effect of MWNT addition, the Mn and/or V partial substitution for Fe and the excess of titanium on the structural, morphological and electrochemical parameters such as activation, electrochemical discharge capacity, reversibility, cycle life time and hydrogen diffusion coefficient were investigated. The redox properties of the electrodes such as the Nernst potential and the exchange current density were studied based on Stern's first law and the theoretical model of Bulter-Volmer. The electrochemical properties of studied samples show the best performance for  $\text{TiFe}+4\% \text{ MWNTs}$  alloy. Indeed, this alloy presents a rapid activation (1st cycle) and a best discharge capacity (266 mAhg<sup>-1</sup>) with a reversibility remaining unchanged