



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie Mécanique

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Métallurgie

Spécialité : Génie Métallurgie

Réf. :

Présenté et soutenu par :
MOUSSAR Ahmed Ramzi

Le : lundi 8 juillet 2019

Recyclage des déchets de cuivre issus du procédé de tréfilage

Jury :

Dr.	Hamza BENTRAH	MCA	Université de Biskra	Président
Dr.	Karima OUNESS	MCB	Université de Biskra	Examineur
Dr.	Salim MESSAOUDI	MCB	Université de Biskra	Rapporteur

Dédicace

Je dédier ce travail de recherche à ma mère, à mon père et ma petite sœur.

Je dédier aussi ce travail de recherche a toute ma famille et mes amies.

Remerciements

Je remercie infiniment mon encadreur, Docteur MESSOAUDI Salim qui m'a proposé ce thème de recherche et aussi sa disponibilité et son soutien durant toute cette année universitaire.

Je remercie les membres de jury (Monsieur BENTRAH Hamza et Madame OUNESS Karima) pour avoir accepté d'expertiser et jugé mon travail de recherche.

Je remercie tout le personnel du Hall de technologie, et spécialement JARADI Farouk et TERIR Abou Bakre du laboratoire de métallurgie pour toutes les facilités et même leurs aides techniques pendant toute cette période.

Je tiens aussi à remercier tout le personnel de l'ENICAB, spécialement Ms HADDID Mohamed Djamel et Ms HOUHOU Tarek pour leur assistance et coopération.

Je remercie mes enseignants de la filière métallurgie qui ont participé à ma formation.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce travail de recherche de près ou de loin.

Sommaire

Dédicace	I
Remerciements	II
Sommaire	III
Liste des figures	VI
Liste des tableaux	VII
Liste des abréviations	VIII
Introduction générale	1

CHAPITRE I

Etude Bibliographique

1. Introduction.....	3
2. Le Cuivre	3
2.1. Petit historique du cuivre	4
2.2. Fiche technique	4
2.3. Propriétés du cuivre	4
2.3.1. Propriétés physiques.....	4
2.3.2. Propriétés mécaniques.....	5
2.4. Utilisation du cuivre.....	5
2.5. Normes relatives au cuivre.....	6
2.6. Cuivres contenant de l’oxygène.....	6
2.7. Le cuivre sans oxygène (C10100 : norme ASTM).....	7
2.8. Effets du cuivre sur la santé et toxicité	8
2.9. Fils et câbles en cuivre.....	8
3. Le tréfilage.....	8
3.1. Description du procédé	8
3.2. Les Dévidoir.....	9
3.3. Filières.....	9
3.4. Frottements	9
4. Les déchets.....	10
4.1. Définition	10
4.2. Classification des déchets Selon la réglementation algérienne.....	10

4.3. Type de matériaux récupérés	10
4.4. Les risques liés aux déchets	12
5. Le recyclage	12
5.1. Le recyclage et l'économie	12
5.2. Recyclage et environnement	12
5.3. Recyclage du cuivre	13
5.4. Importance du recyclage de cuivre	13
5.5. Recyclage et fonderies	14

CHAPITRE II

Etude expérimental

1. Introduction.....	16
2. Techniques d'analyses et de caractérisation et préparation des échantillons.....	16
2.1. Enrobage	16
2.2. Polissage mécanique	17
2.3. Attaques chimiques	17
2.4. Microscopie optique.....	18
2.5. Micro dureté.....	18
2.6. Essai Vickers.....	18
3. Travail expérimental réalisé	20
3.1. Matériau étudié	20
3.2. Données sur le matériau étudié	21
3.2.1. Certificat de conformité (UNITED METALS CO.)	21
3.2.2. Politique de qualité.....	21
3.2.3. Analyse chimique	22
3.3. Localisation des pertes et prélèvement des échantillons.....	22
3.4. Nettoyage et préparation des poudres	24
3.5. Nettoyage des poudres des dresseuses	24
3.6. Nettoyage de la poudre de la chaîne de tréfilage (la boue).....	24
3.7. La Séparation magnétique.....	25
3.8. Résultat de la séparation magnétique.....	26
3.8.1. Séparation magnétique D2.....	26
3.8.2. Séparation magnétique D1	27
3.9. Séparation par tamisage	27

3.10. Résultats du tamisage de la poudre brute D1	28
3.11. Résultat de tamisage de la poudre D2.....	29
3.12. Description du procédé Oxygène Free.....	30
4. Les essais de fusion.....	31
4.1. Fusion de la poudre brute D2 avec du charbon fin	31
4.2. Fusion de la poudre brute D2 avec du charbon massif	33
4.3. Fusion de la poudre brute D1 avec du charbon massif	34
4.4. Fusion de la boue brute Tf avec du charbon massif.....	35
4.5. Fusion de la boue nettoyée et séparée magnétiquement	36
Conclusion générale	37
Bibliographie	39

Liste des figures

Figure I. 1 : schéma descriptif du procédé de tréfilage [9].....	8
Figure II. 1 : Photos réels des échantillons avec et sans enrobage	17
Figure II. 2 : schéma descriptif de la méthode Vickers [18].	20
Figure II. 3 : Endroits de prélèvement de la poudre ; les points de prélèvements dans la zone des dresseuses	24
Figure II. 4 : schéma explicative sur le Principe de la séparation magnétique effectué [22].	26
Figure II. 5 : une comparaison visuel de la quantité de fer par rapport a cell de cuivre.	26
Figure II. 6 : photo réel de la tamiseuse utilisée présentons la position des Tamis utilisé.....	28
Figure II. 7 : schématisation graphique du résultat de la séparation par tamisage de D1.	29
Figure II. 8 : schématisation graphique du résultat de la séparation par tamisage de D2.	30
Figure II. 9 : microstructure de l'échantillon D2 pris par microscope optique et par plusieurs agrandissements (A = agrandissement X100,B= agrandissement X200, C= agrandissement X500).....	32
Figure II. 10 : microstructure de l'échantillon D2 avec différents agrandissement (A : agrandissement X100, B : agrandissement X200, C : agrandissement X500, D : agrandissement X200).....	34
Figure II. 11 : microstructure de l'échantillon D1(A : agrandissement X50, B : agrandissement X200).....	35
Figure II. 12 : microstructure de l'échantillon Tf avec un agrandissement de 200 fois	36
Figure II. 13 : micro sturcute pris par microscope opptique de l'echontillon DSM (A : agrandissement X200, B : agrandissement X200, C : agrandissement X500, D : agrandissement X500).....	37

Liste des tableaux

Tableau I. 1 : fiche technique du cuivre [3].	4
Tableau I. 2: Propriétés physiques du cuivre [5].....	5
Tableau I. 3: liste des caractéristiques du cuivre sans oxygène C10100 [6]......	7
Tableau I. 4 : origine et caractéristiques des différents matériaux recyclés [13].	11
Tableau II. 1 : Caractéristiques mécaniques du cuivre (valeurs moyennes)[18].....	19
Tableau II 2 : liste des informations technique fournit par (UNITED METLS CO).	22
Tableau II. 3 : liste de composition chimique fourni par UNITED METALS CO des éléments présents dans le fil machine et leur pourcentage en PPM (Les valeurs sont des datas typique.)	22
Tableau II. 4 : résultat de la séparation magnétique de la poudre D2	26
Tableau II. 5 : résultat de la séparation magnétique de la poudre D1	27
Tableau II. 6 : résultat de la séparation par tamisage effectuée la poudre D1.....	28
Tableau II. 7 : résultat de la séparation par tamisage effectué sur la poudre D2	29
Tableau II. 8 : nombre d'essais de fusion et paramètres relative... Erreur ! Signet non défini.	
Tableau II. 9 : résultat de la pesé de chaque échantillons avant et après la fusion et le pourcentage perdu	30
Tableau II. 10 : résultat de la microdureté.	Erreur ! Signet non défini.

Liste des abréviations

ENICAB : ENTREPRISE DES INDUSTRIES DU CABLE BISKRA

Fm : fil machine

D1 : poudre pris de la 1ere dresseuse

D2 : poudre prise de la 2eme dresseuse

TF : poudre prise du bain des tréfileuses (fin de cycle de tréfilage)

DSM : dégraissé et sépare magnétiquement

ST1 : séparé dans un tamis de 1mm

ST 500 : séparé dans un tamis de 500 Um

ST 710 : séparé dans un tamis de 710 Um

ST 90 : séparé dans un tamis de 90 Um

ST>90 : poudre qui a dépassé le tamis de 90 Um

PPM : partie par million

ASTM : american society for testing and materials

IACS : International annealed copper standard

KSI : killograme per square inch

$\Omega.m$: ohm mètre

W/(m.K) : watt par mètre kelvin

Inch : pouce

Mg/nm³ : milligramme par normal mètre cube

Ng/m³ : nano gram par mètre cube

MPa :méga pascale

GF : gram force

KGF : killogram force

EDS : Energy Dispersive Spectrometry

MEB : microscope électronique a balayage

DRX : diffraction des rayons X

EBSD : Electron Backscattered Diffraction

OFHC: oxygen-free high-conductivity copper

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction générale

Le cuivre est le troisième métal le plus utilisé au monde après le fer et l'aluminium, et ce à cause de ces excellentes propriétés chimiques, physiques et mécaniques. Il est très utilisé dans le secteur de la construction et beaucoup plus particulièrement dans le matériel électrique et électronique, cette grande consommation est due essentiellement à sa grande conductivité thermique et électrique.

L'augmentation de la consommation a atteint un certain niveau qu'elle a dépassé la production primaire, il a fallu donc, introduire le recyclage pour soutenir la production minière (primaire).

Dans notre recherche on s'intéresse à étudier le recyclage de cet élément et la possibilité à d'atteindre une pureté acceptable (plus de 99%) par les moyens les plus économiques.

L'objectif de notre travail est de réaliser le recyclage des poudres engendrées par le tréfilage du fil de cuivre dans la câblerie de Biskra (ENICAB). Ces poudres se trouvent sous deux formes : poudre sèche issue des frottements avec les dresseuses et les poudre humide (boue) issue du frottement avec les filières. On effectuée plusieurs méthodes des nettoyages et de préparation puis la fusion sous une atmosphère contrôlée

Dans ce travail, nous allons tenter de recycler ces poudres par le procédé : Oxygen Free. Le cuivre étant connu comme un élément très réactif avec l'oxygène, ce procédé sera appliqué avec l'ajout d'une couche en charbon de bois servant de barrière protectrice contre l'oxydation. Au cours de ce travail, des poudres brutes et des poudres nettoyées subiront une fusion à 1100°C. Nous avons opté pour ce procédé parce qu'il semble simple et facile à réaliser et économique. Cette tentative nous servira d'indication sur l'applicabilité et l'efficacité de ce procédé sur le recyclage des poudres de cuivre

Le manuscrit est devisé en deux chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur le cuivre comme élément et ces caractéristiques physiques et mécaniques. La deuxième partie parle sur le recyclage en général et sur le recyclage du cuivre spécifiquement.

Le deuxième chapitre présente les méthodes expérimentales et résultat, en premier en présentera le matériau étudié et les techniques de préparation puis la fusion et ces conditions puis dans la partie suivante en présenteront les résultats trouvés.

CHAPITRE I

Etude Bibliographique

1. Introduction

La production mondiale du cuivre n'a cessé de croître et surtout durant ces trois dernières décennies. Et d'après l'ICSG, la consommation mondiale du cuivre a atteint des records également ces dernières années en atteignant environ 23.43 Mt en 2016. Cette grande consommation a fait flamber les prix de ce métal malgré et l'a rendu inaccessible dans certains secteurs. En vue de son histoire, le cuivre est parmi les matériaux les moins rejetés, néanmoins les grandes consommations mondiales du cuivre ont pu générer, au fil du temps, des quantités conséquentes de déchets. Le recyclage du cuivre est appliqué avant tout pour une solution pour renforcer la production primaire et faire baisser les prix.

Dans ce chapitre, on fera un petit aperçu sur le cuivre et ses propriétés physiques et mécaniques. On parlera des déchets et du recyclage des métaux de manière générale et on ciblera particulièrement le recyclage du cuivre.

2. Le Cuivre

Dans la nature, le cuivre se présente essentiellement sous forme de minerais de sulfure qui doivent d'abord être traités pour fournir du métal brut, lequel peut ensuite être affiné pour atteindre une qualité convenant à l'usage désiré [1]. Il est l'un des métaux les plus anciennement connus. Sa métallurgie remonterait au 9^e millénaire et l'on peut parler d'un âge du cuivre antérieur à l'âge du bronze. Le cuivre occupe une quantité modeste dans la composition de la croûte terrestre : 0,01% environ, où il se présente essentiellement sous forme de minerais sulfurés (80% du cuivre extrait), oxydés (15%) et à l'état natif (seulement 5% de toute la production actuelle de cuivre) [2].

Parmi les minerais les plus importantes il faut mentionner :

- La Chalcopirite, CuFeS_2 .
- La Bornite, Cu_3FeS_3
- La Chalcosite, CuS
- La Cuprite (pyrite cuprifère), Cu_2O

Les carbonates basiques, malachite : CuCO_3 , $\text{Cu}(\text{OH})_2$ et Azurite: $2\text{CuCO}_3\text{-Cu}(\text{OH})_2$ sont exploités comme pierres d'ornement ou semi-précieuses.

En métallurgie, le cuivre rentre dans de nombreux alliages comme le laiton (cuivre et zinc), le bronze (cuivre et étain), le maillechort (cuivre, nickel et zinc) [2].

2.1. Petit historique du cuivre

Le cuivre est connu depuis fort longtemps, puisque c'est le premier métal travaillé par l'Homme. D'anciennes traces de fusion du cuivre ont été datées de la première moitié du V^e millénaire avant J.C. Formant un alliage avec l'étain, le cuivre est à l'origine d'une révolution technologique dès l'âge du bronze (2.300 ans avant notre ère) [3].

2.2. Fiche technique

Le tableau dessous représente quelque information physique et chimique sur le cuivre

Tableau I. 1 : fiche technique du cuivre [3].

Symbole	N° atomique	Électrons par niveau d'énergie	Masse atomique	Série	Densité	Point de fusion	Point d'ébullition
Cu	29	2, 8, 18, 1	63,546 u	métaux de transition	8,96	1.084,62 °C	2.562

2.3. Propriétés du cuivre

2.3.1. Propriétés physiques

La plupart des propriétés du cuivre métallique dépendent du degré de pureté et de la source du métal. Les variations de propriétés sont causées par :

- Grade de cuivre, c'est-à-dire la teneur en oxygène : cuivre désoxydé, cuivre sans oxygène
- Contenu d'impuretés natives (par exemple, arsenic) ou restes d'additifs (par exemple, phosphore), qui forment des solutions solides ou des phases séparés aux joints de grains[4].
- Prétraitement thermique et mécanique du métal, qui conduit à des états tels que le cuivre coulé, cuivre laminé à chaud, travaillé à froid (dur) cuivre, cuivre recuit (doux) et fritté.

Ces différences de propriété sont liées à la pureté et aux imperfections détectées dans le réseau cristallin. Deux groupes de propriétés doivent être distingués :

- Faible dépendance à l'égard du réseau cristallin détecté, par exemple, les propriétés caloriques et thermodynamiques, comportement magnétique et caractéristiques nucléaires.
- Grande dépendance vis-à-vis des défauts, par exemple conductivité électriques, conductivité thermique, comportement plastique, phénomènes cinétiques et résistance à la corrosion.

Les variations de propriétés sont causées soit par des imperfections physiques du réseau (luxations, vides du réseau et atomes interstitiels) ou par des imperfections chimiques (substitution solutions solides) [4].

2.3.2. Propriétés mécaniques

Les caractéristiques mécaniques ne dépendent pas de la nuance de cuivre considérée et très peu de la forme des produits (laminés, tubes, barres). Elles sont surtout influencées par le taux d'érouissage. Leurs valeurs moyennes sont indiquées au tableau dessous [5].

Tableau I. 2: Propriétés physiques du cuivre [5]

	Cu-a1	Cu- b1	Cu-b2	Cu-c1	Cu-c2
Température de fusion (°C)	1065à 1083	1083	1083	1084	1084
Masse volumique a 20°C (Kg/dm³)	8.89 à 8.92	8.94	8.94	8.94	8.94
Conductivité thermique à 20 °C (W/ (m.K))	389	328	362	389	392
Conductivité électrique à 20°C (% IACS)	100	70à90	85à 98	100	100
Résistivité électrique à 20°C (10⁻⁸Ω.m)	1.7	2.2	1.9	1.7	1.7
Coefficient de température de résistivité de 0 à 100°C (10⁻³K⁻¹)	3.9	3.1	3.6	3.9	3.9

2.4. Utilisation du cuivre

Le cuivre est présent dans de nombreux alliages, notamment dans les radiateurs et les échangeurs de chaleur. Sa bonne conductivité électrique (la meilleure parmi les métaux non

précieux) et thermique en fait un matériau de choix en télécommunications, dans le bâtiment, ou encore le domaine de transports d'énergie. Les circuits intégrés et les circuits imprimés possèdent de plus en plus de cuivre. On utilise aussi le cuivre dans les tubes à vide et les guides d'onde.

En architecture, le cuivre peut servir comme matériau de couverture étanche, sur les toits par exemple. Dans les alliages avec le nickel, le cuivre est employé en construction navale pour sa bonne tenue à la corrosion.

Les composés cuivrés, minoritaires dans l'utilisation du cuivre, servent notamment dans les fongicides. Parmi les alliages de cuivre, notons le laiton (cuivre et zinc, pour les douilles d'obus et les matériaux à mémoire de forme notamment) et le bronze (cuivre et étain, matériaux de frottement) [3].

2.5. Normes relatives au cuivre

- NF EN 1652 (indice de classement français A 51-201) : plaques, tôles bandes et disques pour usages généraux.
- NF EN 1654 (indice de classement français A 51-203) : bandes pour ressorts et connecteurs.
- NF EN 1057 (indice de classement français A 51-120) : tubes ronds sans soudure en cuivre pour l'eau et le gaz dans les applications sanitaires et de chauffage.
- NF EN 1977 (indice de classement français A 51-118) : fil machine en cuivre.
- NF EN 12166 (indice de classement français A 51-304) : fil pour usages généraux [5].

2.6. Cuivres contenant de l'oxygène

Introduit au cours des opérations de fusion et de coulée, l'oxygène est présent dans le cuivre à des teneurs de quelques centaines de parties par million (100 ppm = 0,01 %).

La structure micrographique révèle la présence de cet oxygène sous forme de petits globules d'oxyde cuivreux Cu_2O , appelé oxyde. Cette présence rend cette nuance de cuivre impropre au chauffage aux températures supérieures à 300 °C en atmosphère réductrice ou contenant de l'hydrogène ; en effet la réduction de l'oxyde avec formation de H_2O fragilise les joints de grains et conduit à une décohésion inter granulaire du cuivre [5].

2.7. Le cuivre sans oxygène (C10100 : norme ASTM)

Le cuivre sans oxygène est produit par conversion directe de cathodes raffinées sélectionnées dans des conditions soigneusement contrôlées afin d'éviter toute contamination du métal pur sans oxygène pendant le traitement. Le procédé de production de O.F.H.C. Le cuivre assure une teneur extrêmement élevée en métal avec une teneur en cuivre de 99,99%. Avec une teneur aussi faible en éléments étrangers, les propriétés inhérentes au cuivre élémentaire sont mises en évidence. Les caractéristiques sont une ductilité élevée, une conductivité électrique et thermique élevée, une résistance élevée aux chocs, une bonne résistance au fluage, une facilité de soudage et une faible volatilité sous vide poussé. Cuivre C10100 Conforme aux barres rondes ASTM B187 et ASTM B152 pour les plaques [6].

Tableau I. 3: liste des caractéristiques du cuivre sans oxygène C10100 [6].

Elément	nominal	minimum	maximum
Cuivre	-	99.99	-
Phosphore	-	-	0.0003
Tellurium	-	-	0.0010
Dureté rockwell F	-	87	-
Contrainte de traction**	-	48	-
Force de rondement ksi**	-	44	-
Allongement % IN 2 inch	-	16	-
Conductivité thermique	226	-	-
Conductivité électrique % IACS à 68F	101		
Module d'élasticité	17.000		

Les valeurs énumérées ci-dessus représentent des approximations raisonnables adaptées à une utilisation générale en ingénierie. En raison de variations commerciales dans la composition et de limitations de fabrication, ils ne doivent pas être utilisés aux fins de spécifications. Voir applicable A.S.T.M. références de spécification [7].

2.8. Effets du cuivre sur la santé et toxicité

On peut trouver du cuivre dans beaucoup de type d'aliments, dans l'eau et dans l'air. A cause de cela on absorbe des quantités importantes de cuivre chaque jour en mangeant, buvant et respirant. L'absorption de cuivre est nécessaire, car le cuivre est un élément qui est essentiel pour la santé. Des quantités excessives peuvent causer des problèmes de santé importants [8].

2.9. Fils et câbles en cuivre

Leur fabrication commence par la réalisation d'une ébauche, en coulée continue, sur une roue à gorge dans laquelle se solidifie le cuivre qui est par la suite laminé à chaud. On obtient ainsi un fil rond de gros diamètre appelé fil machine. Ce fil est tréfilé à froid par passage dans des filières de diamètre de plus en plus petit jusqu'à l'obtention du diamètre final choisi. On peut ainsi atteindre un diamètre d'une dizaine de micromètres [5].

3. Le tréfilage

Le processus de tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil en le tirant à travers une série de filières. Les principaux paramètres du processus sont : l'angle de travail α , la réduction r , le coefficient de frottement fil-filière μ et la vitesse de tréfilage [9].

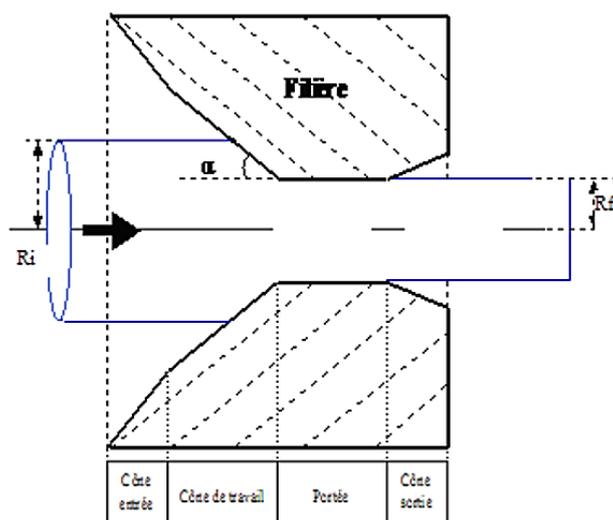


Figure I. 1 : schéma descriptif du procédé de tréfilage [10]

3.1. Description du procédé

Le tréfilage est l'un des procédés de mise en forme à froid les plus utilisés dans le milieu industriel, en particulier dans le secteur électrique et pour la fabrication de fils métalliques. Le

processus consiste à étirer un fil, en plusieurs passes, en réduisant progressivement son diamètre à travers des filières, sous l'action d'une traction continue. La déformation du métal, résulte de l'application d'un champ de contrainte pour provoquer un écoulement plastique, de façon à obtenir une géométrie donnée. Cette mise en forme du fil au cours de l'étirage à travers les filières provoque une modification générale des propriétés mécaniques [10].

3.2. Les Dévidoir

La matière première, c'est-à-dire le fil machine, est présenté sous forme de bobines ou plus rarement de fils enroulés dans des octabins (cartons octogonaux sur palette dans lesquels on enroule les fils avec un diamètre de 1 m) à l'entrée de la ligne d'extrusion.

La première fonction des dévidoirs est de permettre une alimentation continue de la ligne en conducteur, fil ou câble [11].

Les dévidoirs, ont pour but :

- de faciliter la manutention ;
- d'éviter l'emmêlement des fils et leur rupture ;
- d'obtenir l'arrêt immédiat de la machine dans le cas d'emmêlement et pour la sécurité de l'opérateur.

3.3. Filières

La filière constitue l'élément fondamental de l'opération de tréfilage. La forme qu'il convient de lui donner a fait l'objet de nombreux travaux théoriques ou expérimentaux. Elles sont généralement en carbure de tungstène, tout au moins pour la portée de travail. Elles peuvent aussi être éventuellement en diamant, ou en céramique [11].

3.4. Frottements

Contrairement à d'autres procédés où il est moteur, le frottement est un phénomène qui gêne le procédé du tréfilage, dans ce cas il génère une augmentation de la force de tréfilage et de la température au cours de l'opération et peut causer plusieurs défauts comme les rayures sur les fils et il est aussi responsable en partie de l'usure de la filière [10].

4. Les déchets

4.1. Définition

Dans le langage courant, le terme déchets désigne ordure, débris, immondice, ou tout autre résidu rejeté parce qu'il n'est plus consommable ou utilisable et donc n'a plus de valeur [23 12].

Il est aussi définie comme étant tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, et plus généralement tout substance, ou produit dont le propriétaire ou le détenteur de défaut, projette de se défaire ou dont il a l'obligation de se défaire ou l'éliminer.

4.2. Classification des déchets Selon la réglementation algérienne

- **Déchets ménagers et assimilés** : tous déchets issus des ménages ainsi que les déchets similaires tels que les déchets agricoles, déchet de matière plastique et autres qui sont assimilables aux déchets ménagers.

- **Déchets spéciaux** : tous déchets issus des activités industrielles, agricoles, de soins, de services et toutes autres activités qui en raison de leur nature et de la composition des matières qu'ils contiennent ne peuvent être collectés, transportés et traités dans les mêmes conditions que les déchets ménagers et assimilés et les déchets inertes.

- **Déchets spéciaux et dangereux** : tous déchets spéciaux qui par leurs constituants ou par les caractéristiques des matières nocives qu'ils contiennent sont susceptibles de nuire à la santé publique et/ou à l'environnement tels que les explosifs, les comburantes, les corrosifs, irritants, inflammables ...etc.

-**Déchets inertes** : tous déchets provenant notamment de l'exploitation des carrières, des mines, des travaux de démolition, de construction ou de rénovation, qui ne subissent aucune modification physique, chimique ou biologique lors de leur mise en décharge, et qui ne sont pas contaminés par des substances dangereuses ou autres éléments générateurs de nuisances, susceptibles de nuire à la santé et /ou à l'environnement [14].

4.3. Type de matériaux récupérés

On peut regrouper les matériaux cuivreux en trois grandes catégories :

— **les scraps nouveaux** proviennent directement de procédés d'élaboration. Il s'agit de chutes et de tournures provenant d'industries fabriquant des semi-produits (tôles, barres, tubes, fils)

et des produits finis. On génère des scraps au niveau des raffineries de cuivre et de l'élaboration des produits ;

— **les scraps anciens** désignent des matériaux obsolètes : machines hors d'usage, débris de manufactures, vieux bateaux, avions, véhicules, câbles, munitions, démolition d'ensembles (réfrigérateurs, matériel informatique, standards téléphoniques, téléviseurs, moteurs électriques, etc.).

— **les cendres et résidus de l'industrie métallurgique** sont des produits résiduels provenant de procédés métallurgiques et de raffinage, qui regroupent les scories, les écumes, les crasses, les boues anodiques, les alliages, les déchets de fonderie. Ces produits sont usuellement recyclés à l'usine ou vendus pour un traitement ultérieur, ou inertés quand ils ne peuvent pas être valorisés [15].

Les déchets sont toujours très variables, en composition, en taille et en forme (tableau 3), ce qui complique l'application des procédés métallurgiques et limite le taux de récupération [15].

Tableau I. 4 : origine et caractéristiques des différents matériaux recyclés [15].

Matériaux	Exemples	Conditions
Chutes de métallurgie	Tournures, chutes	Très variables en taille et en forme
Résidus de métallurgie	Scories, crasses, écumes	Très variables en composition
Déchets composite de la métallurgie	Chutes de produits finis	Très variables en composition, en taille et en forme
Poussières	Laitoneries, four	Très variables en composition, difficilement récupérables
Déchets chimique	Traitement de surface, boues anodiques, résidus divers	Très variables en composition
Vieux scraps	Tube, fils	Très variables en taille et en forme
Vieux scraps composites	Radiateur d'automobile	Très variables en composition, en taille et en forme, difficilement récupérables
Vieux scraps mixtes	Standards téléphoniques, ordinateurs, téléviseurs	Très variables en composition, en taille et en forme, difficilement récupérables
Autres déchets solides	Déchets domestiques, débris de démolition, etc.	Extrêmement variables, peu riches en cuivre récupérable, très faible récupération

4.4. Les risques liés aux déchets

A l'origine, ils proviennent de la consommation domestique, de l'activité professionnelle ou de la production agricole et industrielle, les déchets sont à la fois un risque et une ressource. Eliminés sans précautions, ils risquent non seulement d'abîmer les paysages, mais aussi de polluer l'entourage et d'exposer l'homme à des nocivités et des dangers dont certains peuvent être très importantes [6].

5. Le recyclage

Comme vu précédemment les déchets sont nocifs pour l'environnement et les êtres vivants, pour cela le terme recyclage est introduit comme une essentielle solution pour réduire ses déchets et minimiser le risque de pollution. Le recyclage est définie comme-étant l'action de transformer les déchets, les matériaux en fin de vie et le résidu de fabrication en une matière première réutilisable pour diminuer la pollution et économiser de l'énergie.

Plusieurs synthèses de recyclage sont utilisées, ils varient suivant la matière qu'ont veux recycler, les métaux sont ramenés généralement à l'état liquide et ils peuvent être réutilisés facilement.

5.1. Le recyclage et l'économie

Du côté énergétique le recyclage économise l'énergie et réduit les émissions de CO₂. Le recyclage du cuivre est le meilleur moyen de réintroduire ce matériau indispensable dans le système économique. Il nécessite jusqu'à 85 % moins d'énergie que la production primaire. Il permet une économie 100 millions de MWh d'énergie électrique et d'éviter l'émission de 40 millions de tonnes de CO₂ par an dans le monde [16].

Le recyclage des déchets de cuivre est une opération économiquement satisfaisante car l'énergie nécessaire à l'élaboration du cuivre à partir de scraps ne représente que le quart de celle utilisée pour extraire ce métal du minerai [15].

5.2. Recyclage et environnement

Lors des traitements des déchets de cuivre, on s'efforce de réduire au maximum les émissions gazeuses. Dans la plupart des usines, SO₂ peut être réduit à moins de 200 mg/Nm³, de même pour NO_x. Toutefois, les procédés thermiques peuvent conduire à des émissions de dioxine, qui

doivent être limitées à 0,1 ng/m³ en faisant appel à des techniques de réduction sélectives des gaz. Les déchets toxiques sont mis en conteneurs et/ou enfouis.

Pour leur élimination, il fallait compter sur un coût de 360 €/t en 2001, incluant le transport et la mise en conteneurs [15].

5.3. Recyclage du cuivre

Après un prétraitement convenable, les déchets contenant du cuivre peuvent être incorporés aux opérations aboutissant normalement à la production de cuivre primaire [1]. Le cuivre pur se recycle très facilement : il peut être refondu ou dissous dans un acide pour être à nouveau électrolysé. En particulier, les « circuits imprimés » présents dans tous les appareils électroniques sont fabriqués à partir de déchets de cuivre dissous, puis redéposés par électrolyse. On obtient ainsi des « foils » qui sont en fait des films très minces de cuivre dont l'épaisseur minimale est de 0.01mm.

5.4. Importance du recyclage de cuivre

Selon l'International Copper Study Group (ICSG), 41,5% du cuivre utilisé en Europe provient du recyclage, ce qui souligne l'importance croissante de ce mode d'approvisionnement. Cet état de fait contribue à compenser le besoin toujours croissant pour le métal rouge (+ 250 % depuis 1960) alors que, dans le même temps, nous devons réduire l'impact environnemental occasionné par sa production et assurer sa disponibilité pour les générations futures. Un ordinateur contient environ 1,5 kg de cuivre, une maison environ 100 kg et une éolienne, 5 tonnes. Le cuivre a la propriété remarquable d'être recyclable et réutilisable à l'infini sans perte de performance ni de propriétés, nous avons donc tout intérêt à nous assurer que nos produits et déchets en cuivre soient correctement recyclés lorsqu'ils atteignent leur fin de vie. On peut alors tout à fait imaginer que le cuivre utilisé pour les Smartphones devient un jour une partie de nos canalisations en cuivre !

Le recyclage a un rôle important à jouer dans la chaîne d'approvisionnement en ce sens qu'il permet d'éviter l'extraction des ressources naturelles, il crée également des emplois localement, il évite la mise en décharge et incite au recyclage d'autres matériaux.

En 2011, 2,1 millions de tonnes de cuivre, en provenance de produits en fin de vie et de déchets d'usine directement recyclés (refonte sur site), ont été réutilisés, soit une augmentation de 12% en un an. Cette augmentation des quantités de cuivre recyclé est la conséquence de l'accroissement de l'utilisation de ce métal dans le monde.

Le cuivre est devenu omniprésent dans les équipements de notre vie actuelle : électroménager, produits high-tech, installations électriques, télécommunication, moteurs, systèmes solaires ou bâtiments intelligents.

Depuis le milieu des années 1960, la consommation mondiale en cuivre raffiné a augmenté de plus de 250 % (passant de 5 à 18 millions de tonnes). La production minière reste donc incontournable pour répondre à la demande. Cependant, afin de pouvoir faire face aux besoins futurs, il est important de maintenir à la fois des moyens importants en matière de récupération et de recyclage tout en investissant dans le secteur minier [17].

5.5. Recyclage et fonderies

Les fondeurs préfèrent utiliser des scraps de haute qualité dont la composition est connue. L'identification des scraps est pour eux une démarche capitale, car une erreur d'analyse est très préjudiciable : elle conduit à la fabrication d'un alliage de mauvaise qualité et à un accroissement du temps de raffinage pour éliminer l'impureté nuisible ; dans tous les cas, elle affecte négativement l'économie du procédé [14].

CHAPITRE II

Etude expérimental

1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter la démarche expérimentale poursuivie pour la réalisation du recyclage de la poudre de cuivre issue du procédé de tréfilage.

Nous décrirons le procédé de fusion "Oxygen Free" utilisé pour le recyclage de la poudre. Nous présenterons le matériau étudié : les zones de prélèvement, les opérations de nettoyage et de préparation des poudres des collectées. Nous présenterons l'essentiel des résultats obtenus et les interprétations associées.

Notons que pour la réalisation de cette étude, des techniques d'analyse et de caractérisation ont été prévues. Mais uniquement la métallographie optique, et la microdureté ont pu être réalisées, cependant, les deux autres techniques importantes pour cette étude, à savoir la diffraction des rayons x, et l'EDS par microscopie électronique à balayage (MEB), n'ont pas pu être effectuées par faute de moyens.

2. Techniques d'analyses et de caractérisation et préparation des échantillons

Le mode de préparation d'un échantillon dépend de l'information recherchée, topographie, microstructure ou composition et bien sûr de la nature de l'échantillon et de la forme dans laquelle il se présente : échantillon dur et massif, poudre, etc....

La clé d'une bonne observation ou d'une analyse correcte réside dans une préparation adéquate de son échantillon. Avant tout, il faut se poser la question de savoir quels sont les raisons ou les buts de cette observation (observation topographique, micrographique, microanalyse, EBSD...), ce qui déterminera d'une part la mise en œuvre de son échantillon (brut, poli, lame mince...) et de l'ensemble des opérations nécessaires [18].

2.1. Enrobage

L'enrobage est une technique généralement utilisée pour faciliter le polissage et la préparation des échantillons de petite taille.

Différentes techniques d'enrobage peuvent être mises en œuvre en fonction de la nature de l'échantillon et du type d'analyses nécessaires à son examen. Pour ce travail l'enrobage est inévitable puisque la forme des échantillons a été irrégulière (Figure **II.1.A**) donc il fallait les enrober pour avoir une forme cylindrique (Figure **II.1.B**) qui nous donne la possibilité de passer l'échantillon pour l'observation optique et l'essai de micro dureté

On a appliqué dans notre préparation deux types d'enrobage :

- un enrobage en résine époxyde (scapa) (matière durcissable contenant une résine époxyde et un durcisseur)



Figure II 1 : Photos réels des échantillons avec et sans enrobage

2.2. Polissage mécanique

Après le découpage on obtient une surface très rugueuse, pour résoudre ce problème de surface on passe au polissage mécanique avec des papiers abrasifs qui a pour but de diminuer la rugosité et améliorer l'aspect. Les différentes granulométries des papiers (de 80 jusqu'à 4000) sont utilisées dépendant de la finition souhaitée.

De l'eau est utilisée comme lubrifiant pendant le polissage, sauf que pour le polissage de finition avec le papier feutre on applique une huile et une pâte diamanté

Dans notre cas on a utilisé les papiers abrasifs en carbure silicium de différentes granulométries (120, 320, 600, 800, 1000, 1200). Puis un polissage de finition sur tissu feutré et de la pâte diamantée de granulométrie 1 μ m

2.3. Attaques chimiques

L'attaque chimique est l'opération qui suit directement le polissage mécanique, elle est réalisée dans le but de révéler la microstructure. Elle fait apparaître le contraste des joints de grains et des différentes phases présentes dans l'échantillon. Chaque matériau a plusieurs réactifs,

chaque réactif à une application bien précise spécifique qui a un rapport avec la pureté et les éléments présents. Pour le cuivre on utilise de l'acide nitrique pour révéler la microstructure.

Donc, pour révéler la microstructure de nos matériaux, nous avons utilisé de l'acide nitrique seul ou dilué dans de l'eau distillée, pour prolonger la durée d'attaque, selon l'échantillon élaborée.

Attaque chimique utilisé :

- acide nitrique pur avec un temps d'attaque de 10 secondes
- acide nitrique pur avec un temps d'attaque de 5 secondes
- acide nitrique 75% avec un temps d'attaque de 5 secondes

2.4. Microscopie optique

Pour une compréhension primaire de l'état de fusion de l'échantillon ont effectué une observation microscopique, car on peut observer et déterminée, l'évolution des grains (la taille, la forme, la porosité ...), la répartition des précipités et des autres éléments présent, mouvement du joint de grain, les macles, et bien d'autres caractéristiques structurales. Pour cela, on à utiliser un microscope métallographique de type OPTIKA équipé d'un appareil photo numérique qui nous permis de prendre des micrographies de la structure des échantillons étudiés pour des grossissement allant jusqu'à 1000 fois[18].

2.5. Micro durezza

La micro durezza consiste à utiliser des indenteurs de taille submillimétrique. Les empreintes ne couvrent alors qu'un à quelques grains, et les résultats présentent une dispersion significative, ce qui nécessite de multiplier les mesures [19].

2.6. Essai Vickers

La méthode Vickers est une méthode d'essai de durezza statique qui se caractérise comme suit :

- Elle fait partie des méthodes normalisées (ISO 6507, ASTM E92, ASTM E384) [10].
- La méthode Vickers présente une gamme de charges à partir de 1 gf selon ISO respectivement de 1 gf jusqu'à 120 kgf selon ASTM, ce qui signifie qu'elle peut mesurer la durezza dans toutes les gammes de charges (de la micro-durezza à la macro-durezza en passant par la gamme faibles charges) [20].

- Il s'agit d'une méthode optique. Cela signifie que pour déterminer la dureté d'un échantillon, on mesure la taille de l'empreinte laissée par le pénétrateur.
- la distance entre les centres de deux empreintes successives supérieure à 6 fois la diagonale pour éviter l'interaction entre celles-ci.
- Forme et matériau du pénétrateur : Le pénétrateur est une pyramide équilatérale (base carrée) en diamant avec un angle au sommet entre faces de 136° .
- L'épaisseur de l'échantillon doit être supérieure à 1,5 fois la diagonale des empreintes (soit environ 7,5 fois la profondeur d'enfoncement h) [19].

La valeur de la dureté Vickers HV est donnée par le rapport de la charge appliquée sur l'aire projetée de l'empreinte résiduelle. Elle est déduite des dimensions des diagonales de l'empreinte résiduelle produite sur la surface du matériau [21].

Tableau II 1 : Caractéristiques mécaniques du cuivre (valeurs moyennes) [20].

État	Symbole afnor	Charge de rupture(MPa)	Limite d'élasticité à 0.2% (MPa)	Allongement A(%)	Dureté Brinell 10/500	Dureté Vickers
Recuit	O	230	60	45	45	50
¼ dur	H11	260	190	25	70	80
½ dur	H12	300	250	14	90	100
^{4/4} dur	H14	350	320	6	100	110
Resort	H15	390	360	4	105	115
Super resort	H18	460	440	2	120	130
Moulé	-	150	40	25	40	45

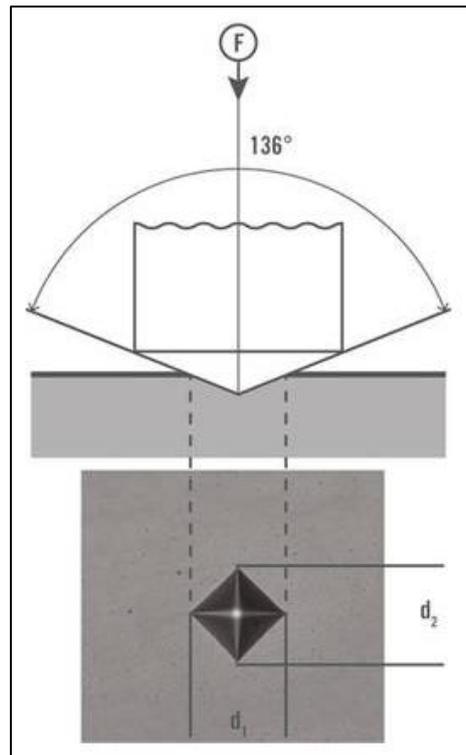


Figure II 2 : schéma descriptif de la méthode Vickers [20].

L'appareil utilisé pour cette analyse de micro dureté est de la marque TUKON 1102 doté d'un inventeur et de deux objectifs (X10 et X50).

La micro dureté a été testée dans les 10 échantillons par l'essai Vickers et par l'application de la charge 500GF pour le fil machine et 300GF pour les autres échantillons, la charge appliquée à une durée de 10 secondes de maintien puis le soulèvement de la charge et la mesure des diagonales de l'empreinte laissée par l'indenteur, le tableau ci-dessous résume les résultats et les moyennes trouvées.

3. Travail expérimental réalisé

3.1. Matériau étudié

Le matériau qui fait l'objet de notre étude est comme indiqué dans le titre, il s'agit des déchets de cuivre issus du tréfilage. Le matériau étudié se présente, donc, sous forme de poudre issue des pertes de masse lors de la fabrication des fils et des câbles électriques. Ces poudres sont produites lors du frottement entre les fils de cuivre et les diverses pièces de la chaîne de production (chaîne de tréfilage). Il est donc nécessaire de localiser tous les endroits où les pertes de masse peuvent se produire.

3.2. Données sur le matériau étudié

3.2.1. Certificat de conformité (UNITED METALS CO.)

United Metals a pris l'initiative d'installer l'usine Elsewedy electric produisant 125 000 tonnes par an de barres de cuivre par coulées en continue et laminage. En collaboration avec Southwire (États-Unis), il s'agit de la plus grande usine du Moyen-Orient et d'Afrique du Nord.[22]

3.2.2. Politique de qualité

- **NORME DE FABRICATION** : ASTM - B49- 1998.
L'usine fonctionne en permanence et une grande partie est automatisée. La fusion, la coulée, le laminage et les autres étapes du processus de production sont contrôlés automatiquement à l'aide d'un contrôle informatisé. Tous les paramètres importants sont continuellement testés.
- **Test de l'oxygène** : il détermine la teneur en oxygène du cuivre. Un déterminateur d'oxygène (Instrument LECO) donne la quantité d'oxygène présent dans le cuivre en ppm.
- **Test de composition chimique** : L'analyse de la composition chimique de la cathode et du produit final est effectuée.
- **Mesure des oxydes de surface** : L'élimination électrolytique de l'oxyde de surface permet de déterminer le type et l'épaisseur de l'échelle d'oxyde.
- **Conductivité** : la conductivité du cuivre est mesurée avec un instrument précis.
- **Test de torsion** : la tige est torsadée dix fois et ensuite inspectée visuellement.
- **Test d'allongement et de traction** : la tige est testée pour son allongement à la rupture et sa résistance à la traction.
- **Contrôles de diamètre** : ils garantissent que la tige est correctement ronde et du diamètre requis [21].

Le certificat dessous (table 1 et 2) a été fourni le **09/04/2019** par le fabricant (UNITED METALS CO.). Il nous donne des informations sur les caractéristiques mécaniques, électriques essentielles relatives au produit et aussi la composition chimique.

L'information contenue dans cette fiche technique sera prise comme référence pour nos tests et on va essayer de faire une comparaison entre la composition chimique fournie et la composition découverte par l'analyse spectroscopique.

Tableau II 2 : liste des informations technique fournit par (UNITED METLS CO).

NO	DESCRIPTION DU TEST	RESULTAT DU TEST
1	Spécification	ASTM B49-98
2	Cuivre min (%)	99.99
3	Oxygène (ppm)	250-350
4	Diamètre (mm)	8(+0.38 ou -0.38)
5	Contrainte de traction max (N/mm)	230
6	L'allongement min % (250mm)	40
7	Conductivité électrique min (IACS%)	101
8	Qualité de surface	Nettoyé et sans imperfections
9	Condition de stockage	ASTM B49-98
10	Conductivité thermique	8.3 watt/degré

3.2.3. Analyse chimique

Le tableau ci-dessous représente les éléments chimiques présents avec le cuivre. Les valeurs sont en ppm.

Tableau II 3 : liste de composition chimique fourni par UNITED METALS CO des éléments présents dans le fil machine et leur pourcentage en PPM (Les valeurs sont des datas typique.).

SB	AS	P	SE	TE	BI	FE	SN	SI	NI	PB	S	AG	CU%(INCL.O2)
<4	<5	<3	<1	<10	<1	<10	<2	<3	<5	<2	<5	<15	>99.997

3.3. Résultats de la micro dureté

Tableau II. 4 : résultat de test de micro dureté

ECHONTILLON	CHARGE	1ERE TEST	2EME TEST	MOYENNE
FM	500	63.8	62.9	63.35
D1	300	45.3	48.8	47.05
D2	300	66.9	69.0	67.95
SMD	300	75.3	71.9	73.6
TF	300	71.4	71.2	71.3

3.4. Analyse spectroscopique

Le tableau dessous représente les résultats de la composition chimique par spectroscopie des quatre échantillons

Tableau II. 5: les listes des éléments présente avec le cuivre (résultat fourni par analyse spectroscopique)

INDICES	RESULTAT				
	DSM %	Tf %	Fm %	D1 %	D2 %
CU	99.78	99.80	99.91	81.11	73.60
P	<0.0025	<0.0025	<0.0025	0.21	0.318
PB	0.0083	0.0065	<0.0050	0.021	1.19
AS	<0.002	<0.002	<0.002	0.320	0.270
SB	<0.007	<0.007	0.0079	1.67	1.60
BI	<0.0045	<0.0045	0.0057	0.245	0.327
S	<0.0852	0.0616	<0.002	>0.220	>0.220
FE	0.0288	0.0235	<0.0025	1.59	3.27
ZN	0.0079	0.0194	0.0224	0.665	0.428
SN	0.002	<0.002	<0.002	1.20	2.39
SI	0.0396	0.0397	0.0048	4.58	>6.10
AL	0.0044	0.0055	<0.0020	1.66	3.17

3.5. Localisation des pertes et prélèvement des échantillons

Après avoir effectué une visite dans les chaînes de production des fils de cuivre de l'usine ENICAB, on a identifié visuellement les zones de perte de masse pendant la production. Nous avons localiser deux endroits importants : la zone des dresseuses et la zone de la chaîne de tréfilage.

La zone des dresseuses : dans la zone des dresseuses nous avons localisé quatre endroits où nous avons constaté des accumulations de poudres. La zone des dresseuses est située en amont de la chaîne de tréfilage et les quatre points identifiés sont illustrés sur les deux figures **II.3.B** et **II.3.C**.

La zone de la chaîne de tréfilage : ou le bac des tréfileuses, ce bac est dans la chaîne de tréfilage en bas des tréfileuses et destiné à la collecte des poudres tombantes et du lubrifiant. En le voyant de près, il forme une sorte de bain aux poudres issu du frottement du fil avec les filières ou vont baignés dans le lubrifiant. Ce mélange lubrifiant plus poudre forme avec le temps une boue aqueuse apparente à la couleur du cuivre.

C'est donc à partir de ces deux zones que nos échantillons sont prélevés.

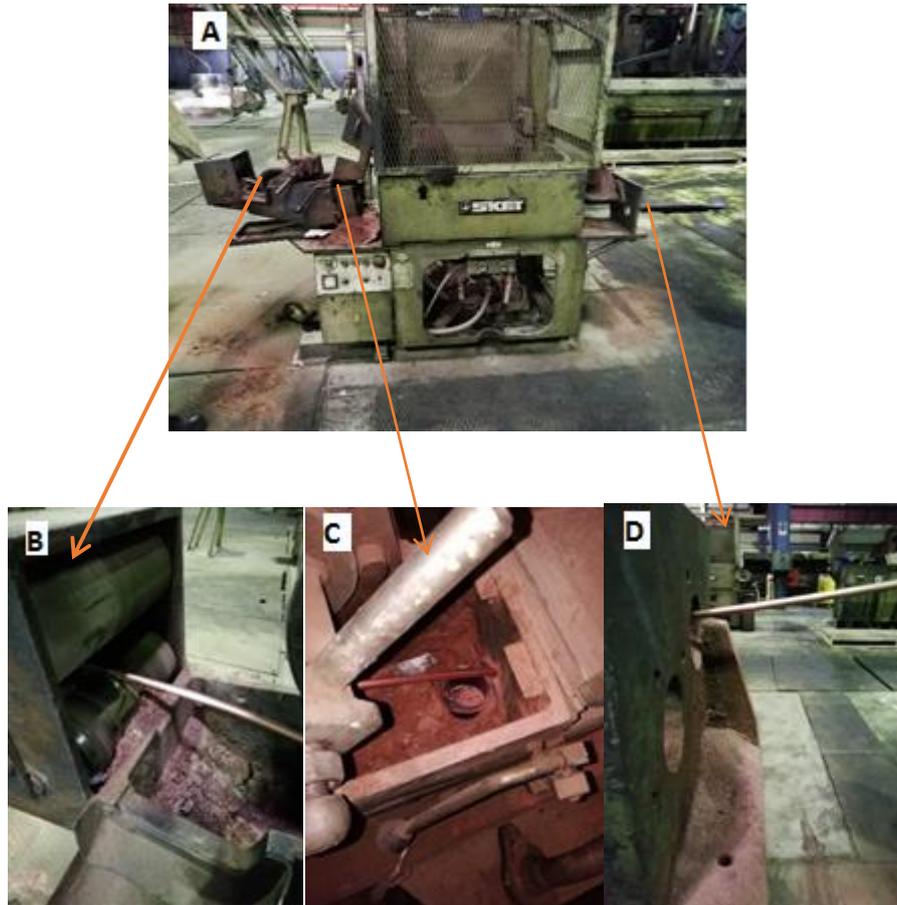


Figure II 3 : Endroits de prélèvement de la poudre ; les points de prélèvements dans la zone des dresseuses

3.6. Nettoyage et préparation des poudres

Les poudres issues des dresseuses et celles issues de la chaîne de tréfilage (boue) sont différentes, les poudres des dresseuses sont séparées et sèches et les autres sont mélangées et humides. Donc, nous avons adopté un nettoyage et une préparation adaptés pour chacune d'elles.

3.7. Nettoyage des poudres des dresseuses

Pour les poudres D1 et D2 et après avoir pris en considération la poussière de l'environnement de travail et l'usure entre les rouleaux des dérisoires ont opté pour deux méthodes de nettoyage de ces poudres. La première méthode est la séparation par tamisage pour éliminer les poussières fines présentes dans les poudres. La deuxième méthode est la séparation magnétique pour minimiser au maximum les poudres de fer tombées au frottement des dresseuses. Ces deux méthodes seront plus détaillées dans les paragraphes qui suivent de ce chapitre.

3.8. Nettoyage de la poudre de la chaîne de tréfilage (la boue)

Pour la boue prise des bacs de la série de tréfilage on a utilisé les procédures suivantes :

Le dégraissage avec un solvant organique (ISIS) : une quantité du solvant diluée dans l'eau du robinet est ajoutée à la boue jusqu'à sa submersion totale. On remue l'ensemble pendant deux à trois minutes avec une baguette à la main ou à l'aide d'un agitateur magnétique. Puis on procède au dégraissage et au rinçage à l'eau de robinet. Cette étape a été refaite deux fois jusqu'à ce que l'eau paraisse claire puis elle suivit d'un séchage pendant 24H à l'air libre et à l'abri des poussières.

Le dégraissage avec de l'essence d'hydrocarbure : nous avons aussi utilisé de l'essence comme dégraissant et nous avons constaté que l'essence est un dégraissant très efficace en comparaison au solvant dénommé ISIS ; puis un lavage à l'eau finalisée par séchage de 12H (à l'abri des poussières).

Le rinçage : après chaque opération de dégraissage on effectue un rinçage avec l'eau du robinet jusqu'à ce que l'eau devienne claire et transparente, le dernier rinçage est effectué avec de l'eau distillé.

Le séchage : la dernière étape avant la fusion est le séchage. On a sécher notre matériau sur un papier absorbant et a l'air libre pendant 24H l'opération est faite a labrit des poussières.

3.9. La Séparation magnétique

Contrairement aux méthodes classiques de séparation comme le tamisage, la sédimentation et techniques inertielles, la séparation magnétique présente l'avantage d'être appliquée aux matériaux gazeux, liquide et solide. Généralement, on distingue deux types d'application, voie sèche et voie humide.

Pour la séparation en voie sèche, il s'agit de l'extraction des particules de nature magnétique d'un milieu non magnétique solide granulaire. On trouve par exemple, la purification des

Produits alimentaires, médicaux et industriels en poudre, et le traitement des minerais et des déchets industriels solides [23].

Le principale but de cette méthode est de séparer les particules de fer présente dans une substance non magnétique sous l'effet d'un champ électromagnétique ou un émanât permanent.

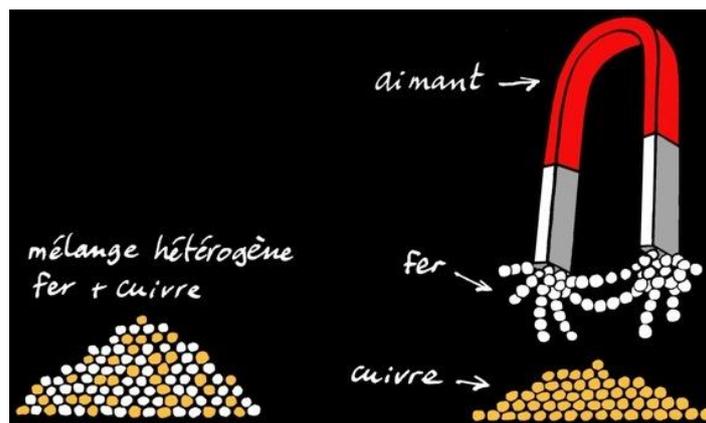


Figure II 4 : schéma explicative sur le Principe de la séparation magnétique effectué [24]

3.10. Résultat de la séparation magnétique

La séparation a été effectuée uniquement sur des poudres avec un aimant permanent. Pour évaluer la quantité du fer présente on pèse les poudres avant et après l'opération, les quantités trouvées étaient faibles, la figure II.5 nous montre une comparaison entre la quantité de poudre de cuivre et la quantité de fer extraite, et les résultats obtenus sont enregistrés dans les tableaux suivants.



Figure II 5 : une comparaison visuelle de la quantité de fer par rapport à celle de cuivre.

3.10.1. Séparation magnétique D2

Tableau II 6 : résultat de la séparation magnétique de la poudre D2

CUIVRE	FER	RAPPORT
61.236 G	0.13 g	0.21%

3.10.2. Séparation magnétique D1

Tableau II 7 : résultat de la séparation magnétique de la poudre D1

CUIVRE	FER	RAPPORT
93.901 G	0.393	0.41%

La quantité de fer présente dans la poudre D1 et D2 ne sont pas négligeables en vue des données de la composition chimique du fil machine fournies par le fabricant. Ces teneurs constituent une valeur importante si elle rentre dans la fusion de la poudre.

3.11. Séparation par tamisage

La séparation par tamisage est un procédé basé sur la variance granulométrique des grains

L'opération consiste à faire passer la substance sous forme de poudre par une série de tamis de différentes tailles et sous l'effet d'un vibreur pendant un temps bien définie. Sur une étameuse de la marque CISA composée de quatre tamis dotés d'ouvertures de 1mm, 710µm, 500µm et 90µm respectivement et placés l'un sur l'autre comme le montre la figure 1

La poudre est placé dans le premier tamis doté d'une ouverture de 1mm puis sous l'effet da la vibration d'une intensité importante et pendant une durée de 30 min la poudre se sépare dans les tamis selon sa taille.

On a conquis à la fin une sélection de poudre de différente taille de grains avec des quantités différentes détaillées dans les tableaux 1 et 2 dessous



Figure II 6 : photo réel de la tamiseuse utilisée présentons la position des Tamis utilisé.

3.12. Résultats du tamisage de la poudre brute D1

225,34 g de poudre brute D1 ont été tamisé et les résultats obtenus sont consignés dans le tableau ci-dessous.

Tableau II 8 : résultat de la séparation par tamisage effectuée la poudre D1

TAMIS	1MM	710 µm	500 µm	90 µm	>90 µm	PERTE
RESULTAT(G)	38.18	18.10	14.59	53.08	93.42	
%	16.94%	8.03%	6.47%	23.55%	41.45%	0.6%

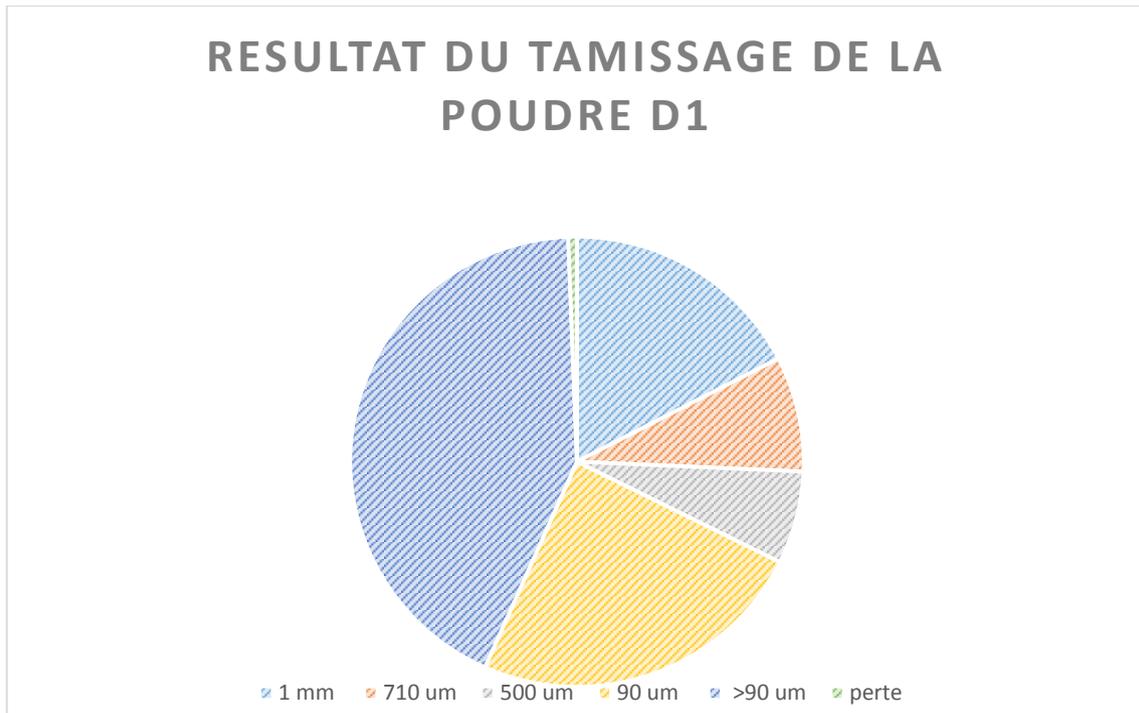


Figure II 7 : schématisation graphique du résultat de la séparation par tamisage de D1.

3.13. Résultat de tamisage de la poudre D2

De la même façon, on a tamisé 145,23 g de poudre brute D2 et les résultats obtenus sont consignés dans le tableau ci-dessous.

Tableau II 9 : résultat de la séparation par tamisage effectué sur la poudre D2

Tamis	1mm	710 µm	500 µm	90 µm	>90 µm	Perte
Résultat(g)	9.08	4.09	3.18	115.55	12.65	0.68
%	6.25%	2.81%	2.18%	79.68%	8.71%	0.43 %

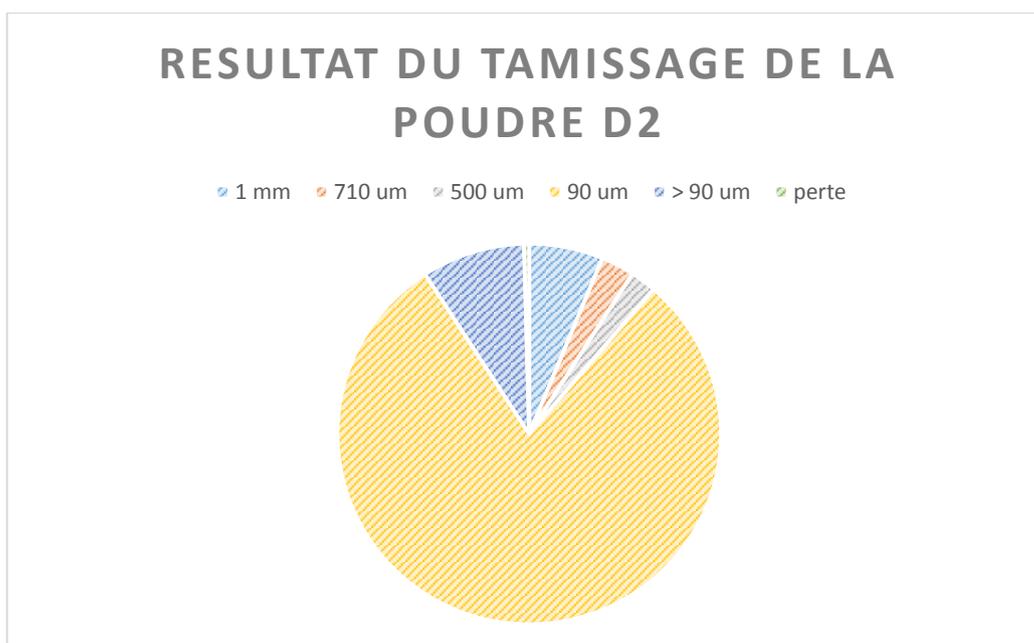


Figure II 8 : schématisation graphique du résultat de la séparation par tamisage de D2.

Pesé avant et après fusion

Le tableau dessous représente le poids de chaque échantillon avant et après la fusion et le pourcentage perdu pendant la fusion.

Les pertes dans la fusion des poudres sèches sont de 2.31% pour la poudre D1 et 7.09% pour la poudre D2, ces pertes sont expliquées par la volatilisation des déchets de type organique qui ont l'aptitude de s'évaporer à basse température.

Pour la boue (Tf) elle contient une quantité excessif d'lubrifiant c pour cela on trouve une grande perte de masse après la fusion qui est de 32.20 % cette quantité perdu est attribuer a l'évaporation de lubrifiant a cette température qui est très élever pour l'huile.

Tableau II 10: résultat de la pesé de chaque échantillons avant et après la fusion et le pourcentage perdu

Échantillon	D1	D2	Tf
Poids avant la fusion (g)	30.26	45.25	27.76
Poids après la fusion (g)	29.56	42.04	18.82
Pourcentage perdu (%)	2.31%	7.09%	32.20%

3.14. Description du procédé Oxygène Free

Toutes les fusions effectuées ont été réalisées avec ce procédé dénommé “ Oxygène FREE “. Ce procédé est décrit comme étant un protocole de fusion sans oxygène c’est à dire sous une atmosphère contrôlé. Cette atmosphère contrôlé peut être réalisé par nombreux méthodes, les plus utilisés sont la fusion sous pression réduite et/ou par l’admission d’un gaz inerte ; dans ces deux cas la quantité d’oxygène restante dans l’enceinte n’aura pas d’effet sur produit.

Dans notre cas et vu que on a pris en considération le facteur économique comme associé à l’expérimentation, on a opté pour l’utilisation d’un agent moins coûteux que le gaz inerte et le vide, donc on a utilisé le charbon comme agent de garde contre l’oxygène. Ce choix est basé sur l’affinité des éléments entre eux et vu que l’oxygène à une affinité chimique pour carbone plus grande que pour le cuivre, il sera capté par le charbon actif et ne peut passer dans la fusion.

L’application de cette méthode se fait par l’ajout d’une quantité de charbon de bois avec des différentes granulométries sur la poudre de cuivre posé au fond du creuset pour jouer le rôle d’une barrière entre le cuivre et l’oxygène.

4. Les essais de fusion

D’après la fiche technique du cuivre ; la température de fusion mesurée est à 1084.62°C. En vue des moyens disponibles, nous avons estimé convenable de travailler à une température fixe 1100 °C pendant des temps variables.

Le four utilisé est un four électrique qui peut atteindre 1200 °C comme température maximale. Il donne un chauffage homogène grâce à ces 4 résistances distribuer 2 de chaque côté.

Les paramètres expérimentaux manipulables sont : la température du traitement, le temps de maintien et le type de refroidissement.

4.1. Fusion de la poudre brute D2 avec du charbon fin

Dans cette fusion nous avons utilisé un charbon de bois commercial. En première approximation nous avons débuté notre travail avec la poudre fine ; une quantité de charbon est concassée et broyée en poudre fine de taille moyenne d’environ 0.5 mm. Cette poudre est placée au-dessus de la poudre de cuivre à une hauteur de quelques millimètres.

Les premiers tests ont été menés sur la poudre brute D2 pendant deux heures. Ces poudres sont introduite dans un creuset d’une façon à atteindre une hauteur de 20 mm et que le reste du

volume a été rempli avec la poudre du charbon de bois. Le creuset et ensuite placé dans le four pendant deux heures puis refroidi à l'air libre jusqu'à la température ambiante.

Après refroidissement, nous avons remarqué que les couleurs des solides obtenus étaient différentes de celles des poudres de départ. Les matériaux élaborés avaient tous pris une couleur noir presque identique à celle du charbon utilisé.

L'analyse micrographique révèle une microstructure composée de deux zones, une zone de couleur noir et une zone de brillance légère de couleurs mélangées blanchâtre et grise qui comporte des reliefs et des petites surfaces noirs, comme on peut le voir sur la figure **II.9.A**. La zone de couleur noire nous l'avons attribuée aux cendres formées pendant le traitement ; et la faible valeur de sa microdureté (environ 6 HV) appuie nos prédictions. L'éclat de la deuxième zone indique que c'est une zone métallique, et possède une dureté d'environ 185 HV très élevée par rapport aux références du tableau II.1. Un zoom sur cette zone (figure **II 9.C**) montre qu'elle est composée essentiellement de deux phases, une phase de couleur blanchâtre brillante et une phase de couleur grise moins brillante. On remarque aussi la présence de petites particules noires dans les phases et aux joints de grains attribuées aux inclusions du fer, et des reliefs tortueux entre les joints de grains des phases considérés comme des pores. Cependant, sans la Diffraction des rayons on ne peut pas se prononcer sur la nature des phases obtenues.

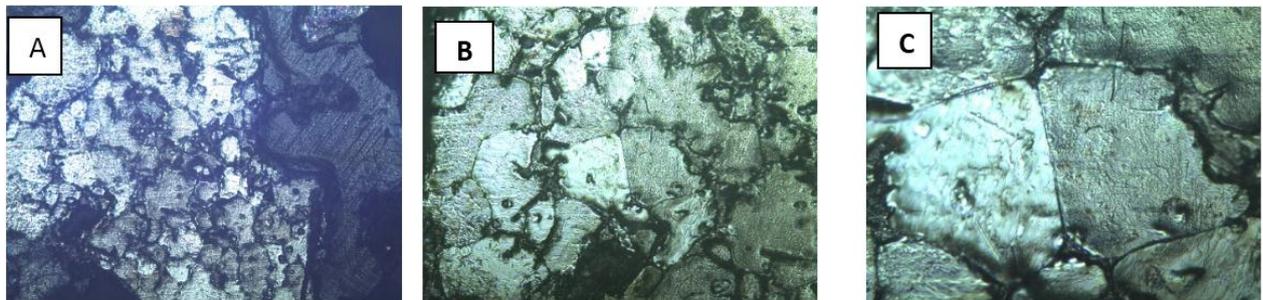


Figure II 9 : microstructure de l'échantillon D2 pris par microscope optique et par plusieurs agrandissements (A = agrandissement X100, B= agrandissement X200, C= agrandissement X500)

4.2. Fusion de la poudre brute D2 avec du charbon massif

Cette fusion est appliquée à la poudre D2 pendant 20 minutes. Dans cette manipe on a opté pour l'utilisation du charbon de bois concassé en morceaux de grande taille pour éviter sa pénétration dans le métal liquide durant la fusion et la coulée.

A la sortie du creusé du four on s'aperçoit que la plus grande quantité de charbon utilisé (environ 90%) s'est réduite en cendres. Après solidification et découpage du lingot à la scie, on observe une surface dense et brillante de couleur semblable à celle de la poudre initiale. Ce constat signifie que la fusion réalisée avec le charbon massif est mieux réussie et moins contaminée que celle effectuée avec le charbon fin. Cependant, l'observation au microscope optique révèle l'existence d'une certaine porosité dans ce matériau.

L'opération précédente a été refaite sur la poudre D2 et les résultats obtenus étaient semblable à ceux obtenus avec le charbon fin comme le montre les micrographies de figure II.10 mais avec un lingot de meilleure densité. D'après les résultats obtenus, on peut estimer que cette fusion est mieux réussie que la précédente.

Les micrographiques de la figure **II.10** illustrent des grains d'une taille un peu plus grande et une porosité un peu réduite par rapport à la poudre D1. Cette porosité est visible sur la micrographie A, où l'on observe la présence de zones noires. Sur la même micrographie A, on constate la présence de deux phases distinctes et la formation de macles de différentes tailles. L'inspection de la figure **II.10.B** nous montre l'existence de petites particules aux joints de grains considérés comme étant des inclusions de fer. Les micrographies **C** et **D** confirment la présence de deux phases comme dans la fusion précédente. Quoique cette microstructure ressemble beaucoup à celle de la fusion précédente procédée au charbon fin, sa micro dureté (67.95 HV) diffère totalement.

Les résultats de l'analyse chimique (voir tableau.II.5) semblent cohérents avec l'état brut de la poudre refondue. En effet, la grande quantité de fer (3,27%) provient des tombeurs en acier des dresseuses, celle du silicium (>6,10%) et de l'aluminium (3,17%) est dû à l'exposition des dresseuses aux poussières des sables et à l'environnement de l'atelier où l'on tréfile l'aluminium et un de ses alliages l'AGS.

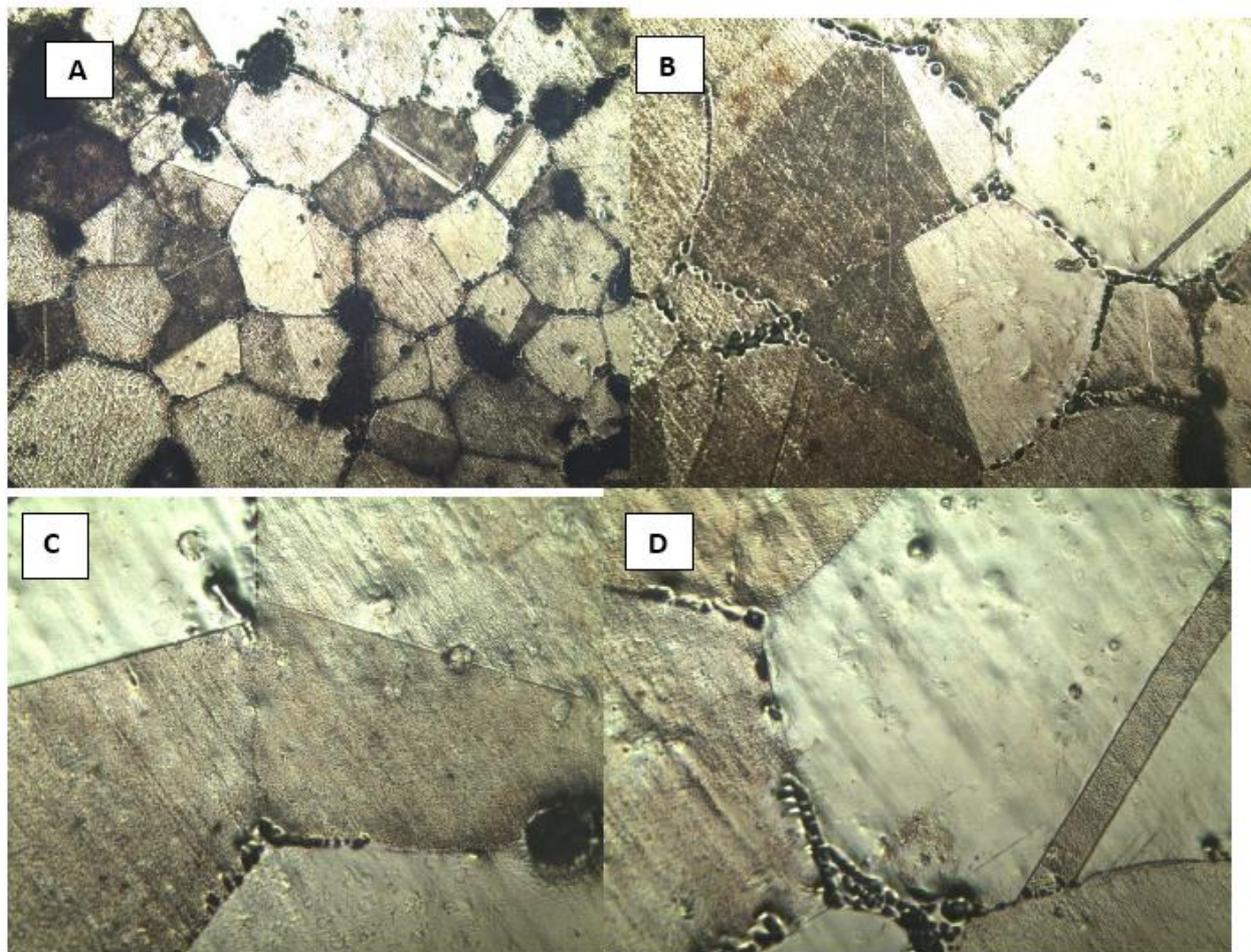


Figure II 10 : microstructure de l'échantillon D2 avec différents agrandissement (A : agrandissement X100, B : agrandissement X200, C : agrandissement X500, D : agrandissement X200).

4.3. Fusion de la poudre brute D1 avec du charbon massif

Cette fusion est aussi menée sur une poudre de la zone des dresseuses avec du charbon massif pendant 30 min.

L'analyse micrographique montre une microstructure composée de deux zones distinctes, une zone sombre (noire) représentant la porosité et une zone claire et brillante attribuée au métal solidifié. La zone métallique semble être composée d'une seule phase formée par des grains de grandes tailles (voir la figure. II.11.A). On remarque aussi l'existence d'impuretés présentes de façon majoritaires dans les joints de grains et quelques un dans le grain lui-même. Et dans certaines zones du matériau obtenu la (figure. II.11.B), on remarque la formation de macles.

La mesure de micro dureté a donné des valeurs un peu faible par rapport au fil machine (47.05 HV) mais très proche de celle du cuivre moulé (voir le tableau II.1).

De même que pour la poudre D2, la composition chimique de cette poudre D1 est en cohérence avec son état brut.

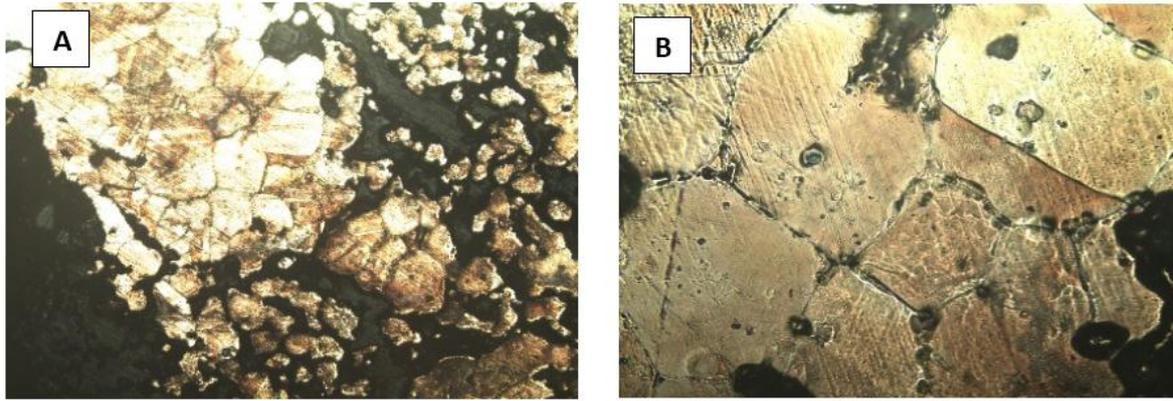


Figure II 11 : microstructure de l'échantillon D1 (A : agrandissement X50, B : agrandissement X200).

4.4. Fusion de la boue brute Tf avec du charbon massif

La boue pour cette fusion a été introduite dans le creuset a sont état brut puis couverte par une quantité de charbon massif avec la présence d'une séparation en acier entre les deux substances. La fusion est effectuée avec les mêmes paramètres précédant ($T = 1100^{\circ}\text{C}$, maintien = 20 min). Après l'extraction de l'échantillon du creuset on trouve que le volume de l'échantillon s'est réduit d'environ 32.20% de sa masse initiale. Cette perte de masse et le retrait du volume sont attribués à l'évaporation du l lubrifiant au cours du chauffage.

L'observation microscopique (voir figure. II.12) nous donne une structure moins poreuse que celles des poudres D1 et D2, et semble être composée d'une seule phase. La présence d'inclusions comme ceux, du fer et du silicium, observés dans les fusions précédentes des poudres D2 et D1 apparait très faible. Ce constat est nettement confirmé par les résultats de l'analyse chimique, on a avoisiné une pureté de 99.80% en masse de cuivre.

Bien que cette poudre ne fût pas nettoyée, l'évaporation du lubrifiant à basses température nous a évité la contamination de la fusion. L'absence du fer et du silicium en grande quantité dans cette poudre est liée à son emplacement et à sa fermeture qui la protège des poussières des sables.



Figure II 12 : microstructure de l'échantillon Tf avec un agrandissement de 200 fois.

4.5. Fusion de la boue nettoyée et séparée magnétiquement

La troisième fusion est exécutée sur une boue qui a été dégraissée, séchée et séparée magnétiquement.

Malgré la mauvaise qualité des micrographies obtenues, on peut estimer l'existence de deux phases ; l'une claire et réfléchissante et l'autre grise foncée, comme c'est illustré par les micrographies **B** et **D** de la figure **II.13**. Le matériau obtenu semble contenir une certaine porosité mais sa microstructure contient très peu d'inclusions par rapport à toutes les précédentes. La présence des macles est aussi visible sur ces microstructures.

L'analyse chimique révèle un cuivre de bonne pureté (99.78%) un peu moindre que celle de la fusion précédente et ce malgré la séparation magnétique effectuée.

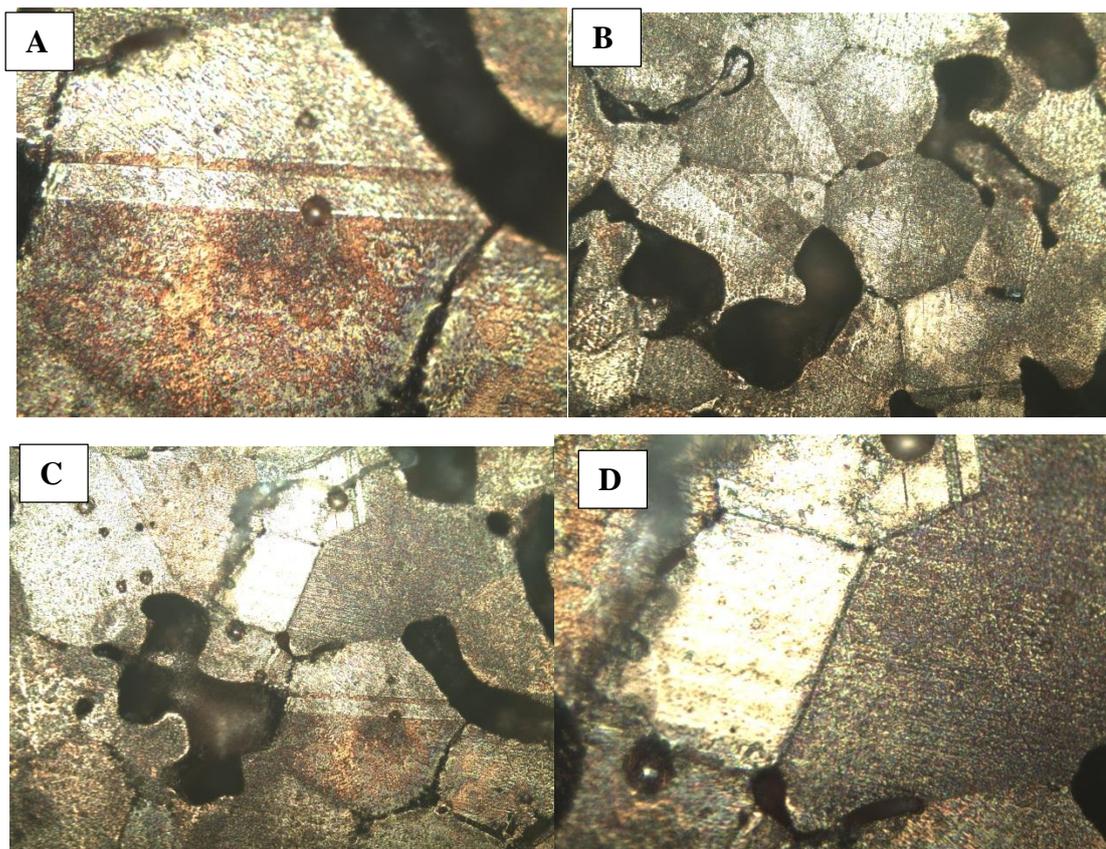


Figure II 13: micro structure pris par microscope optique de l'échantillon DSM (A : agrandissement X200, B : agrandissement X200, C : agrandissement X500, D : agrandissement X500).

CONCLUSION GENERALE

Conclusion Générale

Cette étude était consacrée la refusions des poudres de cuivre et les résultats essentiels obtenus sont résumés dans points suivants :

- Les poudres obtenues des dresseuses ont une taille de grain très petite d'environ 90 μm
- L'utilisation d'une poudre fine de charbon en contacte directe avec la poudre de cuivre pendant la fusion pollue la fusion
- la porosité observée dans ces fusions est causé par le temps de maintien.
- La fusion directe des poudres brutes des dresseuses n'a pas abouti à un cuivre de pureté acceptable car leur préparation et leur nettoyage n'ont pas étaient mener à bout.
- L'évaporation du lubrifiant à basses température prévient la contamination de fusion.
- La séparation magnétique utilisée n'a pas donné le résultat escompté
- l'efficacité du procédé utilisé par apport à l'oxygène n'a pas pu être démontrée de manière quantitative.
- La composition chimique des poudres D1 et D2 à révéler une pureté très réduite

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références Bibliographiques

- [1] OCDE « recyclage des déchets de cuivre , plomb et zinc » , monographies sur l'environnement N° 109 paris 1995.
- [2] mohamed HADOUD « Contribution a l'étud des éléments chimiques en traces dans les eaux souterraines profondes de la wilaya de Biskra- Cas du cuivre et du zinc » , thèse de Magister
- [3] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/chimie-cuivre-14798/> consulte le 05/06/2019 à 23 :00.
- [4] Fathi HABASHI “handbook of extractive metallurgy “1997 Germany
- [5] Ahlem BELAÏB “ étude de la gestion et de la valorisation par compostage des déchets organiques génères par le restaurant universitaire aicha Oum Elmouminine (willaya de CONSTANTINE)” . These de magister, 2012, Constantine
- [6] <https://www.anchorbronze.com/copper-alloys> consulte le 09/06/2019 à 22 :05 .
- [7] <https://www.anchorbronze.com/c10100> consulte le 09/06/2019 à 22 :00
- [8] : <https://www.lenntech.fr/data-perio/cu.htm#ixzz5sEEDwQ8W> consulté le 03/07/2019 à 20 :30
- [9] A. HADDI, A. I MAD « Influence des conditions du tréfilage sur le comportement thermomécanique dans le cas d'un fil en cuivre », article, VEGA, France 2009
- [10] Soheib BELLAL, Anouar MEBAREK AZZEM « Effets du taux de tréfilage et des traitements de recuits sur les caractéristiques mécaniques et électriques des fils de cuivre », thèse d'ingénieur d'état, ENP 2018
- [11] Ilyas ALIANE Amar AKKACHA (Caractérisation des propriétés mécaniques et électriques d'un fil de cuivre tréfilé. Promotion Juin 2013)
- [12] JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE N°77, Article 3,15 décembre 2001, ALGERIE
- [13] OULADKADDOUR Leila, ZIAN Hakima “ Récupération & traitement des déchets d'Equipements Electriques &Electroniques, thèse de master, Tlemcen 2018
- [14] JOURNAL OFFICIEL DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE N°13, 5 mars 2006

- [15] Pierre BLAZY et EL-Aid JDID, « Recyclage du cuivre et environnement », article, M2243,
- [16] <https://copperalliance.fr/l-environnement/recyclage/> consulte le 08/06/2019 à 21 :30
- [17] <https://copperalliance.fr/l-environnement/recyclage/> consulte le 08/06/2019 à 21 :10
- [18] GNMEBA. Préparation des échantillons pour les observations en MEB et analyses. Version de 28/11/2007.
- [19] Marc Blétry « méthodes de caractérisation mécanique des matériaux »,2006/2007.
- [20]<https://www.emcotest.com/fr/lunivers-des-essais-de-durete/connaissances-de-la-durete/theorie-des-essais-de-durete/vickers-96/deroulement-de-la-methode-d-aposessai-vickers-445/> consulte 6/13/2019 à 14 :10
- [21] Claudia PALACIO ESPINOSA “Etude du comportement élastique et plastique de revêtements élaborés par projection plasma : Mise au point d’une méthode de caractérisation des propriétés mécaniques par perforation et comparaison avec les propriétés obtenues par indentation » archives ouvertes HAL 2017.
- [22] <http://www.elsewedyelectric.com> consulté le 16/06/2019 a 12:36
- [23] Abdallah BELOUNIS, Etude 3D d’un procédé de séparation Magnétique Dans le liquides en Ecoulement, thèse de doctorat, université de Constantine Algérie 2016
- [24] <http://www.jeanduperrex.ch/Site/Analyse.html> consulté le 15/06/2019 à 16:10

Résumé

Dans cette thèse on a essayé de réaliser le recyclage des déchets de cuivre issu de procédé de tréfilage avec ces deux formes (poudres et boues). Dans cette expérimentations ont appliqué la méthode d'oxygène free, différentes méthodes de dégraissages, la technique de séparation magnétique et séparation par tamisage, pour la caractérisation ont opté pour la microscopie optique, la micro dureté Vickers et la spectroscopie.

On a trouvé comme résultat que la boue donné un très bon résultat par rapport aux poudres on terme de pureté et que le temps de maintien dans le four affecte la porosité.