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

Universite Abderrahmane Mira BEJAIA Faculte de Technologie Departement de Genie Mecanique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie Des Matériaux

Par :

ABADOU Nabil

BENKHELFOUNE Imad

Thème

Mécanisme de réduction des oxydes de fer et l'élaboration de l'acier à l'AQS

Soutenu le 03 / 07 / 2022 devant le jury composé de:

Pr. KHELFAOUI Youcef

Dr. AMARI Djamel

Président

Encadrant

Dr. BELAMRI Abdelatif

Examinateur

Année Universitaire 2021-2022

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

La première personne que nous tenons à remercier est notre encadrant le **Docteur AMARI Djamel**, pour l'orientation, la confiance, la patience qui ont constitué un apport considérable sans lequel ce travail n'aurait pas pu être mené au bon port. Qu'il trouve dans ce travail un hommage vivant à sa haute personnalité.

Nous tenons aussi à remercier le professeur **KHELFAOUI Youcef** d'avoir accepté la présidence de notre jury et le docteur **BELAMRI Abdelatif** pour avoir accepté d'examiner notre travail de faire partie du jury.

Nos remerciements s'étendent également à **Mr. MESSADI Smail** et **Mme. BOUSSÂA Nabila** ainsi que tout le personnel sidérurgique de complexe Algerian Qatari Steel pour leurs bonnes explications qui nous ont éclairé le chemin de la recherche et leurs collaborations avec nous dans l'accomplissement de ce modeste travail.

Nous tenons à remercier aussi **Mr. Adel** et **Mr. BOUKENDOUL Nadir** pour leurs efforts et soutien.

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à tous les professeurs qui nous ont enseigné et qui par leurs compétences nous ont soutenu dans la poursuite de nos études.

Enfin, on remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

 \tilde{A} mes chers parents, pour leur amour, leurs conseils, leurs sacrifices ainsi que leur soutien inconditionnel. Nous prions le Dieu de veiller sur eux et de les bénir, en espérant qu'ils seront toujours fiers de moi.

 $ilde{A}$ mes sœurs, pour leur tendresse, leur complicité et leur présence.

 $ilde{A}$ toute ma famille ABADOU.

 \tilde{A} mes amis et mes collègues, pour tous les moments de joie et de peine partagés ensemble.

Nabil

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes chers parents, pour leur amour, sacrifices, leur soutien inconditionnel et leurs encouragements. A mes frères pour leur soutien. A mon beau grand-père mon guide, mon conseillé et mon repaire dans la vie. A toute ma famille BENKHELFOUNE. A toute les personnes que j'aime du fond du cœur. A mes amies pour leurs encouragements. A mes anciens et actuelles collègues et tous mes enseignants et professeurs.

Imad

Sommaire

| Remerci | ements | i |
|-------------------------------|---|-----------------------------|
| Dédicace | es | ii |
| Sommair | re | iv |
| Liste des | s figures | . vii |
| Liste des | s tableaux | X |
| Introduc | tion Générale | 1 |
| Chapitre I.1 I.2 I.3 | e I : Description du complexe sidérurgique de l'AQS Description du projet Unités principales du procédé sidérurgique Unités auxiliaires | 3 4 7 8 |
| I.3.1 | Unités de séparation d'air (Air Separation Unit, ASU) | 8 |
| I.3.2 | 2 Unités de production de la chaux | 9 |
| I.3.3 | Poste de détente de gaz naturel | . 10 |
| I.3.4 | Unités de traitement des eaux industrielles | . 10 |
| I.3.5 | 5 Groupe électrogènes | . 11 |
| I.3.6 | 6 Poste de transformation et distribution électrique | . 11 |
| I.4 | Produit de l'entreprise | . 12 |
| Chapitre II.1 II.1. | e II : Description du processus technologique d'élaboration de l'acier Le processus technologique industriel 1 Description du processus de fabrication | . 14 . 16 . 16 |
| | II.1.1.1 Téchnologie choisie | . 16 |
| | II.1.1.2 Le procédé MIDREX | . 18 |
| | II.1.1.3 Choix des matiéres premiéres | . 20 |
| II.1. | 2 Principe de la réduction directe | . 21 |
| | II.1.2.1 La matiére premiére | . 22 |
| | II.1.2.2 Unités de réduction directe | . 22 |
| | II.1.2.3 Le reformeur | . 23 |

| II.1.2.4 Aspects stoechiométrique | 25 |
|---|----------|
| II.1.2.5 Aspects thermochimique | |
| II.1.2.6 Aspects thermodynamique | |
| II.1.2.7 Aspects cinétique | |
| II.1.2.8 Aspects environnementaux de la réduction directe | |
| II.2 Le procédé d'élaboration de l'acier II.2.1 L'introduction | 29 29 |
| II.2.2 L'aciérie électrique | |
| II.2.2 Description générale du procédé | 30 |
| II.2.4 Four à arc électrique (Electric Arc Furnace, EAF) | 31 |
| II.2.5 Four à poche (Ladle Refining Furnace, LRF) | 32 |
| II.2.6 Coulée continue (Continuos Casting Machine, CCM) | 33 |
| II.2.6.1 Description de la procédure | 33 |
| II.3 Laminage a chaud | 35 |
| Chapitre III : Etude expérimentale | 36 |
| III.1 Contrôle de qualité de la matière première avant la réduction | |
| III.1.1 L'echantilionnage | |
| III.1.2 Analyses physico-chimique | |
| III.1.2.1 Test de distribustion de la granulometrie | 38 |
| III.1.2.2 Test de resistance au concassage (Compression Crush Strong, CCS) | 39 |
| III.1.2.3 Determination de l'humidite | 40 |
| III.1.2.4 Intrage | 40 |
| III.2 Controle de qualité de la matiere premiere après reduction III.2.1 Le titrage | |
| III.2.1.1 Détermination du fer total T _{fer} | 42 |
| III.2.1.1 Détermination du fer métalique M _{fer} | 44 |
| III.2.2 Détermination de la teneur en C et en S dans la matière première réduite | 45 |
| III.2.2.1 L'analyseur LECO CS 744 | 45 |
| III.3 Détermination des impuretés dans la matière première réduite III.3.1 Détermination de SiO ₂ | 46 47 |
| III.3.2 Détermination d'autres impurtés | 48 |
| III.4 Les analyses de la transformation de fer réduit (DRI) en acier III.4.1 Réception des échantillons | 50 50 |
| III.4.2 Préparation mécanique des échantillons | 51 |
| III.4.3 Analyses par spectrométrie a émission optique | 52 |

| III.4.4 Contrôle de qualité des billettes | . 54 |
|--|------------------------------|
| III.4.4.1 Analyse par spectrométrie à émission optique des billettes produite | . 55 |
| III.4.4.2 Analyse visuelle de la macrostructure de la billette | . 55 |
| III.4.4.3 Analyses élementaires (soufre, carbone, oxygéne, nitrogéne) | . 56 |
| Chapitre IV : Résultats expérimentaux et interprétations IV.1 Résultats de contrôle de qualité de la matière première avant réduction IV.1.1 Résultats des analyses physique | . 60 . 60 . 60 |
| IV.1.1.1 Résultats de la granulométrie avec tamiseur IV.1.1.2 Résultats de la résistance au concassage IV.1.2 Résultats de l'analyses chimique | . 60 . 61 . 62 |
| IV.1.2.1 Résultats de l'analyse du taux d'humidité IV.1.2.2 Résultats du titrage et du test des impuretés sur la matière première IV.2 Contrôle de qualité du produit réduit IV.2.1 Résultat de l'analyse C/S et du titrage réalisé sur la matière première réduite | . 62 . 62 . 63 . 64 |
| IV.2.2 Résultats des impuretés de la matière première réduite | . 66 |
| IV.3 Résultats des analyses de la transformation de fer réduit en acier IV.3.1 Résultats de l'analyse des échantillons par la spectrométrie à émission optique | . 67 . 67 |
| IV.3.2 Résultats des analyses de contrôle de qualité des billettes produites | . 68 |
| IV.3.2.1 Résultats de l'analyse spectrale des billettes produite | . 68 |
| IV.3.2.1 Résultats de l'analyse visuelle de la macrostructure de la bilette | . 69 |
| IV.3.3 Résultats des analyses élémentaires C, S, O, N | . 69 |
| Conclusion Générale | .71 |
| Références Bibliographiques | .73 |
| Résumé | .75 |
| Abstract | .75 |

Liste des figures

| Figure I.1 : Vue aérien du complexe de Bellara | 4 |
|--|----------------|
| Figure I.2 : Disposition des unités de production de l'AQS dans sa phase 1 | 5 |
| Figure I.3 : Unité de réduction directe (DRI, d'AQS | 7 |
| Figure I.4 : Aciérie electrique d'AQS | 8 |
| Figure I.5 : Unité de separation d'air, ASU d'AQS | 9 |
| Figure I.6 : Unité de production de chaux d'AQS | 9 |
| Figure I.7 : Unité de gaz d'AQS | 10 |
| Figure I.8 : Groupes electrogéne d'AQS | 11 |
| Figure I.9 : Poste de transformation et distribustion | ı défini. |
| Figure I.10 : Fil machine | ı défini. |
| Figure I.11 : Rond a beton | 13 |
| Figure I.12 : Billettes | 13 |
| | 14 |
| Figure II.1 : Production d'acier brute d'octobre 2020 jusqu'à mars 2022 | |
| Figure II.1 : Production d'acier brute d'octobre 2020 jusqu'à mars 2022 Figure II.2 : Etape de transformation sidérugique (phase 1) | 15 |
| Figure II.1 : Production d'acier brute d'octobre 2020 jusqu'à mars 2022Figure II.2 : Etape de transformation sidérugique (phase 1)Figure II.3 : Principale unité de production (phase 1) | 15 17 |
| Figure II.1 : Production d'acier brute d'octobre 2020 jusqu'à mars 2022 Figure II.2 : Etape de transformation sidérugique (phase 1) Figure II.3 : Principale unité de production (phase 1) Figure II.4 : Schéma présentatif du procédé MIDREX | 15 17 18 |

| Figure II.6 : Le reformeur |
|---|
| Figure II.7 : Equilibre de reduction des oxyde de fer |
| Figure II.8 : Influence de la température sur la réduction de boulette de wustite par l'hydrogéne |
| Figure II.9 : Schéma des differentes étape au niveau de l'aciérie electrique 30 |
| Figure II.10 : Vue de coupe et l'extérieure d'un four a courant alternatif |
| Figure II.11 : Four d'affinage en poche 33 |
| Figure II.12 : Schéma d'une machine de coulée continue 34 |
| Figure III.1 : Pellets d'oxyde de fer, (a) avant réuction, (b) après réduction |
| Figure III.2 : Organigramme de la méthode d'échantillonage |
| Figure III.3 : Tamiseur automatique |
| Figure III.4 : Tamiseurs manuels |
| Figure III.5 : Machhine de compression |
| Figure III.6 : Réduction de l'échantillon en poudre |
| Figure III.7 : La burette (1), et l'apparition de la coleur violette dans la solution (2) 43 |
| Figure III.8 : La méthode du titrage sur une burette de laboratoire |
| Figure III.9 : Analyseur LECO CS-744 |
| Figure III.10 : Filtration membranaire |
| Figure III.11 : (a) le creuset avant traitement, (b) four a moufle, (c) le creuset après traitement |
| Figure III.12 : L'échantillon récuperé51 |
| Figure III.13 : Polisseuse automatique |

| Figure III.14 : L'état de surface d'échantillon après polissage | . 52 |
|--|------|
| Figure III.15 : Spéctrométrie d'émission optique | . 53 |
| Figure III.16 : Analyse d'échantillon par spéctrometrie a émission optique | . 54 |
| Figure III.17 : L'échantillon, (a) avant polissage, (b) après polissage | . 55 |
| Figure III.18 : Analyseur ELTRA CS-800 | . 56 |
| Figure III.19 : Analyseur ELTRA CS-900 | . 57 |
| Figure IV.1 : L'état de surface de la billette produiteErreur ! Signet non défin | ni.9 |

Liste des tableaux

Tableau IV.7 : Résultats des analyses C/S et de titrage sur CDRI**Erreur ! Signet non** défini.5

Tableau IV.8 : Paramétres de qualité pour CDRI Erreur ! Signet non défini.6
Tableau IV.9 : Résultats des impuretés sur la matiére premiére Erreur ! Signet non défini.6
Tableau IV.10 : Résultats chimique des échantillons des fours de l'aciérie, selon la norme ISO 16120 et ASTM 510M Erreur ! Signet non défini.7
Tableau IV.11 : Résultats des analyses chimique de la billette produite Erreur ! Signet non défini.8

Introduction Générale

Introduction Générale

La production mondiale de l'acier était de 162,7 millions de tonnes (Mt) en avril 2022 d'après l'association mondial de l'acier (WSA, World Steel Association). L'acier est considéré aujourd'hui un produit sidérurgique très important dans de nombreux secteurs industriels tels que la construction mécanique, l'automobile, la construction navale, les bâtiments, les travaux publics . . . etc.

L'acier est un matériau ferreux qui se distingue du fer et de la fonte, c'est un alliage métallique dont le fer est l'élément chimique principal et l'élément additionnel étant le carbone dans des teneurs comprises entre 0,02% et 2%. On distingue trois classes d'aciers ; les aciers non-alliés, les aciers faiblement alliés et les aciers fortement alliés.

Quatre routes sont actuellement utilisées dans le monde pour la production de l'acier, le haut-fourneau classique, four à oxygène (BF/BO), réduction par fusion (SR), réduction directe (DR) par le procédé MIDREX et fusion directe (Four Électrique). Les trois premières méthodes utilisent le minerai de fer comme matière première et on les appelle donc procédés de sidérurgie intégrale, tandis que la fusion de ferrailles (sidérurgie non intégral) est enfaite un processus de recyclage d'un acier qui a été préalablement produit par l'une des trois autres voies à partir de minerai. 70% de la production mondiale d'acier actuellement est obtenu à partir de minerai et 30% à partir de ferrailles. La production de DRI (Direct Reduced Iron, ou éponge de fer) par le procédé MIDREX représente environ 65% de la production mondiale soit 47 Mt en 2016, c'est donc le meilleur choix parmi toutes les technologies citées précédemment. Cependant en pratique, l'utilisation du gaz naturel pour la production de l'acier et par conséquent le choix de la technologie pour la Réduction Directe n'est possible que pour les pays où le gaz et l'électricité sont disponibles à faible coût, et c'est le cas de l'Algérie, où les coûts de ces sources d'énergie représentent par exemple de 15% à 20% des coûts supportés dans les pays Sud de l'Europe [1, 6, 7].

Le complexe sidérurgique Algerian Qatari Steel (AQS) de Bellara (Jijel) opte pour la technologie de réduction directe et qui est concédée comme une technologie amie de

l'environnement car l'équipement de réduction directe utilise du gaz naturel comme source de gaz réducteurs et source d'énergie. C'est la technologie la plus propre et la plus compacte du marché pour la production d'acier dans le monde entier aujourd'hui.

Dans ce travail on a étudié le mécanisme de réduction de fer et l'élaboration de l'acier au niveau de l'entreprise Algerian Qatari Steel (AQS) dans lequel on démontrer que les aciers sont élaborés à partir de minerai de fer qui se présente sous forme de pellets (boulettes), ces minerais sont tout d'abord réduites (élimination d'oxygène) au fer à l'état solide par des gaz réducteurs composés d'hydrogène H₂ et de monoxyde de carbone CO, résultant un produit solide (DRI) c'est ce qu'on appelle le processus de réduction direct. Une fois la matière première est réduite, le produit est transféré à l'aciérie électrique pour l'élaboration de l'acier est cela par la fusion de la matière réduite et l'ajustement de la composition chimique de l'acier. Cette unité est composée des fours de fusion à arc électrique (EAF), des fours à poches (LRF), des poches de coulé et d'unités de coulée continue (CCM). L'aciérie électrique est un outil de production d'acier liquide à partir du DRI puis le solidifier sous forme de billettes qui seront ensuite transportés aux laminoirs pour la mise en forme et la production de produits commercialisés.

Le présent mémoire contient quarte chapitres :

- Le premier chapitre est donc consacré à une présentation bibliographique du complexe sidérurgique de Bellara et une description du projet, et nous avons décrit les unités principales et auxiliaires de l'AQS.
- Le deuxième chapitre présente de manière détaillée le processus technologique industriel et les processus de fabrication.
- Le troisième chapitre est consacré pour une étude expérimentale de différents tests et analyses réalisé au sein de l'AQS.
- > Le quatrième chapitre consacré à des résultats obtenus lors de l'étude expérimentale.

Chapitre I Description du complexe sidérurgique de l'AQS

Description du complexe sidérurgique de l'AQS

AQS (Algerian Qatari Steel) est une nouvelle entreprise publique économique, résultant d'un partenariat Algéro-Qatarie. Née en 2013 pour exécuter le nouveau complexe sidérurgique de Bellara. Le capital du complexe est détenu à 46% par l'entreprise SIDER, à 5% par le Fonds National d'Investissement (FNI) et à 49% par Qatar International Steel.

SIDER et QATAR STEEL, les partenaires principaux d'AQS, sont des sociétés avec une longue expérience dans le domaine de la sidérurgie, qui ont la responsabilité de gérer et de mettre en opération les deux grands complexes sidérurgiques de l'Algérie (Complexe d'El Hadjar d'Annaba et le Complexe MIC près de Doha, Qatar), respectivement. La technologie implantée au Complexe MIC de Qatar Steel et celle de la Réduction Directe du fer (DRI), similaire à la technologie retenue pour le Complexe de Bellara.

L'AQS opère dans la zone industrielle de Bellara, dans la commune d'El-Milia, wilaya de Jijel, située à 400 km de la capitale d'Alger, Le projet a deux aires d'implantation [1].

- Au site de Bellara (Commune d'El Milia, wilaya de Jijel), une parcelle de 216 hectares, de forme quasi rectangulaire, pour abriter le Complexe Sidérurgique.
- Au port de Djen-Djen (Commune de Taher, wilaya de jijel), une parcelle de 10 hectares qui est exploitée par AQS en régime de concession, dotée des installations de réception et de transit des importations d'oxyde de fer (de pellets, matière première).

Entre les deux zones, sur une distance de 40 km l'une de l'autre, sont reliées par une voie ferrée sur laquelle le minerai est acheminé vers Bellara ou transporté par route.



Figure I.1 : Vue aérien du complexe de Bellara.

I.1 Description du projet

Le complexe sidérurgique d'Algerian Qatari Steel (AQS) est opérationnel actuellement à 80% de sa capacité et avec l'entrée en production de toutes les unités, le complexe devrait atteindre sa capacité totale de production d'ici la fin de l'année 2022.

Une partie de la production est destinée à l'exportation au marché international avec la signature de plusieurs contrats avec plusieurs clients étrangers, notamment avec la Chine pour 50000 tonnes/an, 30000 tonnes/an pour l'Italie, 20000 tonnes/an pour la Syrie, 5000 tonne/an pour la Tunisie et d'autres marchés sont en cours de finalisation. Pour ce qui est du marché local, actuellement ce dernier représente 30% de la production, un taux qui pourrait fluctuer en fonction de la demande nationale.

Le projet consiste en la construction d'une usine Sidérurgique Intégrale pour une capacité de quatre millions de tonnes de produits sidérurgique en deux phases.

L'AQS a commencé la production et la commercialisation de produits en Fer à la fin de l'année 2017 avec une production de deux millions de tonnes (2 Mt) par an de rond à béton 1,5 Mt et 0,5 Mt de fil machine de différents diamètres. La deuxième phase est la mise en marche de l'unité de la DRI cette année, avec un programme d'investissement qui sera consacrée à la production d'autres types d'aciers spéciaux utilisés dans de nombreuses industries amenant ainsi la capacité de production à plus de 4 Mt par an. La phase 2 était prévue pour démarrer en 2019, avec un objectif de produire 2 Mt de produits plats sidérurgiques par an.



Figure I.2 : Disposition des unités de production de l'AQS dans sa phase 1.

| Phase | Produits | Unités de production et capacités |
|-----------------------|--------------------------|--|
| Phase 1 | 02 millions de tonnes de | Unités du processus sidérurgique : |
| (Démarrage à | | 1. Une unité de Réduction Directe (DRI). |
| 2017) | an. | 2. Une aciérie électrique et une machine de coulée continue. |
| | | 3. Deux laminoirs à rond à béton et fil machine. |
| | | Unités auxiliaires : |
| | | 1. Une unité de production de chaux. |
| | | 2. Une unité de production d'eau industrielle à Partir de l'eau brute |
| | | 3. Unités de traitement des eaux usées (domestiques et industrielles) |
| | | 4. Des ateliers centraux de maintenance5. Les magasins de stockage des pièces de rechange et consommables |
| | | 6. Les locaux sociaux |
| | | 7. Des faisceaux ferroviaires et axes routiers |
| | | 8. Un poste de transformation et distribution électrique |
| | | 9. Un poste principal de détente du gaz naturel |
| | | 10. Une unité de production des gaz industriels (oxygène, azote, argon) |
| Phase 2 | 02 millions de tons de | Unités de procès |
| (Démarrage à 2019) | sidérurgiques par an. | 1. Une deuxième unité de réduction directe de (deux) 02 Millions de tonnes de DRI par an |
| | | 2. Une aciérie électrique de capacité de (deux)02millions de tonnes par an |
| | | 3. Deux ou trois laminoirs pour une capacité de 02 millions de tonnes par an de produits sidérurgiques |

Tableau I.1: Tableau descriptif des phases et les unités du projet

I.2 Unités principales du procédé sidérurgique

Le complexe sidérurgique de Bellara est doté de la technologie la plus avancée au monde et comprend trois principales unités de production respectueuses de l'environnement, qui garantissent une efficacité maximale de la production et une qualité des produits conformes aux normes internationales.

• **Une unité de Réduction Directe**, Figure I.3 avec une capacité de production de 2.5 Mt par ans de fer réduit à partir des pellets d'oxyde de fer dont on retire l'oxygène dans un four de réduction par des gaz de réduction tel que CO et H₂.



Figure I.3 : Unité de réduction directe (DRI, d'AQS).

• **Deux Aciéries Electriques**, Figure I.4 composées de fours arc électrique de capacité totale de production 2, 2 millions de tonnes par an pour transformer l'acier brut au liquide et en billettes a des caractéristiques physico-chimiques bien déterminées.



Figure I.4 : Aciérie électrique d'AQS.

• Unité de laminage (Trois Laminoirs), Pour l'obtention des produits d'acier désigné à l'expédition soit sous forme lisse ou criblée de capacité totale de production de 2 Mt par an de rond à béton et de fil machine.

I.3 Unités auxiliaires

I.3.1 Unités de séparation d'air (Air Separation Unit, ASU)

L'ASU capte l'air ambiant pour séparer ses composés naturels (oxygène, azote et argon) en appliquant la technologie de la distillation cryogénique, qui consiste à un refroidissement jusqu'à la liquéfaction de l'air, suivi d'une distillation sélective qui sépare les composants à leurs températures d'ébullition.



Figure I.5 : Unité de séparation d'air ASU d'AQS.

I.3.2 Unités de production de la chaux

La chaux est produite en calcinant le carbonate de calcium ou de magnésium à des températures supérieures à 800°C et causer la décarbonatation de la matière première pour produire de l'oxyde de Calcium (CaO, ou chaux vive). La chaux est ensuite maintenue à des températures comprises entre 1200 et 1300°C, pour ajuster la réactivité.

La chaux légèrement calcinée est la plus réactive et communément employée en sidérurgie. L'équipement de calcination est constitué de batteries de fours droits équipés de filtres.



Figure I.6 : Unité de production de chaux d'AQS.

I.3.3 Poste de détente de gaz naturel

Le poste de détente et de comptage, aussi appelé station de régulation et mesure, est une installation servant à contrôler la pression et le comptage du gaz naturel. Outre les conduites, elle comprend différents organes : régulateur de pression, compteur, correcteur de volume, soupapes de sécurité, vannes, filtre, etc. Le transport de gaz naturel étant effectué à haute pression (72 bar) et la distribution dans l'industrie à basse pression (16 bar), un poste de détente a pour but de détendre le gaz de haute à basse pression.



Figure I.7 : Unité de gaz d'AQS.

I.3.4 Unités de traitement des eaux industrielles

Le système de traitement des eaux industrielles du complexe est composé des stations de traitement suivantes :

Une station spécifique de conditionnement et traitement des eaux de refroidissement pour chacune des unités du processus sidérurgique (réduction directe, aciérie et laminage).

Une station finale centralisée de traitement, pour l'ajustement final de la composition. Les stations seront conçues et disposeront des technologies d'épuration nécessaires pour que la composition de l'effluent final soit strictement conforme aux valeurs limites applicables.

Le complexe aura une capacité pleine et autonome de traitement de tous types d'eaux usées générées pour obtenir le niveau de qualité d'eau finale conforme aux réglementations environnementales applicables.

I.3.5 Groupe électrogènes

Équipes assurant l'alimentation en électricité de différentes installations du complexe en cas défaillance de l'alimentation en énergie électrique. Il y en aura plusieurs répartis sur toute la parcelle. Ils ont un ou deux réservoirs de 2000 L de gazole par groupe.



Figure I.8 : Groupes électrogènes d'AQS.

I.3.6 Poste de transformation et distribution électrique

Le poste de transformation et distribution de l'énergie électrique est l'installation où la tension est abaissée pour être livrée en quantité et en tension adaptées aux besoins des différents points de consommation.

Ces installations électriques sont composées de 3 types d'appareils:

- ✓ Les transformateurs qui abaissent la tension ;
- ✓ Les disjoncteurs, capables d'interrompre automatiquement en cas de nécessité ;
- ✓ Des sectionneurs, qui établissent ou interrompent un circuit à la demande, permettant l'aiguillage de l'énergie électrique. C´est une installation fermée et commandée à distance.



Figure I.9 : Poste de transformation et distribution électrique d'AQS.

I.4 Produit de l'entreprise

L'AQS, en tant que pôle stratégique dans le secteur de la sidérurgie, avance à un rythme soutenu, éclairé et accéléré pour atteindre le leadership au niveau du marché intérieur et mondiaux avec ses produits sidérurgiques de haute qualité. Le complexe sidérurgique de Bellara produits et commercialise une large gamme de produits sidérurgiques, telle que :

Fil machine : Fil machine de section ronde de diamètre variant entre de 5.5 mm à 14 mm de haute qualité. Le fil machine rond et lisse est obtenu par laminage à chaud conformément à la norme Algérienne NA 8634 et selon les normes internationales. Les domaines d'utilisation du fil machine produit dans le complexe sidérurgique de BELLARA sont les suivants : fil tréfilé, treillis soudé, clou, fil d'attache, fil galvanisé, gabion, fil barbelé, fil pour ressort, Boulon-écrou-visse, trombones, fil de pick-up, fil de soudage [2].



Figure I.10 : Fil machine

Rond à béton : Produit laminé à chaud en acier d'usage multiple pour la construction haute adhérence, soudable de nuance RB 500. Le produit rond à béton soudable produit par l'AQS est conforme aux exigences de l'arrêté interministériel du 8 Mars 1997, à la norme NA8634(2015) et à l'ISO 6935-2 (2015).

Capacité production : de 1 500 000 tonnes/an

Diamètre : Une gamme large de diamètres : 8, 10, 12, 14, 16, 20, 25, 32, 40 mm [2].



Figure I.11 : Rond à béton

Billette : Une billette est utilisée pour des roulés en barres et en profilés. Elle peut être produite avec des lingots ou directement par coulée continue. Les billettes sont utilisées comme matières premières ou pour l'extrusion, le forgeage, le laminage et d'autres opérations de traitement des métaux. Capacité production 2,2 million tonnes/an [2].



Figure I.12 : Billettes

Chapitre II Description du processus technologique d'élaboration de l'acier

Description du processus technologique d'élaboration de l'acier

La sidérurgie a doublé son volume de production au cours du XXI^e siècle, alors que ses techniques de production ont atteint leur maturité dans les années 1990. La composition des aciers d'aujourd'hui reste globalement la même, bien qu'ils ont changé de façon subtile pour répondre aux applications auxquelles ils sont confrontés.

La production d'acier mondiale en 2014 a doublée depuis l'an 2000. C'est le résultat des mutations de l'économie planétaire, où le leadership économique, mesuré par le niveau du PIB et par sa croissance, a évolué de la triade (Europe occidentale, Amérique du Nord, Japon) aux pays émergents [3]. La figure ci-dessous, nous montre la production mondiale de l'acier pour la période octobre 2020 à mars 2022.



Figure II.1 : Production d'acier brut d'octobre 2020 jusqu'à mars 2022 [4].

La production mondiale d'acier brut des 64 pays déclarants à la World Steel Association (worldsteel) était de 161,0 Mt en mars 2022, soit une baisse de 5,8 % par rapport à mars 2021.

• **Production d'acier brut par région,** La production mondiale d'acier brut a été de 456,6 Mt au cours des trois premiers mois de 2022, en baisse de 6,8 % par rapport à la même période en 2021. L'Asie et l'Océanie ont produit 331,3 Mt d'acier brut au premier trimestre 2022, soit une baisse de 7,8 % par rapport à la même période en 2021. L'UE (27) a produit 36,8 Mt d'acier brut au premier trimestre de 2022, une baisse de 3,8 % par rapport au même période de 2021. La production d'acier brut de l'Amérique du Nord au cours des trois premiers mois de 2022 était de 28,1 Mt, soit une baisse de 0,9 % par rapport au premier trimestre 2021. La Russie et autres CEI plus l'Ukraine ont produit 24,0 Mt d'acier brut au premier trimestre 2022, soit une baisse de 8,5 % par rapport au premier trimestre 2021 [4].

| | Mar 2022 | (%) de | Janv-Mars | (%) de |
|--------------------------------------|----------|------------|-----------|------------------|
| | (Mt) | changement | 2022 (Mt) | changement |
| Région | | 22/21 mars | | Janv- mars 22/21 |
| Afrique | 1.2 | - 17.1 | 3.8 | -2.9 |
| Asie et Océanie | 118.6 | - 5.6 | 331.3 | -7.8 |
| EU(27) | 12.8 | -8.5 | 36.8 | -3.8 |
| Europe, autres | 4.2 | -3.5 | 11.9 | -5.3 |
| Le moyen orient | 3.5 | -3.5 | 10.2 | -1.9 |
| L'Amérique du nord | 9.7 | -2.8 | 28.1 | -0.9 |
| Russie et autres CEI plus Ukraine | 7.4 | -19.2 | 24.0 | -8.5 |
| L'Amérique du sud | 3.7 | 1.7 | 10.6 | -3.6 |
| Total 64 pays | 161.0 | - 5.8 | 456.6 | - 6.8 |

| Tableau | II.1 | : | Production | d'acier | brut | par région | [4] |
|---------|----------------------|---|-------------|---------|------|------------|-----|
| Iunicuu | TT . T | • | 1 Iouuction | a actor | orut | pur region | L'J |

II.1 Le processus technologique industriel

II.1.1 Description du processus de fabrication

Aujourd'hui le processus technologique industriel pour la fabrication de produits sidérurgiques se développe en 3 étapes principales :

- ✓ La réduction directe ;
- ✓ Acière électrique ;
- ✓ Laminage à chaud ;

Seulement dans la première étape (Réduction Directe), il y a une transformation chimique de la matière première, le fer combiné avec l'oxygène et en état d'oxydation III passe au fer métallique en état d'oxydation 0. À l'aciérie électrique et aux laminoirs, le fer métallique subit une transformation principalement physique.



Figure II.2 : Étapes de la transformation sidérurgique (phase) [1]. t/a : tonnes par an

II.1.1.1 Technologie choisie

Le complexe sidérurgique intégral de Bellara est développé sur la base de la technologie de Réduction Directe, la plus propre et plus compacte du marché pour la production de l'acier.



Figure II.3 : Principales unités de production (phase1) [1].

Le processus technologique industriel pour la fabrication de produits sidérurgiques est réalisé aujourd'hui par deux filières principales :

✤ La filière intégrée

La matière première qui est le minerai de fer est transformée en acier. L'acier et produit en passant par la fonte produite dans les hauts fourneaux, puis convertie en acier par affinage de l'oxygène.

* La filière préréduction

Le minerai de fer est réduit dans un réacteur solide-gaz à contrecourant par le gaz naturel reformé en gaz de synthèse produit dans le procédé MIDREX ou HYL, dénommé maintenant ENERGIRON. Le produit obtenu est du fer sous forme pré-réduit solide en boulettes (DRI, Direct Reduced Iron) ou en briquettes (HBI, Hot Briquette Iron), qui est fondu ensuite dans un four électrique à arc, mais aussi en partie exporté comme produits intermédiaires. Il n'existe qu'une seule usine de préréduction dans l'Union Européenne (Arcelor Mittal à Hambourg, Allemagne), du fait du prix régional trop élevé du gaz naturel [5].

II.1.1.2 Le procédé MIDREX

La production de DRI (Direct Reduced Iron.) ou éponge de fer par le Procédé MIDREX représente environ 65% de la production mondiale soit 47 Mt en 2016, MIDREX a construit plus de 70 modules de four à cuve dans 21 pays dans le monde depuis 1969 [6].

Le procédé MIDREX installé à l'usine Bellara utilise le gaz naturel comme source de gaz réducteurs et source d'énergie. Une installation de réduction directe de type MIDREX est composée de deux unités principales :

1. Le four à cuve où le minerai de fer est réduit ;

2. Le reformeur qui génère le gaz de réduction envoyé dans le four à cuve ;



Figure II.4 : Schéma présentatif du procédé MIDREX [1].

Ci-dessous un tableau descriptif qui nous donne les caractéristiques du procédé MIDREX.

| procédé | MIDREX | | | |
|---------------------------------|---|--|--|--|
| Type de réacteur de réduction | Four à cuve vertical | | | |
| Taille de réacteur de réduction | 1 Mt/an diamètre de four à cuve 5,5 m | | | |
| Oxydes de fer chargé | Mélange de boulettes et minerai en morceaux | | | |
| Production du gaz réducteur | Reformage Catalytique du gaz (gaz naturel + gaz de Procédé) en utilisant le gaz de tête du four à cuve | | | |
| Réactions de reformage | $CH_4+CO_2 \leftrightarrows 2CO+2H_2$ $CH_4+H_2O \leftrightarrows CO+3H_2$ | | | |
| Pression de fonctionnement | 1-2 atm | | | |
| Température de gaz réducteur | 850-900 °C | | | |
| Flexibilité dans les opérations | Les systèmes de réduction et de reformage du gaz fonctionnent comme des unités interconnectées | | | |

 Tableau II.2 : Caractéristique du procédé MIDREX [7]

Mt : millions tonnes

• Production mondiale d'acier brut en 2021

Le tableau ci-dessous montre les 10 pays producteurs de l'acier avec un total de production le plus élevé dans le monde pour l'année 2021, réalisé par worldsteel.

L'Algérie occupe la 39éme place sur l'échèle mondiale et 3^{éme} en Afrique avec un maintien en production par rapport à l'année 2020 de 4 Mt., devancée par l'Egypte 20^{éme} au monde, et l'Afrique du sud, 32^{éme} au monde.

La première place mondiale est maintenue par le leader mondial la chine avec une production de 1032,8 Mt en 2021 qui a enregistré quand même, une baisse de production de - 3% par rapport à l'année 2021.

La production mondiale totale d'acier brut était de 1950,5 Mt en 2021, soit une augmentation de 3,7 % par rapport à 2020 [4].

| classement | pays | 2021 (Mt) | 2020 (Mt) | 2021/2020 (%) |
|------------|------------------|-----------|-----------|---------------|
| 1 | Chine | 1032.8 | 1064.7 | -3 |
| 2 | Inde | 118.1 | 100.3 | 17.8 |
| 3 | Japon | 96.3 | 83.2 | 15.8 |
| 4 | Etats Unis (USA) | 86.0 | 72.7 | 18.3 |
| 5 | Russie | 76.0 | 71.6 | 6.1 |
| 6 | Coré du sud | 70.6 | 67.1 | 5.2 |
| 7 | Turquie | 40.4 | 35.8 | 12.7 |
| 8 | Allemagne | 40.1 | 35.7 | 12.3 |
| 9 | Brésil | 36.0 | 31.4 | 14.7 |
| 10 | Iran | 28.5 | 29.0 | -1.8 |
| 39 | Algérie | 4.0 | 4.0 | 0.0 |
| | monde | 1950.5 | 1880.4 | 3.7 |

| Tableau | II.3: | Production | mondiale | d'acier | brut en | 2021 | [4]. |
|---------|-------|------------|----------|---------|---------|------|--------|
| | | | | | | | L . T. |

II.1.1.3 Choix des matières premières

Au sein du complexe de Bellara, le choix des matières premières se traduira également par un bénéfice environnemental en termes de réduction d'émissions dans l'atmosphère grâce aux faits que [1] :

- ✓ Le minerai utilisé est sous forme de boulettes, dont les émissions diffuses sont nettement inférieures à celles de la poudre minérale tout au long du processus de manutention (déchargement, stockage en piles, transfert, chargement et transport). En outre, étant donné qu'aucun changement d'état physique n'a lieu dans le processus, des pellets de haute qualité sont nécessaires. Cela se traduit également par une diminution de la quantité et de la dangerosité des émissions atmosphériques et de la poussière soulevée par les systèmes d'épuration.
- ✓ L'utilisation de ferraille d'apport externe comme matière première pour le procédé est limitée à des pourcentages très faibles, de préférence en utilisant de la ferraille propre provenant de rebuts de production. Cela se traduit également par une diminution de la quantité et de la dangerosité des émissions atmosphériques et de la poussière soulevée

par les systèmes d'épuration puisqu'une grande partie des impuretés présentes dans les déchets sont éliminées par cette voie.

✓ Le gaz naturel à utiliser doit avoir une faible teneur en soufre. La contenance en soufre du gaz doit être faible pour éviter de contaminer le catalyseur du reformeur d'endommager la qualité du produit. Cela aboutit sur une réduction des émissions d'oxydes de soufre.

II.1.2 Principe de la réduction directe

Dans le processus de réduction directe, le minerai de fer (pellets d'oxyde de fer) en vrac est réduit en fer métallique à l'état solide en suivant des étapes fondamentales du procédé MIDREX.

Les pellets d'oxyde de fer utilisés pour la réduction directe, sous forme d'hématite Fe_2O_3 ou de magnétite Fe_3O_4 , contiennent environs 30% d'oxygène de leur masse. Dans la réduction directe, lors de sa descente dans le four par gravité, la charge solide s'échauffe à une température élevée et l'oxygène est éliminé du minerai de fer (réduction) par des gaz réducteurs remontant à contre-courant.

L'oxygène présent dans l'oxyde de fer réagis avec le monoxyde de carbone CO et l'hydrogène H₂. Ces gaz réagissent avec les oxydes de fer (Fe₂O₃, Fe₃O₄ et FeO) du minerai et les convertissent en fer métallique, produisant en même temps H₂O et CO₂. Les températures de transformation sont proches de 1000°C.

Il en résulte un produit solide que l'on appelle éponge de fer ou le produit DRI, le dioxyde de carbone (CO₂) et la vapeur d'eau (H₂O).

- ✓ Le CO et H₂ réduit donc l'oxyde de fer au fer métallique, on les appelle alors les gaz réducteurs.
- \checkmark Le H₂O et CO₂ oxydent le fer on les appels alors les oxydants.
- ✓ Le potentiel réduit du gaz utilisé dans la réduction est relié au : Pourcentage de (CO + H₂) dans le gaz devisé sur le pourcentage de (CO + H₂O) dans le gaz. On obtient alors le taux de réduction R, la relation nommée donnée par :

$$R = \frac{(CO+H2) \text{ reducteurs}}{(CO2+H2O) \text{ oxydants}}$$
(II.1)
Pour réduire l'oxyde de fer au fer métallique il faut que R > 2 de préférence entre 10 et 12 [1,12].

II.1.2.1 La matière première

La matière première du processus industriel sera le minerai de fer en boulettes (appelés aussi pellets), la forme de présentation la plus adaptée au mode de transport et au processus technologique retenus pour le projet. Les pellets sont le résultat de l'agglomération des grains de concentré de fer sous forme de boulettes sphériques d'environ 8 à 18 mm de diamètre.

Les pellets subissent une agglomération dans le but d'éliminer les impuretés telles que le phosphore, soufre et l'alumine. Une boulette est donc un assemblage de grains de minerai, à environ 70% de richesse en fer, retenus par un liant. Pendant le procès de pelletisation, la boulette subit un traitement thermique (fusion locale ou frittage) pour améliorer ses propriétés mécaniques.

Les pellets de minerai sont importés, transportés par navire, déchargés et stockés au Port industriel de Djen-Djen [1].

II.1.2.2 Unités de réduction directe

Le minerai est introduit par le haut dans un four de forme cylindrique, revêtu de briques réfractaires, d'où il descend par gravité et est contacté par le gaz s'écoulant vers le haut. Le gaz réducteur réagit avec l'oxyde de fer pour réduire (supprimer la teneur en oxygène) et carburer les matériaux.

De là, le produit DRI peut être déchargé comme produit froid (Cold DRI, CDRI) et qui sera stocké. Il peut également être déchargé à chaud (HDRI, Hot DRI) et alimenter une machine de briquetage pour la production de fer briqueté à chaud (HBI, Hot Briquette Iron), ou bien alimenter à chaud un four à arc électrique (EAF).

Le produit DRI est pyrophorique (inflammable) devant être manipulé avec précaution pour éviter tout contact avec l'eau et doit être stocké dans une atmosphère inerte pour éviter la combustion spontanée [1,3].



Figure II.5 : Procédé de réduction [1].

II.1.2.3 Le reformeur

Dans une usine de réduction directe de type MIDREX, du gaz naturel est utilisé pour produire le gaz de réduction dans une unité de reformage. Le reformeur qui génère le gaz de réduction envoyé dans le four à cuve [7].

La réduction utilisée dans le procédé MIDREX est produite en recerclant une partie du gaz supérieur provenant du four. Ce gaz est d'abord nettoyé par l'épurateur de gaz supérieur, comprimé, mélangé avec du gaz naturel et passé à travers des tubes chauds remplis de catalyseur. Les tubes sont chauffés dans un four à revêtement réfractaire appelé reformeur.

Dans un procédé de réduction utilisant du gaz naturel, le CO et le H_2 nécessaires à la réduction sont générés par le reformage du gaz naturel avec de la vapeur (vapeur d' H_2O) et/ou le CO₂ à température élevée. Le gaz naturel est principalement du CH₄ (méthane).

Les réactions de réforme de base suivantes nécessitent chacune une chaleur considérable et se traduisent par une expansion volumétrique :

| CH_4+H_2O | \Rightarrow | $CO + 3H_2$ | réaction endothermique |
|---------------|---------------|--------------|---------------------------------------|
| $CH_4 + CO_2$ | \Rightarrow | $2CO + 2H_2$ | réaction endothermique |
| $H_2O + CO$ | \Rightarrow | $CO_2 + H_2$ | réaction de changement de gaz à l'eau |

Les considérations d'équilibre empêchent la réaction ci-dessus d'atteindre le CH_4 total. Une certaine part résiduelle H_2O plus CO_2 peut être présente dans le gaz reformé à chaud, ce qui est nécessaire pour éviter les problèmes de dépôt de carbone sur le catalyseur.

Le reformage le plus efficace peut atteindre environ 95 % de CO et H₂ plus 5 % de CO₂ et H₂ dans le gaz reformé. La réforme catalytique du gaz naturel est réalisée par l'utilisation d'un catalyseur de nickel à une température de 900 °C à 1000 °C. La réforme entraîne une augmentation approximative de 30 % du volume de gaz. Après avoir traversé la zone de réduction, cet excès de gaz est mélangé avec du gaz naturel est utilisé comme combustible dans le brûlis réformé [1].



Figure II.6 : Le reformeur [8].

II.1.2.4 Aspects steochiométrique

Le minerai de fer est sous forme d'hématite Fe_2O_3 ou de magnétite Fe_3O_4 , la wüstite (FeO) est en général combiné en carbonate ou silicate. Dans la plupart des minerais de fer qui sont exploités, le fer se trouve sous forme hématite (Fe_2O_3) [9]. Comme le tableau suivant l'indique :

| Oxyde | Composition (%/t) | Oxygène contenu (t/t _{de fer)} |
|-------|-------------------------|---|
| Fe2O3 | Fe : 69,94 O : 30,06 | 0,430 |
| Fe3O4 | Fe : 72,36 O : 27,64 | 0,382 |
| FeO | Fe : 77,73 O : 22,27 | 0,286 |

Tableau II.4 : Quelques caractéristiques des différents oxydes de fer [10]

t: tonne

La réduction des oxydes de fer doit être examinée de la stœchiométrie des réactions chimiques correspondants qui va donner les besoins théoriques de tous les réactifs et notamment des agents réducteurs, comme le tableau suivant indique :

| Tableau II.5 : Données stœchiométriques sur la réduction des minerais de fer par les gaz [10] |
|---|
|---|

| Réaction considérée | | Besoin stæchiométrique | | |
|---|---------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|
| $\mathbf{Fe_2O_3} + \mathbf{3H_2} \square$ | ⇒ | $2Fe + 3H_2O$ | pour 1 mole d'atome de Fe | 3/2 mole de H ₂ |
| $Fe_3O_4 + 4H_2$ | \Rightarrow | $3Fe + 4H_2O$ | pour 1 mole d'atome de Fe | 4/3 mole de H ₂ |
| $FeO + H_2 \square$ | \Rightarrow | $Fe + H_2O$ | pour 1 mole d'atome de Fe | 1 mole de H ₂ |
| $Fe_2O_3 + 3CO \square$ | \Rightarrow | $2Fe + 3CO_2$ | pour 1 mole d'atome de Fe | 3/2 mole de CO |
| $Fe_3O_4 + 4CO \square$ | \Rightarrow | $3Fe + 4CO_2$ | pour 1 mole d'atome de Fe | 4/3 mole de CO |
| FeO + CO = | \Rightarrow | $Fe + CO_2$ | pour 1 mole d'atome de Fe | 1 mole de CO |

La réduction n'est pas complète en général, ce qui fait qu'on parle de **préréduction** et définit souvent par:

Avec un degré de métallisation \mathbf{M} (%): \mathbf{M} (%) = $\frac{Fe_{présent à l'état métal}}{Fe_{total dans le minerai réduit}}$ (II.2)

II.1.2.5 Aspects thermochimique

La thermochimie de ces mêmes réactions va conduire aux bilans énergétiques théoriques qui se traduisent par apports d'énergie très différents selon les cas, comme l'indique le tableau suivant :

| Fableau II.6 : Données thermochimiques su | la réduction | des minerais o | de fer | (hématite) | [11] |
|---|--------------|----------------|--------|------------|------|
|---|--------------|----------------|--------|------------|------|

| Réactions considérée | Effet thermochimique |
|---|---|
| $Fe_2O_3 + 3H_2 \implies 2Fe + 3H_2O$ | ΔH° à 25°C = 646,4 MJ/t de Fe |
| $Fe_2O_3 + 3CO \implies 2Fe + 3CO_2$ | ΔH° à 25°C = - 256 MJ/t de Fe |
| $Fe_2O_3 + 3C \implies 2Fe + 3CO$ | ΔH° à 25°C = 4215,7 MJ/t de Fe |
| $Fe_2O_3 + 3/2 C \implies 2Fe + 3/2 CO_2$ | ΔH° à 25°C = 646,4 MJ/t de Fe |
| | |

MJ : mégajoule

- La désoxydation des oxydes de fer est fortement endothermique.
- Les réactions de réduction des oxydes de fer par les gaz ont des impacts thermochimiques beaucoup plus faibles, légèrement endothermiques avec l'hydrogène et même légèrement exothermiques avec l'oxyde de carbone [10].

II.1.2.6 Aspects thermodynamique

Les équilibres ou bien le rendement théorique qui s'établissent dans la réduction des oxydes de fer par les gaz. Les relations de réductions les plus exploitées industriellement sont les réactions de réductions par les gaz réducteurs H₂ et CO.

La figure II.7, montre que la reduction de l'hématite en fer par l'hydrogéne ou le monoxyde de carbone passe suivant la temperature de mise en oueuvre 1 ou 2 des oxydes intermédiaires puisqu'en dessous de 570°C la wüstite n'est pas stable. Ceci améne le chemin reactionnel suivant :

Inférieures à 570°C

$$3 \operatorname{Fe}_{2}O_{3(s)} + H_{2(g)} (CO_{(g)}) \implies 2 \operatorname{Fe}_{3}O4_{(s)} + H_{2}O_{(g)} (CO_{2(g)})$$
(1)

$$Fe_{3}O_{4(s)} + 4 H_{2(g)}(CO_{(g)}) \implies 3 Fe_{(s)} + 4 H_{2}O_{(g)} (4CO_{2(g)})$$
 (2)

Superieur à 570°C

- $3 \operatorname{Fe}_{2}O_{3(s)} + H_{2(g)}(CO_{(g)}) \longrightarrow 2\operatorname{Fe}_{3}O4(s) + H_{2}O_{(g)}(CO_{2(g)})$ (3)
- $Fe_{3}O4_{(s)} + H_{2(g)}(CO_{(g)}) \implies 3 FeO(s) + H_{2}O_{(g)}(CO_{2(g)})$ (4)
- $FeO_{(s)} + H_{2(g)}(CO_{(g)}) \qquad \qquad Fe_{(s)} + H_2O_{(g)}(CO_{2(g)}) \tag{5}$



Figure II.7 : Équilibre de réduction des oxydes de fer [10].

II.1.2.7 Aspects cinétique

Dans les procédés de réduction directe les réactions de réduction de minerai de fer sont des réactions gaz-solide. Dans la plupart des cas, la cinétique des réactions mises en jeux détermine les paramètres principaux des installations IIs ont donc un fort impact sur la productivité, d'où l'intérêt, aussi économique, de connaître et de maîtriser ce type de réaction [12]. Les principeaux paramétres sont :

✓ Effet de nature de minerai de fer

la nature des oxydes de fer a une importance considirable sur le régime cinétique et donc sur la vitesse de reduction.

Le minerai de fer peut étre ; du minerai calibrées , des agglomérés ou des boulettes (pellets), la nature de ces differants types de minerai de fer influence sur la réductibilité qui sera differente , cette derniere est influencée en particuliere par : la granulométrie du minerai, la porosité ou la surface spécifique, la minéralogie (Fe₃O₄, Fe₂O₃ ou FeO ne sont pas réduits de la même façon) et la gangue (tels que la silice, l'alumine, la calcite,...etc) la silice, en particulier, peut conduire à la formation de silicate de fer qui modifie les équilibres [11].

✓ Effet de temperature

On se rend compte que l'augmentation de la temperature accélére la cinétique et la reduction des oxydes de fer. Cela nécessite généralement d'augmenter la température pour réduire le minerai de fer dans le processus industriel, au moins dans la mesure où cela est compatible avec d'autres contraintes techniques ou de processus, notamment le risque de collage de charge et de ramollissement.



Figure II.8 : Influence de la température sur la réduction de boulettes de wüstite par l'hydrogène [10].

II.1.2.8 Aspects environnementaux de la réduction directe

Il est reconnu à l'échelle internationale que le mode de Réduction Directe a un impact environnemental bien inférieur à celui des hauts fourneaux [1]. L'avantage principal d'une unité de réduction directe comparé à un haut fourneau est que l'équipement de réduction directe utilise du gaz naturel comme combustible et un agent réducteur. Par conséquent il n'est plus nécessaire de disposer d'une usine de four à coke et les émissions sont nettement réduites.

L'impact sur l'environnement d'une unité de réduction directe est très limité par ailleurs. Il y a peu d'émission de poussière, qui est donc facile à recueillir. La dépollution est généralement basée sur la technologie humide qui permet d'obtenir un flux de déchets aqueux, même si elle peut également se faire en recyclant l'eau.

Les besoins généraux en eau sont faibles et l'eau peut être recyclée dans une large mesure. Par ailleurs une unité de réduction directe à base de gaz naturel produit beaucoup moins de CO_2 qu'une unité à base de charbon. Néanmoins certaines installations de réduction directe contiennent de la gangue (3 à 6%), ce qui provoque une consommation d'énergie supérieure de l'EAF, avec une entrée de DRI plus forte [13].

Un autre avantage important de la technologie de Réduction Directe est la consommation inférieure de surface d'implantation par rapport aux Hauts Fourneaux, puisqu'il s'agit d'une technologie beaucoup plus compacte [1].

II.2 Le procédé d'élaboration de l'acier

II.2.1 L'introduction

L'AQS commercialise aujourd'hui une large gamme de produits sidérurgiques acier, que ce soit en quantité et en qualité, à une fiabilité supérieure conforme aux exigences normatives et aux exigences légales et réglementaires. Dans cette gamme trois types de produits sont fabriqués au niveau du complexe de Bellara (cités au chapitre I) :

- 1. Les billettes,
- 2. Le fil machine,
- 3. Le rond à béton,

II.2.2 L'aciérie électrique

L'aciérie électrique est un outil de production d'acier liquide à partir du DRI produit sur le site. A ces DRI s'ajouteront une part de ferraille (< 20%) au maximum, compte tenu de la faible ressource du pays et de leur teneur résiduelle. Cette unité est composée d'un parc de stockage de DRI, un parc à ferraille et de ferro-alliages, deux fours de fusion, des poches de coulée, deux fours à poche, deux installations de traitement en poche et une coulée continue de billettes [1].



Figure II.9 : Schéma des différentes étapes au niveau l'aciérie électrique [14].

II.2.2 Description générale du procédé

Dans le four à arc électrique le produit DRI et la ferraille sont fondues. Le four est chargé avec de la chaux dolomitique servante de flux pour la formation de laitier.

D'autres additions au four électrique comme le carbone, nécessaire à la formation du laitier moussant et à la réduction partielle de l'oxyde de fer. Les ferromanganèses ou le Ferro silicium sont utilisés à l'aciérie pour augmenter les caractéristiques mécaniques de dureté et de la limite élastique de l'acier.

On peut distinguer trois niveaux dont les opérations principales de l'aciérie électrique sont :

- 1. La fusion de la charge dans le four à arc électrique (EAF),
- 2. L'affinage dans le four d'affinage en poche (LRF),
- 3. La coulée continue dans la machine de coulée continue (CCM).

II.2.4 Four à arc électrique (Electric Arc Furnace, EAF)

C'est un four de fusion constitué d'une cuve d'acier avec un foyer réfractaire en forme de creuset et des électrodes qui s'abaissent depuis la voûte amovible en forme de dôme.

Le four est revêtu à l'intérieur de briques réfractaires. Typiquement, les parois sont constituées de panneaux refroidis à l'eau, couverts pour minimiser la perte de chaleur.

Les électrodes peuvent également être équipées de systèmes de refroidissement à l'eau [15]. Cette cuve d'acier garnie de réfractaires et l'énergie nécessaire à la fusion des sources de fer sont fournies sous forme d'énergie électrique aux moyens d'arcs qui jaillissent entre plusieurs électrodes de graphite et la charge métallique. C'est pour cela qu'on l'appelle un système électrothermique car il utilise l'énergie fournie par un arc électrique pour chauffer une charge [1].

L'énergie électrique est la principale source d'énergie utilisée par le four à arc pour la production de l'acier. Ils sont alimentés en courant alternatif. Compte tenu de la puissance mise en jeu, ils sont généralement alimentés à partir d'un réseau haut tension ou moyenne tension.

A l'origine, le four à arc était utilisé essentiellement pour la production de tous types d'aciers car il permet non seulement d'atteindre des températures élevées > 1650°C, mais aussi de réaliser un affinage sur mesure en assurant un choix d'une atmosphère oxydante et/ou réductrice.

Les majeurs avantages du four à l'arc électrique :

- 1. Un coût en capital plus faible pour l'aciérie,
- 2. Travail sans avoir besoin d'utiliser des fours à coke,
- Un besoin d'énergie plus bas comparé à la méthode (coke/haut fourneau/convertisseur à oxygène) [15].



Figure II.10 : Vue de coupe et l'extérieure d'un four à courant alternatif [16].

II.2.5 Four à poche (Ladle Refining Furnace, LRF)

Un four à poche assure une meilleure homogénéité de l'acier, ce qui entraîne une meilleure uniformité des propriétés mécaniques et des compositions chimiques des barres d'armature.

Le four d'affinage en poche est installé dans l'aciérie électrique dans le but d'élaborer des aciers de hautes qualités. La méthode du four d'affinage en poche est devenue populaire récemment parmi les fabricants d'acier comme l'AQS pour la production d'acier de qualité de construction.

Le procédé de four d'affinage en poche peut être appliqué une fois que l'acier de base a été produit dans un four à arc. Dans le procédé LRF, l'acier est ensuite transféré à la poche pour être affiné, par exemple pour un ajustement chimique ou une modification d'inclusion.

La poche utilisée a les mêmes propriétés que celle utilisée pour la fusion initiale mais n'est pas refroidie par eau.

Ces traitements sont effectués dans la poche qui est munie d'une source de chaleur pour chauffer le métal liquide et compenser les pertes thermiques. En d'autres termes, le LRF est le four dans lequel la qualité de l'acier est améliorée par affinage et chauffage [1].

Les fours de raffinage en poche sont utilisés pour désulfurer l'acier, éliminer d'autres impuretés et retenir l'acier fondu pour les opérations de coulée. Les grandes poches sont utilisées dans la plupart des opérations de fusion de métaux pour transférer le métal fondu des fours de fusion à la station d'affinage ou de coulée [17].



Figure II.11 : Four d'affinage en poche [8].

II.2.6 Coulée continue (Continuos Casting Machine, CCM)

L'étape de coulée continue a pour but de solidifier l'acier liquide sous forme de barres de différentes longueurs et de sections carrées, appelées billettes. Elle est réalisée par lignes de coulée, disposées parallèlement et alimentées en continu. Tirées par un jeu de rouleaux, les barres sortent des moules solidifiées sur leur face externe. La solidification du centre des barres est ensuite obtenue par aspersion directe d'eau. Les barres solidifiées sont ensuite redressées, mises en longueur par un dispositif d'oxycoupage et véhiculées vers le laminoir [1].

II.2.6.1 Description de la procédure

Après qu'il a été soumis au processus de la métallurgie secondaire, la poche est amenée en position de coulée par un pont roulant de coulée, après l'ouverture du fond de la poche l'acier liquide est coulé dans un panier (aussi appelé répartiteur, distributeur ou tandish) il s'agit d'une poche intermédiaire contrôlable qu'est composée de cinq trous de coulée chacun amenant le métal liquide de l'aciérie à un moule appelé lingotière en cuivre refroidi à l'eau dans lequel il n'y a pas d'air et qui effectue des mouvements oscillants pour empêcher que l'acier ne colle. La lingotière donne au métal la forme désirée.

Lorsque le métal quitte la lingotière, une « peau » d'acier solidifié s'est formée et un grand nombre de cylindres guident l'acier moulé et légèrement courbé vers une position horizontale. À ce moment, le moulage en continu est soumis à un découpage à l'aide d'un chalumeau de découpe (alimenté en gaz naturel et en oxygène sous haute pression). Les billettes sont moulées de cette manière. Les billettes sont de forme carrée ou rectangulaires avec des sections comprises entre 2 500 mm2 et 14 400 mm² (de 50 x 50 mm à 120 x 120 mm) [1].



Figure II.12 : Schéma d'une machine de coulée continue [18].

II.3 Laminage à chaud

Le laminage Le processus de laminage à chaud comprend le réchauffage billettes, le laminage et les opérations de formage.

Dans le laminage à chaud, la taille, la forme et les propriétés métallurgiques des billettes de métal sont modifiées par la compression répétée du métal chaud (la gamme des températures de travail est comprise entre 1000 et 1250 °C) entre des rouleaux à entraînement électrique [19].

Aux seins de l'AQS l'unité de laminage à chaud se compose de [1] :

- Parc à demi-produits (Réception des billettes) : les produits sont manutentionnés à l'aide de ponts roulants.
- Fours de réchauffage : Fonctionnant au gaz naturel, ils permettent de porter les billettes à une température de 1150 °C.
- Trains de laminage, composés de trois sections de laminage: dégrossisseuses, intermédiaires et finisseuses ou la section de la billette défournée est réduite dans les cages successives ayant alternativement des cylindres horizontaux et verticaux. Le traitement thermique en aval de la cage finisseuse refroidit à l'eau la barre laminée pour obtenir les caractéristiques mécaniques requises pour les ronds à béton destinés à la construction.
- **Conditionnement :** Après le refroidissement, les installations du finissage conditionnent les barres laminées suivant les spécifications des clients par la découpe en longueur finale et la mise en fardeaux.

Chapitre III Etude expérimental

Etude expérimentale

Dans la sidérurgie de l'acier, la matière première utilisée est l'oxyde de fer sous forme de pellets. Pour enrichir les pellets avec 67 à 72 % en fer et leur donner aussi les caractéristiques chimiques et mécaniques nécessaires, leur élaboration nécessite une combinaison des procédés chimiques et thermiques.

L'oxyde de fer utilisé à l'AQS est transporté au site de stockage final à Bellara par la voie routière, sur des camions, et par la voie ferrée mise en marche récemment à partir du port de Djen-Djen.



Figure III.1 : Pellets d'oxyde de fer, (a) avant réduction, (b) après réduction.

III.1 Contrôle de qualité de la matière première avant la réduction

Il est très important de contrôler qualitativement l'oxyde de fer pour un meilleur déroulement de l'étape de la réduction directe dans le four. Et pour cela la matière première subis des tests et analyses physico-chimiques pour déterminer ses propriétés physiques et chimiques et les comparés aux normes avant la réduction.

Le contrôle de qualité est une opération très importante aussi bien pour le produit réduit, que pour le produit de la fusion au niveau de l'aciérie électrique.

III.1.1 L'échantillonnage

Cette opération est réalisée afin, de vérifier les propriétés et la composition de la matière première avec le cahier de charge établie préalablement lors de l'achat de cette matière des marchés internationaux.

L'échantillonnage se fait par les opérateurs de contrôle de qualité au niveau des sites de stockage final après chaque arrivage de la matière première en suivant une méthode précise comme le montre le schéma ci-dessous.



Figure III.2 : Organigramme de la méthode d'échantillonnage.

La quantité des échantillons collectée, varie entre 20 à 25 kg. Pour les tests et analyses que nous avons effectués, une collecte de 22 kg été nécessaire.

III.1.2 Analyses physico-chimique

Afin de déterminer les propriétés physiques de la matière première, avant de passer à l'étape de réduction directe, des tests physiques ont été réalisés.

III.1.2.1 Test de distribution de la granulométrie

L'objectif principal de la réalisation de ce test est d'éviter l'étouffement du four, en suivant la norme **ISO 4701:2019** (Iron ores and direct Reduced iron-Determination of size distribution by sieving). La granulométrie de l'oxyde de fer doit être connue et déterminée en pourcentage %.

Tout d'abord on fait passer la matière première à travers un tamiseur automatique vibrant Figure III.3 ou tamis manuel Figure III.4. Constitué de plusieurs tamis chacun est spécifié d'un diamètre allant de 19,5 à 3,3 mm au moins.

On entame le tamisage automatique en mettant la matière première sur le premier tamis de 19,5 mm et on note le poids de chaque quantité sur chaque tamis.



Figure III.3 : Tamiseur automatique.



Figure III.4 : Tamiseurs manuels.

Afin, de calculer la distribution granulométrique des granulés, 20 kg de granulés ont été placés sur le tamis de 19,5mm.

Les résultats de tamisage des granulés de la matière première obtenus sont présentés dans le chapitre IV.

III.1.2.2 Test de résistance au concassage (Compression Crush Strong, CCS)

Ce test est réalisé afin d'assurer une bonne résistance au concassage suivant la norme ISO 4700 :2015.

Tout d'abord, on collecte 60 pellets de l'échantillon global de la matière première avec des tailles allant de 9,5 à 16 mm. Le principe consiste à appliquer une force progressive à travers une presse hydraulique Figure III-5 et de mesurer la résistance en daN.

Le test est réalisé sur une machine Tambler, les pellets d'oxydes rentrent dans la machine et subissent 200 cycles de compression, et les granulés qui n'ont pas été cassées représentent la teneur en % des pellets (TI) et les pellets transformés en poudre représentent la teneur en % des poudres (AI). Ces deux grandeurs représentent la teneur en % de la résistance à la compression. L'ensemble des résultats du concassage sont représentés au chapitre IV.



Figure III.5 : Machine de compression.

III.1.2.3 Détermination de l'humidité

Les analyses chimiques sont réalisées sur des échantillons pris de la matière première avant réduction en utilisant plusieurs méthodes : le titrage et la méthode gravimétrique basée sur des réactions complexes de précipitation des éléments indésirables. Ces analyses sont effectuées au niveau du laboratoire de réduction direct.

Le teste d'humidité est réalisé afin de déterminer la teneur de l'H₂O dans la matière première, en suivant la méthode de séchage pour évaporer l'eau.

Tout d'abord, on prend une quantité initiale de l'échantillon global d'une masse initiale $M_1 = 2 \text{ kg}$, puis on la met dans un four à une température de $105 \pm 2 \text{ °C}$, pendant une durée de 4 h pour s'assurer de l'élimination totale de l'eau absorbée par la matière première.

Just après refroidissement, on pèse à nouveau la masse de l'échantillon final et on note M₂. L'humidité est calculée selon la relation suivante.

Humidité (%) =
$$\frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100$$
 (III.1)
M₁ : masse initiale. **M**₂ : masse finale

Les résultats du taux d'humidité sont présentés au chapitre IV.

III.1.2.4 Titrage

Tout d'abord il faut préciser que la préparation de l'échantillon doit répondre aux normes internationales.

Cette préparation se fait à travers trois étapes principales (séchage, concassage, broyage et tamisage), et cela afin, d'obtenir de fines particules (poudre) de taille inférieure à 180 µm pour assurer l'obtention des résultats qui répondent à l'exigence de la norme **ISO 2957-1**/**ISO 29572.** Selon les exigences de la norme, la masse de l'échantillon doit être bien déterminée.

Notre objectif dans cette analyse est de déterminer la teneur en fer noté $\mathbf{F}_{(0)}$ dans la matière première préparée. Pour cela, on met notre échantillon dans un bécher et on le dissout dans l'acide chlorhydrique (HCL), chauffé entre 80 et 100°C au maximum afin d'éviter l'évaporation de l'eau, selon la réaction suivante ;

$$Fe_2O_3 + 6 HCl \rightarrow 2 FeCl_3 + 3H_2O.$$

La solution obtenue est mélangée ensuite avec le chlorure d'étain (SnCl₂), on observe un changement de couleur et on obtient une solution transparente attestant la réduction totale du Fer (+III) en Fer (+II) selon les réactions suivantes :

$$FeCl_{3} + \acute{e} \rightarrow FeCl_{2} + Cl^{-}$$
$$SnCl_{2} + Cl^{-} \rightarrow SnCl_{3} + \acute{e}$$
$$FeCl_{3} + SnCl_{2} = FeCl_{2} + SnCl_{3}$$

C'est une réaction exothermique, la solution est refroidie rapidement afin d'éviter la réaction réversible.

La détermination de la teneur en fer se fait par le titrage sur une burette de laboratoire, par une solution de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) d'une normalité connue. Le point d'équivalence est obtenu avec le changement de la couleur verte au violet. Ce volume (V_0) est utilisé pour déterminer la concentration du fer dans la solution et bien sûr remonté à la masse de fer dans notre échantillon.

III.2 Contrôle de qualité de la matière première après réduction

Ces mêmes tests chimiques sont réalisés sur la matière première après réduction.

III.2.1 Le titrage

Les Tout d'abord, la préparation de la matière première réduit se fait en suivant la même méthode faite précédemment et cela bien sûr pour l'obtention des résultats qui répondent à l'exigence de la norme **ISO 2957-1/ ISO 2957-2**. Le résultat de la préparation de l'échantillon est présenté dans la figure ci-dessous.



Figure III.6 : Réduction de l'échantillon en poudre.

Dans cette analyse, nous déterminons principalement le degré de métallisation M (%) et de la vérifier si elle répond aux normes pour valider la quantité de la matière première réduite. La détermination du degré de métallisation est faite en suivant des étapes importantes.

III.2.1.1 Détermination du fer totale Tfer

Pour déterminer la teneur en fer (totale de fer) noté T_{fer} dans l'échantillon (poudre) prise de la matière première réduite, on prépare dans un erlenmeyer une masse m_1 de l'échantillon et on verse une quantité de l'eau distillée pour récupérer toute la poudre sur les parois, on la dissout dans 25 ml d'acide HCL, puis on met l'erlenmeyer sur une plaque chauffée à une température entre 80 et 100°C maximum et on le laisse précipiter pendant 30min.

Ensuite on mélange la solution obtenue avec une solution de chlorure d'étain (SnCl₂). Une réaction d'oxydoréduction est produite. On observe un changement de couleur avec l'obtention d'une solution transparente attestant la réduction totale du Fer (+III) en Fer (+II).

C'est une réaction exothermique, et la solution est refroidie rapidement avec (200 à 250 ml) de l'eau distillé afin, d'éviter la réaction réversible, puis on ajoute le chlorure de mercure HgCl₂ pour stopper l'excès de SnCl₂, on observe une couleur grisâtre de la solution.

On ajoute en suite, 25ml de l'acide mixte composé de 15% de l'acide sulfurique H₂SO₄, 15% d'acide phosphorique H₃PO₄ et 70% d'eau, avec environs 4 goutes de l'indicateur SDS (produit chimique) pour l'obtention d'une couleur verte.

La détermination de la teneur en fer se fait par titrage sur une burette de laboratoire Figure III.7, par une solution de dichromate de potassium (K₂Cr₂O₇), d'une normalité connue. Le point d'équivalence est obtenu avec le changement de la couleur verte au violet Figure III.7.

Le volume V_1 est utilisé pour déterminer la concentration du fer dans la solution et bien sûr, remonté à la masse du fer dans notre échantillon avec la relation suivante :

$$T_{\text{fer}}(\%) = \frac{V_1 \times \text{FACTEUR}}{m_1}$$
(III.2)

T_{fer} (%) : teneur du fer total.m1 : la masse de l'échantillon,



Figure III.7 : La burette (1), et l'apparition de la couleur violette dans la solution (2)

III.2.1.2 Détermination du fer métallique M_{fer}

Pour déterminer le fer métallique M_{fer} , on prend dans un autre erlenmeyer une masse m_2 de l'échantillon de fer réduit, on ajoute de l'eau distillée pour récupérer la poudre au fond du bicher.

On ajoute 25ml de **FeCl**₃ et on laisse précipiter la solution sur une plaque chauffante pendant 45min afin, de dissoudre le fer métallique. On ajoute 35 ml de l'eau distillée et environs 4 gouttes de l'indicateur SDS.

On utilise le même procédé de titrage pour la solution obtenue. On note V_2 le volume versé de dichromate de potassium (K₂Cr₂O₇). On peut donc déduire le pourcentage (%) du fer métallique **M**_{fer} en utilisant la relation suivante :

$$M_{fer}(\%) = \frac{V_2 \times facteur}{3 \times m_2}$$
(III.3)

M_{fer} : teneur du métal de fer m₂ : la masse d'échantillon.

Pour déterminer le degré de métallisation M, on utilise la relation suivante :

$$M(\%) = \frac{M_{fer}}{T_{fer}}$$
(III.4)



Figure III.8 : La méthode du titrage sur une burette de laboratoire.

Les résultats de titrage réalisé sur la matière première réduite sont présentés au chapitre IV.

II.2.2 Détermination de la teneur en C et en S dans la matière première réduite

Pour déterminer la teneur en % du carbone C et du soufre S présents dans le fer réduit on utilise l'analyseur **LECO CS744**. Pour cela, on prépare notre échantillon selon les normes en passant par des étapes importantes :

Dans un creuset en céramique on prépare 0,2 g de poudre de la matière première réduite, ensuite on ajoute une cuillère normalisée de chaque accélérateur de réactions et puis on place le creuset sur le support de l'appareil et on note le résultat affiché sur l'écran.

III.2.2.1 L'analyseur LECO CS-744

L'analyseur carbone/soufre CS744 est conçu pour mesurer sur une large plage la teneur en carbone et en soufre des métaux, des minerais, de la céramique et d'autres matériaux inorganiques. Avec une lance à oxygène intégrée et un four à induction 18 MHz, 2,2 kW pour une combustion rapide et homogène. L'instrument est doté d'un logiciel personnalisé spécialement conçu pour une utilisation tactile.

Un échantillon est brulé dans un flux d'oxygène en utilisant une induction RF pour chauffer l'échantillon. Le carbone et le soufre présents dans l'échantillon sont oxydés en dioxyde de carbone (CO₂) et dioxyde de soufre (SO₂), et balayés par le transporteur d'oxygène à travers un réactif de séchage puis à travers une cellule infrarouge non dispersive (NDIR), où le soufre est détecté comme SO₂. Le flux de gaz traverse ensuite un catalyseur chauffé, où le monoxyde de carbone (CO) est converti en CO₂ et où SO₂ est converti en trioxyde de soufre (SO₃), qui est ensuite éliminé par un filtre. Le carbone est alors détecté sous forme de CO₂ par une autre cellule NDIR [21].



Figure III.9 : Analyseur LECO CS744.

III.3 Détermination des impuretés dans la matière première réduite

La matière première est composée de plusieurs éléments chimiques indésirables autrement dit les impuretés tel que (SiO₂, Al₂O₃, MgO, CaO et P).

Pour déterminer le pourcentage massique de ces éléments (impuretés) dans la matière première avant réduction et dans la matière réduite (DRI) on réalise plusieurs essais sur les deux matières en suivant le protocole suivant:

Tout d'abord, on commence par la dissolution d'une quantité connue de la matière dans des acides, cela pour précipiter les impuretés tel que SiO2. Ensuite la solution est récupérée puis analysée afin de déterminer la composition des autres impuretés.

Pour réaliser cela, dans un bécher nous dissolvant l'échantillon dans 25ml de l'acide chlorhydrique (HCL) 37% après rinçage des parois intérieurs du bécher avec de l'eau distillée. La dissolution est réalisée sur une plaque chauffante à une température entre 70-90 °C, ensuite on ajoute 5ml de l'acide nitrique (HNO₃) pour assurer le dégagement de l'acide nitreux (HNO₂) pendant 20minutes. Puis ajouter 5ml de l'acide perchlorique (HClO₄) Pour assurer le dégagement de tous les acides libres présent dans la solution. Lorsqu'on observe une fumée blanche on saura que le dégagement des gaz est total, on ajoute de l'HCL jusqu'à l'obtention d'une couleur orange. La solution obtenue est filtrée dans une membrane et l'eau distillée pour mieux filtrer.



Figure III.10 : La filtration membranaire.

III.3.1 Détermination de SiO₂

Afin de déterminer la teneur en pourcentage de la silice SiO₂ présente dans notre échantillon, on récupère le filtre qui contient le précipité après filtration membranaire et qui contient à son tour de la silice ainsi que d'autres oxydes tels que : Cr₂O₃, TiO₂. Le précipité est alors transféré dans un creuset en platine puis placé dans un four à moufle à 1000°C pendant une durée de 30min. Le creuset est ensuite transféré au dessiccateur pour le conserver et éviter l'absorption de l'humidité.

La masse totale du creuset avec le précipité est notée M_1 . Le creuset est transféré vers une plaque chauffante ensuite on ajoute quelques gouttes de l'acide sulfurique (H₂SO₄) et fluorhydrique HF. L'acide fluorhydrique est l'un des rares liquides connus capables de dissoudre la silice (SiO₂) selon l'équation chimique suivante :

$$SiO_{2(s)} + 6 HF_{(aq)} \rightarrow H_2 (SiF_6)_{(aq)} + 2 H_2O_{(1)}$$

Pour compléter l'élimination du silicium, le produit est transféré à nouveau dans le four à moufle à 1000°C pendant 30 min. La masse totale du creuset avec le précipité après traitement est notée M_2 .

On peut alors calculer la teneur en (%) de SiO2 présent dans notre échantillon selon la relation suivante :

$$SiO_2(\%) = \frac{M_1 - M_2}{M_0}$$
 (III.5)

 M_0 : la masse initiale de l'échantillon.

M1 : La masse totale du creuset avec le précipité.

M2 : La masse totale du creuset avec le précipité après traitement.



Figure III.11 : (a) : le creuset avant traitement, (b) : le four à moufle, (c) : le creuset après traitement.

Cette méthode gravimétrique fait partie de la norme **ISO2598-1-1992** qui spécifie deux méthodes gravimétriques pour la détermination de la teneur en SiO_2 des minerais de fer.

III.3.2 Détermination de détermination d'autres impuretés

La première étape comme on la vue précédemment étais de dissoudre notre échantillon dans des acides, la solution récupérée après filtration est utilisée pour déterminer la teneur des autres impuretés. Pour déterminer la teneur en (%) de chaque élément chimique on prélève des aliquotes de 25 ml de cette solution mère pour chaque contrôle. Les aliquotes sont le résultat de la distribution d'un volume initial en plusieurs parties égales.

a) Dureté totale (CaO et MgO)

La dureté se détermine par un dosage complexométrique par l'EDTA. Elle est due uniquement aux ions calcium et magnésium. Dans 2 béchers, on verse 25 ml de la solution récupéré dans chacun puis on ajoute deux goutes le chlorure d'ammonium(NH₄Cl) et 5ml de l'acide d'ammonium hydroxyde (NH₄OH) dans chaque bicher, on laisse précipiter sur la plaque chauffante à 70°-90°C pendant 20 min. Après précipitation, les deux solutions sont filtrées avec des filtres spéciales et encore porté au une température de 100 °C pour évaporer et dégager l'ammoniaque. Après refroidissement, les deux solutions sont titrées par une solution d'ETDA en utilisant des indicateurs (orange de xylénol) spécifiques et la couleur change du rouge vers le bleu.

La teneur en % de CaO et MgO est déterminée selon les équations suivantes :

$$CaO(\%) = \frac{V_{EDTA} \times Normalité \times M_{équi1}}{M_{échantillon}} \times facteur$$
(III.6)
$$MgO(\%) = \frac{(TH - V_{EDTA}) - N \times M_{équi2}}{M_{échantillon}} \times facteur$$
(III.7)

Avec:

$$\mathbf{TH} = \mathbf{CaO\%} + \mathbf{MgO\%} \tag{III.8}$$

Méqui 1 : poids d'équivalence de CaO.

Méqui 2 : poids d'équivalence de MgO.

Méchantillon : poids d'échantillon utilisé.

b) L'alumine Al₂O₃

En suivant la même méthode, dans un bécher on verse une solution de 25ml puis on met le bécher sur une plaque chauffante et on ajoute une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH, 20%) afin de former un précipité. La solution finale est filtrée avec un filtre dans une membrane afin de récupérer le précipité. Le pH de la solution doit être entre 5 à 6.

> $Al_2O_3 + H_2O + NaOH \rightarrow NaAl(OH)_4$ NaAl (OH)₄ \rightarrow NaOH + Al(OH)₃

La solution est chauffée jusqu'évaporation, après en ajoute indicateur coloré (Orange de xylénol et la solution est titrée avec une solution de sulfate de zinc (0.01 N). Pour calculer le pourcentage d'Al₂O₃, on utilise la formule suivante :

$$Al_2O_3(\%) = \frac{(Blanc - V_{znSo4}) \times N \times M_{\acute{equi3}}}{M} \times Facteur$$
(III.9)

Avec :

Blanc : Solution étalon.

Mequi3 : poids d'équivalence d'Al₂O₃.

Méchantillon : poids d'échantillon utilisé.

c) Phosphore

Notre objectif dans ce test est de déterminer la teneur en (%) du phosphore dans l'échantillon, et pour cela on utilise une solution préparée par des réactifs standards. Cette solution donne une oxydation du phosphore en PO₄. On prépare alors deux solutions A et B :

La solution A est préparée à partir d'une solution de molybdène d'ammonium dilué dans l'ammoniaque et l'eau distillée, et la solution B est préparée à partir de la dilution de l'acide nitrique (HNO₃) dans l'eau distillée avec la proportion suivante 1/2.3. On mélange les solutions et on laisse le mélange précipité pendant 24h.

On prend le papier filtre de la solution titré lors de la détermination de la dureté totale (CaO et MgO) et on le dissout dans l'acide nitrique et le mélange des solutions A et B. Ensuite on chauffe la solution pendant 2 h et on passe la solution à travers un filtre d'une membrane. La membrane doit être rincé avec l'acide nitrique (1/100) et une solution de nitrate d'ammonium (20%) jusqu'au pH environ 7. On récupère le résidu du filtre avec une solution de NaOH (0,1N), après on titre la solution avec HCl (0,1N). La teneur en P est calculée en utilisant les formules suivantes :

$$\mathbf{PO_4}(\%) = \frac{(V_{\text{NaOh}} - V_{\text{HCL}}) \times 1.34}{M \times 10}$$
(III.10)

M : la masse molaire de PO₄.

Ensuite on détermine le **P** :

 $P \% = Résultat \ge 0.321.$

Les résultats d'analyse des impuretés de la matière première et de la matière réduite DRI sont présentés au chapitre IV.

III.4 Les analyses de la transformation de fer réduit (DRI) en acier

Au long du procédé d'élaboration de l'acier au niveau de l'aciérie électrique le produit doit subir un contrôle de qualité de façon répétée dans le temps, dont la constitution chimique de l'acier doit être contrôlée durant le procédé de fusion selon les exigences internationales appliquées.

Les analyses sont faites au niveau de laboratoire de l'aciérie électrique (SMS) avec du matériel fiable et dans le respect des meilleurs pratiques établies. Ces analyses se sont déroulées selon les étapes suivantes :

III.4.1 Réception des échantillons

Un système automatique est installé au sein de laboratoire pour la réception des échantillons d'acier **GRADE B500** des deux fours de l'aciérie électrique (four à l'arc et four à

poche) et de l'unité de coulée continue, où les techniciens peuvent aussi récupérer les échantillons sur le site Figure III.12.



Figure III-12 : L'échantillon récupéré.

III.4.2 Préparation mécanique des échantillons

Pour étudier et analyser correctement la composition chimique d'échantillons, le polissage mécanique est donc nécessaire pour retravailler la surface à l'aide d'une machine de polissage (polisseuse automatique) Figure III-13.

L'échantillon est placé et soumis au processus de polissage, la surface enfin polie (Figure III-14) à l'aide du papier abrasif de différents grains (60, 80, 20), dans le but d'obtenir une surface moins d'impuretés possibles (état miroir) et une surface compatible à l'analyse suivante par la spectrométrie à émission optique.



Figure III.13 : Polisseuse automatique.



Figure III.14 : L'état de surface d'échantillon après polissage.

III.4.3 Analyses par spectrométrie a émission optique

Le laboratoire de l'aciérie électrique (SMS) possède un spectromètre d'émission optique à étincelle Figure III.15, l'un des meilleurs analyseurs de laboratoire avec des performances analytiques amélioré et est très flexible et facile à utiliser.

Cette analyse s'effectue sur l'échantillon après préparation de la surface soumis au procédé de polissage (comme nous l'avons indiqué précédemment) dans le but de déterminer la composition chimique de l'acier.



Figure III.15 : Spectromètre d'émissions optique.

• Le principe de la spectrométrie à émission optique

La spectrométrie à émission optique est basée sur l'application d'énergie électrique haute tension sous la forme d'un arc ou d'étincelle entre une électrode de tungstène et un échantillon Figure III.16, ce qui chauffe l'échantillon à une température élevée. Les atomes et les ions ainsi excités et vaporisés dans le plasma de décharge créent un spectre d'émission spécifique à chaque élément. Les longueurs d'onde émises sont caractéristiques de l'élément chimique.

Lorsque l'énergie d'une décharge électrique interagit avec un atome, certains des électrons de la couche extérieure de cet atome sont éjectés. Les électrons de la couche externe sont moins étroitement liés au noyau de l'atome car ils sont plus éloignés du noyau et nécessitent donc moins d'énergie d'entrée pour être éjectés. Les électrons éjectés créent une place vacante électroniquement parlant, rendant l'atome instable. Pour rétablir la stabilité, les électrons des orbites les plus éloignées du noyau s'abaissent pour combler le vide. L'énergie excédentaire libérée lorsque les électrons se déplacent entre les deux niveaux d'énergie ou couches est émise sous forme de lumière ou d'émission optique spécifique à l'élément [22], on peut dire que cette lumière générée par la décharge est une combinaison des raies spectrales

générées par les éléments présents dans l'échantillon. Cette lumière est diffractée par un réseau pour extraire le spectre d'émission des éléments. L'intensité de chaque spectre d'émission dépend de la concentration de l'élément dans l'échantillon. Les détecteurs (tubes photomultiplicateurs et/ou capteurs CCD) mesurent l'intensité du spectre de chaque élément afin d'effectuer une analyse quantitative de ceux-ci [23].

Le système informatique acquiert les intensités mesurées et traite ces données sur la comparaison des résultats avec un ensemble d'échantillons d'étalonnage précédemment mesurés.

Chaque élément dispose de nombreuses courbes de calibration spécifiques à chaque matrice (base Fe, Cu, Al) et aux domaines de concentrations mesurées [23].



Figure III.16 : Analyse d'échantillon par spectrométrie à Emission Optique.

Les résultats obtenus lors de l'Analyse par Spectrométrie à émission optique sont présentés dans le chapitre VI.

III.4.4 Contrôle de qualité des billettes

Au niveau de la coulée continue, les produits obtenues sous forme de billettes doivent subir un contrôle de qualité. Tout d'abord, on coupe un échantillon de dimension 10cm x 10 cm de la barre de billette produite, ensuite à l'aide d'une polisseuse mécanique on prépare la surface pour qu'elle soit apte pour les tests.

III.4.4.1 Analyse par Spectrométrie à émission optique des biellettes produites

L'analyse par la spectrométrie à émission optique (par le même principe fait précédemment) s'effectue sur l'échantillon après la préparation de la surface afin de déterminer les constituants chimiques.

III.4.4.2 Analyse visuel de la macrostructure de la billette

Afin de révéler si les billettes présentent des défauts interne pouvant affaiblir leur qualité, on a effectué un contrôle visuel de la surface de la billette d'acier grade B500 produite.

Tout d'abord on prépare la surface de l'échantillon sur la polisseuse mécanique Figure III.17 et faire nettoyer la surface avec de l'acétone C_3H_6O pour éliminer tout résidu sur la surface. Ensuite, on trempe l'échantillon dans un bain d'acide chlorhydrique HCL concentré 37% à une température de 80° pendant 30 minutes.



Figure III.17 : L'échantillon, (a) avant, (b) après polissage.

Les résultats obtenus lors de l'Analyse sont présentées dans le chapitre VI.

III.4.4.3 Analyses élémentaires (soufre, carbone, oxygène, nitrogène)

L'analyse élémentaire carbone, soufre, oxygène et nitrogène s'effectue sur l'échantillon grâce à deux analyseurs ; **ELTRA CS-800, ELTRA ON-900**.

L'analyseur **ELTRA CS-800** Figure III.18, détermine la concentration des éléments carbone et soufre par combustion haute température peut atteindre un maximum 2000°C dans un four à induction sous un flux d'oxygène, suivie de l'analyse des produits gazeux (CO_2 et SO_2) qui passent par un filtre a poussière et un absorbeur d'humidité et détectés dans les cellules infrarouges. Un système informatisé affiche les résultats et l'analyse [24].



Figure III.18 : Analyseur ELTRA CS-800.
| Eléments mesurés | carbone, soufre | | | |
|---------------------------------|---|--|--|--|
| Echantillon | Inorganique | | | |
| Alignement du four | Verticale | | | |
| Porte échantillons | creusets en céramique | | | |
| | Acier/métallurgie, géologie/mines, | | | |
| Domaine d'application | ingénierie/ électronique, matériaux de | | | |
| | construction, verres / céramiques | | | |
| Four | four à induction, au-dessus de 2000 °C | | | |
| Méthode de détection | absorption infrarouge à l'état solide | | | |
| Nombre de cellules IR | 1 - 4 aluminiums (en option or) | | | |
| Temps d'analyse typique | 40 secondes (nominales) | | | |
| Dimensions (L x H x P) ET POIDS | 52 x 84 x 75 cm ET ~ 150 kg | | | |
| Equipement nécessaire | PC, écran, balance (résolution 0.0001g) | | | |

 Tableau III.1 : Données technique d'ELTRA CS-800 [24]

L'analyseur **ELTRA ON-900** Figure III-19, permet de déterminer la concentration des éléments oxygène et nitrogène par la fusion de gaz inerte à des températures supérieures à 3000° C dans un four a impulsion. Les cellules à infrarouges détectent la concentration de l'oxygène (O₂) alors que la cellule de conductivité thermique détermine la concentration de nitrogène (N₂). Les résultats sont affichés et mémorisées dans un ordinateur, le **ELTRA ON-900** l'un des analyseurs idéal, précise, et rapide pour la mesure des concentrations en O₂ et N₂.



Figure III.19 : L'analyseur ELTRA ON-900.

| Eléments mesurés | nitrogène, oxygène | | | | | |
|-------------------------|---|--|--|--|--|--|
| Echantillon | Inorganique | | | | | |
| Alignement du four | Verticale | | | | | |
| Porte échantillons | creusets en graphite | | | | | |
| Domaine d'application | céramique, ingénierie / électronique, acier / | | | | | |
| | métallurgie | | | | | |
| Four | four à impulsions à électrodes (max. 8,5 | | | | | |
| | KW*), températures supérieures à 3 000 °C | | | | | |
| | absorption infrarouge à l'état solide pour | | | | | |
| Méthode de détection | l'oxygène conductivité thermique pour | | | | | |
| | nitrogène | | | | | |
| Temps d'analyse typique | 120 - 180 s | | | | | |
| Dimensions (L x H x P) | 57 x 77 x 63 cm ~ 161 kg | | | | | |
| ET POIDS | | | | | | |
| Equipement nécessaire | PC, moniteur, balance (résolution 0.0001g) | | | | | |

Tableau III.2 : Données technique d'ELTRA ON-900 [24]

III.4.4.3.1 La mise en œuvre et déroulement de l'analyse élémentaire carbone/soufre

Pour l'analyse à la machine **ELTRA CS-800**, on a préparé l'échantillon à l'aide d'une perceuse à fin d'obtenir des particules de fer à partir de la billette.

Les particules de fer produites sont pesées dans un creuset en céramique et on ajoute des accélérateurs comme le tungstène et le fer. Ensuite, le creuset est placé sur le support du four et l'analyse est lancée par un système informatisé.

Dans le four à induction à une température de 1600° C sous le flux d'oxygène, l'échantillon est fondu et des gaz produits CO₂ et SO₂. Les produits gazeux passent par un filtre à poussière et un absorbeur d'humidité, puis ils passent par les cellules infrarouges qui détectent la teneur de carbone et soufre. De 45 à 60 secondes après le début de l'analyse, le système informatisé affiche les concentrations en éléments C et S.

III.4.4.3.2 La mise en œuvre et déroulement de l'analyse élémentaire oxygène/nitrogène

Pour l'analyse à la machine ELTRA ON-900, à l'aide d'une machine de découpe on a préparé un échantillon de dimension 1 cm x 1cm. L'échantillon est introduit dans le système d'échantillonnage, le creuset en graphite vide est placé sur le support et l'analyse lancée par un système informatisé. Dans le four à impulsion à une température de 3000°C, le creuset en graphite est dégazé et ensuite l'échantillon tombe verticalement dans le creuset préchauffé pour être analysé.

L'oxygène d'échantillon réagit avec le carbone de creuset produit le monoxyde de carbone (CO) qui entre dans un catalyseur qui convertit le CO en CO_2 , le CO_2 est déterminé par les cellules infrarouge et le nitrogène est déterminé dans la cellule de conductivité thermique. De 120 à 180 secondes après le début de l'analyse, le système informatisé affiche les concentrations en éléments O_2 et N_2 .

Les résultats obtenus lors de contrôle de qualité de la billette produite sont présentés dans le chapitre VI.

Chapitre IV Résultats expérimentaux et interprétations

Résultats expérimentaux et interprétations

IV.1 Résultats de contrôle de qualité de la matière première avant réduction

IV.1.1 Résultats des analyses physique

Ci-dessous les résultats des analyses physiques réalisées sur les échantillons de la matière première avant réduction.

IV.1.1.1 Résultats de la granulométrie avec tamiseur

Les résultats de la granulométrie doivent suivre les spécifications données par la norme ISO 4701:2019.

Les résultats du test fait sur 8 échantillons collectés du même stock, sont présentés cidessous.

| N° | (%) +19.5 Mm | (%) +16 mm | (%) +12.5 mm | (%) +9.5 mm | (%) +6.30 mm | (%) +3.3 mm | (%) -3.3 mm | (%) De +9.5 à +16.0 mm | (%) De +6.3 à +16.0 mm |
|-------|--------------------|------------------|--------------------|-------------------|--------------------|-------------------|-------------------|------------------------------------|---------------------------------|
| 1 | 0 | 2.56 | 43.64 | 43.97 | 7.73 | 1.17 | 1.09 | 90.17 | 97.9 |
| 2 | 0 | 7.39 | 58.80 | 31.24 | 2.04 | 0.12 | 0.43 | 97.43 | 99.47 |
| 3 | 0 | 8.44 | 66.37 | 23.52 | 1.19 | 0.13 | 0.36 | 98.33 | 99.52 |
| 4 | 0 | 6.24 | 62.00 | 28.79 | 2.21 | 0.33 | 0.43 | 97.03 | 99.24 |
| 5 | 0 | 7.50 | 52.50 | 31.50 | 6.50 | 1.00 | 1.00 | 91.50 | 96.00 |
| 6 | 0 | 12.70 | 57.50 | 25.71 | 2.85 | 0.79 | 0.99 | 95.91 | 98.76 |
| 7 | 0 | 10.26 | 47.88 | 32.44 | 7.29 | 1.03 | 1.07 | 90.58 | 97.87 |
| 8 | 0 | 9.82 | 64.48 | 22.51 | 2.32 | 0.53 | 0.34 | 96.81 | 99.13 |
| Moye | 0 | 8.11 | 56.64 | 29.96 | 4.01 | 0.64 | 0.71 | 94.72 | 98.73 |
| norme | - | 7.39 | - | - | - | <1 | <1 | >90.04 | Min (90) Objectif (99) |

| seur |
|------|
| 5 |

Dans le tableau IV.1, les résultats de la distribution granulométrique sont conformes à la norme ISO 4701:2019 avec une moyenne de 94.72% des particules de taille (de +6.30 à +16.0mm) en accord avec la norme (> 90.04) donnée au tableau.

Les résultats au tableau sont conformes aussi à la norme ISO 9001 qui exige :

- +16.00 à + 6.3 mm doit être minimum = 90% et l'objectif = 99%, sur les résultats de nos tests cette exigence est respecté avec une moyenne de 98.73% sur nos tests.
- L'under size -3.30 mm < 1%, cette exigence est aussi respectée avec une moyenne de 0.71%.

IV.1.1.2 Résultats de la résistance au concassage

On a réalisé plusieurs tests sur huit échantillons de la matière première collectée, et comme on la préciser auparavant ; le test de résistance au concassage se fait sur 60 pellets pour chaque échantillon ensuite on a fait la moyenne de la résistance sur 60 pellets pour chaque échantillon, les résultats sont présentés ci-dessous :

| N° d'Echantillon (60 pellets) | Moyenne de résistance au concassage sur 60 pellets (daN) |
|-------------------------------------|---|
| 1 | 241 |
| 2 | 298 |
| 3 | 286 |
| 4 | 277 |
| 5 | 324 |
| 6 | 293 |
| 7 | 303 |
| 8 | 276 |
| Moyenne de résistance | 287.25 |
| La norme | >250 |

Tableau IV.2 : Résultats de la résistance moyenne au concassage

Dans ce tableau qui illustre les résultats obtenus de la résistance au concassage sur 60 pellets, on peut dire que les résultats sont conformes à la norme (>250 daN) pour tous nos échantillons, avec une moyenne de résistance de 287.25 daN qui est une valeur estimée conforme selon le processus de réduction.

Ces résultats nous donnent une idée sur la résistance à la compression durant le tamisage et le chargement du four par la matière première ce qui permet d'éviter le phénomène d'étouffement dans le four et la formation du bloque (casting).

IV.1.2 Résultats de l'analyses chimique

Ci-dessous les résultats d'analyses chimiques réalisés sur nos échantillons de la matière première.

IV.1.2.1 Résultats de l'analyse du taux d'humidité

Ci-dessous un tableau des résultats des tests d'humidité réalisés sur 8 échantillons :

| N° d'échantillon | (%) d'humidité |
|------------------|----------------|
| 1 | 1,29 |
| 2 | 1,09 |
| 3 | 0,86 |
| 4 | 1,07 |
| 5 | 1,39 |
| 6 | 1,19 |
| 7 | 1,85 |
| 8 | 1,87 |
| moyenne | 1,33 |

Tableau IV.3 : Résultats d'humidité des tests réalisés

Les résultats présentés dans le tableau ci-dessus restent dans la norme et les spécifications données par le cahier de charge de la matière première, la valeur moyenne de nos tests est de 1.33% d'eau (H₂O).

IV.1.2.2 Résultats du titrage et du test des impuretés sur la matière première

On a réalisé le test de titrage et le test de détermination d'impuretés par la méthode gravimétrique sur les 8 échantillons de la matière première sur lesquelles on a déterminé les propriétés physiques. Les résultats sont présentés ci-dessous.

Tableau IV.4 : Résultats du % de fer et des impuretés

| | titrage | Impuretés (%) | | | | | | | |
|---------------------|--------------------|------------------|--------------------------------|------|-------|--------|-------|--|--|
| N° d'échantillon | F _e (%) | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | CaO | MgO | S | Р | | |
| 1 | 67.35 | 1.87 | 0.51 | 0.91 | 0.024 | 0.0004 | 0.04 | | |
| 2 | 67.62 | 1.47 | 0.59 | 0.74 | 0.022 | 0.003 | 0.047 | | |
| 3 | 67.63 | 1.66 | 0.53 | 0.73 | 0.05 | 0.003 | 0.04 | | |
| 4 | 67.61 | 1.73 | 0.73 | 0.54 | 0.09 | 0.003 | 0.05 | | |
| 5 | 66.82 | 2.15 | 0.64 | 0.87 | 0.1 | 0.0029 | 0.04 | | |
| 6 | 66.97 | 2.30 | 0.63 | 0.55 | 0.01 | 0.003 | 0.022 | | |
| 7 | 67.09 | 1.89 | 0.63 | 0.88 | 0.04 | 0.003 | 0.038 | | |
| 8 | 67.55 | 1.74 | 0.58 | 0.65 | 0.05 | 0.003 | 0.004 | | |
| moyenne | 67.33 | 1.85 | 0.61 | 0.73 | 0.048 | 0.0027 | 0.045 | | |
| Norme | 67-72 | - | - | - | - | - | - | | |

Dans ce tableau, les résultats de la teneur en pourcentage de fer dans la matière première avant la réduction sont estimés conformes à la norme internationale (de 67% à 72%) appliqué au sein de l'AQS, la valeur moyenne de nos résultats obtenue est Fe = 67.33%.

Pour les résultats des impuretés, on peut dire que les teneurs restent dans les limites exigées par la norme de qualité.

Les résultats obtenus sont d'une grande importance car elles permettent d'ajuster les paramètres fournis au système DCS, qui seront modifiés en fonction de la composition chimique donnée par l'ingénieur qualité. Alors une matière de haute qualité est exigée pour le processus de réduction de l'oxyde fer. Les paramètres du processus de réduction sont température de réduction, flux de gazes réducteurs, flux des gazes réducteurs, vitesse de chargement et de déchargement de la matière.

IV.2 Contrôle de qualité du produit réduit

Ces tests sont réalisés sur le produit réduit, ce produit est obtenu par la réduction de la matière première avec les propriétés physico-chimiques déterminées précédemment. Pour cela la composition chimique de la matière première réduite doit répondre à la norme ISO 9001.

| Élément | T _{fer} (%) | Mfer (%) | Métallisation M(%) | Gangue (%) (SiO ₂ +MgO+ CaO+Al ₂ O ₃) | C (%) | S (%) | P (%) |
|----------|-------------------------|-------------|------------------------|---|----------|----------|----------|
| Min | 89.50 | 84.20 | 94.00 | 3.5 | 1.50 | - | - |
| Max | - | - | - | 6 | 2.50 | 0.01 | - |
| Objectif | - | - | 95.00 | 4 | 2.00 | < 0.01 | < 0.05 |

Tableau IV.5 : Composition chimique exigée sur la matière réduite (norme)

IV.2.1 Résultat de l'analyse C/S et du titrage réalisé sur la matière première réduite

L'analyse de (c/s) et du titrage sont réalisés sur la matière première réduite obtenue. Les résultats de ces analyses sur HDRI et CDRI sont présentés dans les tableaux ci-dessous :

| | HOT DRI | | | | |
|---------------------|----------------|---------------|---|---|--|
| N° D'échantillon | Carbone (%) | Soufre (%) | Total de Fer T _{fer} (%) | Métal de Fer M _{fer} (%) | $\begin{split} & \text{Métallisation} \\ & \text{M} (\%) \\ & \text{M} (\%) = & \frac{M_{Fe}}{T_{Fe}} \end{split}$ |
| 1 | 1.96 | 0.001 | 89.64 | 85.20 | 95.0 |
| 2 | 1.97 | 0.001 | 90.78 | 85.44 | 94.1 |
| 3 | 2.03 | 0.001 | 90.85 | 85.85 | 94.5 |
| 4 | 2.15 | 0.005 | 90.07 | 85.91 | 95.4 |
| 5 | 1.80 | 0.005 | 90.71 | 86.42 | 95.3 |
| 6 | 2.07 | 0.001 | 90.92 | 86.34 | 95.0 |
| 7 | 2.31 | 0.001 | 90.52 | 86.31 | 95.3 |
| 8 | 2.01 | 0.001 | 90.52 | 86.18 | 95.2 |
| Moyenne | 2.04 | 0.001 | 90.50 | 85.96 | 95.01 |

Tableau IV.6 : Résultats d'analyse C/S et de titrage sur HDRI

| COLDE DRI | | | | | | | | |
|---------------------|----------------|---------------|---|---|----------------------------------|--|--|--|
| N° d'Echantillon | Carbone (%) | Soufre (%) | Total de Fer T _{fer} (%) | Métal de Fer M _{fer} (%) | $M (\%) = \frac{M_{Fe}}{T_{Fe}}$ | | | |
| 1 | 2.12 | 0.001 | 90.07 | 85.62 | 95.06 | | | |
| 2 | 2.28 | 0.001 | 89.39 | 84.18 | 94.17 | | | |
| 3 | 2.05 | 0.001 | 91.1 | 85.78 | 94.16 | | | |
| 4 | 2.01 | 0.001 | 90.44 | 85.83 | 94.90 | | | |
| 5 | 2.14 | 0.001 | 90.28 | 86.17 | 95.45 | | | |
| 6 | 2.16 | 0.001 | 89.62 | 84.56 | 94.35 | | | |
| 7 | 2.04 | 0.001 | 90.13 | 86.21 | 95.65 | | | |
| 8 | 2.14 | 0.001 | 90.77 | 86.38 | 95.16 | | | |
| Moyenne | 2.12 | 0.001 | 90.23 | 85.61 | 94.86 | | | |

Tableau IV.7: Résultats d'analyse C/S et de titrage sur CDRI

Le Tableau IV.6, nous donne les résultats d'analyses de titrage réalisés sur le HDRI. On a obtenu une moyenne de T_{fer} (%) = 90.50et M_{fer} (%) = 85.96, ce qui nous donne un produit présentant un degré de métallisation avec une moyenne M (%) = 95.01.

Le Tableau IV.7 illustres les résultats d'analyses de titrage réalisés sur le CDRI dont on a obtenu une moyenne de T_{fer} (%) = 90.23 du total de fer et M_{fer} (%) = 85.61 du métal de fer, ce qui nous donne un produit avec un degré de métallisation d'une moyenne M (%)= 94.86%.

Les valeurs obtenues lors de l'analyse de titrage attestent une qualité de produit selon la norme internationale ISO 9001 présentée dans le tableau précédant (Tableau IV.5).

Les résultats d'analyse (C/S) réalisé sur le HDRI donnés dans le Tableau IV.6 dont on a obtenu une moyenne de C (%) = 2.04 de carbone et S (%) = 0.001 de soufre.

Les résultats de la même analyse réalisé sur le CDRI donnés dans le Tableau IV.7 dont on a obtenu des moyennes de C (%) = 2.12 de carbone et S (%) = 0.001 de soufre.

- Ces valeurs résultant de l'analyse de (C/S) sont conformes à la norme internationale ISO 9001 présentée au Tableau IV.5.
- Le produit réduit HDRI est envoyés directement à l'aciérie électrique une fois les résultats sont validés et approuvés par les ingénieurs contrôle qualité.

Et ci-dessous un tableau qui nous donne les paramètres de qualités pour CDRI :

| Tests de paramètres | objectif | Prime material (grade 1) | Off grade (grade2) | Remet |
|------------------------|-----------|-----------------------------|-----------------------|--------------|
| Carbone | 2.5% min | >1.5% | >1% | - |
| M _{fer} | 84.2% min | >83.5% | 83.5% - 80.5% | - |
| métallisation | 94% min | >92% | 92% - 88% | Moins de 80% |

Tableau IV.8 : Paramètres de qualité pour CDRI

(Prime material (grade1), off grade (grade 2), Remet) : sont des appellations de grades employés à l'AQS pour spécifier la matière réduite selon les résultats.

Les paramètres de qualité sont donnés en fonction de la qualité du mélange d'alimentation en oxyde de fer et de la qualité du NG :

- Les produits (off grade) et (Remet) seront stockés séparément dans un endroit désigné avec une identification appropriée.
- Les spécifications de qualités (prime grade) et (off grade) seront décidés en consultation et approbation du client et de la direction.

IV.2.2 Résultats des impuretés de la matière première réduite

Les résultats des tests d'impuretés de (SiO₂, Al₂O₃, CaO, MgO, P) réalisés sur la matière première réduite sont présentés dans le tableau ci-dessous :

| | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | CaO | MgO | Р | Gangue |
|----------------|------------------|--------------------------------|------|------|------|--------|
| | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) |
| HDRI | 2.81 | 1.44 | 1.14 | 0.09 | 0.04 | 5.48 |
| CDRI | 2.50 | 1.20 | 1.15 | 0.10 | 0.04 | 4.95 |
| a b / (| | | | | | |

Tableau IV.9 : Résultats des impuretés sur la matière réduite

Gangue% = $(SiO_2 + Al_2O_3 + CaO + MgO)$ %

Dans le tableau ci-dessus, les résultats des tests d'impuretés par la méthode de titrage sont très proches pour le HDRI et le CDRI, ces valeurs sont conformes aux spécifications de la composition chimique du fer réduit donnés dans le Tableau IV.6. La valeur calculée du (%) **Gangue** est de 5.48% pour le HDRI et de 4.95% pour le CDRI, ces valeurs sont conformes à la norme ISO 9001 qui est 6% (donnée au Tableau IV.6).

On remarque que les teneurs des impuretés augmentent après la réduction par rapport aux teneurs déterminées sur la matière première avant la réduction, cette augmentation est justifiée par l'élimination du (%) d'oxygéne lors du procédé de réduction directe.

IV.3 Résultats des analyses de la transformation de fer réduit en acier

IV.3.1 Résultats de l'analyse des échantillons par la spectrométrie à émission optique

On a effectué des analyses sur les échantillons d'acier **GRADE B500** reçus des deux fours de l'aciérie électrique (four à arcs électriques et four à poche), les résultats sont présentés dans les tableaux suivants :

| Tableau VI.10 : Résultats chimique des échantillons des fours de l'aciérie, se | elon la norme |
|--|---------------|
| ISO 16120 et ASTM 510M. | |

| Eléments chimique | С | Si | Mn | Р | S | Ni | Cr | Cu |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Teneur (%) EAF | 0,037 | 0,003 | 0,085 | 0,007 | 0,012 | 0,033 | 0,041 | 0,084 |
| Teneur (%) LRF | 0,199 | 0,190 | 0,633 | 0,008 | 0,014 | 0,036 | 0,039 | 0,076 |
| | Min |
| ISO 16120 | 0,19 | 0,15 | 0,60 | / | / | / | / | / |
| Et | Max |
| 510M | 0,22 | 0,30 | 0,80 | 0,045 | 0,030 | 0,15 | 0,25 | 0,20 |

Le tableau VI.10, présente la composition chimique des échantillons d'acier grade **B500** du four à arc électrique et du four à poche. Les teneurs de carbone, silicium et de manganèse sont respectivement de 0,037%, 0,003% et de 0,085% sont très basses dans l'échantillon du four EAF par rapport aux exigences de la norme **ISO 16120 et ASTM 510M**, dont les teneurs des autres éléments sont conformes.

L'acier est ajusté au four a poche en ajoutant des additifs de type ferro-alliage tels que ferromanganèse FeMn, Ferro silicium FeSi et de charbon (riche en carbone) afin d'obtenir une composition chimique de l'acier conforme à la norme.

La composition chimique de l'acier après l'ajustement par des additifs, il apparait que les teneurs de carbone (0,199%), silicium 0,190% et de manganèse 0,633% sont respectivement dans les fourchettes de 0,19% - 0,22%, 0,15% - 0,30 et 0,60% - 0,80% sont conformes à la condition de la norme. Même si les autres teneurs montrent un petit changement dans le pourcentage reste toujours acceptable.

Dès que la composition chimique est estimée conforme et validée par le laboratoire d'analyse, l'acier liquide de four d'affinage à poche (LRF) est transporté vers la coulée continue pour fabriquer les billettes.

IV.3.2 Résultats des analyses de contrôle de qualité des billettes produites IV.3.2.1 Résultats de l'analyse spectrale des billettes produites

Un échantillon de la billette produite d'acier grade B500 est prélevé pour analyser la composition chimique, les résultats obtenus sont indiqués dans le tableau suivant :

| Composants | С | Si | Mn | Р | S | Ni | Cr | Cu |
|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Teneur (%) | 0,208 | 0,182 | 0,652 | 0,008 | 0,014 | 0,034 | 0,039 | 0,079 |
| ISO 16120 | Min |
| Et | 0,19 | 0,15 | 0,60 | / | / | / | / | / |
| ASTM | Max |
| 510M | 0,22 | 0,30 | 0,80 | 0,045 | 0,030 | 0,15 | 0,25 | 0,20 |

Tableau IV.11 : Résultats de l'analyse chimique de la billette produite

Le tableau IV.11, montre la composition chimique de la billette produite lors de la coulée continuée. Nous avons remarqué une légère différence dans les teneurs avec ceux d'analyse de l'échantillon du four d'affinage à poche (comme nous l'avons déjà indiqué audessus), cette différence est liée à l'effet de refroidissements de l'acier liquide lors de la coulée.

Il faut noter que la composition chimique obtenue de la billette produite est conforme et acceptable par la norme.

IV.3.2.2 Résultats de l'analyse visuelle de la macrostructure de la billette

Après le polissage mécanique et la trempe dans le bain d'acide chlorhydrique (HCl) à une température de 80° pendant 30 minutes, le résultat de la macrostructure de la billette produite est indiqué dans la figure suivante :



Figure IV.1 : L'état de surface de la billette produite.

La figure IV.1 montre la macrostructure obtenue de la billette après le teste, le contrôle est effectué à l'œil nu, on observe que l'état de surface de la billette ne présente aucun défauts interne ; l'absence de fissures et de porosité, c'est ce que confirme la conformité de la billette.

IV.3.3 Résultats des analyses élémentaires C, S, O, N

Les résultats obtenus lors de l'analyse élémentaire par les deux analyseurs ELTRA CS-800 et ELTRA ON-900 afin de vérifier les concentrations de carbone, soufre, oxygène et nitrogène sont donnés dans les tableaux suivants :

| ON-900 | | | | | | | | |
|-----------|-------|-------|--------|--------|--|--|--|--|
| éléments | C (%) | S (%) | O(ppm) | N(ppm) | | | | |
| Teneur | 0,206 | 0,015 | 20 | 98 | | | | |
| ISO 16120 | Min | min | Min | min | | | | |
| Et | 0,19 | / | / | / | | | | |
| ASTM | Max | max | Max | max | | | | |
| 510M | 0,22 | 0,030 | / | 120 | | | | |

Tableaux VI.12 : Résultats des analyses élémentaires C/S par ELTRA CS-800 et ELTRA

Le tableau VI.12, présent la concentration des éléments carbone, soufre, oxygène et nitrogène dans la billette produite. Les teneurs du carbone et du soufre sont respectivement de 0,206% et 0,015%, en fonction de la nuance (0,19% < C% < 0,22 et S% < 0,03) de l'acier grade B500, les teneurs obtenues sont conformes, et qui confirme aussi les résultats spectral (Tableau VI-11).

Les résultats montrent aussi une très faible concentration en oxygène 20 ppm et 98 ppm < 120 ppm de nitrogène qui est acceptables par la nuance.

Les résultats élémentaires des éléments chimiques C, S, O, N étaient satisfaisants pour considérer que les billettes produites sont conformes à la norme.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Le travail que nous avons accompli à permit d'étudier le mécanisme de réduction des oxydes de fer et l'élaboration de l'acier, et ceci à travers une description du processus technologique industriel et de production d'acier. Parmi les procédés étudiés, le procédé de réduction directe, la technologie la plus innovante et la plus utilisée pour la production d'acier dans le monde entier.

Dans un premier temps, nous avons parlé sur la technologie implantée à l'AQS celle de la réduction directe utilisant le procédé MIDREX dans lequel les minerais de fer qui ont une forme de sphère de 8 à 18 mm de diamètre, sont réduites en éponge de fer (DRI) dans un four à cuve par extraction de l'oxygène (O₂) et cela par des gaz réducteurs constitués du monoxyde de carbone (CO) et d'hydrogène (H₂) produits par reformage de gaz naturel (CH₄) au niveau du reformeur. Par la suite, au niveau de l'unité de l'aciérie électrique le fer réduit (DRI) est fusionné et transformé en acier liquide dans le four à arc électrique (EAF) ensuite l'ajustement de sa composition chimique au cour d'affinage au niveau du four à poche (LRF). Afin d'obtenir un produit semi-fini sous forme billettes l'acier liquide est solidifier ensuite refroidis au niveau de la coulée continuée (CCM).

Sur le plan expérimental, nous avons réalisé des essais et des analyses au niveau des laboratoires de la réduction direct (DR) et de l'aciérie électrique (SMS) au sein de l'AQS. Notre étude expérimentale a consisté dans un premier temps à des contrôles de qualité de la matière première avant et après ça réduction au niveau de laboratoire de réduction direct là où on a réalisé des tests physico-chimiques tels que la distribution de la granulométrie, test de résistance au concassage, détermination du taux d'humidité, le pourcentage du fer et des impuretés, et cela afin de déterminer les spécifications physico-chimiques de l'oxyde de fer et d'assurer la bonne qualité exigée par le processus de réduction. Après la réduction de la matière première, des analyses chimiques sont effectuées on suivant plusieurs méthodes chimiques (comme le titrage) et gravimétrique est cela afin de déterminer principalement le degré de métallisation, en analysant aussi les teneurs en (%) du carbone C et du S présents dans le produit réduit ainsi que les éléments chimiques indésirables (les impuretés) tel que :

SiO2, MgO, CaO, P ...etc. Les résultats de nos tests effectués répondent aux exigences et aux normes internationales (ISO 4701 et ISO 9001) et sont estimés conformes.

La deuxième étude expérimentale effectué était au niveau du laboratoire de l'aciérie électrique, cette étude consiste à contrôler la qualité du produit au cour de transformation du produit DRI en acier liquide. Pour cela on a étudié la composition chimique des échantillons de l'acier GRADE B500 des deux fours de l'aciérie électrique ainsi que de la composition des billettes produites à la coulée continuée. Les résultats qu'on a obtenus confirment la conformité des produits par rapport à la norme ISO 16120 et ASTM 510M.

Enfin, effectuer les contrôles de qualité sur la matière première avant et après réduction est très important pour un bon déroulement de la réduction direct et pour obtenir un produit réduit de bonne qualité. Le contrôle de qualité est si important aussi pendant la fusion de l'acier et cela afin de contrôler sa composition chimique qui sera ajustée au cour de la production selon le grade et les exigences des normes internationales pour un produit de qualité élevée.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

[1] Documentation interne de l'entreprise, Algerian Qatari Steel.

[2] Site officiel de l'entreprise https://aqs.dz.

[3] J. P. BIRAT : Principaux produits sidérurgiques, Technique de l'Ingénieur, M7020, 2006.

[4] www.worldsteel.org : site officiel de l'association mondiale de l'acier, statistique production d'acier mondiale en, Mai 2021.

[5] J. P. BIRAT : Principaux produits sidérurgiques, Technique de l'Ingénieur, M7020, 2017.

[6] www.Midrex.com: World direct reduction statistics, 2016.

[7] H. HAMADEH : Modélisation mathématique détaillée du procédé de réduction directe du minerai de fer, thèse de doctorat, Université de Lorraine, 2017.

[8] O. BOUGHEDDA : Application des traitements thermiques lors du laminage à chaud du rond à béton de l'acier Tempcore-500, mémoire fin d'étude, Université Badji Mokhtar, Annaba, 2019-2020.

[9] W. DAMIEN : Étude expérimentale et modélisation de la réduction du minerai de fer par l'hydrogène. Autre. Institut National Polytechnique de Lorraine, 2008.

[10] J. ASTIER : Réduction directe, Réf : M7580 v4, Techniques de l'Ingénieur, 2005.

[11] Dr. BENCHIHEUB : Chapitre II de cour : Réduction directe des minerais de fer, Master I Génie Métallurgie, 2020.

[12] R. ANDREA : La réduction du minerai de fer par l'hydrogène : étude cinétique, phénomène de collage et modélisation. Matériaux. Institut National Polytechnique de Lorraine (INPL), 2011.

[13] BREF de la production de Fer et Acier. Commission Européenne.

[14] https://www.asm-maroc.ma/procedures-de-production.

[15] G. POSTIGLIONE : Nouvelle alimentation pour les fours à arc à courant alternatif, Doctoral dissertation ,2006.

[16] A. AYAD : Étude et analyse des interférences électromagnétiques (CEM) dans les procèdes à décharges électriques, Mémoire de magister de l'université Djilali Liables de Sidi-Bel-Abbès en Electrotechnique, 2011.

[17] www.radhatmt.com/blog/ladle-refining-furnace/

[18] J, DUFLOT : La sidérurgie, encyclopédia universalis, site, universalisedu.com, 2004.

[19] Document de référence sur les meilleures techniques disponibles (BREF) formations des métaux ferreux, Décembre 2001.

[20] P. BERGER : site, la métallurgie, traitement thermique.

[21] www.fr.leco.com : catalogue de produits de LECO C/S série 744, site officiel de l'entreprise.

[22] Catalogue : Principe de fonctionnement de la spectroscopie d'émission optique, site,2020.

[23] www.quantum-rx.com/principe-de-la-seo/

[24] https://www.eltra.com/products : catalogue de produits d'ELTRA CS-800 et CS-900, site officiel de l'entreprise.

Résumé

Mécanisme de réduction des oxydes de fer et l'élaboration de l'acier à l'AQS

Ce travail est consacré à l'étude du mécanisme de réduction de minerai de fer par le procédé MIDREX et l'élaboration de l'acier au niveau de l'aciérie électrique, un procédé avantageux de la sidérurgie. Au niveau de l'unité de DRI l'oxyde de fer est réduit (éliminer l'oxygène) dans un four à cuve par les gaz réducteurs H₂ et CO produits à partir du gaz naturel CH₄, ce qui en résulte un produit solide (DRI)ou appelé éponge de fer. De là, le produit est prêt pour être chargé au four à arc électrique (EAF) de l'unité de l'aciérie électrique pour la fusion et résulte l'acier liquide, ce dernier est transférer au four d'affinage (LRF) afin d'ajuster la composition chimique de l'acier selon le grade et ensuite solidifiée à la coulée continué (CCM) sous forme de billettes. Tout au long de processus de production, des contrôles de qualité sont réalisés au niveau des laboratoires de chaque unité au complexe de l'AQS afin de contrôler, analyser et obtenir la qualité d'acier selon les normes internationales.

Mots clés : Acier, minerai de fer, réduction direct, MIDREX, AQS, DRI, fusion.

Abstract

Iron oxides reduction mechanism and steel making at AQS

This work is devoted to the study of the mechanism of reduction of iron ore by the MIDREX process is the development of steel at the electric steelworks, an optimized process of the steel industry. Iron oxide is reduced (by removing oxygen) at the direct reduction unit in a shaft furnace by the reformed H₂ and CO gas reducers from natural gas CH₄, resulting in a solid product (DRI) iron sponge. From there, the product is ready to be charged to the electric arc furnace (EAF) of the electric steel plant unit for melting and results in liquid steel, which is transferred to the refining area (LRF) to adjust the chemistry composition of steel according to the standard and then solidified by continuous casting (CCM) in the form of billets. Throughout the production process, quality controls are carried out at the laboratories of each unit at the AQS complex in order to control, analyze and obtain the quality of steel according to international standards.

Keywords: Steel, iron mineral, direct reduction, MIDREX, AQS, DRI, fusion.