

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU

Facultés des Sciences
Département de Chimie



Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Physique

Mémoire de Master

Thème

*Détermination des impuretés dans le cuivre par spectrométrie
d'émission optique et leur influence sur la conductivité et la
résistivité éclectique*

Présenté par :

KHEDDOUCI Yacine

Soutenu publiquement, le 09/07/2023 devant le jury composé de :

BOURAHLA	Boualem	Professeur	UMMTO	Président
AIT MEDJBER	Farida	MC/B	UMMTO	Examinatrice
NAFA	Ouahiba	MC/A	UMMTO	Encadreur
ABEDLLAOUI	Hamida	Cadre technique	EI d'Azazga	Co-Encadreur

Session 2022-2023

Remerciements

Grâce tout d'abord à Dieu de m'avoir donné la santé, la volonté et la patience pour mener à terme la réalisation de ce mémoire de fin d'étude.

Je souhaite exprimer ma gratitude à ma promotrice, Madame NAFA Ouahiba maitre de conférences à L'UMMTO. Votre patience, votre expertise et vos conseils éclairés ont été essentiels à la réussite de ce projet. Vos commentaires constructifs et vos suggestions avisées m'ont permis de repousser mes limites académiques.

Un remerciement particulièrement à ma Co-promotrice madame ABDLLAOUI Hamida cadre technique au laboratoire de chimie de l'entreprise ELECTRO INDUSTRIES (EI) d'Azazga pour sa présence et son orientation au quotidien durant notre formation au sein de l'entreprise.

J'adresse ma reconnaissance et ma gratitude à Monsieur BELABBAS Ferhat cadre technique du laboratoire de physique de l'entreprise (EI) pour sa générosité, son temps et ses conseils si précieux.

Je tiens à remercier Monsieur Boualem BOURAHLA Professeur au département de physique de l'UMMTO de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance. Je remercie également Madame AIT MEDJBER Farida maitre de conférences au département de chimie d'avoir acceptée de prendre part au jury.

Mes remerciements s'adressent également à mes proches et mes amis, qui ont été présents à chaque étape de ce parcours académique. Votre soutien indéfectible et vos encouragements m'ont permis de surmonter les obstacles et de persévérer dans la réalisation de ce mémoire. Vos encouragements chaleureux ont été une source constante de motivation et de réconfort.

Dédicace

Je dédie ce mémoire

À ma mère

*Tu m'as donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir.
Tout ce que je peux t'offrir ne pourra exprimer l'amour et la reconnaissance
que je te porte.
En témoignage je t'offre ce modeste travail afin de te remercier pour tes
sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entourée.*

À mon père

*Je dédie cet événement marquant de ma vie à la mémoire de mon père disparu
très tôt.
J'espère que, du monde qui est sien maintenant, il apprécie cet humble geste
comme preuve de reconnaissance de la part d'un fils qui a toujours prié pour
le salut de son âme.
Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde !*

Yacine KHEDDOUCI

Liste des figures

<i>Figure I- 1 : Variation de la résistivité électrique en fonction du taux d'impuretés</i>	<i>9</i>
<i>Figure I- 2 : Effet de l'oxygène sur la conductivité électrique du cuivre Cu-ETP</i>	<i>10</i>
<i>Figure II. 1: Plaque en cuivre pour la fabrication de fils électriques.....</i>	<i>14</i>
<i>Figure II. 2: Représentation d'une Bobine électrique.....</i>	<i>15</i>
<i>Figure II. 3: Une électrode en cuivre avec deux buses plasma.....</i>	<i>16</i>
<i>Figure II. 4: La Fraiseuse.</i>	<i>17</i>
<i>Figure II. 5: La spectroscopie d'émission optique.....</i>	<i>18</i>
<i>Figure II. 6: Principe de l'absorption et de l'émission d'un photon</i>	<i>21</i>
<i>Figure II. 7: Les instruments de base pour la spectrométrie d'émission optique.....</i>	<i>21</i>
<i>Figure II. 8 : Conductimètre de Sigma-Scope.</i>	<i>25</i>

Liste des tableaux

<i>Tableau I. 1: Principales propriétés physiques du cuivre</i>	<i>5</i>
<i>Tableau I. 2: Principales propriétés chimiques du cuivre</i>	<i>5</i>
<i>Tableau I. 3: Formules chimiques et usages des composés de cuivre</i>	<i>7</i>
<i>Tableau I. 4: Normes européennes pour les différents types de cuivre industriel.....</i>	<i>12</i>
<i>Tableau III. 1: Comparaison des taux d'éléments chimiques dans la plaque de cuivre avec la norme demandée.</i>	<i>27</i>
<i>Tableau III. 2 : Comparaison du taux des éléments chimiques de l'électrode en cuivre (Cu-DLP) avec les normes européennes.....</i>	<i>28</i>
<i>Tableau III. 3 : Comparaison du taux des éléments chimiques obtenus de la buse de plasma (Cu-DLP) avec les normes européenne.....</i>	<i>28</i>
<i>Tableau III. 4: Valeurs de la conductivité électrique mesurées par courant de Foucault... </i>	<i>29</i>
<i>Tableau III. 5: Valeurs de la résistivité électrique calculées pour les échantillons étudiés. </i>	<i>30</i>

Sommaire

Sommaire

<i>Introduction générale</i>	1
------------------------------------	---

Chapitre I : Influence des impuretés sur les propriétés du cuivre

I.1 Propriétés du cuivre.....	4
I.1.1 Propriétés physiques du cuivre.....	4
I.1.2 Propriétés chimiques du cuivre.....	5
I.2 Utilisation et application du cuivre.....	6
I.3 Les différents types de cuivre	6
I.4 Influences des impuretés sur les propriétés électriques du cuivre	8
I.4.1 Influence des impuretés sur la résistivité électrique.....	8
I.4.2 Influence des impuretés sur la conductivité électrique.....	9
I.4.3 Influence de l'oxygène sur la conductivité électrique.....	10
I.5 Norme européenne de composition du cuivre.....	11

Chapitre II : Matériel et méthodes utilisées

II.1 Les échantillons de cuivre étudiés.....	14
II.1.1 Plaque en cuivre pour la fabrication des fils électriques.....	14
II.1.2 Une buse plasma avec une électrode en cuivre.....	15
II.2 Préparation des échantillons.....	16
II.2.1 La fraiseuse.....	16
II.2.2 La Polisseuse.....	17
II.2.3 Attaque chimique.....	17
1. L'acide nitrique (HNO ₃).....	17
2. L'acide sulfurique (H ₂ SO ₄).....	17
3. L'acide chlorhydrique (HCl).....	17
II.3 La spectrométrie d'émission optique.....	18
II.3.1 Avantages de la spectrométrie par émission optique.....	19
II.3.2 Principe de la spectrométrie d'émission optique.....	18
II.3.1 Avantages de la spectrométrie par émission optique.....	19
1. Analyse multi éléments.....	19
2. Sensibilité élevée.....	19
3. Large gamme d'applications.....	19

4. Rapidité et efficacité.....	19
5. Non destructif.....	19
II.3.3 Instrument de base de la spectrométrie d'émission optique.....	20
1. Source d'excitation.....	21
2. Optique d'excitation et optique de collection.....	22
3. Échantillon.....	23
4. Détecteur.....	23
5. Spectromètre.....	24
6. Système d'acquisition des données et logiciel d'analyse.....	24
II.4 Appareil de mesure de la conductivité électrique (SIGMASCOPE).....	25
II.4.1 Définition de l'appareil SIGMASCOPE.....	25
II.4.2 Fonctionnement de l'appareil SIGMASCOPE.....	25

Chapitre III : Détermination des impuretés et de la conductivité électrique dans le cuivre électrolyte

III.1 Détermination de la composition chimique du cuivre.....	27
III.1.1 Plaque en cuivre pour la fabrication de fils des bobines électriques.....	27
III.1.2 Electrode en cuivre.....	27
III.1.3 La buse plasma.....	28
III.2. Mesure de la conductivité et de la résistivité électrique.....	29
III.2.2 Calcul de la résistivité électrique.....	29
III.2.3 Discussion des résultats obtenus.....	30
 <i>Conclusion générale.....</i>	 33
 <i>Références bibliographiques et webographiques.....</i>	 36

Introduction générale

Introduction générale

Le cuivre est un élément chimique, largement utilisé dans de nombreux secteurs industriels, notamment dans l'industrie électrique et électronique [1], la construction, la bijouterie [2], la production de pièces automobiles et la production de monnaies. Cependant, la qualité du cuivre utilisé dans ces applications est essentielle, car les impuretés présentes dans le cuivre peuvent altérer ses propriétés. Parmi les propriétés les plus importantes de ce matériau, sa bonne conductivité électrique qui peut diminuer en présence d'autres éléments.

La caractérisation précise des impuretés présentes dans les matériaux joue un rôle crucial dans de nombreux domaines de la science et de l'ingénierie. Les impuretés peuvent avoir un impact significatif sur les propriétés physiques, chimiques et mécaniques d'un matériau, ce qui rend leur détermination essentielle pour garantir la qualité, la performance et la fiabilité des produits industriels. C'est pour cela, qu'il faut une analyse quantitative et qualitative de chaque matériau avant son utilisation d'où l'importance de la chimie analytique. Cette dernière a connu une importante évolution au cours des quatre dernières décennies du fait de développements instrumentaux majeurs [3], ce qu'a permis l'évolution de l'industrie [4]. Beaucoup de techniques sont apparues et font désormais l'objet d'une acceptation très large pour l'analyse de routine aux moyens systèmes commerciaux.

Parmi les techniques les plus usuelles pour analyser les constituants d'un matériau, figure la spectrométrie d'émission optique (SEO). Celle-ci est l'une des plus largement déployées dans les laboratoires dédiés à l'analyse chimique élémentaire pour déterminer les impuretés dans les matériaux [3]. Elle repose sur le principe fondamental de l'émission de lumière par les atomes ou les ions lorsqu'ils passent d'un état excité à un état énergétique inférieur. Cette émission de lumière, également appelée spectre d'émission, contient les informations caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon, ce qui permet leur identification et leur quantification [5].

Le but de ce projet de fin d'étude est d'évaluer la concentration des impuretés présentes dans le cuivre, en utilisant la spectrométrie d'émission optique, et voir leur influence sur quelques propriétés de ce matériau. Plus précisément, ce projet vise à déterminer les impuretés présentes dans deux échantillons de cuivre utilisés à l'entreprise Electro-Industries (EI) d'Azazga, et à étudier l'effet de ces impuretés sur la conductivité et la résistivité

Introduction générale

électrique. Ce projet permettra d'optimiser la qualité du cuivre à utiliser pour assurer un bon fonctionnement et un meilleur rendement. Les résultats obtenus pourront être appliqués dans l'industrie pour le contrôle qualité et la sélection des matériaux, ainsi que dans la recherche scientifique pour une meilleure compréhension des effets des impuretés sur les propriétés du cuivre.

Ce manuscrit est constitué de trois chapitres :

Le premier chapitre porte sur le cuivre et ses propriétés. On citera les principales impuretés qu'on peut trouver dans le cuivre, leurs influences sur ses propriétés et les normes européennes concernant le taux d'éléments dans le cuivre à ne pas dépasser.

Le deuxième chapitre est consacré aux matériels et méthodes utilisés. Il décrira en détail la méthodologie expérimentale utilisée pour préparer les échantillons, optimiser les paramètres d'analyse et effectuer les mesures. Ces mesures comprendront la spectrométrie d'émission optique (SEO) pour la détermination des impuretés, ainsi que d'autres appareils pour mesurer la conductivité et la résistivité du cuivre.

Le troisième chapitre présente les résultats obtenus et leurs discussions, lors de la validation de la méthode de spectrométrie d'émission optique, la détermination de la teneur en impuretés dans les échantillons de cuivre, la comparaison des résultats avec les spécifications réglementaires, l'analyse des sources d'erreurs et des incertitudes associées à la méthode.

Nous terminerons par une conclusion générale qui regroupera l'ensemble des résultats obtenus.

Chapitre I :
**Influence des impuretés sur les
propriétés du cuivre**

Introduction

Le cuivre est utilisé depuis des milliers d'années pour la fabrication d'objets décoratifs, de pièces de monnaie, de câbles électriques, de tuyaux et de nombreux autres produits est largement présent dans la nature sous forme de minerais tels que la chalcopryrite, la bornite et la malachite. Il est également présent dans de nombreux aliments, notamment les fruits de mer, les noix et les légumes verts. Le corps humain contient également du cuivre, qui joue un rôle important dans le maintien de la santé des os, de la peau et du système immunitaire [6,7].

Ce premier chapitre est un aperçu sur le cuivre en tant que matériau, en mettant en évidence ses propriétés physiques et chimiques, ainsi que ses utilisations courantes. On présentera les cuivres industriels non alliés et les défis liés à la présence et l'influence des impuretés sur leurs propriétés. On citera également les normes et les spécifications de pureté du cuivre dans différents secteurs industriels.

I.1 Propriétés du cuivre

Le cuivre est un élément chimique de symbole Cu et de numéro atomique 29 [6], il appartient au groupe (IB) de la classification périodique des éléments c'est un métal de transition rougeâtre. Sa structure cristalline est cubique à face centrées (CFC). Dans cette structure, chaque atome de cuivre est lié 12 atomes voisins, formant un réseau tridimensionnel de liaisons métalliques. Les atomes de cuivre dans ce réseau sont organisés en une structure cubique centrée sur les faces, dans laquelle chaque atome de cuivre est entouré d'un octaèdre de huit atomes voisins.

Chaque sommet du cube est partagé par huit unités de cellule, tandis que chaque face est partagée par deux unités de cellule. La maille de la cellule unitaire de la structure cristalline du cuivre mesure 0,3615 nm de côté [8]. Cette structure cubique est également partagée par d'autres métaux tels que l'argent, l'or et l'aluminium.

I.1.1 Propriétés physique du cuivre

Le cuivre est un métal réputé pour sa conductivité thermique et électrique exceptionnellement élevées [9,10]. De plus, il est résistant à la corrosion atmosphérique et marine, ce qui le rend un matériau durable. Sa malléabilité remarquable lui permet d'être facilement façonné, tandis que sa ductilité lui confère la capacité d'être étiré en fils fins sans se rompre. Bien que le cuivre soit relativement mou, il reste néanmoins tenace. Ces propriétés physiques font du cuivre un matériau précieux et polyvalent dans de nombreux domaines, de

l'électricité à la construction, le tableau ci-dessous met en évidence les propriétés physiques et les plus importantes.

Tableau I. 1: Principales propriétés physiques du cuivre (7) (11) (9).

Propriétés physiques	Valeurs
Masse atomique	63,546uma
Densité	8,96 g/cm ³
Point de fusion	1358,15 K
Point d'ébullition	2835,15 K
La résistivité électrique	$1,72 \times 10^{-8} \Omega \cdot m$
Conductivité thermique	401 W/ (m·K)
Conductivité électrique	$58,1 \times 10^6 \text{ S/m}$
Etat physique a température ambiante	Solide

I.1.2 Propriétés chimiques du cuivre

Le cuivre est un métal peu oxydable, sa couleur fonce à l'air par oxydation et noirci par sulfuration. Le sulfate de cuivre a le pouvoir de protéger les métaux de la corrosion. Il a un grand pouvoir sur la solvabilité des autres métaux, il permet à certains métaux comme le zinc de fondre en son contact. Sa propriété d'oxydation et de réduction a permis l'existence de la pile Daniel.

Les propriétés chimiques les plus importantes du cuivre sont représentées dans le tableau suivant

Tableau I. 2: Principales propriétés chimiques du cuivre (7) (11) (9).

Propriétés chimiques	Valeurs
Configuration électronique	[Ar] 3d ¹⁰ 4s ¹
État d'oxydation le plus courant	+1, +2
Rayon atomique	128 pm
Rayon ionique	77 pm (+1), 73 pm (+2)
Électronégativité	1,9 (échelle de Pauling)
Capacité thermique molaire	24,44 J/ (mol·K)
Coefficient de dilatation thermique	$16,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

I.2 Utilisation et application du Cuivre

Le cuivre est un métal largement utilisé dans de nombreuses industries en raison de ses propriétés physiques et chimiques. Il est rarement utilisé pur, sauf pour les conducteurs électriques et dans le cas où l'on souhaite une grande conductivité thermique. Les alliages de cuivre par contre, sont très largement utilisés dans de nombreuses applications. On cite dans cette partie ses utilisations les plus courantes [12].

1. **Électricité et électronique** : le cuivre est un excellent conducteur d'électricité et est utilisé dans les fils électriques, les câbles et les circuits imprimés. Les alliages de cuivre sont également utilisés dans les contacts électriques et les composants électroniques.
2. **Plomberie et automobile** : le cuivre est utilisé dans les tuyaux et les raccords de plomberie en raison de sa résistance à la corrosion et de sa longue durée de vie. Il est également utilisé dans les radiateurs, les freins et les systèmes de climatisation des voitures en raison de sa conductivité thermique et électrique.
3. **Construction et décoration**: le cuivre est utilisé pour les toits, les revêtements muraux et les gouttières. On le retrouve aussi dans les fabrications des objets d'art et des décorations en raison de sa couleur brillante et de sa bonne malléabilité.
4. **Alimentation et santé** : Le cuivre est utilisé dans les ustensiles de cuisine et les cuves de brassage de la bière en raison de ses propriétés antimicrobiennes. Il est aussi utilisé dans les instruments chirurgicaux et les implants en raison de ses propriétés antibactériennes.

Sa grande aptitude à la construction d'alliages dont les laitons et les bronzes sont les plus répandus, et ses remarquables propriétés anticorrosion lui confère des débouchés très importants dans l'industrie et le bâtiment [9].

Le cuivre est employé dans des pièces et matériels traditionnels jusqu'aux systèmes de haute technologie et les plus évolués.

Il convient de noter que le cuivre est un matériau recyclable à 100 %, ce qui en fait un choix durable pour de nombreuses utilisations [13].

I.3 Les différents types de cuivre

Le cuivre peut subir différentes réactions d'oxydation et se présenter sous différents états d'oxydation. Chaque état d'oxydation lui procure des propriétés spécifiques ce que lui permet ses multitudes utilisations dans différents domaines. Les niveaux d'oxydation du cuivre et les compositions correspondantes sont donnés le tableau suivant :

Tableau I. 3: Formules chimiques et usages des composés de cuivre [14,15].

Composé du cuivre	Formule chimique	Utilisation
Oxyde de cuivre(I)	Cu_2O	Pigment rouge utilisé en peinture et en céramique
Oxyde de cuivre(II)	CuO	Catalyseur et dans la production de semi-conducteurs
Sulfate de cuivre(I)	Cu_2SO_4	Catalyseur
Sulfate de cuivre(II)	CuSO_4	Fongicide et herbicide
Carbonate de cuivre(I)	Cu_2CO_3	Pigment vert utilisé en peinture
Carbonate de cuivre(II)	CuCO_3	Fongicide
Chlorure de cuivre(I)	CuCl	Catalyseur et dans la production de semi-conducteurs
Chlorure de cuivre(II)	CuCl_2	Fongicide
Nitrate de cuivre	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$	Catalyseur et engrais pour les plantes

Les cuivres industriels non alliés peuvent, en général, être classés en 4 grandes catégories qui sont d'après les normes européennes (norme française):

1. Cuivres contenant de l'oxygène (Cu-ETP1, Cu-ETP, Cu-FRHC) : ce type de cuivre est produit avec une quantité d'oxygène contrôlée : ils ont une conductivité électrique élevée. Des précautions particulières sont nécessaires lors du traitement thermique, du soudage ou du brasage dans des atmosphères contenant de l'hydrogène, afin d'éviter la fragilisation par l'hydrogène.
2. Cuivres exempts d'oxygène (Cu-OF1, Cu-OF, Cu-OFE) : sont fabriqués dans un environnement exempt d'oxygène sans utilisation de désoxydants : ils ont une conductivité électrique élevée. Ces cuivres peuvent être traités thermiquement, soudés ou brasés sans précautions particulières pour éviter la fragilisation par l'hydrogène.
3. Cuivres désoxydés (Cu-PHC, Cu-HCP, Cu-PHCE) : la fabrication de ce type est par l'adjonction d'une quantité contrôlée de désoxydant de préférence du phosphore, et contient une petite quantité contrôlée de désoxydant résiduel.
4. Cuivres argentifères (Cu-Ag0.04, Cu-Ag0,04 P, Cu-Ag0,04<OF>) : les cuivres contenant de l'oxygène, les cuivres exempts d'oxygène et les cuivres désoxydés peuvent être produits avec une adjonction d'argent, jusqu'à 0,12% (fraction massique).

L'effet de la teneur en argent est d'augmenter la résistance à l'amollissement sans gêner la conductivité électrique de manière significative.

I.4 Influences des impuretés sur les propriétés électriques du cuivre

Les impuretés, issues des matières premières et/ou ajoutées (oxygène) au cours du procédé d'élaboration, sont considérées comme un facteur déterminant de la qualité du cuivre industriel. La plupart des études antérieures ont conclu que la présence des impuretés influence sur la résistivité et la conductivité de cuivre.

Les impuretés les plus importantes mentionnées au cours de l'analyse sont Te, Se, Bi, Sb, As, Si, Pb, Fe, Ni, S et Ag, représentant une teneur totale d'éléments étrangers hors oxygène d'environ 65 ppm dans le cuivre industriel. Certaines d'entre elles (P, Fe et Si) sont dramatiques pour les propriétés électriques, ce qui impose d'en conserver une teneur très faible. D'autres, par contre, influent peu sur les propriétés électriques mais sont déterminantes pour les propriétés mécaniques du fil : c'est le cas du soufre et du plomb, qui dégradent l'allongement à rupture à partir de 5 ppm et de 1 ppm respectivement [9].

I.4.1 Influence des impuretés sur la résistivité électrique

Les impuretés peuvent également avoir une influence significative sur la résistivité électrique d'un matériau. La résistivité électrique est une mesure de la difficulté pour un matériau à conduire l'électricité et est inversement proportionnelle à la conductivité électrique. Les impuretés peuvent modifier la résistivité électrique d'un matériau en perturbant sa structure cristalline régulière. Certaines impuretés peuvent agir comme des centres de diffusion qui interfèrent avec le mouvement des électrons, augmentant ainsi la résistivité électrique. Des travaux ont montré que la résistivité électrique augmente avec la teneur en impuretés, et ce linéairement pour les très faibles teneurs jusqu'à 0,2% (figure I-1).

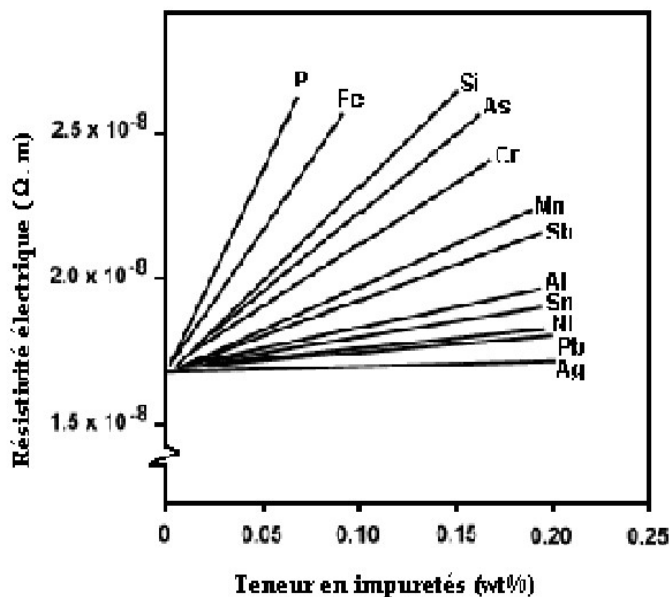


Figure I- 1 : Variation de la résistivité électrique en fonction du taux d'impuretés [16].

La figure I.1 montre que la résistivité dépend de la teneur en impureté dans le cuivre. Elle peut avoir un impact significatif sur celle-ci. On constate que quand le taux d'impureté augmente la résistivité devienne plus grande. Elle peut dépendre aussi de la nature de l'impureté, on la trouve plus importante pour le phosphore(P) et minime pour l'argent (Ag).

I.4.2 Influence des impuretés sur la conductivité électrique

Les impuretés peuvent avoir une influence significative sur la conductivité électrique d'un matériau [9]. En général, les impuretés perturbent la structure cristalline régulière du matériau, ce qui peut modifier sa capacité à conduire l'électricité. Certaines impuretés peuvent augmenter la conductivité électrique en fournissant des porteurs de charge supplémentaires, tandis que d'autres peuvent diminuer la conductivité en créant des défauts structuraux qui empêchent le mouvement des porteurs de charge. De plus, certaines impuretés peuvent modifier la température à laquelle un matériau subit une transition de phase, et cela peut influencer sur sa conductivité électrique. Par conséquent, la purification et le contrôle de la composition sont des étapes critiques dans la production de matériaux électroniques de haute qualité.

I.4.3 Influence de l'oxygène sur la conductivité électrique

L'oxygène peut avoir une influence significative sur la conductivité électrique. En effet, la présence d'oxygène dans le Cu-ETP peut améliorer la conductivité électrique jusqu'à une certaine limite, mais au-delà de cette limite, la conductivité électrique commence à diminuer. Cela est dû au fait que l'oxygène peut former des inclusions dans le matériau qui perturbent le mouvement des électrons, réduisant ainsi la conductivité.

Des études ont montré que la conductivité électrique du Cu-ETP augmente avec l'ajout d'oxygène jusqu'à une teneur d'environ 200 ppm en poids, à partir de laquelle la conductivité commence à diminuer (Figure I.2).

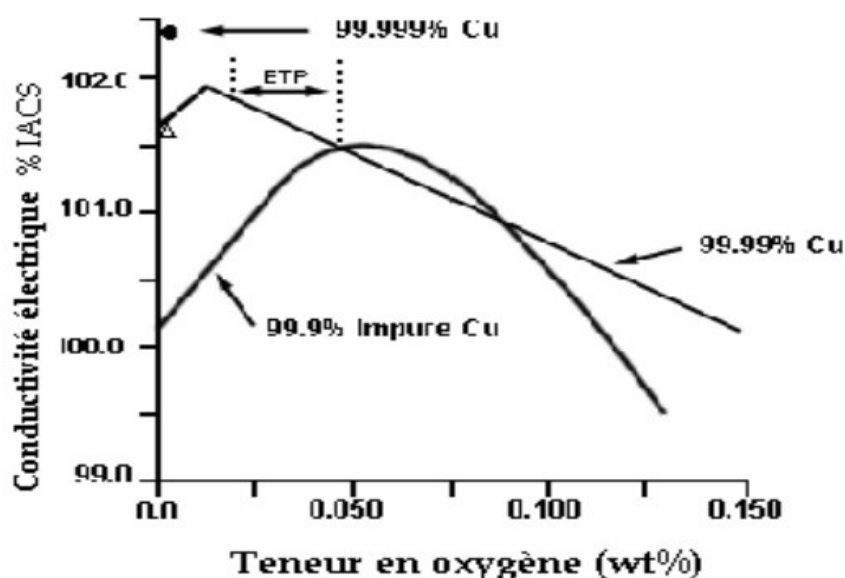


Figure I- 2 : Effet de l'oxygène sur la conductivité électrique du cuivre Cu-ETP [16].

Il est donc important de maintenir la teneur en oxygène dans des limites appropriées pour maximiser les propriétés électriques. Les procédés de production du Cu-ETP, tels que la coulée continue et le laminage, peuvent avoir un impact sur la teneur en oxygène et donc sur la conductivité électrique du matériau. Ceci s'explique qu'à faible taux, l'oxygène forme des oxydes avec les impuretés, ce qui les retire de la matrice et conduit à une augmentation de la conductivité électrique. Puis, quand toutes les impuretés ont été "pompées", l'oxygène s'insère dans le réseau et fait diminuer la conductivité.

I.5 Norme européenne de composition du cuivre

La norme européenne de composition du cuivre est un ensemble de directives qui établissent les critères de qualité et de pureté du cuivre utilisé dans diverses applications industrielles. Cette norme vise à garantir que les matériaux en cuivre répondent aux exigences spécifiques en termes de composition chimique, d'impuretés et de caractéristiques physiques.

La norme européenne définit les limites maximales pour les éléments étrangers présents dans le cuivre, tels que le plomb, l'étain, le fer, le soufre, le zinc, l'arsenic et autres impuretés. Ces limites sont établies pour s'assurer que le cuivre conserve ses propriétés mécaniques, électriques et thermiques, tout en minimisant les effets néfastes sur la performance et la durabilité des produits finaux.

En respectant la norme européenne de composition du cuivre, les fabricants peuvent garantir la fiabilité et la conformité de leurs produits, tout en facilitant l'interopérabilité entre les différents acteurs de l'industrie. Cela permet également de promouvoir l'échange commercial fluide des matériaux en cuivre au sein de l'Union Européenne, en éliminant les obstacles techniques liés aux variations de composition.

L'application de cette norme favorise également la durabilité environnementale, car elle encourage l'utilisation de cuivre recyclé et limite l'utilisation de cuivre provenant de sources potentiellement polluantes. En promouvant l'adoption de pratiques durables, la norme européenne de composition du cuivre contribue à réduire l'impact environnemental global de l'industrie du cuivre.

En conclusion, la norme européenne de composition du cuivre joue un rôle essentiel dans la promotion de la qualité, de la pureté et de la durabilité des produits en cuivre sur le marché européen. Elle garantit que le cuivre utilisé dans les applications industrielles respecte des critères stricts, favorisant ainsi la confiance des consommateurs, la compatibilité des produits et la préservation de l'environnement.

Le tableau présenté ci-dessous répertorie les normes européennes du cuivre, détaillant les limites maximales autorisées pour chaque élément ou impureté. Ce tableau constitue une référence essentielle pour évaluer la conformité des matériaux en cuivre selon les normes de composition européennes en vigueur.

Chapitre I Influence des impuretés sur les propriétés du cuivre

Tableau I. 4: Normes européennes pour les différents types de cuivre industriel.

Symbole du matériau	Numéro	Élément	Cu	Ag	Bi	O	P	Pb	Autres éléments	
									total	sauf
Cu-ETP	CW004A	Min.	99,90	--	--	--	--	--	--	Ag, O
		Max.	--	--	0,0005	0,040	--	0,005	0,03	
Cu-FRHC	CW005A	Min.	99,90	--	--	--	--	--	--	Ag, O
		Max.	--	--	--	0,040	--	--	0,04	
Cu-OF	CW008A	Min.	99,95	--	--	--	--	--	--	Ag
		Max.	--	--	0,0005	--	--	0,005	0,03	
CuAg0,04	CW011A	Min.	Reste	0,03	--	--	--	--	--	Ag, O
		Max.		0,05	0,0005	0,040	--	--	0,03	
CuAg0,04P	CW014A	Min.	Reste	0,03	--	--	0,001	--	--	Ag, P
		Max.		0,05	0,0005	--	0,007	--	0,03	
CuAg0,04OF	CW017	Min.	Reste	0,03	--	--	--	--	--	Ag, O
		Max.		0,05	0,0005	--	--	--	0,0065	
Cu-PHC	CW020A	Min.	99,95	--	--	--	0,001	--	--	Ag, P
		Max.	--	--	0,0005	--	0,006	0,005	0,03	
Cu-HCP	CW021A	Min.	99,95	--	--	--	0,002	--	--	Ag, p
		Max.	--	--	0,0005	--	0,007	0,005	0,03	
Cu-DLP	CW023A	Min.	99,90	--	--	--	0,005	--	--	
		Max.	--	--	0,0005	--	0,013	0,005	0,03	

Note Le total des autres éléments (autres que le cuivre) est défini comme la somme de Ag, As, Bi, Cd, Co, Cr, Fe, Mn, Ni, O, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Sn, Te et Zn, excepté les éléments individuels mentionnés.

Chapitre II

Matériel et Méthodes Utilisés

Introduction

Ce chapitre est consacré à la description du matériel et des méthodes utilisés dans ce travail. Nous donnerons également les méthodes de préparation des échantillons de cuivre. Nous présenterons la description et la procédure d'analyse par spectromètre d'émission optique.

Ainsi que la mesure de la conductivité du cuivre avec le Sigma-Scope. Le choix de la méthode et du matériel utilisés sont essentielles pour aboutir aux meilleurs résultats et garantir leur fiabilité.

II.1 Les échantillons de cuivre étudiés

Dans ce travail, nous avons deux pièces en cuivre. La première est une plaque en cuivre utilisée dans la fabrication des fils des bobines électriques, la deuxième est une buse plasma avec une électrode en cuivre.

II.1.1 Plaque en cuivre pour la fabrication des fils électriques

La plaque en cuivre étudiée est un matériau de base utilisé dans la fabrication de fils électriques. Pour la transformer en fils, nous utilisons deux opérations, le tréfilage et l'étirage. Le tréfilage implique le passage du cuivre à travers une série de matrices pour réduire progressivement son diamètre, formant ainsi un fil de plus en plus fin. L'étirage est ensuite effectué pour obtenir la taille et la conductivité souhaitées. Les fils électriques obtenus à partir de cette plaque en cuivre seront utilisés dans la bobine électrique, assurant la bonne conduction du courant électrique tout en minimisant les pertes dues à la résistance du matériau.

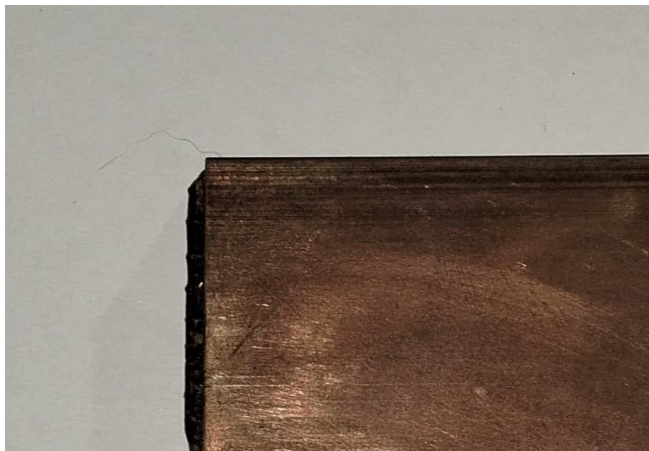


Figure II. 1: Plaque en cuivre pour la fabrication de fils électriques.

Une bobine électrique est un dispositif électromagnétique composé d'un enroulement de fil conducteur, généralement en cuivre, autour d'un noyau. Lorsqu'un courant électrique passe à travers la bobine, un champ magnétique est créé autour d'elle.

Les bobines électriques sont largement utilisées dans de nombreux domaines, notamment l'électronique, l'électrotechnique et les télécommunications. Elles sont utilisées dans des composants tels que les transformateurs, les relais, les moteurs électriques et les haut-parleurs [17].

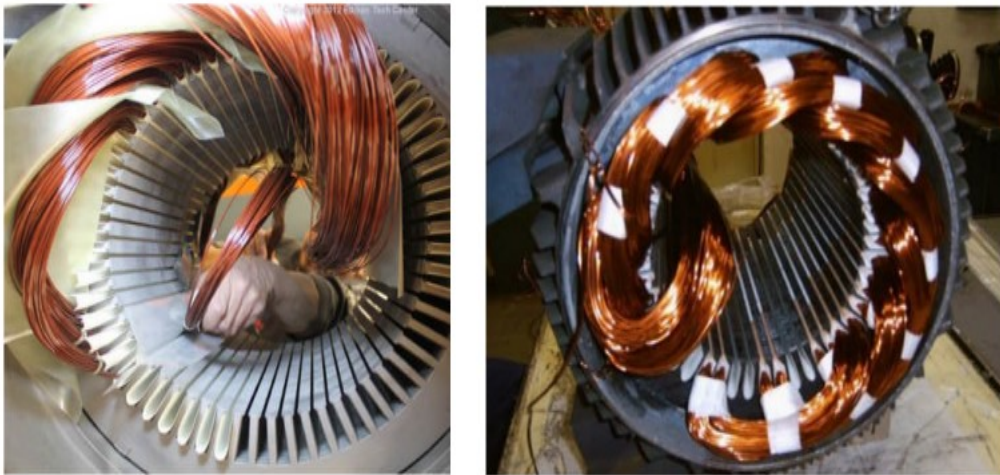


Figure II. 2: Représentation d'une bobine électrique.

II.1.2 Une buse plasma avec une électrode en cuivre

Une buse plasma avec une électrode en cuivre est un composant utilisé dans les systèmes de découpe au plasma. Le plasma est un état de la matière où les atomes sont ionisés et forment un gaz conducteur d'électricité. Lorsque le courant électrique traverse le gaz plasma, il crée un arc électrique qui atteint des températures extrêmement élevées.

La buse plasma avec une électrode en cuivre est une partie cruciale de la torche de découpe au plasma. Elle est généralement fabriquée en cuivre en raison de sa capacité à résister à la chaleur et à la conductivité électrique élevée. La buse en cuivre forme le chemin par lequel le gaz de plasma est expulsé et guide le jet de plasma vers la pièce à découper.

L'électrode en cuivre, quant à elle, est située à l'intérieur de la buse et fait partie du circuit électrique. Elle permet de générer l'arc électrique en fournissant une extrémité conductrice pour le courant électrique. L'électrode en cuivre doit être résistante à la chaleur et à l'usure, car elle est soumise à des conditions extrêmes pendant le processus de découpe au plasma.



Figure II. 3: Une électrode en cuivre avec deux buses plasma.

II.2 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons à étudier est une étape très importante, pour faciliter la manipulation d'un côté et obtenir de meilleurs résultats d'un autre côté. Dans notre cas, pour pouvoir préparer les pièces à étudier, nous avons utilisé deux machines notamment la fraiseuse et la polisseuse ainsi que des attaques chimiques pour nettoyer la surface des pièces de cuivre.

II.2.1 La fraiseuse

C'est une machine-outil utilisée pour réaliser des opérations de fraisage, qui consistent à enlever des copeaux de matériau en faisant tourner une fraise à plusieurs dents. Elle est équipée d'une broche qui fait tourner la fraise à grande vitesse [18]. La pièce à usiner est fixée sur une table qui peut être déplacée dans différentes directions (en général, selon les axes X, Y et Z) pour permettre le mouvement de la fraise et réaliser les opérations d'usinage. Comme notre échantillon est trop volumineux, cette étape est indispensable pour découper des pièces de taille appropriée pour les dispositifs utilisés [19].

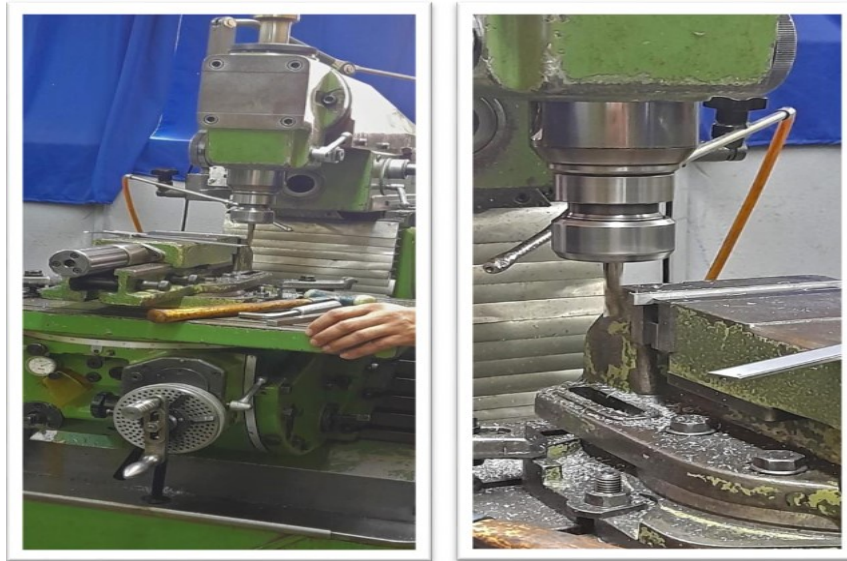


Figure II. 4: La Fraiseuse.

II.2.2 La Polisseuse

Après avoir coupé les échantillons, nous réalisons un polissage mécanique pour but de finition des surfaces à l'aide de deux machines polisseuses, et des papiers abrasifs de plus en plus fin en commençant par le grain 240 en descendant jusqu'à arriver au grain 2500 (p240- p400- p800 –p1000- p2000- p2500) ; et cela pour avoir un résultat d'état de surface lisse avec des reflets :

Les deux polisseuses ont deux gradients de vitesse :

- 150 tours/min.
- 300 tours/min.

II.2.3 Attaque chimique

Pour analyser les échantillons de cuivre ETP par spectrométrie d'émission optique à étincelle, plusieurs attaques chimiques peuvent être utilisées pour préparer la surface de l'échantillon. Ces attaques chimiques ont pour but de retirer l'éventuelle couche d'oxyde présente à la surface du cuivre et de permettre ainsi une meilleure excitation des atomes lors de l'étincelle. Les attaques chimiques couramment utilisées pour préparer les échantillons de cuivre comprennent :

1. **L'acide nitrique (HNO_3)** : cette méthode consiste à immerger la plaque de cuivre ETP dans de l'acide nitrique pour éliminer la couche d'oxyde présente à la surface de l'échantillon. L'acide nitrique réagit avec l'oxyde de cuivre pour former des nitrates solubles.
2. **L'acide sulfurique (H_2SO_4)** : l'acide sulfurique est utilisé pour éliminer les résidus organiques et certains oxydes présents à la surface de l'échantillon. L'immersion de la plaque de cuivre ETP dans de l'acide sulfurique concentré peut faciliter le nettoyage de l'échantillon.

3. **L'acide chlorhydrique (HCl)** : l'utilisation de l'acide chlorhydrique permet de dissoudre certains contaminants présents sur la surface de la plaque de cuivre ETP. Cela peut aider à éliminer les impuretés qui pourraient affecter les résultats de l'analyse.

Après l'attaque chimique de la plaque de cuivre ETP, l'échantillon est généralement rincé à l'eau dé-ionisée pour éliminer les résidus d'acides. Ensuite, l'échantillon est séché soigneusement avant d'être soumis à l'analyse par spectrométrie d'émission optique à étincelle.

II.3 La spectrométrie d'émission optique

La spectrométrie d'émission optique est une technique analytique puissante utilisée dans divers domaines scientifiques et industriels pour l'identification et la quantification des éléments présents dans un échantillon [3]. Elle est basée sur les propriétés de la lumière émise par les atomes excités, cette méthode permet d'obtenir des informations précieuses sur la composition chimique des matériaux. Dans cette partie, nous explorons les avantages, les principes fondamentaux, les applications et les composants essentiels de l'appareil de la spectrométrie d'émission optique [3,20] utilisée pour déterminer les impuretés dans les deux échantillons de cuivre étudiés dans ce travail.



Figure II. 5: La spectroscopie d'émission optique.

II.3.1 Avantages de la spectrométrie par émission optique

Les avantages de la spectrométrie par émission optique (OES) sont nombreux. Parmi les principaux avantages de cette technique d'analyse [20,21] nous citons :

1. **Analyse multi éléments** : l'un des principaux avantages de l'OES est sa capacité à analyser simultanément plusieurs éléments présents dans un échantillon. Cette capacité permet d'obtenir rapidement une vue complète de la composition chimique de l'échantillon, ce qui est particulièrement précieux dans les applications où l'on cherche à déterminer la présence et les concentrations de plusieurs éléments.
2. **Sensibilité élevée** : l'OES offre une sensibilité élevée pour la détection des éléments présents dans un échantillon, même à de faibles concentrations. Cela permet de détecter et de quantifier les traces de tous les éléments dans l'échantillon. Cela est particulièrement utile dans des domaines tels que l'analyse environnementale, le contrôle de la qualité des matériaux et la recherche scientifique.
3. **Large gamme d'applications** : l'OES est utilisée dans de nombreux domaines et industries, tels que la métallurgie, la chimie, l'industrie pétrolière, l'industrie pharmaceutique, l'industrie alimentaire, l'archéologie et la géologie. Elle est utilisée pour l'analyse des métaux, des alliages, des minéraux, des matériaux de construction et bien plus encore. Cette polyvalence en fait une technique analytique très prisée dans de nombreux domaines.
4. **Rapidité et efficacité** : OES est une technique rapide et efficace. Elle permet d'obtenir des résultats d'analyse en temps réel, ce qui en fait un outil précieux pour les applications nécessitant des réponses rapides, telles que le contrôle de la qualité en production ou la surveillance des processus industriels.
5. **Non destructif** : OES est une technique non destructive, ce qui signifie que l'échantillon n'est pas altéré ou endommagé lors de l'analyse. Cela permet de conserver l'intégrité de l'échantillon, ce qui est important dans les cas où il est nécessaire de conserver l'échantillon pour d'autres analyses ou études ultérieures.

II.3.2 Principe de la spectrométrie d'émission optique

Le principe de fonctionnement de la spectrométrie d'émission optique (OES) repose sur l'analyse des spectres d'émission de l'échantillon. Lorsqu'un échantillon est excité par un bombardement d'une source d'énergie, telle qu'une décharge électrique ou un laser, les atomes et les ions de l'échantillon sont stimulés à émettre de la lumière. Cette lumière émise est ensuite dispersée par un système optique, tel qu'un réseau de diffraction ou un monochromateur, pour séparer les différentes longueurs d'onde [3,20].

Chaque élément chimique possède un nombre donné d'électrons à l'état atomique uniquement au nombre de protons, et chaque électron, suivant la théorie quantique, a une probabilité d'être situé sur une des couches et sous-couches des orbitales situées autour du noyau [20]. Quand un atome absorbe de l'énergie, les électrons se déplacent vers des couches et sous-couches plus externes, c'est-à-dire vers les niveaux d'énergie plus élevés, appelés états excités. Cette théorie avait été introduite par Planck, qui a supposé que l'énergie est quantifiée. Ainsi, si une transition optique se produit entre deux états E_m et E_k , où $E_m > E_k$, elle correspond à une fréquence ν de la lumière donnée par :

$$h\nu = E_m - E_k \quad (\text{II.1})$$

Où h est la constante de Planck ($h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s} = 3,336 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^{-1}\cdot\text{s}$) et ν les fréquences. En spectrométrie d'émission atomique on relie généralement la différence énergétique à la longueur d'onde λ par :

$$\lambda = \frac{c}{\nu} = \frac{c \cdot h}{E_m - E_k} \quad (\text{II.2})$$

Où c est la vitesse de lumière ($c = 299\,792\,458 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$) [3].

Les longueurs d'onde spécifiques émises par les atomes et les ions dépendent de leur structure électronique et des caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon. En utilisant des détecteurs sensibles à la lumière, tels que des photodiodes ou des photomultiplicateurs, on peut mesurer l'intensité de la lumière émise à différentes longueurs d'onde.

Les spectres d'émission obtenus sont ensuite comparés à des spectres de référence ou à des bibliothèques spectrales pour identifier les éléments présents dans l'échantillon. La quantité d'un élément spécifique peut également être déterminée en mesurant l'intensité de la lumière émise à une longueur d'onde caractéristique de cet élément.

La spectrométrie d'émission optique est couramment utilisée pour l'analyse des métaux, des alliages, des matériaux céramiques et d'autres échantillons solides. Elle offre une méthode rapide, sensible et non destructive pour déterminer la composition élémentaire des échantillons. Elle est largement utilisée dans l'industrie, notamment pour le contrôle de la qualité des matériaux, la métallurgie, l'analyse environnementale et la recherche scientifique [22].

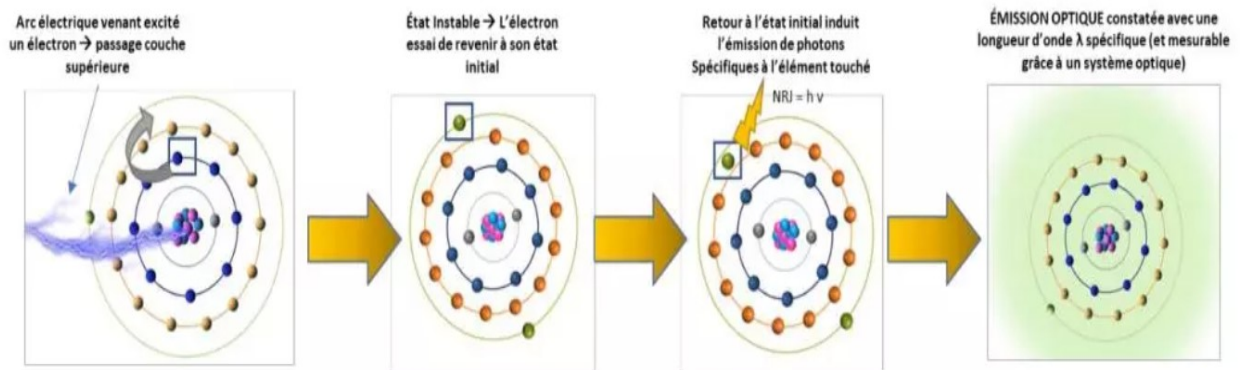


Figure II. 6: Principe de l'absorption et de l'émission d'un photon [23].

II.3.3 Instrument de base de la spectrométrie d'émission optique

Les instruments de base pour la spectrométrie par émission optique sont :

- Source d'excitation
- Optique d'excitation et optique de collection
- Échantillon
- Détecteur
- Spectromètre
- Système d'acquisition des données et logiciel d'analyse

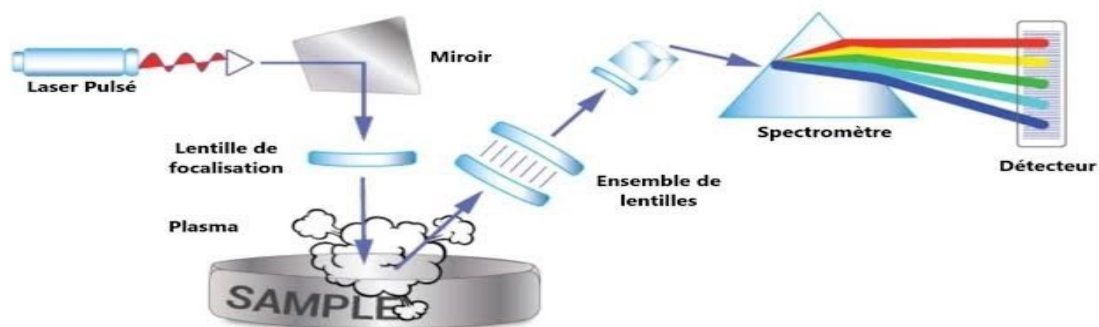


Figure II. 7: Les instruments de base pour la spectrométrie d'émission optique.

1- Source d'excitation

La spectrométrie d'émission optique utilise différentes sources d'excitation pour analyser la lumière émise par un échantillon. Voici les principales sources d'excitation utilisées et leurs appareils associés :

Décharge électrique - Spectromètre à étincelle ou à arc électrique : ces appareils utilisent une décharge électrique pour exciter l'échantillon. Une étincelle ou un arc électrique est généré par une forte intensité de courant électrique, fournissant l'énergie nécessaire pour exciter les atomes ou les ions présents dans l'échantillon. Les spectromètres à étincelle ou à arc électrique sont couramment utilisés pour l'analyse des métaux dans des échantillons solides ou liquides.

Flamme - Spectromètre à flamme : ce type de spectromètre utilise une flamme comme source d'excitation. L'échantillon est introduit dans une flamme générée par un brûleur à gaz. La chaleur de la flamme excite les atomes ou les ions dans l'échantillon, provoquant l'émission de lumière caractéristique. Les spectromètres à flamme sont souvent utilisés pour l'analyse des éléments alcalins et alcalino-terreux.

Plasma - Spectromètre à plasma : les spectromètres à plasma utilisent un plasma comme source d'excitation. Un plasma est un gaz hautement ionisé et excité. L'induction par couplage plasma (ICP) et l'arc à décharge en atmosphère d'argon (DCP) sont des exemples d'appareils utilisant cette source. Le plasma à haute température permet une excitation efficace des atomes et des ions, offrant une sensibilité élevée et une large gamme d'éléments détectables [3].

Laser - Spectromètre à laser : ces spectromètres utilisent un laser comme source d'excitation. Les lasers émettent une lumière intense et cohérente à une longueur d'onde spécifique. L'échantillon est excité de manière sélective par le laser, ce qui permet une analyse précise et sélective des éléments présents. Les spectromètres à laser sont couramment utilisés lorsque des résolutions élevées et une sensibilité accrue sont requises [24].

Chaque source d'excitation présente des avantages spécifiques et est adaptée à des applications particulières en spectrométrie d'émission optique. Le choix de la source d'excitation dépend du type d'échantillon, des éléments à analyser et des objectifs analytiques. Les appareils de spectrométrie d'émission optique intègrent ces différentes sources d'excitation pour permettre des analyses précises et fiables des éléments chimiques dans les échantillons.

2- Optique d'excitation et optique de collection

Chacun de ces systèmes joue un rôle essentiel dans la collecte et l'analyse des signaux d'émission optique provenant de l'échantillon.

L'optique d'excitation est responsable de la fourniture de l'énergie d'excitation à l'échantillon. Elle comprend des composants tels que les lentilles, les miroirs, les guides d'ondes et les fibres optiques. L'objectif de l'optique d'excitation est de concentrer et de diriger la lumière de

la source d'excitation vers l'échantillon de manière efficace. Les lentilles permettent de focaliser l'énergie de la source sur une zone spécifique, tandis que les miroirs et les guides d'ondes peuvent être utilisés pour réfléchir et acheminer la lumière vers l'échantillon. Les fibres optiques offrent une flexibilité pour acheminer la lumière vers des zones difficiles d'accès ou pour réaliser des mesures à distance. L'optique d'excitation vise à maximiser l'efficacité de l'excitation de l'échantillon et à optimiser la concentration de la lumière sur la zone d'intérêt [13].

D'autre part, l'optique de collection est responsable de la collecte de la lumière d'émission émise par l'échantillon. Elle comprend des éléments tels que les lentilles, les miroirs et les détecteurs. L'objectif de l'optique de collection est de collecter et de diriger la lumière d'émission émise par l'échantillon vers les détecteurs de manière efficace. Les lentilles et les miroirs sont utilisés pour focaliser et guider la lumière d'émission vers les détecteurs appropriés. Les détecteurs convertissent ensuite la lumière en signaux électriques qui peuvent être enregistrés et analysés. L'optique de collection vise à maximiser la détection et la sensibilité des signaux d'émission optique provenant de l'échantillon [25].

3- Échantillon

L'échantillon est le matériau ou la substance analysée pour déterminer les éléments chimiques qu'il contient. Les échantillons peuvent être solides, liquides ou gazeux, et peuvent prendre différentes formes telles que des métaux, des alliages, des solutions, des gaz d'échappement, des extraits de plantes, etc. Avant l'analyse, les échantillons peuvent nécessiter des étapes de préparation telles que le broyage, la dissolution ou la filtration.

4- Détecteur

Le détecteur utilisé en spectrométrie d'émission optique fonctionne en capturant la lumière émise par l'échantillon lors de son excitation. Lorsque la lumière entre en contact avec le détecteur, elle interagit avec son matériau sensible, générant ainsi un signal électrique mesurable. Ce signal est ensuite amplifié pour améliorer la sensibilité de détection. Les détecteurs utilisés peuvent varier, allant des photodiodes aux photomultiplicateurs (PMT) et aux détecteurs à semi-conducteurs tels que les CCD ou les CMOS. Une fois le signal électrique obtenu, il est mesuré, converti en données numériques et enregistré pour une analyse ultérieure, fournissant des informations telles que l'intensité lumineuse, la longueur d'onde et la durée d'émission. Le choix du détecteur dépend des exigences spécifiques en termes de plage spectrale, de sensibilité et de résolution nécessaires pour l'analyse des spectres d'émission optique [26].

5- Spectromètre

Le spectromètre est effectivement l'élément central de l'instrument de spectrométrie par émission optique. Il est conçu pour séparer la lumière émise par l'échantillon en différentes longueurs d'onde, ce qui permet d'analyser le spectre d'émission et d'identifier les éléments chimiques présents. Les spectromètres utilisent différents principes de dispersion pour accomplir cette tâche.

Les spectromètres à réseau de diffraction utilisent un réseau de diffraction, qui est une surface contenant une série de fentes ou de rainures très fines. Lorsque la lumière passe à travers le réseau, les différentes longueurs d'onde sont déviées à des angles différents, créant ainsi un spectre de couleurs. Les spectromètres à réseau de diffraction offrent une grande précision et une résolution spectrale élevée.

Les spectromètres à réseau de diffraction holographique utilisent des réseaux de diffraction créés par des méthodes holographiques. Ils sont basés sur l'enregistrement d'un motif d'interférence entre une onde de référence et une onde diffractée par une surface photosensible. Les spectromètres à réseau de diffraction holographique offrent une excellente qualité de spectre, une dispersion élevée et une sensibilité accrue.

Ces deux types de spectromètres permettent d'obtenir des spectres d'émission précis et détaillés, fournissant des informations sur les longueurs d'onde spécifiques émises par les éléments présents dans l'échantillon. Ils jouent un rôle essentiel dans la spectrométrie par émission optique en permettant l'analyse et l'identification des éléments chimiques [3].

6- Système d'acquisition des données et logiciel d'analyse

Il comprend généralement des composants tels que des convertisseurs analogique-numérique (CAN), des amplificateurs, des filtres et des interfaces de communication. Le CAN convertit les signaux analogiques provenant du spectromètre en signaux numériques, qui peuvent être ensuite traités et stockés dans un ordinateur ou un système de stockage dédié. Les amplificateurs permettent d'amplifier les signaux faibles, améliorant ainsi la sensibilité de détection. Les filtres peuvent être utilisés pour supprimer les interférences indésirables ou pour sélectionner des plages spécifiques de longueurs d'onde.

Le logiciel d'analyse est utilisé pour interpréter les données collectées et fournir des résultats d'analyse. Il comprend des fonctionnalités telles que le calibrage, la corrélation avec des bibliothèques spectrales de référence, la dé-convolution des pics spectraux, la correction des lignes de base et la quantification des éléments présents. Le logiciel peut également permettre la visualisation des spectres, la génération de rapports d'analyse et l'exportation des données pour une utilisation ultérieure. Certains logiciels d'analyse sont spécifiques à un spectromètre

particulier, tandis que d'autres peuvent être utilisés avec différentes marques et modèles de spectromètres [21].

II.4 Appareil de mesure de la conductivité électrique (SIGMASCOPE)

La méthode de mesure de la conductivité électrique par courant de Foucault est une méthode non destructive qui réalise des mesures ponctuelles et superficielles de profondeur d'environ 30 micromètres.

II.4.1 Définition de l'appareil SIGMASCOPE

L'appareil utilisé pour mesurer la conductivité par courant de Foucault est le Sigma scope ; c'est un conductimètre électrique pour les métaux non ferreux ; il se repose sur le principe de la conductivité électrique à l'aide de courant de Foucault électromagnétique pour détecter et quantifier les défauts de surface et sous les surfaces de profondeur de 30 micromètres environ.

II.4.2 Fonctionnement de l'appareil SIGMASCOPE

Le fonctionnement du Sigma-Scope repose sur un champ magnétique variable : lorsqu'un conducteur électrique est exposé à un champ magnétique en variation, cela induit un courant électrique à l'intérieur du conducteur. Ce courant de Foucault est utilisé pour évaluer la conductivité électrique du matériau et détecter les anomalies dans sa structure.



Figure II. 8 : Conductimètre de Sigma-Scope.

Chapitre III

Détermination des impuretés et de la conductivité électrique dans le cuivre électrolyte

Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons les résultats obtenus et leurs discussions. Dans la première partie nous donnons les taux d'impuretés dans les deux pièces de cuivre étudiés qui sont déterminés par la spectrométrie d'émission optique. Nous avons examiné les normes et les spécifications de qualité industrielles pour évaluer la conformité des échantillons analysés. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous avons évoqué les effets potentiels de ces impuretés sur la conductivité et la résistivité électrique dans les deux pièces. En dernier nous avons montré que la chaleur peut aussi influencer les propriétés électriques du cuivre.

III.1 Détermination de la composition chimique du cuivre

Pour déterminer la composition chimique des échantillons étudiés nous avons procédé par la spectrométrie d'émission optique, bien sûr après la préparation des échantillons en appliquant les procédés expliqués au chapitre précédent. Cette méthode a révélé les concentrations des éléments chimiques des pièces. Puis ces résultats ont été comparés à la norme européenne

EN 13605 : 2002 au statut d'une norme française, on tenant compte du fait que ces échantillons de cuivre sont destinés pour usage électrique. Les résultats de l'analyse sont donnés ci-dessous.

III.1.1 Plaque en cuivre pour la fabrication de fils des bobines électriques

Les résultats, de l'analyse par spectrométrie d'émission optique, concernant la plaque en cuivre, destinée à la fabrication des fils de bobine électrique sont récapitulés dans le tableau suivant ;

Tableau III. 1: Comparaison des taux d'éléments chimiques dans la plaque de cuivre avec la norme demandée.

	Élément	Cu %	Ag %	Bi %	O %	Pb %	Autres %
Norme	Min.	99,90	--	--	--	--	--
	Max.	--	0,015	0,0005	0,040	0,005	0,03
Notre analyse		99,99	0,0015	0,0005	0	0,001	0,007

III.1.2 Electrode en cuivre

Les résultats de l'analyse par spectrométrie de l'électrode en cuivre sont résumés dans le tableau qui suit :

Tableau III. 2 : Comparaison du taux des éléments chimiques de l'électrode en cuivre (Cu-DLP) avec les normes européennes.

	Élément	Cu %	Zn %	Sn %	Pb %	Ni %	Fe %	P %
Norme	Min.	99,90	--	--	--	--	--	0,005
	Max.	--	--	--	0,005	--	--	0,013
Notre analyse		99,92	0,008	0,028	0,011	0,011	0,012	0,008

III.1.3 La buse plasma

Les résultats de l'analyse obtenus par spectrométrie pour la buse plasma sont résumés dans le tableau III.3 suivant.

Tableau III. 3 : Comparaison du taux des éléments chimiques obtenus de la buse de plasma (Cu-DLP) avec les normes européenne.

	Élément	Cu %	Zn %	Sn %	Pb %	Ni %	Fe %	P %
Norme	Min.	99,90	--	--	--	--	--	0,005
	Max.		--	--	0,005	--	--	0,013
Notre analyse		99,9	0,011	0,030	0,009	0,013	0,008	0,009

III.1.4 Discussion des résultats obtenus par spectrométrie

Les tableaux III.1, III.2 et III.3 montrent les résultats obtenus par l'analyse spectrométrie de la plaque métallique de l'électrode et de la buse plasma, respectivement. Ces résultats donnent les compositions chimiques des échantillons étudiés.

- La norme spécifie que la teneur minimale en cuivre (Cu) doit être de 99,90%. Nos résultats d'analyse indiquent une teneur de 99,99% pour la plaque, de 99,92 % pour l'électrode et de 99,9 % pour la buse. Cela signifie que le taux de cuivre dans nos échantillons est important et que ces pièces sont considérées comme de haute pureté.

- La norme n'établit pas de limite pour la présence d'argent (Ag). Nos résultats indiquent une très faible teneur de Ag dans la plaque de cuivre 0,0015%, par contre les deux autres échantillons ne contiennent pas cet élément.

- Bismuth (Bi) : la norme spécifie une limite maximale de 0,015% pour la présence de bismuth. Nos résultats montrent une teneur de 0,0005%, qui est bien en dessous de la limite autorisée. Cela indique que la plaque en cuivre contient une quantité négligeable de bismuth.
 - Nos résultats indiquent une teneur de 0% de l'oxygène, ce qui suggère que nos matériaux sont exemptés d'oxygène.
 - Pour le Plomb (Pb) sa norme correspond à une limite maximale de 0,005%. Nos résultats montrent une teneur de 0,001% pour la plaque, de 0,011 % pour l'électrode et 0,009 % pour la buse. Cela indique que la présence de Pb dans l'électrode et la buse dépasse la norme indiquée par les spécialistes.
 - Les trois échantillons contiennent des traces négligeables d'autres éléments, très inférieures à la norme spécifique qui est de 0,03%.

III.2. Mesure de la conductivité et de la résistivité électrique

La conductivité électrique (σ) quantifie la capacité du matériau à permettre le passage du courant électrique, tandis que la résistivité électrique (ρ) est une mesure de la résistance spécifique d'un matériau à la conduction électrique.

Dans cette partie, nous avons mesuré la conductivité électrique des trois échantillons en cuivre, par méthode courant de Foucault à 20 C°, en utilisant le Sigma-Scope défini au chapitre précédent. Nous avons exploité les résultats obtenus pour déterminer la résistivité des pièces étudiés.

III.2.1 Mesure de la conductivité électrique

Les résultats obtenus de la conductivité électrique des trois pièces étudiés sont donnés dans le tableau suivant.

Tableau III. 4: Valeurs de la conductivité électrique mesurées par courant de Foucault.

Les échantillons	Conductivité électrique (m/ Ω .mm ²)
Plaque en cuivre	56
Electrode en cuivre	52
Buse plasma	54

III.2.2 Calcul de la résistivité électrique

On a exploité les résultats expérimentaux de la conductivité électrique obtenus pour calculer la résistivité électrique. On a utilisé la relation $\rho = 1/\sigma$ pour déterminer la résistivité électrique des trois échantillons.

Les résultats sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau III. 5: Valeurs de la résistivité électrique calculées pour les échantillons étudiés.

Les échantillons	résistivité électrique ($\Omega.m$)
Plaque en cuivre	$1,78 \times 10^{-8}$
Electrode en cuivre	$1,92 \times 10^{-8}$
Buse plasma	$1,85 \times 10^{-8}$

III.2.3 Discussion des résultats obtenus

En comparaison avec les normes européennes EN 13605 et EN 13602 pour le cuivre ETP et DLP, qui spécifie une conductivité électrique minimale de 56,0 a 59,6 m/ $\Omega.mm^2$, les résultats obtenus pour la conductivité électrique des échantillons de cuivre indiquent que :

1. La plaque en cuivre (cuivre ETP) est de conductivité électrique $\sigma = 56$ m/ $\Omega.mm^2$ est relativement proche de la norme européenne pour le cuivre DLP. Cela suggère que la plaque en cuivre (cuivre ETP) est de haute qualité. Elle peut être utilisée pour de nombreuses applications. Sa composition et son processus de fabrication sont probablement optimisés pour offrir une conductivité électrique élevée.
2. L'électrode en cuivre (cuivre DLP) est de conductivité électrique $\sigma = 52$ m/ $\Omega.mm^2$. Cette valeur est inférieure à la norme européenne. Cela est probablement dû la présence de taux de Plomb plus élevé que la norme demandée.
3. La buse plasma (cuivre DLP) donne une valeur de la conductivité qui correspond à $\sigma = 54$ m/ $\Omega.mm^2$. Cette valeur inférieure à la norme européenne exigée pour le cuivre DLP. Cela montre bien que la quantité de Plomb dans le cuivre peut diminuer considérablement la conductivité électrique du cuivre.

Le tableau III.5 montre que la résistivité calculée pour la plaque en cuivre est $\rho = 1.7857 \times 10^{-8}$ $\Omega.m$, celle de l'électrode est $\rho = 1.9231 \times 10^{-8}$ $\Omega.m$ et la buse plasma donne une $\rho = 1.8519 \times 10^{-8}$ $\Omega.m$. Ces résultats montrent que la résistivité électrique augmente quand le taux de Plomb augmente dans le cuivre.

Conclusion

Les résultats de l'analyse montrent que la composition chimique de la plaque en cuivre est en conformité avec la norme, voire dépasse les exigences minimales pour la teneur en cuivre. Cela indique que la plaque en cuivre est de haute pureté et convient à une utilisation dans la fabrication de fils de bobine électriques, d'où le bon résultat obtenu pour sa conductivité électrique et sa basse résistivité. Par contre, l'électrode et la buse plasma présentent un taux de Plomb élevé par rapport aux normes arrêtées cela a influencé considérablement les valeurs de la conductivité et de résistivité électrique.

Conclusion générale

L'analyse par spectrométrie d'émission optique s'est révélée être une méthode efficace et précise pour déterminer la composition des impuretés dans le cuivre. Cette technique a permis d'identifier les éléments présents même en très faible quantité dans les pièces de cuivre étudiés et de quantifier leur concentration. Les impuretés détectées dans les pièces étudiées sont notamment le fer, le zinc, le plomb et le soufre, qui sont couramment présents dans le cuivre. En comparant les résultats obtenus aux normes européennes exigées demandées, on a constaté que le taux de chaque élément répond bien aux normes, à l'exception de taux de Plomb de l'électrode et de la buse plasma.

Il a été montré que le taux de Plomb dans le cuivre pouvait entraîner une diminution considérable de sa conductivité électrique. Les impuretés agissent comme des obstacles au mouvement des électrons, ce qui limite la facilité avec laquelle le courant électrique se déplace à travers le matériau. Cela a été confirmé par des mesures de résistivité électrique qui ont montré une augmentation significative de la résistance électrique du cuivre quand le taux de Plomb dans le matériau augmente.

Les résultats de cette étude soulignent l'importance de maintenir un niveau élevé de pureté de cuivre utilisé dans les applications qui exigent une conductivité électrique élevée. Des procédés de purification adéquats doivent être mis en place pour éliminer ou réduire au maximum la présence d'impuretés dans le matériau.

En outre, cette étude met en évidence la nécessité de contrôler et de surveiller régulièrement la composition des impuretés dans le cuivre utilisé dans diverses industries. Cela permettra de garantir la qualité et les performances des produits finis qui dépendent de la conductivité électrique du cuivre, tels que les câbles électriques, les composants électroniques et les conducteurs utilisés dans les industries de l'énergie.

Il convient de noter que la conductivité et la résistivité électrique du cuivre sont également influencées par d'autres facteurs. La température joue un rôle crucial, car la conductivité électrique diminue généralement avec l'augmentation de la température en raison de l'accroissement des collisions entre les porteurs de charge.

La structure cristalline du matériau est également un facteur déterminant. Une structure cristalline régulière favorise une conductivité élevée, car elle permet aux électrons de se déplacer plus facilement à travers le matériau. En revanche, les défauts cristallins tels que les dislocations ou les défauts lacunaires et ponctuels peuvent augmenter la résistivité électrique en créant des obstacles au mouvement des porteurs de charge.

De plus, la pression peut également affecter les propriétés de conductivité électrique du matériau. Dans certains cas, l'application d'une pression peut modifier la structure cristalline, entraînant ainsi la variation de la conductivité électrique du matériau.

Enfin, la composition chimique du matériau lui-même est un facteur important. Les alliages métalliques, par exemple, peuvent présenter des variations significatives de conductivité électrique en fonction des éléments d'alliage ajoutés.

En considérant tous ces facteurs, il est clair que la détermination des impuretés dans le cuivre par spectrométrie d'émission optique constitue une étape essentielle pour comprendre et contrôler les propriétés de conductivité et de résistivité électrique. Une meilleure compréhension de ces relations permettra de développer des procédés de production et de purification plus efficaces, ainsi que d'optimiser l'utilisation du cuivre dans diverses applications industrielles, contribuant ainsi à améliorer l'efficacité et les performances des dispositifs électriques. Il est donc important de contrôler la composition et la pureté des matériaux afin de minimiser leurs effets sur les propriétés électriques.

*Références bibliographiques et
webographiques*

-
- [1] **J.D.Troxell**, Cuivre renforcé à dispersion d'oxyde d'aluminium. Article. USA : s.n. 2017.
- [2] **L.Fellah**, L'effet de tréfilage et de recuit sur le fils électrique de cuivre. Thèse doctorat. Biskra : s.n. 2015.
- [3] **F.Pilon, A.Labet, K.Vielle, O.Vigneau, G.Granier, P.Bienvenu et J.Mermet**, La validation de méthode en spectrométrie d'émission optique a source plasma. Livre. s.l. : edp sciences, 2017.
- [4] **T.Doneux, C.Buess-Herman, J. Dauchot**, Chimie analytique. *Livre*. s.l. ATKINS ET DEPAULA, 2014.
- [5] **A.Lattes**, sciences, journal EDP. L'actualité chimique.. n° 312-313, 2007.
- [6] **A. Pujol**, Synthèse et étude de nouveaux chélateurs sélectifs du cuivre (I) pour les maladies de type Wilson. Thèse doctorat. 2010.
- [7] **C.E. Housecroft, and A.G.Sharpe**, Inorganic Chemistry, Pearson, Prentice Hall, 2015.
- [8] **Hazif, R. L., Et, P. D, Poirier, J.** Glissement $\{110\}$ $\langle 110 \rangle$ dans les métaux de structure cubique a faces centrees. *Acta Metallurgica*, (1973).
- [9] **J.Oudar**. Structure et conditions de formation de la couche d'adsorption du soufre sur le cuivre. Surface Science. amsterdam : s.n., 1968.
- [10] **J, Saâd**. Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé. 2004.
- [11] **F. Biquard, A.Septier**. Amelioration de la conductivite superficielle du cuivre et de l'aluminium en hyperfréquences, par abaissement de temperature. Nuclear Instruments and Methods. 1966.
- [12] **J. Angenault**, Chimie des groupes principaux. Munich : Veibert. 2007.
- [13] **V. Ganesh, D. Vijayaraghavan, and V. Lakshmi-narayanan**. Appl. Surf. Sci. . 2005. 240,286.
- [14] **J. CJ Petit, J. De Jong**. Development of Cu and Zn Isotope MC-ICP-MS Measurements: Application to Suspended Particulate Matter and Sediments from the Scheldt Estuary. Geostandards newsletter. 2008.
- [15] **F. A.Cotton, and G. Wilkinson**, Advanced Inorganic Chemistry. 1988. 471, 798.
- [16] **J. E. Alexander, et E. F.Corcoran**, the distribution of copper in tropical seawater. 12, 236.1967.
- [17] **H. Pops, J. Holloman**. Wire Journal International. 1994. 70.

-
- [18] **S. Askenazy, Ch. Fert, J. Marquez, Ph. Bellan, Ph. Wallace et F. Herlach.** Sur les champs magnétiques pulsés crowbar. I. Caractéristiques géométriques et électriques des bobines en cuivre. Phys. Appl. (Paris) 21, 563-577 .1986.
- [19] **L.Guyout, G.Fromentin et P.Picart.** Effets d'échelle en Micro Fraisage d'un acier inoxydable 316L. (Le Centre pour la Communication Scientifique Directe). French National Centre for Scientific, (2009).
- [20] **P. Birat.** Transformation d'une fraiseuse en machine à graver et à reproduire. Article. LA PRATIQUE DES INDUSTRIES MECANIQUE.1948.
- [21] **R. Meilland,** Spectrométrie d'émission optique à source étincelle (partie 1). Article. s.l. : Techniques D'analyse, 2005.
- [22] Spectrométrie d'émission optique à source étincelle (partie 2). s.l. : Techniques D'analyse. 2015.
- [23] **L.Pollino,** Etude des mécanismes en spectrométrie d'émission optique à source étincelles avec comptage des impulsions (SEO-CDI) permettant la mise au point d'un modèle de quantification des inclusions dans les aciers. university of Chicago. s.l, 1999.
- [24]La spectroscopie d'émission optique sur plasma induit par laser LIBS. l'actualité chimique. 2007.
- [25]**G. Thomas, O. Hirsch et P. Chapon.** Une technique analytique rapide pour le contrôle des procédés de traitement thermique : la spectrométrie d'émission optique à décharge luminescente. Revue de Métallurgie 107, 155 –163. s.l. : EDP Sciences, 2010.
- [26] **L.Pollino,** Determination of Total Sulfur in Fifteen Geological Materials Using Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) and Combustion/Infrared Spectrometry, 1999.
- [27]**F. Ruby-Meyer, G. Willay.** Identification rapide des inclusions dans les aciers par la technique SEO-CDI. s.l: La Revue de Métallurgie-CIT, 1997.

Résumé

La spectrométrie d'émission optique a été utilisée dans ce travail, pour pouvoir déterminer le taux des impuretés dans le cuivre, destiné à la fabrication des fils de bobines électriques. Cette mesure est très importante du fait que leur taux de présence dans le matériau peut influencer considérablement ses propriétés électriques. Les résultats obtenus montrent que le taux de chaque élément correspond bien aux normes utilisés à l'exception de taux de Plomb. Les mesures effectuées pour déterminer la conductivité et la résistivité des trois échantillons étudiés ont démontré que le taux de Plomb dans le cuivre change amplement sa conductivité et sa résistivité électrique du cuivre.

Mots clés : Spectrométrie, Cuivre, Impuretés, Conductivité électrique, Résistivité électrique.

Abstract

Optical emission spectrometry was used in order to determine the level of impurities in copper intended for the manufacture of electric coil wires. Presence of impurities in this material can considerably influence the electrical properties of the final product. The results obtained shows that the rate of each element corresponds well to the usual standards with the exception of lead rate. The measurements carried out to determine the conductivity and resistivity of the three samples studied showed that lead rate in copper significantly decrease the electrical resistivity and conductivity of the material.

Keywords: Spectrometry, Copper, Impurities, Electrical conductivity, Electrical resistivity.