

وزارة التربية الوطنية  
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT METALLURGIE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

# PROJET DE FIN D'ETUDES

## SUJET

PRODUCTION DE POUDRE DE CUIVRE  
PAR VOIE ELECTROLYTIQUE

Proposé par :

A.DAIMALLAH

Etudié par :

GRITLI YUCEF

Dirigé par :

A.DAIMALLAH

PROMOTION 93

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية  
MINISTRE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT : METALLURGIE

# PROJET DE FIN D'ETUDES

## SUJET

PRODUCTION DE POUDRE DE CUIVRE  
PAR VOIE ELECTROLYTIQUE

Proposé par : A.DAIMALLAH

Etudié par : GRITLI YUCEF

Dirigé par : DAIMALLAH

PROMOTION 93

E.N.P. 10, Avenue Hacén Badi El-Harrach - ALGER

- // EDICACES -

Je dédie ce présent travail à :

- Ma mère

- Mon père

- Ma soeur, et à toute la famille

sans oublier notre ' Rose des sables '

' A B L A '

Ainsi qu'à : - Samir FLICI  
- A. DERMOUNE  
- M. CHIGARA  
- B. DJAIZ  
- Samy ABERKANE  
- Salmi EL-HACHMI  
- Samir GUADOUM

" R E M E R C I E M E N T S "

Je remercie vivement tous ceux qui m'ont aidé et contribué à ce que ce travail soit mené à terme, et sans lesquels ce présent travail n'aurait certainement pas abouti, notamment :

- Mr A. DAIMALLAH (promoteur)
- Mr BOUMAOUR Messaoud - Directeur de l'U.D.T.S. (H.C.R.)
- Mon très cher ami A. DERMOUNE
- Mr Rouchdi MOUZAI (que j'invoque et prie le Bon Dieu pour un rétablissement de sa santé)
- MUSTAPHA (S.A.I.T.)

Et sans oublier bien sûr :

- Melle GUETTOUCHE Souhila (Dépt. G. ENVIRONNEMENT)
- Mrs Si SALLAH et KARIM de la bibliothèque
- Mon frère aîné GRITLI BOUBEKEUR

A ceux-là et à tous ceux qui étaient à ma dévotion, et qui me soutenaient le long de ce travail, et à leur tête ma très chère mère "RABEA"

Je leur dis merci

## II C O M M A I R E

### Chapitre I

Introduction . . . . . 7.

### Chapitre II : Partie théorique

II-1 : Intérêt de l'électrolyse dans l'obtention de poudre . . . . .	9.
II-2 : Principe général de la formation de la poudre de cuivre . . . . .	10
II-2-1 : Phénomène de transport de masse par migration . . . . .	11
II-2-2 : Phénomène de transport de masse par convection . . . . .	11
II-2-3 : Phénomène de transport de masse par diffusion . . . . .	11
II-3 : Influence des différents facteurs sur la structure des dépôts. 11	
II-3-1 : Influence de la concentration de l'électrolyte . . . . .	12
II-3-2 : Influence de la densité de courant . . . . .	13
II-3-3 : Influence de la conductivité . . . . .	14
II-3-4 : Influence de la température . . . . .	15
II-3-5 : Influence de l'agitation . . . . .	16
II-4 : Mécanisme de cristallisation . . . . .	16.
II-5 : Théorie de la décharge d'hydrogène . . . . .	17
II-6 : Rôle de l'acide sulfurique dans un processus de dépôt électro-lytique . . . . .	19
II-7 : Rendement de la cellule . . . . .	20
II-8 : Généralité sur la surtension . . . . .	21
II-8-I : Propriétés générales de la surtension . . . . .	21
II-8-I-1 : Influence de la densité de courant . . . . .	21
II-8-I-2 : Influence de la température . . . . .	

Chapitre III : Partie expérimentale . . . . .

    III-1- Composition des bains électrolytiques . . . . . 24

        III-1-1: Composition des bains pour l'étude de l'effet de la température . . . . . 24

        III-1-2: Composition des bains pour l'étude de l'effet de la concentration en acide sulfurique . . . . . 25

        III-1-3: Composition des bains pour l'étude de l'effet de la densité de courant . . . . . 25

    III-2 - Préparation des électrodes . . . . . 26

        III-2-1 : Découpage des électrodes . . . . . 26

        III-2-2 : Polissage des électrodes . . . . . 27

        III-2-3 : Disposition des électrodes . . . . . 27

    III-3 - Contrôle de la température du bain . . . . . 28

    III-4 - Opération de production . . . . . 28

    III-5 - Opération de filtrage . . . . . 28

    III-6 - Contrôle de la composition du bain en acide sulfurique . . . . . 29

    III-7 - Opération de lavage . . . . . 30

    III-8 - Opération de filtration sous pression . . . . . 30

    III-9 - Séchage de la poudre . . . . . 31

    III-10 - Observation au microscope électronique à balayage (NEB) . . . . . 31

    III-11 - Réduction de la poudre . . . . . 31

    III-12 - Détermination de la taille moyenne des grains . . . . . 31

Chapitre IV : Résultats et interprétations.

IV-1 - Pureté de la poudre . . . . . 34.

IV-2 - Etude de la forme des grains . . . . . 39.

    IV-2-1 : Effet de la température du bain . . . . . 39.

    IV-2-2 : Effet de la concentration en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> . . . . . 42.

    IV-2-3 : Effet de la densité de courant . . . . . 45.

IV-3 - Etude de la taille des grains . . . . . 49.

    IV-3-1 : Influence de la température . . . . . 48.

    IV-3-2 : Influence de la densité de courant . . . . . 50.

    IV-3-3 : Influence de la concentration en acide sulfurique. 52.

Chapitre V : CONCLUSION 56

ANNEXES 57

CHAPITRE I

INTRODUCTION



Parmi les procédés de production de poudres métalliques à l'industrie industrielle, le procédé d'obtention de poudre par voie électrolytique reste parmi les mieux adaptés.

La place de choix que tient l'électrolyse est liée essentiellement, d'une part, aux caractéristiques qu'elle confère à la poudre produite, entre autres: la forme et la taille du grain, l'état de surface et surtout la pureté de la poudre. Et d'autre part: la possibilité de jouer sur l'ensemble des facteurs entrant dans le processus de production et leur influence directe sur les caractéristiques du produit obtenu.

Pour définir une poudre il est insuffisant de préciser seulement la méthode de fabrication utilisée. Dans ce cas là, une caractérisation préalable devient indispensable avant toute utilisation ultérieure de la poudre, du fait que, la transformation d'une poudre en une pièce compacte, et les propriétés résultantes de ces pièces sont affectées par des propriétés physiques telles que: la taille et la forme du grain, la structure et l'état de surface.

Il est donc nécessaire d'avoir des données quantitatives sur la poudre que l'on veut utiliser, notamment celles qui concernent la taille du grain et la distribution des tailles qui ont un effet significatif sur le comportement des poudres durant leur transformation. De ce fait, jusqu'à un certain point elles contrôlent (la taille et distribution de taille des grains) les propriétés des produits finaux.

Le but de ce travail est d'étudier les effets de certains paramètres, à savoir: la température du bain, la concentration en acide sulfurique et la densité de courant au niveau de la cathode, sur les caractéristiques qui en résultent pour une poudre de cuivre.

CHAPITRE II

PARTIE THEORIQUE

## II-1. INTERET DE L'ELECTROLYSE DANS L'ORTENTION DE POUDDRE:

Au cours des trente dernières années, la métallurgie des poudres a eu une expansion continue sous tous ses aspects et dans toutes ses applications à l'industrie, car elle permet l'obtention de produits finis ou semi-finis de haute qualité, non seulement du point de vue des caractéristiques mécaniques, mais aussi des produits de dimensions bien déterminées, ce qui a ouvert à la métallurgie des poudres de grands horizons d'application, et de prendre place dans les différentes technologies, qu'elles soient spatiales, électrotechniques, électroniques et même dans l'industrie nucléaire.

La M.d.P. n'aurait pas connu cette ampleur d'application sans la maîtrise des techniques d'agglomération et de frittage, car comme notions, celles-ci ont déjà été mises en oeuvre depuis des siècles dans le domaine des céramiques, et elles ne sont apparues qu'un peu tard en M.d.P. Ces deux notions mettent à profit, la possibilité de transformer par compression à froid le solide à l'état  $\rho$  visé (poudre) en une pièce agglomérée, et la possibilité de consolider l'aggloméré par chauffage à une température suffisante mais au dessous du point de fusion (frittage).

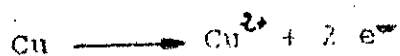
L'électrolyse de solutions aqueuses de sels (avec anodes solubles ou insolubles) est utilisée pour la production de poudre de Fe, Pb, Sn, Cr, Mn et surtout pour la poudre de cuivre. Les poudres électrolytiques se présentent souvent sous forme de grains à structure dendritique caractéristique. Leur densité apparente est faible et leur facteur d'écoulement assez médiocre.

Elles s'agglomèrent facilement par imbrication de leurs rameaux dendritiques. Le plus souvent, ces poudres sont recuites à moyenne température (500°C pour le Cu, par exemple) et éventuellement broyées et tamisées pour leur donner la granulométrie désirée, et en même temps pour les rendre plus denses et plus plastiques, donc plus compressibles.

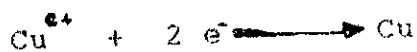
Utilisée en France pour la première fois (1) pour l'obtention de la poudre de cuivre, l'électrolyse reste aussi un moyen d'obtention d'un bon nombre d'autres poudres métalliques, et cela non pas parce que l'électrolyse comme technique est maîtrisée, mais parce que le procédé électrolytique est qualitativement supérieure (2) aux autres procédés surtout en ce qui concerne le degré de pureté du produit obtenu, qui peut atteindre ou même dépassé 99,5 %.

## II-2- PRINCIPE GENERAL DE FORMATION DE LA POUDRE DE CUIVRE:

La poudre est obtenue, par dépôt électrolytique à la suite de l'oxydation de l'anode en cuivre suivant la réaction:



le cuivre oxydé passe en solution, et l'ion  $\text{Cu}^{2+}$  présent en solution se réduit et se dépose sur l'électrode, jouant le rôle de cathode, suivant la réaction:



Avec une densité de courant élevée, le dépôt obtenu n'est pas adhérent, et on peut l'éliminer facilement de la cathode.

A noter que le passage du cuivre, de l'anode à la solution dans une première phase, et de la solution à la cathode dans une deuxième étape, se fait selon les trois modes de transport de masse:

II-2.1 Migration: lorsqu'on applique une d.d.p entre deux électrodes placées à une certaine distance, chaque ion est soumis à un champ électrique; le déplacement des particules chargées sous l'influence de ce champ s'appelle migration. Le mouvement des charges est équivalent à un courant  $I$ .

II-2.2-Convection: la convection peut être forcée si une agitation est créée, elle peut être naturelle en raison de différence de densité et de température qui engendrent un mouvement de la solution le long de l'électrode.

II-2.3- Diffusion: elle est due aux modifications de concentrations au niveau de l'électrode en raison de passage du courant. Lorsque la vitesse de diffusion est inférieure à la vitesse de la réaction électrochimique, la substance électroactive est consommée au fur et à mesure, il en résulte une limitation de l'intensité.

### III- INFLUENCE DES DIFFERENTS FACTEURS SUR LA STRUCTURE DES DEPOTS

La structure des dépôts dépend essentiellement de la nature du métal déposé, et des conditions d'électrolyse. Certains métaux ont une tendance très marquée à donner des dépôts à grains fins comme le cuivre, le bismuth, l'antimoine, alors que les métaux comme l'argent, le plomb, le thallium et l'étain, donnent plus facilement des dépôts à gros grains. (3)

Cette grossière classification ne présente pas un grand intérêt. Elle correspond, en effet, à l'électrolyse des solutions des sels normaux, qui, dans la pratique ne sont pas généralement utilisés; en outre, en faisant varier les conditions, on peut pour un même métal obtenir toute une gamme de structures. Elle indique simplement les tendances des divers métaux.

La concentration du sel dont on effectue l'électrolyse a une grande influence sur la structure du dépôt.

D'une manière générale, une concentration élevée de l'électrolyte favorise toujours la formation d'une structure fine; en effet, plus la concentration de l'électrolyte est élevée, plus est nécessairement grand le nombre de cations dans la couche contiguë à la cathode; dans ces conditions, la vitesse de formation de germes de cristallisation doit être favorisée par rapport à la vitesse de développement des cristaux. Le nombre des petits cristaux doit être plus grand et la structure du dépôt plus fine.

Un accroissement de la concentration produit des structures homogènes régulières et à grains fins.

L'influence de ce facteur est forcément limitée pour les fortes densités de courant au niveau de la cathode. En effet, lorsque la vitesse de décharge est trop élevée, l'appauvrissement en ions dans la région contiguë à la cathode est considérable, la diffusion étant impuissante à compenser cette perte, il en résulte que dans ces conditions, la vitesse de développement des cristaux est favorisée par rapport à celle de la formation des germes, le dépôt a donc une tendance à se présenter à l'état de cristaux de grandes dimensions.

De plus, une augmentation de concentration de la solution indique une diminution de l'épaisseur de la couche de diffusion dont la concentration augmente par diffusion des ions. Elle réduit la polarisation cathodique, ce qui favorise l'accroissement de la couche de croissance avec formation de cristaux plus ou moins gros.

Si une faible concentration augmente la polarisation, donc favorise une structure fine, il peut se produire une mauvaise répartition des lignes de courant, ce qui entraîne un développement anarchique de l'édifice cristallin. L'idéal est d'avoir peu d'ions électroactifs libres en solution et de disposer en même temps de beaucoup de molécules non dissociées, servant de réservoir d'ions métalliques à déposer.

### III.2- INFLUENCE DE LA DENSITE DE COURANT:

A première vue on prévoit que les densités de courant élevées doivent favoriser la production de dépôts à structure fine. Dans ces conditions, en effet, le nombre de cations déchargés sur la surface cathodique est accru, ce qui favorise la vitesse de formation des petits cristaux en augmentant le nombre de germes de cristallisation. L'existence d'un optimum dans l'influence de cette variable s'explique très simplement par le rôle de la densité de courant qui provoque des appauvrissements cathodiques considérables. En outre, du fait des hétérogénéités de la surface cristalline, le champ superficiel ne peut être uniforme au voisinage des cristaux qui forment des arêtes sur le plan de l'électrode cathodique, le champ électrique est condensé, ce qui correspond à un abaissement local du potentiel négatif; il en résulte que la décharge des ions se fait alors de préférence en ces points.

### 13.3- INFLUENCE DE LA CONDUCTIVITE:

La conductivité :  $\chi = 1/\rho = 1/R * L/S$

OU:  $\rho$  : résistance de l'électrolyte

L : distance entre électrodes.

S : section du conducteur électrolytique

$\chi$  traduit l'aptitude plus ou moins grande d'un électrolyte à conduire le courant. Pour un électrolyte fort, complètement dissocié, la conductivité équivalente est la somme de termes caractéristiques: l'un de l'anion l'autre du cation  $\chi = F(U_A + U_C)$  ou,  $U_A$  étant la mobilité de l'anion alors que  $U_C$  est celle du cation. F est la constante de Faraday.

Les mobilités sont les vitesses limites prises par l'ion, dans un champ unitaire. Pour un électrolyte faible de coefficient de dissociation  $\alpha$  on a:

$$\chi = \alpha F ( U_A + U_C )$$

Si dans cette relation on remplace un cation par le proton  $H^+$  dont la mobilité est très grande, la conductivité augmente.

On constate que la conductivité dépend du rapport  $L / S$ , c'est à dire des dimensions des électrodes et de leur disposition.

De plus, on remarque que si R diminue, on obtient une conductivité élevée. Aussi, on a le même résultat pour une concentration et mobilité des cations élevées.



### II-3.4- INFLUENCE DE LA TEMPERATURE.

L'influence de ce facteur est complexe. La température provoque, en effet, des effets contrariés. D'une part, elle accroît la vitesse de diffusion des cations et de cette manière diminue l'appauvrissement de la concentration dans la zone contiguë à l'électrode; pour cette raison elle constitue donc un facteur favorable à la formation de petits cristaux. Mais d'autre part, une élévation de la température diminue la polarisation cathodique. Or, les dépôts fins sont toujours accompagnés d'une polarisation élevée; de ce fait, elle doit favoriser la formation d'une structure grossière. Il ne faut pas oublier qu'elle peut, en outre, agir directement sur la vitesse de formation des cristaux.

En résumé, l'intérêt principal d'une élévation de température est d'accroître le maximum admissible de la densité de courant, ainsi que toutes les vitesses, aussi bien les vitesses électrochimiques que celle de diffusion.

En général, la tension de décharge se rapproche de la valeur à l'équilibre, lorsque la température augmente, la surtension est donc diminuée.

Réactions	Surtension (V)		
	15°C	55°C	95°C
$Fe^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Fe$	0,22	0,03	0,00
$Co^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Co$	0,25	0,015	0,05
$Ni^{2+} + 2e^{-} \longrightarrow Ni$	0,33	0,19	0,05

Tab 1<sup>(3)</sup>: Variation de la surtension en fonction de la température

### II-3.5- INFLUENCE DE L'AGITATION:

L'agitation du bain électrolytique agit dans le même sens que la température. Elle joue le rôle d'un facteur facilitant la diffusion des ions et s'opposant donc à l'épuisement de la couche de diffusion. En d'autres termes, l'agitation entre le catholyte et le sein de la solution permet au niveau des électrodes, de minimiser l'influence de la diffusion et aussi dans la plupart des cas d'accroître la densité de courant au niveau de la cathode.

En résumé, le rôle de l'agitation est donc d'accroître la densité de courant au niveau de la cathode, et par conséquent son rôle est similaire à celui de la température.

### II-4- MECANISME DE CRISTALLISATION :

Les anciennes théories admettent que, le transfert de charge et la cristallisation s'accomplissent simultanément.

La décharge de l'ion se fait sur une imperfection du métal en suivant les étapes suivantes:

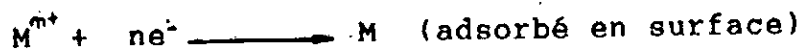
- Déshydratation de l'ion ou perte de molécules d'eau.
- Neutralisation de l'espèce ionique par saut d'un, ou plusieurs électrons du métal par réaction:  $M^{n+} + ne^{-} \longrightarrow M$
- Fixation de l'atome sur un centre actif et réunion d'un certain nombre de ces atomes pour constituer un germe de cristallisation sans aucune structure, et finalement, à partir de ces germes, élaboration de l'édifice cristallin.

Les théories actuelles admettent deux réactions séparées:

## II 4-1- Réaction de transfert:

l'ion se décharge en n'importe quel point d'une surface et diffuse vers un point privilégié pour s'intégrer au réseau cristallin.

Le transfert est caractérisé essentiellement par:



M ne représente pas un atome, mais on le désigne sous le nom d'adion.

## 2-Cristallisation:

après sa formation sur un site plan, l'adion diffuse vers une imperfection du réseau cristallin afin de s'y intégrer. L'imperfection peut être une dislocation du métal ou une maille incomplète du cristal. L'adion migre pour chercher la position la plus stable, c'est à dire, celle où il met en commun avec la solution la plus petite surface possible, il y a migration sur les arêtes, puis migration vers les coins.

## II 5 -THÉORIE DE LA DECHARGE D'HYDROGENE:

Un des processus cathodiques les plus importants est la décharge de l'ion  $H^+$  donnant naissance à l'hydrogène gazeux. La tension électrique à laquelle se décharge l'ion  $H^+$  ne coïncide avec la tension électrique à l'équilibre que pour l'électrode de platine platiné, tandis qu'avec d'autres électrodes, des surtensions plus ou moins élevées sont nécessaires. Les caractéristiques principales de la surtension d'hydrogène sont les suivantes:

a- Elle croît en valeur absolue, lorsque la densité de courant  $J$  augmente.

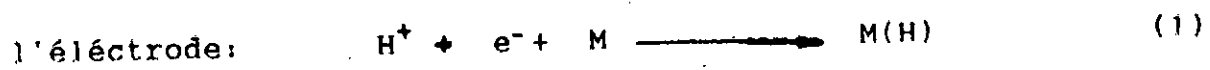
b- Elle diminue en valeur absolue en fonction d'un accroissement de la température.

c- Elle dépend de la nature chimique du matériau constitutif de l'électrode.

Elle dépend aussi de l'état de surface de l'électrode (lisse, rugueuse, spongieuse) ainsi que du pH de la solution. Les grandeurs électrochimiques qui caractérisent le processus de la réaction de décharge de l'ion  $H^+$  sont l'intensité ou plutôt la densité de courant d'échange  $J$  et le coefficient de transfert  $\alpha$  qui peuvent tous deux se déduire de l'équation de Tafel. Les phénomènes de transport, comme, le flux d'ions vers l'électrode, l'élimination d'hydrogène gazeux provenant de l'électrode et la diffusion de l'hydrogène à l'intérieur de l'électrode, etc... ne deviennent importants que dans des conditions expérimentales particulières.

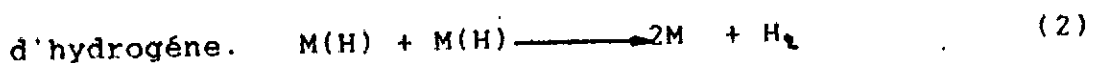
L'équilibre de déshydratation des ions  $H_3O^+$  n'est probablement pas déterminant, mais les phénomènes de décharge des ions et de formation de molécules, deviennent de plus en plus importants au fur et à mesure que les réactions partielles suivantes se succèdent:

1- Réduction de l'ion hydrogène en hydrogène atomique sur le métal M de l'électrode:

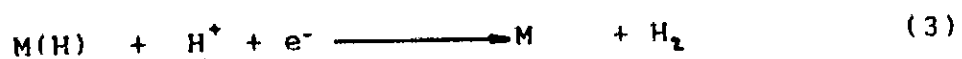


$M(H)$  désigne l'atome H adsorbé sur le métal M.

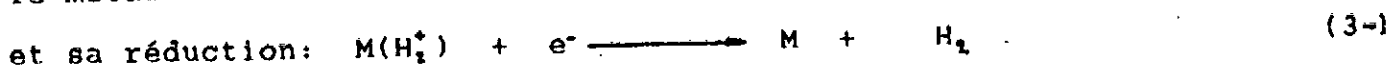
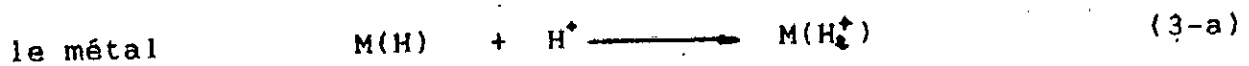
2- a-La combinaison de l'hydrogène atomique pour former la molécule d'hydrogène.



b-La réduction d'un autre ion  $H^+$  suivie de sa combinaison avec un atome existant déjà sur l'électrode:



à son tour, l'équation (3) peut être subdivisée en deux étapes successives: la formation d'une molécule-ion hydrogène  $H_2^+$  adsorbée sur



Toutes les théories de décharge de l'hydrogène admettent que l'étape déterminant la vitesse de la réaction est l'une des réactions partielles (1), (2) ou (3) déjà citées.

Selon la théorie catalytique la réaction déterminante est la réaction (2) [on suppose que la décharge (1) est à l'équilibre, et que (3) n'existe pas].

Selon la théorie de la décharge lente, la réaction déterminant la vitesse est la réaction (1), alors que pour la théorie électrochimique, ce serait la décharge de l'ion hydrogène par l'intermédiaire de la réaction (3-b).

## II-6- ROLE DE L'ACIDE SULFURIQUE DANS UN PROCESSUS DE DEPOT ELECTROLYTIQUE

Les avantages présentés par l'utilisation de l'acide sulfurique comme électrolyte inerte sont les suivants:

1-Il augmente la conductance du bain.

2-Il est bon marché.

3-Il inhibe fortement l'hydrolyse du sulfate cuivreux, exprimé par la réaction suivante:  $\text{CuSO}_4 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{Cu O}$

4-Il n'est pas volatil, et on peut l'utiliser à concentration et température élevées.

5-Il n'attaque pas le plomb qu'on peut ainsi utiliser pour la construction des installations d'électrolyse.

## II-7-RENDEMENT DE LA CELLULE:

Le rendement faradayique  $R_f$  est défini comme le rapport entre la quantité de matière produite à l'électrode  $m_p$ , et la quantité théorique  $m_{tR}$  que l'on devrait obtenir d'après la loi de Faraday:

$$R_f = m_p / m_{tR} \quad (4)$$

On sait que si deux électrodes trempent dans une solution aqueuse d'un sel, d'un acide ou d'une base et sont reliées à une source de courant continu de tension suffisamment élevée, la solution est traversée par un courant électrique, et en même temps, diverses réactions chimiques se produisent aux électrodes. Ces réactions peuvent mettre en jeu le dégagement d'un gaz, la séparation de substances, la dissolution de l'électrode, ou l'apparition de nouvelles substances dans la solution.

Ainsi une modification du système se produit au dépens de l'énergie électrique qu'on lui a fournie de l'extérieur.

La réaction de décharge de l'hydrogène à côté de la réaction principale de dépôt observée généralement, et surtout pour les bains acides, fait qu'une partie du courant délivré par le générateur se trouve absorbée par cette réaction de décharge:

Et par conséquent, ce n'est pas tout le courant débité par le générateur qui servira pour le dépôt de la poudre, mais une partie seulement, et c'est cette partie qui est exprimée par le rendement faradayique. A noter que, ce rendement n'est vrai qu'au niveau de la cathode, alors qu'au niveau de l'anode, et en excluant qu'une petite partie du courant utilisée par la résistance du circuit, le rendement s'approche de 1, puisque tout le courant délivré par la source n'est utilisé au niveau de celle-ci que pour la dissolution du cuivre suivant la réaction:



La quantité de cuivre qui passe en solution est donc largement supérieure à la quantité de cuivre déposée.

## II-8- GENERALITES SUR LA SURTENSION:

Dans la plupart des cas, le potentiel à partir duquel l'intensité du courant d'électrolyse est appréciable, est différent du potentiel d'équilibre. Des phénomènes de polarisation liés au mécanisme même de l'électrolyse sont la cause de cet écart.

On désigne sous le nom de surtension,  $\eta$ , la différence qui existe entre le potentiel d'électrolyse  $E$  et le potentiel d'équilibre  $E_{eq}$ , on a donc:

$$\eta = E - E_{eq} \quad (5)$$

### II-8-1: Propriétés générales de la surtension:

La surtension, qui représente en effet un retard à l'électrolyse, dépend de nombreux facteurs: densité de courant, concentration de l'ion, température, nature et structure du métal de base.

#### II-8-1-1 Influence de la densité de courant:

Des études ont montré que la surtension est d'autant plus grande que la surface de l'électrode est petite.

#### II-8-1-2 Influence de la température:

Ainsi qu'on peut le voir en examinant les données contenues dans le tableau-1, montrent que la surtension est abaissée par une augmentation de la température.

CHAPITRE III

PARTIE EXPERIMENTALE



### III-1-COMPOSITION DES BAINS ELECTROLYTIQUES:

les tableaux suivants donnent les conditions avec lesquelles l'ensemble des poudres ont été produites;

#### III-1.1- Compositions des bains pour l'étude de l'effet de la température:

température (°C)	$J_{\text{anode}}$ (A/m <sup>2</sup> )	$J_{\text{cathode}}$ (A/m <sup>2</sup> )	Concentration en H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (g/l)	Concentration en cuivre (g/l)
25	500	1000	160	10
40				
55				

Tab 2: conditions opératoires pour la production de poudres mettant en évidence l'effet de la température.

II-1.2- Compositions des bains pour l'étude de l'effet de la concentration en  $H_2SO_4$

Concentration (g/l)	$J_{\text{anode}}$ (A/m <sup>2</sup> )	$J_{\text{cathode}}$ (A/m <sup>2</sup> )	Température (°C)	Concentration en cuivre (g/l)
100	500	1000	40	10
120				
140				
160				
180				

Tab 3: Conditions opératoires pour la production de poudres mettant en évidence l'effet de la concentration en acide sulfurique

II-1.3- Compositions des bains pour l'étude de l'effet de la densité de courant:

$J_{\text{cathode}}$ (A/m <sup>2</sup> )	$J_{\text{anode}}$ (A/m <sup>2</sup> )	Température (°C)	Concentration en $H_2SO_4$ (g/l)	Concentration en cuivre (g/l)
600	500	40	160	10
700				
800				
900				
1000				
1100				

Tab 4: Conditions pour la production de poudres mettant en évidence l'effet de la densité de courant au niveau de la cathode.

### III-2- Préparation des électrodes:

On dispose de deux électrodes: une électrode en cuivre (93.44%) et une en plomb antimoine (6% Sb).

#### III-2.1- découpage des électrodes:

les électrodes sont découpées suivant des dimensions précises et relatives aux densités de courant désirées.

Le tableau 5 donne l'ensemble de dimensions des électrodes utilisées durant la production de la poudre avec une intensité de courant de 500 A débitée par le générateur:

J <sub>Anode</sub> (A/m <sup>2</sup> )	J <sub>A</sub> (A/cm <sup>2</sup> )	Dimensions de l'électrode (cm x cm)	J <sub>Cathode</sub> (A/m <sup>2</sup> )	J <sub>C</sub> (A/cm <sup>2</sup> )	Dimensions de l'électrode (cm x cm)
500	0,05	2 x 5	600	0,06	2 x 4
			700	0,07	2 x 3,6
			800	0,08	2,1 x 3
			900	0,09	2 x 2,8
			1000	0,1	1 x 5
			1100	0,11	1,5 x 3

Tab 5: Dimensions des électrodes utilisées lors de la production de poudre de cuivre

### III-2.2- polissage des électrodes:

Une fois découpées, les électrodes sont soumises au polissage mécanique afin d'éliminer la graisse et les impuretés adsorbées à la surface des électrodes. Les électrodes de Pb-Sb ont subi le polissage fin (1000 et 1080), par contre pour les électrodes de cuivre, on leur fait subir un polissage avec les papiers abrasifs allant de 600 jusqu'à 1080, pour avoir un bon état de surface. Une fois polies, les électrodes sont perforées afin d'y introduire le fil conducteur les reliant au générateur de courant et d'y être accrochées durant toute la durée de production.

### III-2.3- Disposition des électrodes:

Afin de maintenir constante la distance entre électrodes durant la phase de production, on introduit les fils conducteurs liant les électrodes au montage à travers une plaque en plexiglas, dotée de trous alignés et équidistants.

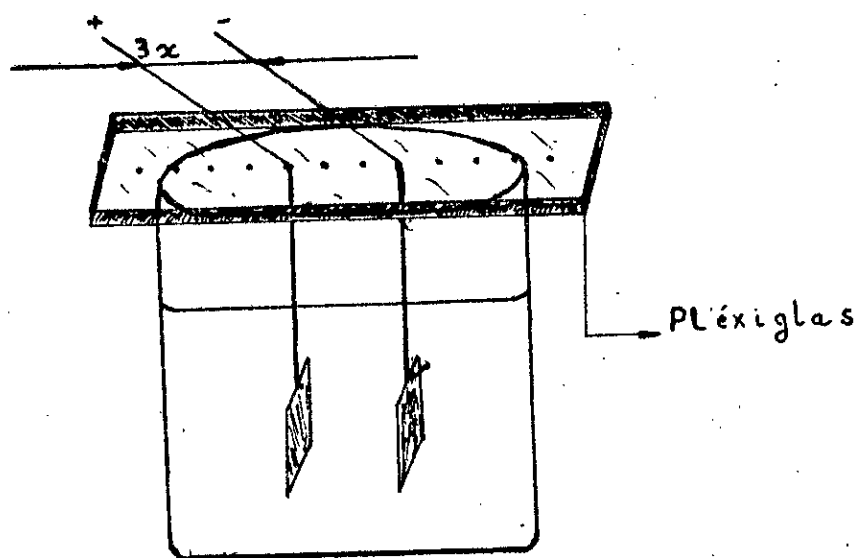


Fig 2: Disposition des électrodes.

### III-3- CONTROLE DE LA TEMPERATURE DU BAIN:

Une plaque chauffante assure le chauffage du bain et son maintien à la température désirée. On plonge dans le bain un thermomètre afin de vérifier toute variation éventuelle de température, lors de la production de poudre.

### III-4- OPERATION DE PRODUCTION:

Une fois le circuit fermé, un dégagement intense s'observe au niveau de la cathode, mais qui s'atténue au fur et à mesure que le dépôt s'effectue. A noter aussi, qu'à la fin de chaque demi-heure, on élimine le dépôt de la surface de la cathode, puisque sa surface importante aurait tendance à réduire la densité de courant réelle.

### III-5- OPERATION DE FILTRAGE:

Pour la filtration on choisit un papier filtre qu'on dispose dans un entonnoir en verre. On met l'entonnoir garni de son filtre dans l'anneau d'un support, en plaçant en dessous un bécber propre. L'opération est réalisée avec précaution afin d'éviter toute perte éventuelle de poudre.

II-6- CONTROLE DE LA COMPOSITION DU BAIN EN ACIDE SULFURIQUE:

Un contrôle de la composition du bain en acide sulfurique est effectué par titrage à la soude caustique et cela à chaque fois que la poudre est éliminée de la surface de la cathode.

A noter que, tous les contrôles concernant la concentration du bain en acide sulfurique n'ont révélé aucune variation significative malgré le dégagement de gaz observé au niveau de la cathode, et de ce fait, on peut conclure que le pH reste constant durant la production de toutes les poudres.

Le tableau suivant donne, à titre d'exemple, certaines variations de la concentration observées, pour deux types de poudre:

Paramètre étudié	Valeur du paramètre	<sup>J</sup> H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (g/ml)	
		Valeur initiale	1/2 heu après
Température	25 (°c)	0,16000	0,15938
Concentration	160 (g/l)	0,16000	0,15913

Tab 6: Variation de la concentration en acide après chaque opération d'élimination de la poudre de la surface de la cathode

### III-7- OPERATION DE LAVAGE:

A l'aide d'une eau distillée, la poudre est lavée puis de nouveau filtrée afin d'éliminer toute trace d'électrolyte ou d'impuretés adsorbées à sa surface.

### III-8- Opération de filtration sous pression:

Cette opération, est effectuée essentiellement dans le but de réduire le temps de maintien de la poudre dans le four en éliminant toute l'eau retenue entre les grains de la poudre, après l'opération de lavage. Le montage réalisé pour cette opération est illustré par le schéma suivant:

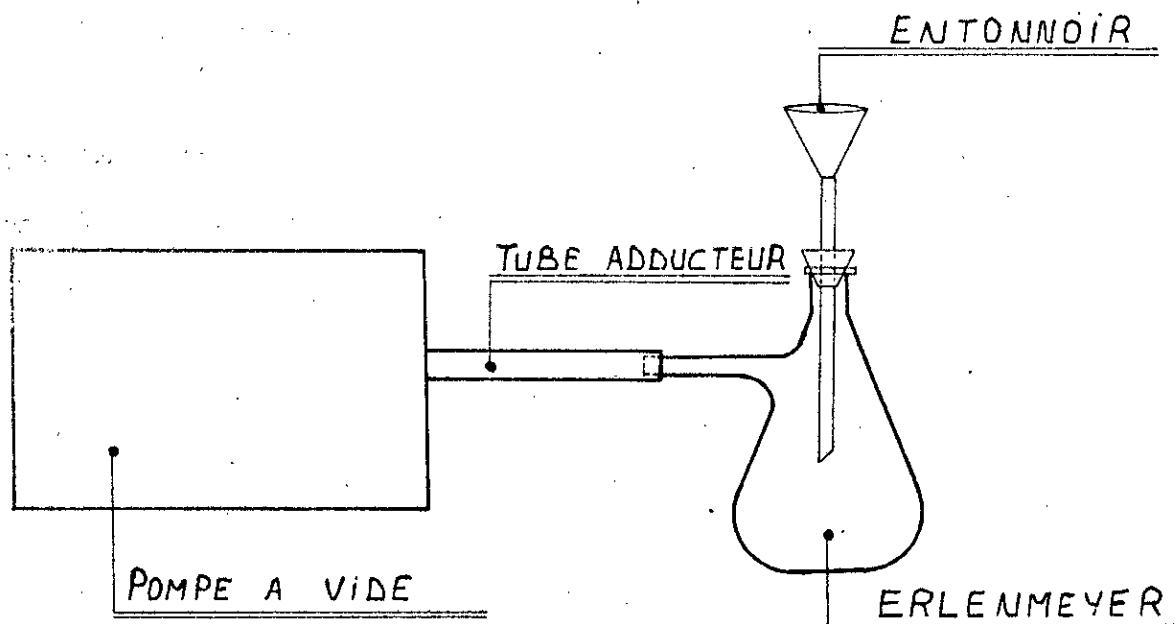


Fig 3: Montage réalisé pour l'opération de filtrage sous pression

L'élimination de toute l'eau est réalisée grâce au vide créé dans l'erlenmeyer, la pression atmosphérique chasse le liquide ( l'eau ) à travers les pores du filtre, tandis que la poudre se trouve retenue.

### II-9- SECHAGE DE LA POUDRE:

Débarassée de toute eau retenue, la poudre est mise dans un verre de montre, lequel est placé dans un four dont la température atteint 75°. La poudre est maintenue 35 mn environ à cette température. Par la suite, récupérée puis désagglomérée à l'aide d'un mortier, la poudre est conservée dans un petit flacon en verre sur lequel on mentionne les conditions de préparation.

### II-10- OBSERVATION AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE ( MEB ):

Un échantillon de chaque poudre a été utilisé pour effectuer une observation au MEB. L'échantillon est étalé puis collé sur un porte-échantillon propre avant de lancer toute observation.

Pour noter que, l'observation est faite sous une différence de potentiel de 30.0 KV.

### III-11- REDUCTION DE LA POUDRE:

Dans le but de déterminer le degré de pureté de la poudre produite, l'élimination du film d'oxyde enveloppant les grains de la poudre devient une étape indispensable. La réduction de la poudre est réalisée sous un vide de 0,0001 atm et une température de l'ordre de 575°. Après un maintien de deux heures et demie dans ces conditions, la poudre est récupérée, désagglomérée et observée au microscope électronique à balayage avant d'être analysée.

### III-12- DETERMINATION DE LA TAILLE MOYENNE DES GRAINS:

L'analyse d'image assistée par ordinateur, donne l'ensemble des informations quantitatives relatives à la morphologie des poudres. C'est ainsi, qu'un ensemble de mesures directes sont effectuées à partir des photos prises au MEB.



Pour cela, on expose une photo au champ d'une caméra, qui transmet l'image vers un ordinateur. Une fois sur l'écran, on choisit alors, un maximum de grains dont on mesure la taille. L'ordinateur analyse et traite l'ensemble des valeurs introduites, et donne une répartition de tailles sous forme de diagrammes en barres, ainsi que la taille moyenne des grains, et cela pour chaque type de poudre produite.

RESULTS ET INTERPRETATION

CHAPITRE IV

IV 1-PURETE DE LA POUDRE:

L'analyse chimique ponctuelle de la poudre non réduite, est donnée par le diagramme ainsi que le pourcentage atomique suivant:

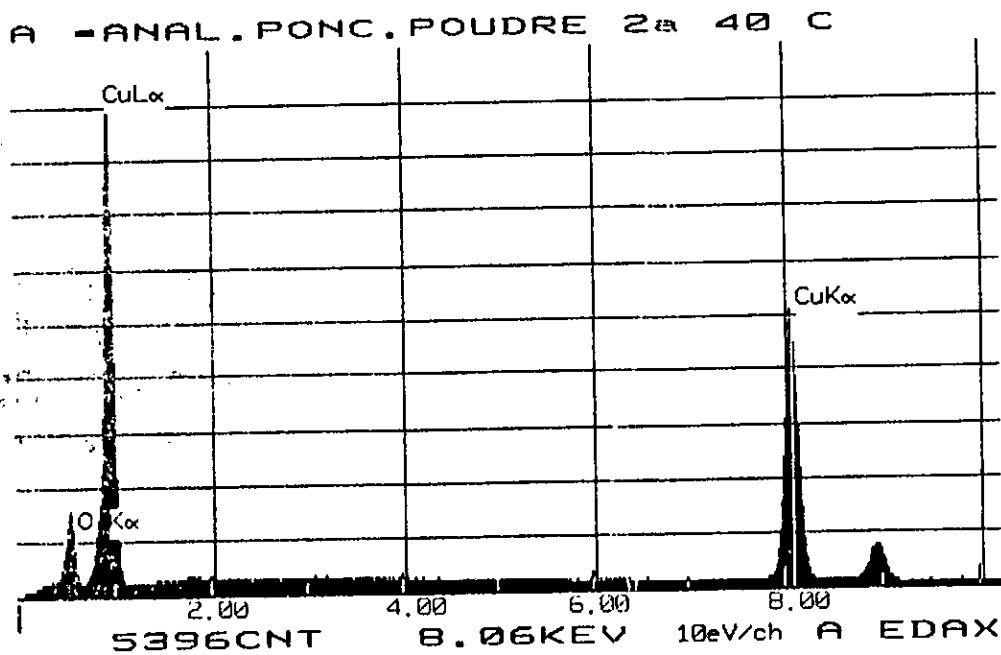


Fig 4: Spectre d'emission de la poudre produite sous les conditions  $T=40^{\circ}$ ,  $H_2SO_4 = 160 \text{ g/l}$ ,  $J = 1000 \text{ A/m}^2$  au point I sur photo.



ELEM	CPS	AT %
O K	127.0060	35.67
CU L	952.0834	38.93
CU K	902.0780	25.41
TOTAL		100.00

Analyse chimique au point I

Fig5: Aspect de la poudre

Pour la poudre réduite, l'analyse chimique en trois points différents est donnée par les spectres d'émission suivants:

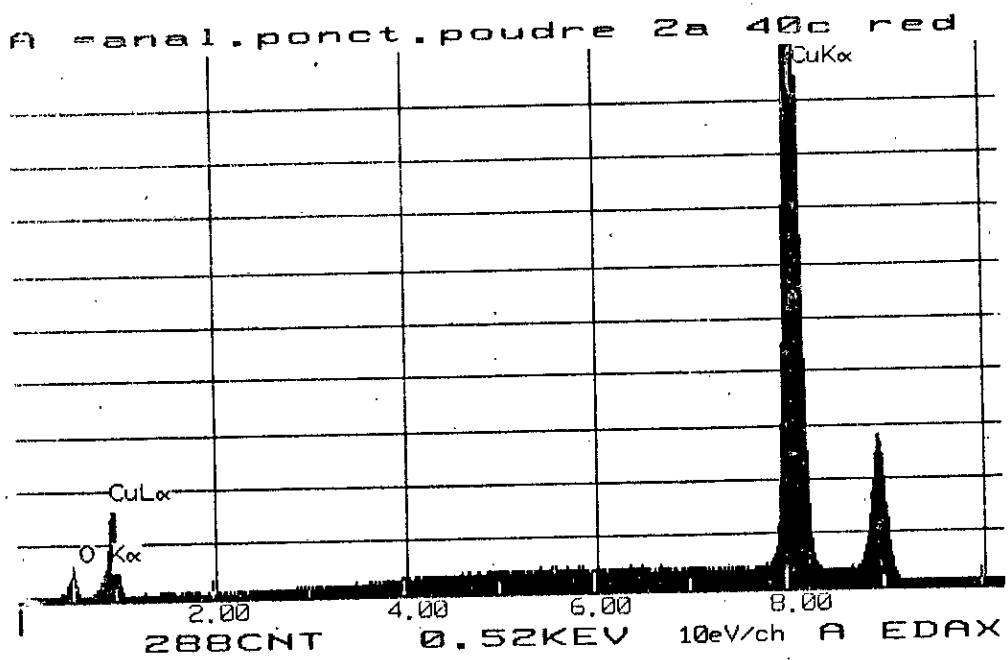


Fig 6: Spectre d'émission au point A

A - anal. ponct. poudre 2a 40c red

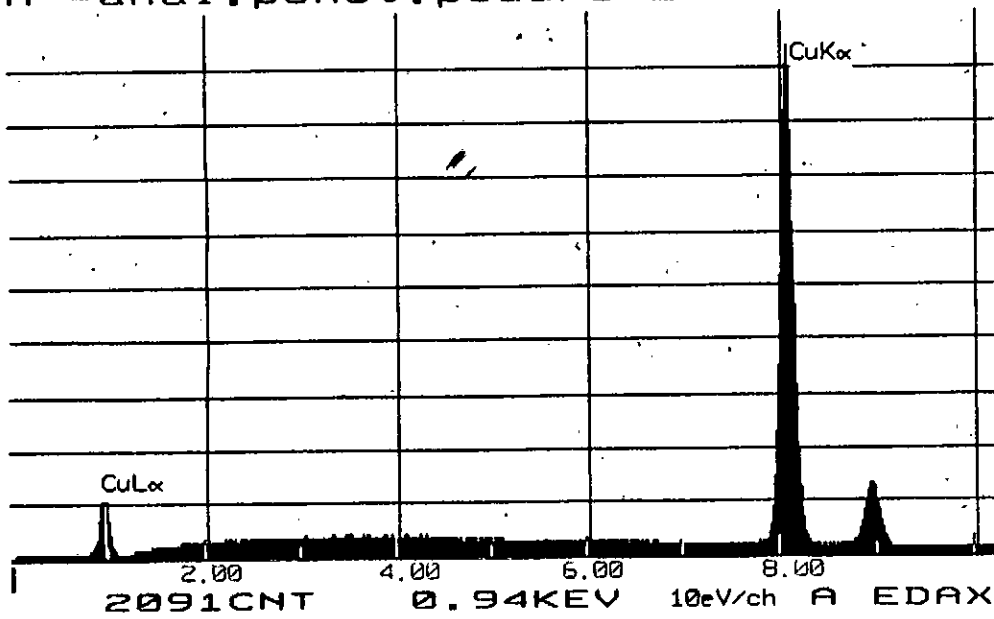


Fig 7: Spectre d'émission au point B de la poudre réduite

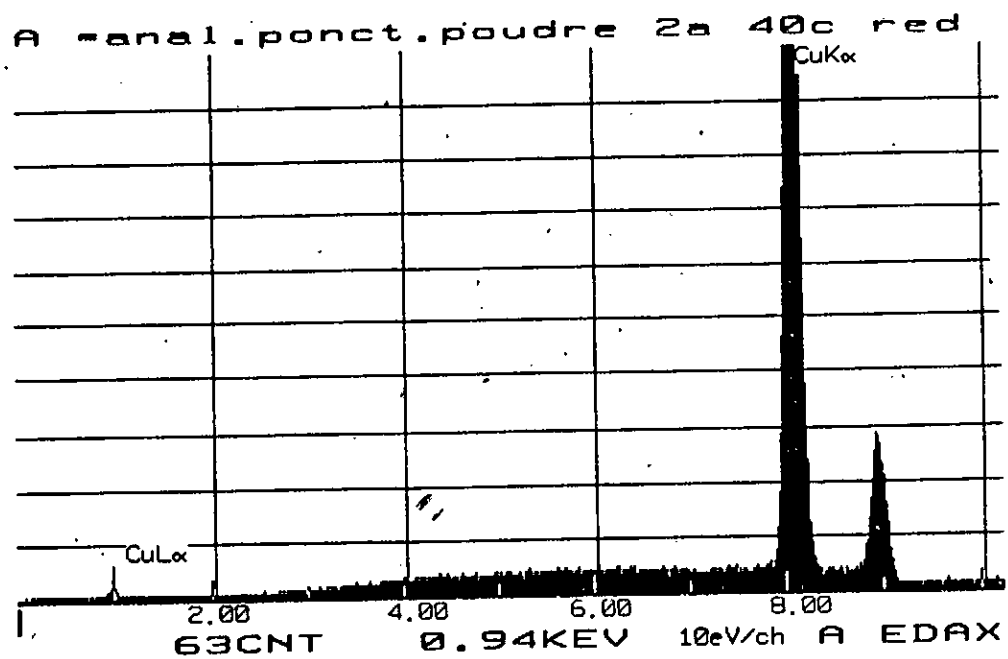


Fig 8: Spectre d'émission au point C de la poudre réduite



fig 9: Points A, B et C, sélectionnés pour l'analyse chimique de la poudre réduite

Les résultats de la composition chimique, en pourcentage atomique aux points A, B et C de la (fig 9) sont donnés dans le tableau suivant:

Zone d'analyse	% 'Cu'	% 'O'
Point A	90,81	9,19
Point B	100	0,00
Point C	100	0,00

Tab 7: analyse chimique aux points A, B et C.

Après réduction, on constate que la forme des grains passe de l'aspect dendritique (fig 5) à la forme irrégulière (fig 9) résultat direct de l'opération de désagglomération.

## IV-2- ETUDE DE LA FORME DES GRAINS:

### IV-2.1- Effet de la température du bain:

Les microscopies au MEB montrent une évolution nette de la forme des grains avec l'élévation de la température. En effet, les poudres produites vont de la forme dendritique aux basses températures (fig 10) à la forme irrégulière aux températures élevées (fig 12), en passant bien sûr par la présence à la fois des deux formes, et cela aux températures intermédiaires (fig 11). La forme caractéristique d'un germe dans ses tous premiers stades de formation est la forme dendritique.

Avec le flux de matière vers ces germes, ceux-ci passent de la forme dendritique à la forme irrégulière.

Cette variation de forme est contrôlée essentiellement par la vitesse des cations, qui à son tour, est fonction de la température du bain.

Donc, plus la température du bain est élevée, plus la polarisation cathodique diminue, d'une part, et plus la vitesse de diffusion est plus importante d'autre part. Ce qui favorise en somme, la vitesse de croissance des germes au détriment de l'apparition d'autres.



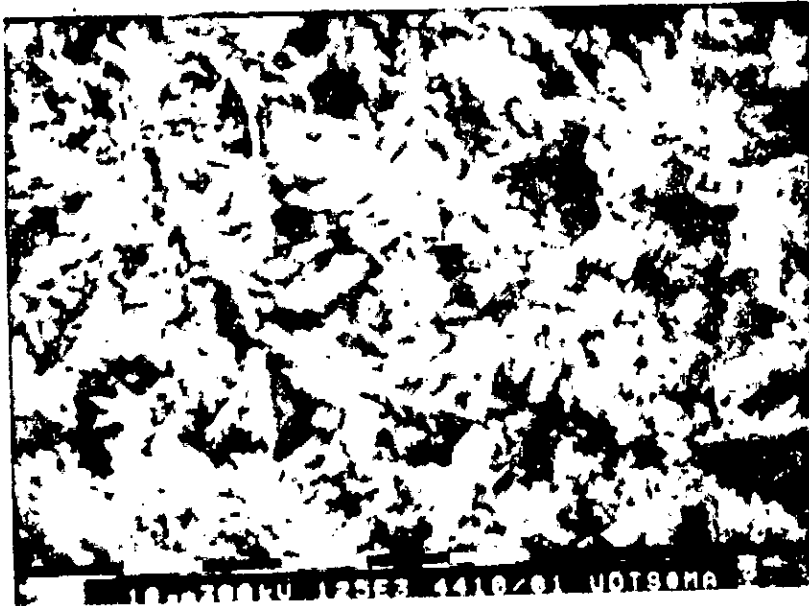


fig 10: Forme de la poudre pour T=25 °C



fig 11: Forme de la poudre obtenue pour T = 40°



Fig12: FORME OBTENUE POUR  $T = 55 \text{ }^\circ\text{C}$

#### IV-2.2- Effet de la concentration en $H_2SO_4$ :

Une tendance accrue vers la forme irrégulière est observée et cela, au fur et à mesure que la concentration en acide sulfurique augmente. Un accroissement de la concentration en acide sulfurique est accompagné par une baisse du rendement faradayique de la cellule du fait que la fraction de courant absorbée par la réaction de décharge de l'ion  $H^+$  augmente, autrement dit, on favorise le grossissement de germes déjà apparus au détriment de l'apparition de nouveaux. C'est à dire que plus la concentration en acide sulfurique augmente, plus la tendance vers la forme irrégulière augmente. ( voir fig 13,14,15,16).

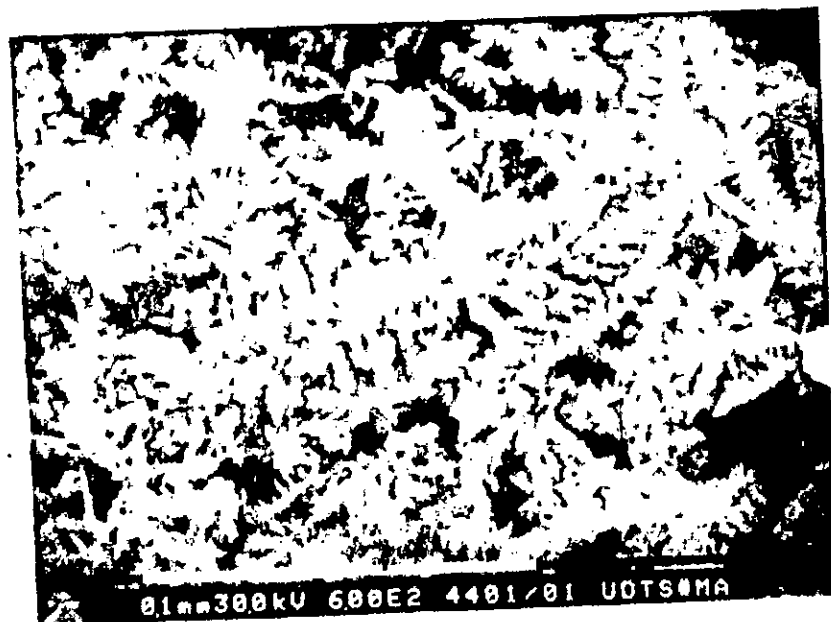


fig 13: Forme de la poudre pour une concentration de 100 g/l en acide sulfurique.

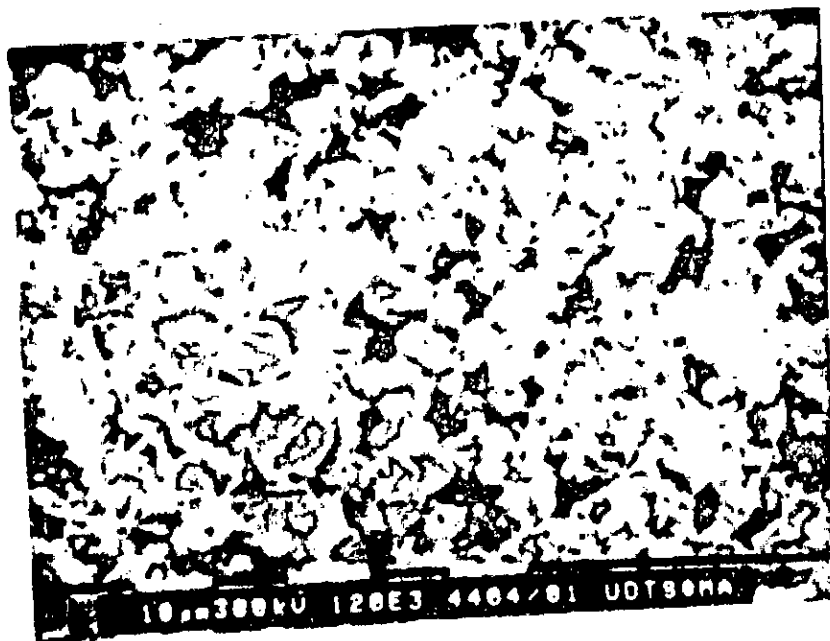


FIG 14: Forme de la poudre pour [  $H_2SO_4$  ] = 120 g/l



fig 15: forme des grains pour [  $H_2SO_4$  ] = 140 g/l

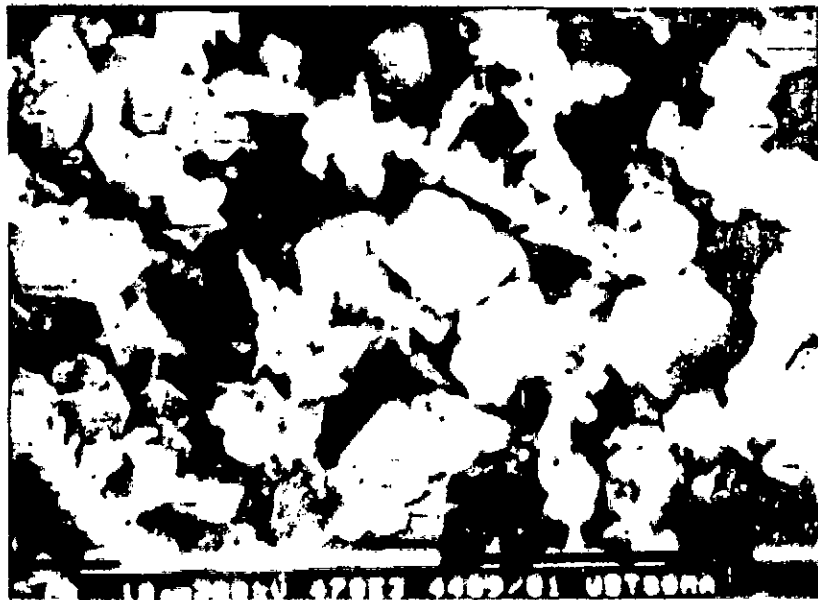


fig 16: Forme des grains pour  $[H_2SO_4] = 180 \text{ g/l}$

#### IV-2.3- Effet de la densité de courant:

La microscopie électronique, montre que la forme irrégulière est favorisée par les faibles densités de courant. C'est ainsi qu'en maintenant la température du bain constante, et en augmentant la densité de courant, la diffusion dans ces conditions là, devient incapable de satisfaire la croissance des germes devant la multiplication et l'augmentation dans le nombre de sites de germination, c'est à dire que, dans ces conditions là on favorise la forme dendritique par rapport à la forme irrégulière (voir fig 17, 18, 19, 20, 21 ).

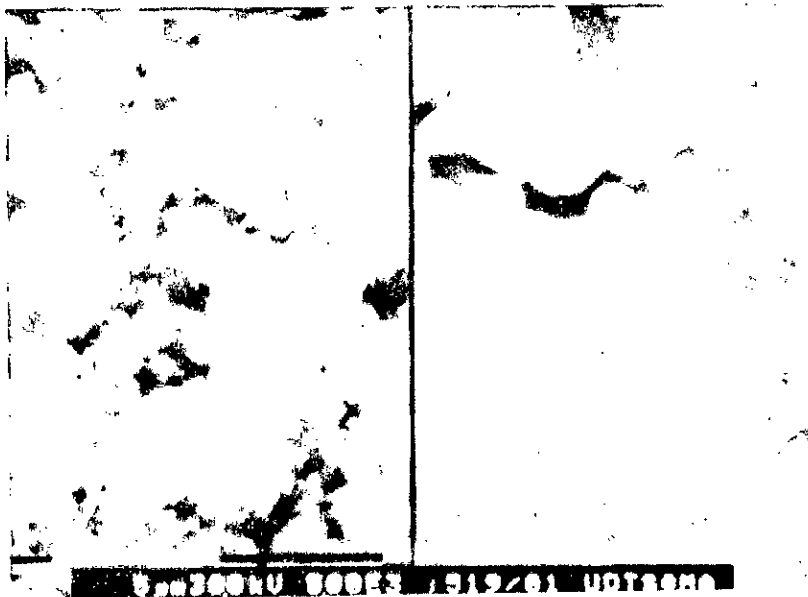


fig 17: forme des grains pour  $J = 600 \text{ A/m}^2$

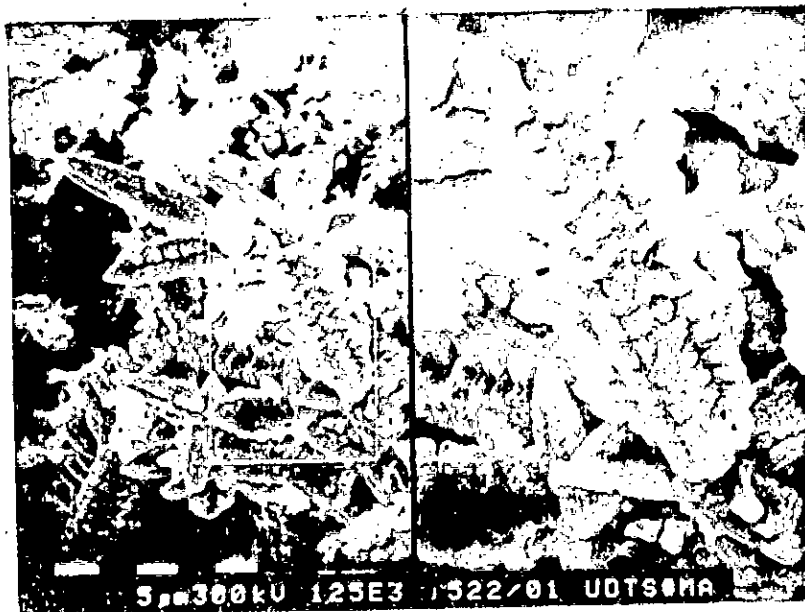


fig 18: forme obtenue pour  $J = 700 \text{ A/m}^2$



fig 19: Effect de la densité de courant sur la forme

$J = 800 \text{ A/m}^2$

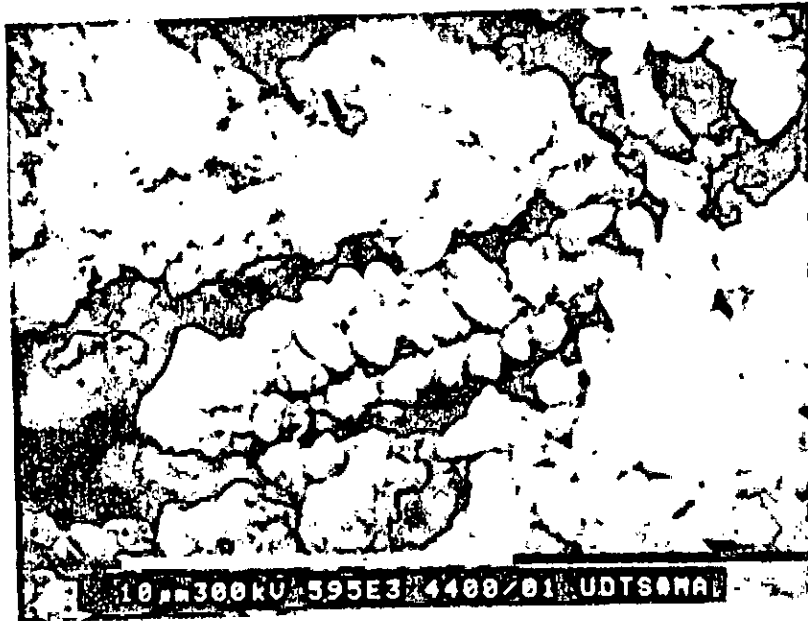


fig 20: forme des grains pour  $J = 900 \text{ A} / \text{m}^2$



fig 21: forme des grains pour  $J = 1100 \text{ A} / \text{m}^2$



#### IV-3- ETUDE DE LA TAILLE DES GRAINS:

##### IV-3.1- Influence de la température:

En choisissant un intervalle de taille compris entre 0,00 et 1,97  $\mu\text{m}$  on trouve que 92 % de l'ensemble des grains mesurés pour  $T = 40^\circ\text{C}$  (fig 22) appartiennent à cet intervalle, alors qu'on ne trouve que 77 des grains mesurés pour  $T = 55^\circ\text{C}$ .

C'est à dire que, plus la température augmente et plus la taille de grains augmente. Ceci s'explique par le fait qu'une élévation de température active la diffusion, qui enrichit en cations la zone contigüe à la cathode d'une part, et rend d'autre part, plus facile la décharge de ces mêmes cations par l'abaissement de la surtension, ce qui active la croissance des germes existants ainsi que l'apparition d'autres germes.

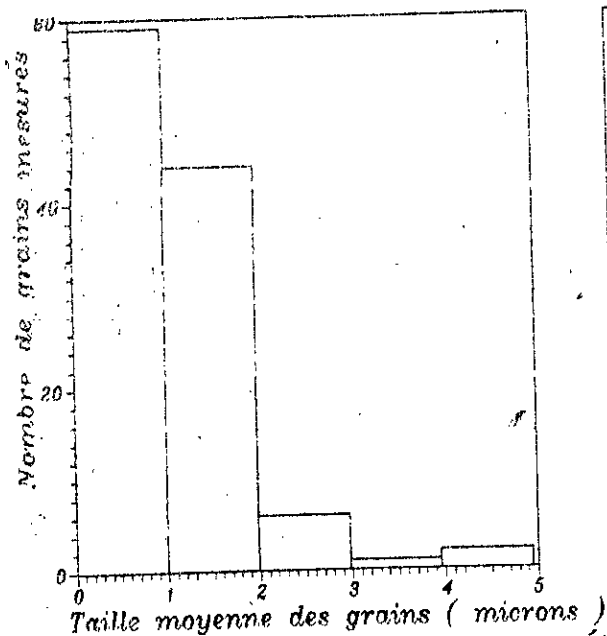


Fig 22 : Repartition granulométrique T=40 °C

$N1 = 112$   
 $Tm = 1.16$  micron  
 $Vr = 0.494$   
 $Ec = 0.703$   
 $TpG = 0.412$  micron  
 $TgG = 4.94$  micron  
  
 $N$  : Nbre de Grains mesurés  
 $Tm$  : Taille moyenne  
 $Vr$  : Variance  
 $Ec$  : Ecart type  
 $TpG$  : Taille du plus petit Grain  
 $TgG$  : Taille du plus gros Grain

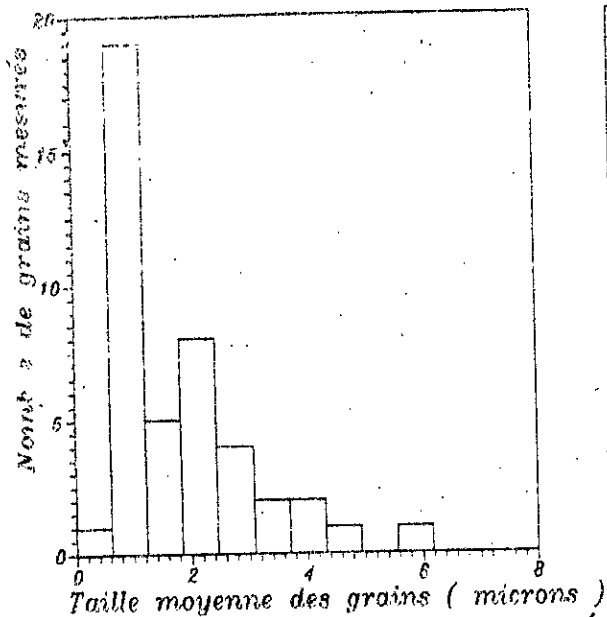


Fig 23 : Repartition granulométrique T=55 °C

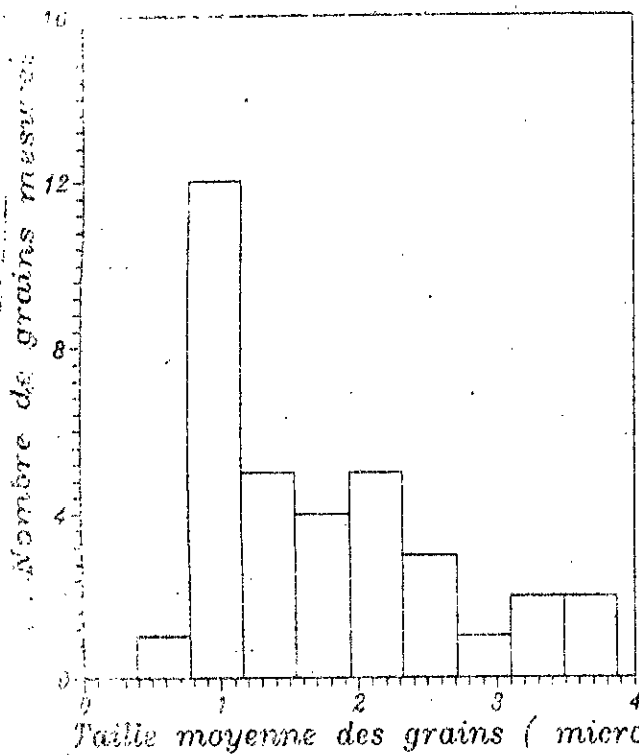
$N1 = 43$   
 $Tm = 1.81$  micron  
 $Vr = 1.46$   
 $Ec = 1.21$   
 $TpG = 0.366$  micron  
 $TgG = 6.17$  micron  
  
 $N$  : Nbre de Grains mesurés  
 $Tm$  : Taille moyenne  
 $Vr$  : Variance  
 $Ec$  : Ecart type  
 $TpG$  : Taille du plus petit Grain  
 $TgG$  : Taille du plus gros Grain

#### IV 3-2- Influence de la densité de courant:

En mesurant la taille moyenne des grains pour chaque échantillon, on constate que plus la densité de courant  $J$  augmente et plus la taille moyenne des grains diminue.

Ce résultat concorde bien avec les résultats des travaux déjà effectués, où la fraction des grains passant à travers un tamis de 300 mesh est de 96,1 % pour  $J = 1100 \text{ A/m}^2$ , alors qu'elle n'est de 20,6 % pour  $J = 600 \text{ A/m}^2$ . (4)

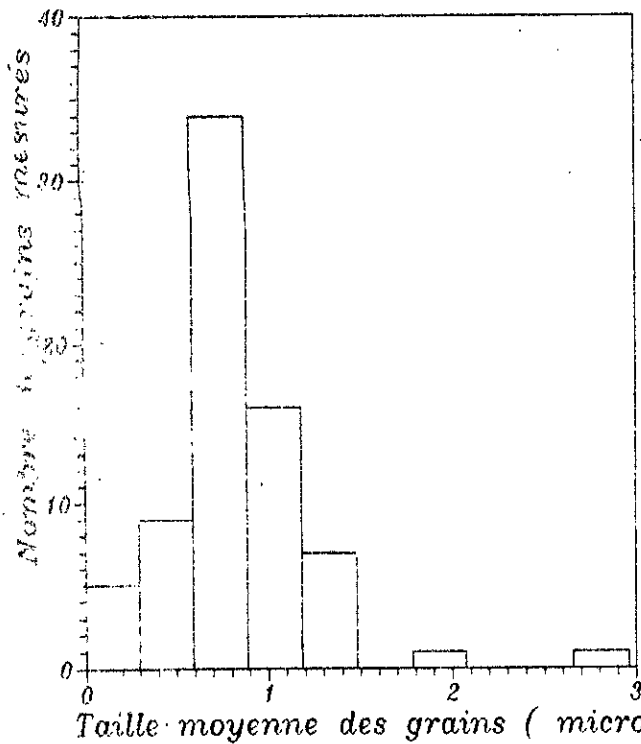
Il est ainsi qu'en désignant un intervalle de taille compris entre 0 et 100  $\mu$ , la fraction des grains mesurés appartenant à cet intervalle est de 87 % pour  $J = 1100 \text{ A/m}^2$ , alors qu'elle n'est que 31 % pour  $J = 600 \text{ A/m}^2$ . Ce fait est la conséquence d'une augmentation du nombre de sites de germination, car le nombre de cations déchargés sur la surface cathodique est accru, ce qui favorise la vitesse de formation de petits cristaux en augmentant le nombre de germes de cristallisation. (3)



$N1 = 35$   
 $Tm = 1.75$  micron  
 $Vr = 0.761$   
 $Ec = 0.872$   
 $TpG = 0.628$  micron  
 $TgG = 3.87$  micron

$N$  :Nbre de Grains mesures  
 $Tm$  :Taille moyenne  
 $Vr$  :Variance  
 $Ec$  :Ecart type  
 $TpG$ :Taille du plus petit Grain  
 $TgG$ :Taille du plus gros Grain

Fig 24 : Repartition granulométrique  $J=600$  ( $A/m^2$ )



$N1 = 73$   
 $Tm = 0.804$  micron  
 $Vr = 0.169$   
 $Ec = 0.411$   
 $TpG = 0.0658$  micron  
 $TgG = 2.96$  micron

$N$  :Nbre de Grains mesures  
 $Tm$  :Taille moyenne  
 $Vr$  :Variance  
 $Ec$  :Ecart type  
 $TpG$ :Taille du plus petit Grain  
 $TgG$ :Taille du plus gros Grain

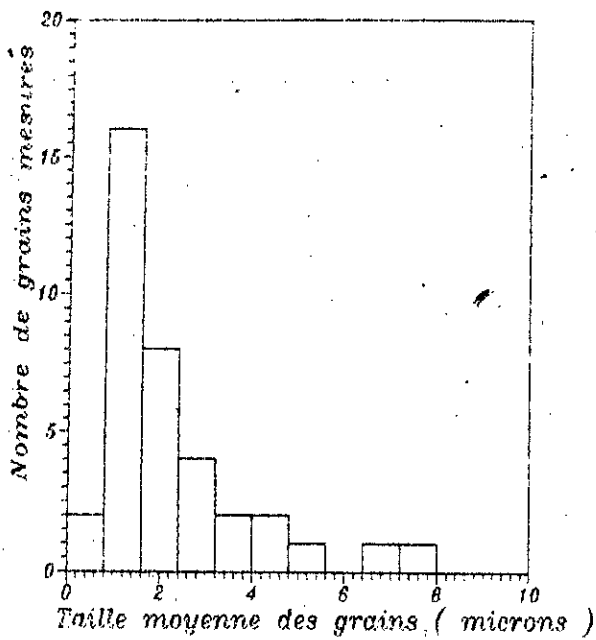
Fig 24 : Repartition granulométrique  $J=1100$  ( $A/m^2$ )

#### IV 3.3- Influence de la concentration en acide sulfurique:

On remarque (fig 26,27,28) que plus le bain est riche en acide sulfurique, et plus la fraction des grains fins devient importante. On voit ainsi, qu'en désignant un intervalle de taille inférieure à  $10 \mu$ , on constate que la fraction des grains appartenant à cet intervalle, passe de 70 % pour  $C=120$  g/l de  $H_2SO_4$  (fig 26) à 81,5 % pour  $C=180$  g/l de  $H_2SO_4$  (fig 27), pour atteindre 90,7 % de l'ensemble des grains mesurés pour  $C=180$  g/l de  $H_2SO_4$  (fig 28).

Des résultats similaires ont été obtenus dans des études faites sur l'effet de ce paramètre, où on remarque que pour une concentration  $C=180$  g/l de  $H_2SO_4$  seul 56,6 % des grains passent à travers un tamis de  $200 \mu$  mesh, alors que pour une concentration  $C=120$  g/l on obtient une fraction de 91,8 % des grains qui passent à travers le même tamis. (4)

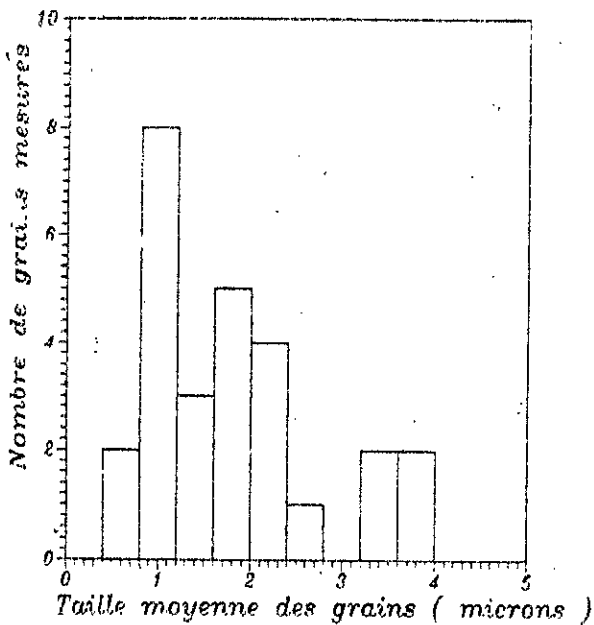
En effet, plus la concentration de l'électrolyte est élevée, plus est grand le nombre de cations dans la couche contiguë à la cathode. Dans ces conditions, la vitesse de formation des germes de précipitation doit être favorisée par rapport à la vitesse de croissance de ceux déjà formés. Le nombre des petits grains doit donc être plus grand et la structure du dépôt plus fine. (3)



$N1 = 37$   
 $Tm = 2.21$  micron  
 $Vr = 2.82$   
 $Ec = 1.68$   
 $TpG = 0.718$  micron  
 $TgG = 8.00$  micron

$N$  :Nbre de Grains mesures  
 $Tm$  :Taille moyenne  
 $Vr$  :Variance  
 $Ec$  :Ecart type  
 $TpG$ :Taille du plus petit Grain  
 $TgG$ :Taille du plus gros Grain

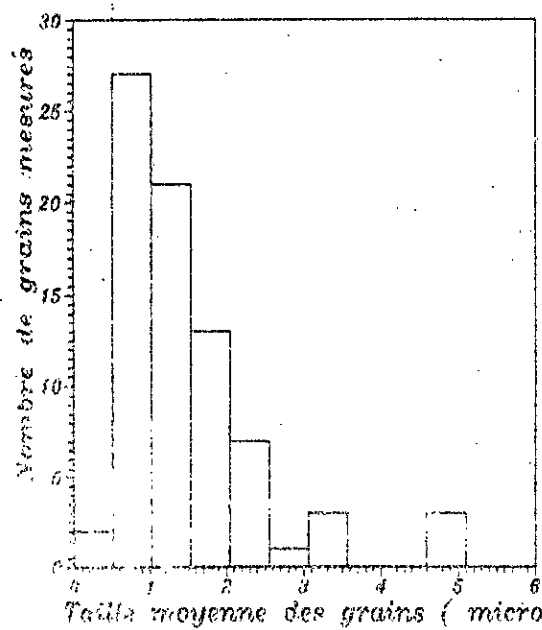
Fig 26 : Repartition granulométrique C=120 (g/l)



$N1 = 27$   
 $Tm = 1.78$  micron  
 $Vr = 0.854$   
 $Ec = 0.924$   
 $TpG = 0.513$  micron  
 $TgG = 4.00$  micron

$N$  :Nbre de Grains mesures  
 $Tm$  :Taille moyenne  
 $Vr$  :Variance  
 $Ec$  :Ecart type  
 $TpG$ :Taille du plus petit Grain  
 $TgG$ :Taille du plus gros Grain

Fig 27 : Repartition granulométrique C=140 (g/l)



$N = 77$   
 $T_m = 1.48$  micron  
 $V_r = 0.882$   
 $E_c = 0.939$   
 $T_{pG} = 0.494$  micron  
 $T_{gG} = 5.10$  micron

$N$  : Nbre de Grains mesurés  
 $T_m$  : Taille moyenne  
 $V_r$  : Variance  
 $E_c$  : Ecart type  
 $T_{pG}$  : Taille du plus petit Grain  
 $T_{gG}$  : Taille du plus gros Grain

Fig 28 : Repartition granulométrique C=180 (g/l)

CHAPITRE V

CONCLUSION



## CONCLUSION:

Dans ce présent travail, nous nous sommes fixés comme objectif principal la production de poudre de cuivre par voie électrolytique. Nous avons étudié l'influence de la température, de la densité de courant, ainsi que de la concentration en acide sulfurique sur les caractéristiques de la poudre.

Les résultats obtenus sont:

- La pureté de la poudre, qui est un paramètre important et dont la valeur dépasse 99,8 %
- Evolution de la taille moyenne des grains, où celle-ci croît avec la température et décroît avec la densité de courant et la concentration en acide sulfurique, ce qui concorde bien avec les travaux déjà réalisés <sup>(4)</sup> et la théorie des dépôts électrolytiques.

Malgré tout, il faut signaler que ces résultats restent insuffisants pour les raisons suivantes:

- L'analyse de la surface spécifique, ainsi que celle de la densité apparente n'ont pas été effectuées par défaut de matériel et de temps.
- Il aurait été souhaitable d'effectuer des essais de compactage et de frittage sur la poudre produite afin d'avoir une idée sur sa compacité et sa frittabilité.

Pour ces raisons là, on peut dire que ce sujet mérite d'être complété, et repris dans le but d'étudier l'effet des paramètres considérés (température, concentration, densité de courant) sur les caractéristiques du produit.

A N N E X E S

ANNEXE I :

Constantes physique du cuivre :

- . Poids atomique 63,54
- . Structure cristalline C.F.C.
- . Densité 8,96 g/cm<sup>3</sup>
- . Point de fusion 1083°c
- . Point d'ébullition 2590°c
- . Chaleur spécifique 385 J
- . Chaleur latente de vaporisation 5240 J/g
- . Chaleur latente de fusion 205 J/g (48,9 cal/g)
- . Coefficient de dilatation linéaire thermique (0-100°c):  $17 \cdot 10^{-6}$
- . Résistivité électrique (20°c) : 0,01677 ohm.mm<sup>2</sup>/m
- . Conductibilité thermique : 0,94 cal/m.s.°c

ANNEXE 2 : Pour la norme A.S.T.M. (American Society for

Testing Metals) un tamis de 200 mesh est un tamis qui comprend  
200 fils de 52 microns de diamètre, ce qui conduit à des ouvertures  
de 75 microns.

A N N E X E 3 : Calcul opéré en exprimant les concentrations par le titre de la solution :

Combien de grammes de  $H_2SO_4$  sont contenus dans 500 ml de solution si on a pris 22,80 ml de solution de  $NaOH$  (dont le titre est égal à 0,004257 g/ml) pour titrer 25 ml de solution donnée?

. Quantité de  $NaOH$  utilisée pour la réaction est égale à

$$Q_{NaOH} = T_{NaOH} \cdot V_{NaOH} = 0,004257 \cdot 22,8 \text{ g}$$

I éq.gr (40,00 g) de  $NaOH$  réagissant avec I éq-gr (49,04 g) de  $H_2SO_4$ , on peut écrire :

49,04 g de  $H_2SO_4$  correspondent à 40,00 g de  $NaOH$

$$x \text{ - } H_2SO_4 \quad " \quad 0,004257 \times 22,80 \text{ " } NaOH$$

$$x \text{ - } \frac{49,04 \cdot 0,004257 \cdot 22,80}{40,00} = 0,1190 \text{ g}$$

On a ensuite :  $T_{H_2SO_4} = \frac{0,1190}{25,00} = 0,004758 \text{ g/ml}$

$$Q_{H_2SO_4} = T_{H_2SO_4} \cdot 500 = 0,004758 \cdot 500 = 2,380 \text{ g}$$

## B I B L I O G R A P H I E

- (1) Metal Handbook "Powder Metallurgy" - Volume 7 . American Society for metals.
- (2) G. MILAZZO "Electrochimie" - DUNOD 1969
- (3) AUDIBERT René "Electrolyse" - Presse Universitaire de France
- (4) DHARMENDRA KUMAR "Electrochemical Studies on production of Electrolytic Copper Powder" Symposium on Electrometallurgy and corrosion 26,28 Fev.1973.
- (5) V. ALEXEEV "Analyse quantitative" 3ème éd. MIR - MOSCOU.
- (6) Frank WILLIS; - E.J. Clugston "Production of Electrolytic Copper Powder" Journal of the Electrochemical Society 1959.
- (7) John BLAIR RUSSEL "Chimie des Solutions" Mc.Graw Hill.
- (8) J. BENARD "Métallurgie Générale" 2ème édition 1984.
- (9) A. KEYSER " Basic Engeneering Metallurgy" 2ème éd.
- ((10) Jean BESSON "Précis de thermodynamique et cinétique électrochimique" ellipse 1984.
- (11) ALLEN J. BARD Electrochimie "Principes, méthodes et application"  
Larry R. FAULKNER Masson 1983.
- (12) M. FOULETIER "Les applications de l'electrochimie à l'hydrométallurgie"  
ed. PLURALIS 1980.
- (13) PAUL PASCAL "Nouveau traité de chimie minérale"  
Tome XIII Masson.