

République Algérienne Démocratique et Populaire



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université Mohamed Seddik Ben Yahia - JIJEL

Faculté des Sciences Exactes et Informatiques

Département de chimie

Mémoire de Fin d'Etude

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Chimie des matériaux

Thème

Étude de la structure et des propriétés de l'acier à béton

Présenté par : Boudjeriou Linda

Composition du jury :

• Président	Mr. Dilmi Oualid	MCB
• Examinateur	Mme. Boucetta Farida	MAA
• Encadreur	Mr. Benamira Messaoud	Professeur
• Co-encadreur	Mr. Boubaa Naaman	Ingénieur Algerian Qatari Steel
• Co-encadreur	Mr. Messadi Smail	Ingénieur Algerian Qatari Steel

Remerciements

On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide et l'encadrement de **Mr**. **Benamira Messaoud**, on le remercie pour sa rigueur et sa disponibilité durant la préparation de ce manuscrit.

Je suis heureuse d'adressé mes plus vifs remerciements à tout la famille sidérurgique du complexe Algérian Qatari Steel en générale et à mes collègues des unités DRI et SMS, en particulier les ingénieurs de qualité **Mr. Boubaa Noaman** et **Mr. Messadi Smail**.

Nous voudrions remercier monsieur **DILMI Oualid** pour avoir accepté la présidence de notre jury. Nous tenons aussi à remercier Mme **Boucetta Farida** pour avoir accepté d'examiner ce travail et faire partie du jury.

J'adresse également mes sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de cette étude, même en un mot et m'ont motivé.

Dédicace

Je dédie ce mémoire

A mes chers parents ma mère et mon père pour leur amour, leur soutien et leurs encouragements.

A mes frères.

A mes amies et mes camarades.

Sans oublier tous mes enseignants que ce soit du primaire, du secondaire, du Lycée ou de l'université

Boudjeriou Linda

Liste des tableaux	i
Liste des Figures	ii
Introduction Générale	1
Chapitre I : Description du Complexe Sidérurgique Bellara	
I.1.Introduction	3
I.2. Description du projet	4
I.3. Unités principales du processus sidérurgique	4
I.4.Unités auxiliaires	6
I.4.1. Unité de séparation d'air (ASU)	6
I.4.2. Unité de production de chaux	6
I.4.3. Poste de détente de gaz naturel	7
I.4.4. Poste de transformation et distribution électrique	7
I.4.5. Groupes électrogènes	8
I.4.6. Unité de traitement des eaux industrielles	8
Références	9
Chapitre II: Description du processus technologique industriel	
II.1. Introduction	10
II.2. Processus technologique industriel de fabrication	11
II.3. Principe de la réduction directe	14
II.3.1. Aspects stæchiométriques	14
II.3.2. Aspects thermochimiques	15
II.3.3. Aspects thermodynamiques	16
II.3.4. Aspects cinétiques	17
II.4. Description du processus industriel	18
II.4.1. Unité de réduction directe	18
II. 4.2. Aciérie électrique	22
II. 4.3. Laminage à chaud	21
Références	21

Sommaire

III.1. Introduction	22
III.2. Processus d'élaboration de l'acier au niveau de l'aciérie électrique	24
III.2. 1. Description générale de procédé	24
III.2.2. Four à arc électrique (EAF pour Electric Arc Furnace)	25
III.2.3. Four d'affinage en poche (LRF pour Ladle Refining Furnace)	26
III.2.4. La machine de coulée continuée (CCM pour Continuous Casting Machine)	28
III.3. Laminage	30
III.4. Influence des additifs sur les propriétés mécaniques de l'acier	30
III.43.1. Phosphore (P)	30
III.4.2. Soufre (S)	31
III.4.3. Silicium (Si)	31
III.4.4. Carbone(C)	31
III.4.5. Aluminium(Al)	31
III.4.6. Cuivre (Cu)	31
III.4.7. Manganèse (Mn)	31
III.4.8. Nickel (Ni)	32
Références	32

Chapitre III : Description du procédé d'élaboration de l'acier à Bellara

Chapitre IV: Contrôle de qualité de la matière au cours de production

d'acier

IV.1. Matière première	33
IV.2. Contrôle de qualité de la matière première arrivée	33
IV.2. 1. Echantillonnage	33
IV.2. 2. Tests physiques	34
IV.2. 2.1. Humidité	34
IV.2.2.2. Distribution de la granulométrie	34
IV.2.2.3. Résistance au concassage (CCS pour compression crush strong)	36
IV.2.3. Analyses chimiques	38
IV.2.3.1. Titration	38

IV.2.3.2. Détermination des impuretés	39
IV.2.3.2.1. Détermination de SiO ₂	40
IV.2.3.2.1. Détermination des autres impuretés	40
IV.3. Contrôle de qualité du fer produit par réduction directe (DRI)	43
IV.4. Analyse par diffraction des rayons X (XRD)	44
IV.5. Analyses par Microscope Electronique à Balayage (MEB) et Spectroscopie X à	45
dispersion d'énergie (EDX)	
IV.6. Les Analyses lors de la transformation du Fer réduit (DRI) en Acier	47
IV.6.1. Réception des échantillons	47
IV.6.2. Préparation mécaniques des éprouvettes	48
IV.6.3. Analyse par Spectrométrie à Emission Optique des éprouvettes	49
IV.6.4. Contrôle de qualité des biellettes produites	51
IV.6.4.1. Analyse par Spectrométrie à Emission Optique des biellettes produites	51
IV.6.4.2. Analyse micro et macro-structurelle	51
IV.6.4.3. Analyses élémentaires (C, S, O, N)	52
IV.6.4.4. Propriétés microstructurales	54
IV.7. Laminage	55
IV.7.1. Propriétés du rond à béton TEMPCOR 500	56
IV.7.1.1. Compositions chimiques	56
IV.7.1.2. Propriétés mécaniques	57
IV.7.1.3. Propriétés thermiques	58
Références	59
Conclusion générale	60

Liste des Tableaux

Tableau II-1. Production du Fer par DRI de 2016 à 2020	12
Tableau II-2. Principaux oxydes de fer	14
Tableau II-3. Données stœchiométriques sur la réduction des minerais par les gaz	15
Tableau II-4. Données stœchiométriques sur la réduction des minerais de fer par gaz	15
Tableau II-5. Données thermochimiques sur la réduction des minerais de fer	16
Tableau III-1 : La composition chimique de la nuance des billettes selon la norme ISO6935-2:2019.	22
Tableau IV-1 : spécification physico-chimique exigés sur la matière première.	35
Tableau IV-2 : résultat de tamisage	36
Tableau IV-3 : Résultat de résistances au concassage. +9,5< diamètre <12,5 mm.	37
Tableau IV-4 : Résultat de résistances au concassage. 12,5< diamètre <16 mm.	37
Tableau IV-5 : Résultats d'analyse des impuretés des pellets	42
Tableau IV-6: Résultats d'analyse du fer réduit produit (DRI, production du 06/06/2021 au 07/06/2021)	42
Tableau IV-7. Résultats d'analyse des impuretés contiennent la matière réduite (DRI)	43
Tableau IV-8. Analyse chimique de l'éprouvette du four à arc électrique.	50
Tableau IV-9. Analyse chimique de l'éprouvette du four d'affinage à poche (LRF)	50
Tableau IV-10. Analyse chimique de la billette.	51
Tableau IV-11. Analyses élémentaires (C, S, O, N).	54
Tableau IV-12. Analyse chimique de rond à béton.	56
Tableau IV.13. Propriétés mécaniques selon la norme internationale ISO 6935-2:	57
2007(E).	

Liste des Figures

Figure I-1 : Vue aérien du complexe de Ballara	3
Figure I-2 : Unité de réduction directe	5
Figure I-3 : Aciérie électrique	5
Figure I-4 : Unité de séparation d'air	6
Figure I-5 : Unité de production de chaux	7
Figure I-6 : Station électrique	8
Figure I-7 : Unité de traitement des eaux industrielles	9
Figure II-1. La production mondiale d'acier brut en 2020 : répartition géographique	10
Figure II-2. La production mondiale d'acier entre Décembre 2019 et Mai 2021	11
Figure II-3. Processus Industriel	13
Figure II-4. Schéma du procédé MIDREX	13
Figure II-5. Équilibre de réduction des oxydes de fer	16
Figure II-6. Processus théorique de réduction en lit fluidisé en deux étapes	17
Figure II-7. Influence de la température sur la réduction de boulettes de wüstite par	18
l'hydrogène	10
Figure II-8. Procédé de réduction	19
Figure II-9. Représentation schématique du four à arc électrique	20
Figure III-1. Billettes	22
Figure III-2. Fil a machine	23
Figure III-3. Rond à biton AQS	24
Figure III-4. Four à arc électrique (EAF pour Electric Arc Furnace)	25
Figure III-5. Four d'affinage en poche	27
Figure III-6. Réactions chimiques lors de l'affinage	28
Figure III-7. a) La machine de coulée continuée, b) Schéma de principe de la coulée	20
continue	30
Figure IV-1. Pellets a) oxyde de fer b) fer réduit	33

Figure IV-2. Organigramme de la méthode d'échantillonnage	34
Figure IV-3. Tamisage automatique vibrant	35
Figure IV-4. Machine de compression.	36
Figure IV-5. Diffractogramme X d'un échantillon de la matière première de minerai de fer.	44
Figure IV-6. Micrographie (MEB) de la poudre : a, b) matière première, c, d) fer réduit produit (DRI).	45
Figure IV-7. Analyse EDX de la poudre : a) matière première, b) fer réduit produit (DRI).	46
Figure IV-8. System pneumatique de réception des échantillons pour analyse.	48
Figure IV-9. Machine de polissage	48
Figure IV-10. La forme d'échantillon a) avant le polissage et b) après le polissage.	49
Figure IV-11. a) Spectromètre d'émission optique, b) placement d'échantillon dans le spectromètre.	50
Figure IV-12. Photo de la macrostructure de la billette après le bain d'acide	52
Figure IV-13. Perçage de l'échantillon.	53
Figure IV-14. Analyseur de carbone souffre : ELTRA CS 800.	54
Figure IV-15. Micrographie MEB sur un échantillon d'acier à béton.	55
Figure IV-16. Principe du processus Tempcore	56
Figure IV-17. L'essai de traction du rond à béton TEMPCOR 500.	58

Introduction Générale

Introduction générale

L'utilisation du fer a été un facteur majeur dans le succès de plusieurs civilisations de ce monde depuis des milliers d'années. Son utilisation a commencé avec le fer métallique des météorites, et s'est accélérée avec la découverte de certaines roches, au contact du charbon de bois et des températures élevées d'un feu, qui produiraient de petites quantités de ce matériau. Une fois contrôlé, un alliage de fer et de carbone connu plus tard sous le nom de fer forgé pourrait être créé. Ainsi commença la production de masse de fer et en particulier d'acier.

Au départ, l'industrie du fer était limitée par l'utilisation des petits fours individuels qui produisaient du fer mélangé à des scories et d'autres impuretés. Mais avec la fabrication des fours plus grandes et efficaces travaillant à des températures élevées, du fer en fusion a été créé, ce qui a permis de séparer facilement la gangue du fer. Son utilisation a connu un essor fleurissant en 20^{eme} siècle avec les progrès technologiques et la découverte de nouveau procédés de transformation du fer fondu en acier avec des qualités largement améliorées. Ainsi s'est développé ce que l'on pourrait appeler la « réduction indirecte » ou la fonte, et la quantité de fer et d'acier produite a également augmenté en utilisant les hauts fourneaux pour produire du fer à partir du minerai de fer, et divers autres réacteurs (Fours à sole ouverte, fours à oxygène basique, fours électriques à arc) pour fabriquer de l'acier.

Malheureusement, cette industrie sidérurgique est un émetteur intensif de CO₂, un gaz à effet de serre, où la production d'acier se fait par la séparation du fer et de l'oxygène contenus dans le minerai de fer et nécessite une grande dépense énergétique dont la majeure partie provient de combustibles fossiles. Ce procédé conduit donc inéluctablement à la production de CO₂ dans des quantités importantes avec ,8 tonnes de CO₂ émises pour la production d'une tonne d'acier à partir de minerai par la filière classique haut fourneau-convertisseur. La sidérurgie est responsable de 31% des émissions de CO₂ de l'industrie à l'échelle mondiale ce qui correspond à 4~6 % des émissions de gaz à effet de serre d'origine anthropique [1-2]. Face à ce constat, les industrielles de la sidérurgie mondiale ont entrepris diverses actions de recherche et développement pour trouver de nouveaux procédés susceptibles d'aboutir à une réduction massive de ces émissions de CO₂.

La voie dite de réduction directe « Direct Reduction of Iron (DRI) », qui utilise du gaz naturel réformé ainsi que le recyclage du gaz récupéré pour réduire l'oxyde de fer avec H₂ et CO, est responsable de moins d'émissions de CO₂ [3-4] que la voie classique des hauts fourneaux et est actuellement la technologie la plus avancée et en cours de développement et d'utilisation et qui fera l'objet de ce travail réalisé au sein du complexe sidérurgique de Bellara de l'Algerian Qatari Steel (AQS) situé à 46 Km de la ville de Jijel, Est de l'Algérie.

L'objectif de ce travail est de décrire ce procédé de **DRI** du complexe **AQS** pour la production des armatures pour béton armé avec des propriétés demandées par le marché international et d'étudier les mécanismes microstructuraux qui se produisent lors de la déformation à froid de l'acier préalablement traité et leurs conséquences sur l'évolution des propriétés.

Références

- Quader, M.A.; Ahmed, S.; Ghazilla, R.A.R.; Ahmed, S.; Dahari, M. A comprehensive review on energyecient CO₂ breakthrough technologies for sustainable green iron and steel manufacturing. Renew. Sustain.Energy Rev. 2015, 50, 594–614.
- van Ruijven, B.J.; vanVuuren, D.P.; Boskaljon,W.; Neelis, M.L.; Saygin, D.; Patel, M.K. Long-term model-based projections of energy use and CO₂ emissions from the global steel and cement industries. Resour. Conserv. Recycl. 2016, 112, 15–36.
- Buergler, T.; Kofler, I. Direct reduction technology as a flexible tool to reduce the CO2 intensity of iron and steelmaking. BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte 2017, 162, 14–19.
- 4. Huitu, K.; Helle, M.; Helle, H.; Kekkonen, M.; Saxen, H. Optimization of Midrex Direct Reduced Iron Use in Ore-Based Steelmaking. Steel Res. Int. 2015, 86, 456–465.

Chapitre I

Description du Complexe Sidérurgique de Bellara

I.1. Introduction

Algerian Qatari Steel (AQS) est une nouvelle entreprise publique économique, une société mixte Algéro-Qatarie résultant d'un partenariat, créée en décembre 2013 pour exécuter le nouveau complexe sidérurgique 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 Alger, Le projet a deux zones d'implantation [1].

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

Le capital du complexe est détenu à 46% par le groupe industriel algérien SIDER, à 5% par le Fonds National d'Investissement (FNI) et à 49% par Qatar Steel International (QSI). 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 d'opérer les deux grands complexes sidérurgiques de l'Algérie (Complexe d'El Hadjar d'Annaba) et du Qatar Complexe MIC près de Doha, respectivement. La technologie implantée au Complexe MIC de Qatar Steel est celle de la Réduction Directe, similaire à la technologie retenue pour le Complexe de Bellara.



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

I.2 Description du projet :

Le complexe sidérurgique d'Algerian Qatari Steel (AQS) active actuellement à un taux qui se rapproche de 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 2021.

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 50 000 tonnes, 30 000 t pour l'Italie, 20 000 t pour la Syrie, 5000 t 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 a été réalisé en deux phases pour une capacité à plus de 4 millions de tonnes par an des produits sidérurgiques. 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 (02) millions de tonnes par an de rond à béton et 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 millions de tonnes par an.

I.3. Unités principales du processus 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 conforme aux normes internationales.

Une unité de Réduction Directe (Figure I-2) avec une capacité de production de 2.5 millions de tonnes 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-2. Unité de réduction directe.

 Deux Aciéries Électriques (Figure I-3) 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 caractéristique physico-chimique bien déterminées.



Figure I-3. Aciérie électrique.

 Unité de laminage (Trois Laminoirs) pour l'obtention des produits d'acier désigné à l'expédition soit sous forme lisse ou criblée. Capacité totale de production de 2 millions de tonnes par an de rond à béton et fil machine.

I.4. Unités auxiliaires :

I.4.1. Unité de séparation d'air (ASU pour Air Separation Unit) :

L'ASU (Figure I-4) raffine l'air selon un procédé de séparation à basse température de distillation (-196 °C) qui permet la production de masse d'oxygène, d'azote et d'argon. Dans cette unité, on capte l'air ambiant pour séparer l'oxygène, l'azote et l'argon en utilisant la technologie de la distillation cryogénique, suivi d'une distillation sélective qui sépare les composants à leurs températures d'ébullition.



Figure I-4. Unité de séparation d'air.

I.4.2. Unité de production de chaux :

La chaux est produite en calcinant le carbonate de calcium (ou de magnésium) à 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-5. Unité de production de chaux.

I.4.3. 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. Le système de comptage permet de mesurer les quantités de gaz naturel qui transitent en ce point.

I.4.4. Poste de transformation et de distribution électrique :

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 et 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. Au Complexe de Bellara il y a 4 transformateurs extérieurs.



Figure I-6. Station électrique.

I.4.5. Groupes électrogènes :

Ces groupes assurant l'alimentation en électricité de différentes installations du complexe en cas de 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.

I.4.6. Unité 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) reliées à une station finale centralisée de traitement, pour l'ajustement final de la composition. Les stations sont conçues et disposant de technologies d'épuration nécessaires pour que la composition de l'effluent final soit strictement conforme aux valeurs limites applicables. Le complexe a une capacité pleine et autonome de traitement de tous le types d'eaux usées générées et d'obtenir le niveau de qualité d'eau finale conforme aux réglementations environnementales applicables.



Figure I-7. Unité de traitement des eaux industrielles.

Références

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

Chapitre II

Description du processus technologique industriel

II.1. Introduction :

La production mondiale d'acier brut a atteint 1,878 milliard de tonnes en 2020 (diminué de 0,9%), après avoir franchi le seuil du milliard de tonne en 2004 [1], pénalisée par la chute enregistrée en Europe et en Amérique du Nord en raison de la crise sanitaire et malgré la hausse en Asie (Figures II-1 et II-2). Mais, c'est avant tout la Chine qui a tiré presque seule ce développement et reste de loin le premier producteur mondial avec 1,05 milliard de tonnes, affichant une hausse de 5,2% par rapport à 2019, a indiqué l'Association mondiale de l'acier (WSA) dans un communiqué [2]. Sa part de la production mondiale a encore augmenté pour atteindre 56,7% du total (803,8 Mt en 2015).



Figure II-1. La production mondiale d'acier brut en 2020 : répartition géographique [2].

Cette augmentation de la production chinoise a soutenu la croissance de l'Asie (+1,5%, 1,37 milliard de tonnes), malgré les baisses enregistrées en Inde (-10,6%), le deuxième producteur mondial, et au Japon (-16,2%) le troisième producteur. L'Union européenne a vu sa production d'acier chuter de 11,8% l'an dernier, à 138,8 millions de tonnes (Mt). La production d'acier en Amérique du Nord a aussi plongé de 15,5% en 2020, en particulier aux États-Unis, en recul de 17,2% (72,7 Mt). Inversement, du côté de la CEI (Russie et pays voisins), l'année 2020 a été en hausse avec une production en croissance de 1,2% à 102 Mt, essentiellement soutenue par la Russie (+2,6% à 73,4 Mt). Il faut noter que la WSA, qui compte des membres dans tous les grands pays producteurs, estime représenter environ 85% de la production mondiale d'acier [2]. L'Algérie occupe la 33^{eme} place dans ce classement

avec une production estimée de 4 Mt en 2020 contre la 43^{eme} place occupé en 2019 avec une production de 2,4 Mt.



Figure II-2. La production mondiale d'acier entre Décembre 2019 et Mai 2021 [2].

La production mondiale d'acier brut pour les 64 pays déclarants à l'Association mondiale de l'acier (worldsteel) était de 174,4 millions de tonnes (Mt) en mai 2021, soit une augmentation de 16,5 % par rapport à mai 2020 [2].

II.2. Processus technologique industriel de fabrication :

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

- La filière intégrée, qui transforme le minerai de fer, sa matière première, en acier, en passant par la fonte produite dans les hauts fourneaux, puis convertie en acier par affinage a l'oxygène.
- La filière préréduction, où le minerai de fer est réduit dans un réacteur solide-gaz à contrecourant par du gaz naturel reformé en gaz de synthèse produit dans le procédé (procédés MIDREX ou HyL, dénommé maintenant ENERGIRON). Le produit obtenu est du fer sous forme de préréduit solide en boulettes (DRI, Direct Reduced Iron) ou en briquettes (HBI, Hot Briquetted Iron), qui est fondu ensuite dans un four électrique à arc, mais aussi en partie exporté comme produits intermédiaires, dont il existe aussi un marché (1,183 Mt en 2014). 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. La production mondiale était en 2014 de 73,1 Mt de DRI, soit environ 4,3% de la production mondiale [1]. Le tableau ci-dessous présente l'évolution de la production mondiale par le procédé DRI entre 2016 et 2020 où l'Algérie occupe la deuxième place en Afrique après l'Egypte.

Tableau II-1. Production du Fer par DRI de 2016 à 2020 [3].

million tonnes

	2016	2017	2018	2019	2020
Germany	0.6	0.6	0.6	0.5	0.5
Sweden	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
European Union (28)	0.7	0.7	0.7	0.6	0.6
Russia	5.8	7.2	7.9	8.0	8.5
Canada	1.4	1.6	1.7	1.4	1.2
Mexico	5.3	6.0	6.0	6.0	5.2
United States	1.8	3.0	3.4	3.2 ⁽⁴⁾	3.5
USMCA	8.5	10.6	11.0	10.7	9.8
Argentina	0.8	1.2	1.6	3,4	0.5
Peru	0.0	14 A.	2	1	2
Trinidad and Tobago	1.5	1.6	1.7	1.9	1.5
Venezuela	0.7	0.5	0.4	0.4	0.3
Central and South America	3.0	3.3	3.7	3.4	2.3
Algeria	-	-	0.1	1.5	2.2
Egypt	2.6	4.7	5.8	4.4	4.8
Libya	0.7	0.6	0.6	0.9	0.8
South Africa	0.7	0.9	0.8	0.7	0.2
Africa	4.0	6.2	7.3	7.5	8.0
Bahrain	1.3	1.3	1.6	1.5%	1.5
Iran	16.0	19.4	25.7	28.5	30.2
Oman	1.4	1.5	1.5	1.8	1.8
Qatar	2.5	2.5	2.5	2.4	0.8
Saudi Arabia	5.9	5.7	6.0	5.8	5.2
United Arab Emirates	3.5	3.6	3.8	3.7	3.0
Middle East	30.6	34.1	41.2	43.6	42,4
India	24.6	29.5	34.2	36.8	33.6
Indonesia	÷.	0.0	0.2	0.1	0.2
Malaysia	0.7	0.6	0.7	0.6%	0.6
Asia	25.2	30.1	35.2	37.5	34.3
World	77.9	92.2	106.9	111.3	106.0

🕪 = estimate

Ce processus technologique industriel est constitué de trois étapes principales : la réduction directe de l'oxyde de fer qui passe au fer métallique. À l'aciérie électrique et aux laminoirs, le Fer métallique subit une transformation principalement physique (Figure II-3). Parmi les procédés DRI, les fours à cuve représentent plus de 82 % de la production mondiale de fer DRI. Les deux principaux procédés étant MIDREX (65%), comme le montre la Figure II-4 et HYL-ENERGIRON (17%).



Figure II-3. Processus Industriel [4].

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

- Le four à cuve où le minerai de fer est réduit
- Le reformeur qui génère le gaz de réduction envoyé dans le four à cuve.



Figure II-4. Schéma du procédé MIDREX [4].

II.3. Principe de la réduction directe :

Ces dernières années, on constate la croissance des capacités de la production mondiale des minerais de fer réduits à l'état solide (qui a pratiquement lieu en dessous de 1000 à 1100 °C), c'est-à-dire des DRI (Direct Reduced Iron) et les HBI (Hot Briquetted Iron). L'essentiel de cette expansion se fait dans les pays en développement. On note aussi le rôle prépondérant des procédés de réduction par le gaz naturel, par rapport à la réduction par le charbon et par voie de conséquence, le développement de la réduction directe dans les pays où le gaz naturel est abondant et bon marché comme notre pays. À côté des procédés devenus maintenant classiques, c'est-à-dire basés sur le gaz naturel et le four à cuve (MIDREX et HYL), on constate qu'il y a toujours des activités de recherches et développement, mais plus pour améliorer les procédés existants que pour créer de nouveaux procédés.

Cette réduction (désoxydation des minerais de fer) doit être examinée des quatre points de vue suivants :

II.3.1. Aspects stœchiométriques :

Les aspects stœchiométriques des réactions chimiques correspondantes, qui vont donner les besoins théoriques de tous les réactifs et, notamment, des agents réducteurs. Les minerais et fondants ne contiennent, en général, le fer que sous forme d'hématite Fe₂O₃ ou de magnétite Fe₃O₄; FeO est, en général, combiné en carbonate ou silicates (Tableau II-2).

Oxyde	Composition (%/t)	Oxygène contenu (t/t de fer)
Fe ₂ O ₃	Fe : 69,94 O : 30,06	0,430
Fe ₃ O ₄	Fe : 72,36 O : 27,64	0,382
FeO	Fe : 77,73 O : 22,27	0,286

Tableau	II-2.	Principaux	oxvdes	de fer	[5].
I upicuu		1 morpaux	ongaes	40 101	L~ J.

Les réactions, très élémentaires, sont indiquées aux Tableaux II-3 et II-4 ; elles montrent combien il faut de réducteur pour réduire le minerai de fer. La réduction n'est, en général, pas complète, ce qui fait que l'on parle de préréduction et l'on définit souvent :

- Un degré de réduction $R : R = \frac{\text{oxygène éliminé}}{\text{oxygène total lié au fer avant la réduction}}$
- Ou un **degré de métallisation** $M: M = \frac{\text{Fe présent à l'état métal Fe(0)}}{\text{Fe total dans le minerai réduit}}$

Tableau II-3. Données stœchiométriques sur la réduction des minerais de fer par les gaz [5].

Réaction considérée	Besoin stœchiométrique (1)		
$Fe_2O_3 + 3H_2 \rightarrow 2Fe + 3H_2O$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	3/2 mole de H ₂ (3 g) 0,053 7 t de H ₂ soit 602 Nm ³	
$Fe_3O_4 + 4H_2 \rightarrow 3Fe + 4H_2O$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	4/3 mole de H ₂ (2,666 g) 0,048 t de H ₂ soit 535 Nm ³	
$FeO + H_2 \rightarrow Fe + H_2O$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	1 mole de H ₂ (2 g) 0,036 t de H ₂ soit 401 Nm ³	
$Fe_2O_3 + 3 CO \rightarrow 2 Fe + 3 CO_2$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	3/2 mole de CO (42 g) 0,752 t de CO soit 602 Nm ³	
$Fe_3O_4 + 4 CO \rightarrow 3 Fe + 4 CO_2$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	4/3 mole de CO (37,333 g) 0,668 t de CO soit 535 Nm ³	
$FeO + CO \rightarrow Fe + CO_2$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	1 mole de CO (28 g) ∫ 0,501 t de CO ∫ soit 401 Nm ³	

Tableau II-4. Données stœchiométriques sur la réduction des minerais de fer par les gaz [5].

Réaction considérée	Besoin stœchiométrique						
$Fe_2O_3 + 3 C \rightarrow 2 Fe + 3 CO$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	3/2 mole d'atome de C (18 g) 0,322 t de C					
$Fe_3O_4 + 4 C \rightarrow 3 Fe + 4 CO$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	4/3 mole d'atome de C (16 g) 0,286 t de C					
$\rm FeO + C \rightarrow Fe + CO$	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	1 mole d'atome de C (12 g) 0,215 t de C					
Fe_2O_3 + 3/2 C \rightarrow 2 Fe + 3/2 CO ₂	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	3/4 mole d'atome de C (9 g) 0,161 t de C					
Fe_3O_4 + 2 C \rightarrow 3 Fe + 2 CO ₂	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	2/3 mole d'atome de C (8 g) 0,143 t de C					
FeO + 1/2 C \rightarrow Fe + 1/2 CO ₂	Pour 1 mole d'atome de Fe (55,85 g) Pour 1 t de Fe	1/2 mole d'atome de C (6 g) 0,107 5 t de C					

II.3.2. Aspects thermochimiques :

Les aspects thermochimiques de ces mêmes réactions, qui vont conduire aux bilans énergétiques théoriques. Ces diverses réactions se traduisent par des apports d'énergie très différents selon les cas, comme le montre le Tableau II-5.

Réaction considérée	Effet thermochimique				
$Fe_2O_3 \rightarrow 2 Fe + 3/2 O_2$	Δ H ^o à 25 °C = 5,169 MJ/kg de Fe ₂ O ₃ soit 7,390 MJ/kg de Fe ou 7 390 MJ/t de Fe (soit 1 766 th/t de Fe)				
$Fe_2O_3 + 3 H_2 \rightarrow 2 Fe + 3 H_2O$	Δ H° à 25 °C = 866 MJ/t de Fe (soit 207 th/t de Fe)				
$Fe_2O_3 + 3 CO \rightarrow 2 Fe + 3 CO_2$	Δ H° à 25 °C = – 209 MJ/t de Fe (soit – 50 th/t de Fe)				
$Fe_2O_3 + 3 C \rightarrow 2 Fe + 3 CO$	Δ H° à 25 °C = 4 425 MJ/t de Fe (soit 1 058 th/t de Fe)				
$\mathrm{Fe_2O_3}+3/2\ \mathrm{C}\rightarrow 2\ \mathrm{Fe}+3/2\ \mathrm{CO_2}$	Δ H° à 25 °C = 1 872 MJ/t de Fe (soit 447 th/t de Fe)				

Tableau II-5. Données thermochimiques sur la réduction des minerais de fer [5].

On en retiendra que la désoxydation des oxydes de fer est fortement endothermique, il en est de même, si l'on effectue cette réduction par le carbone et 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.

II.3.3. Aspects thermodynamiques :

Ce sont les équilibres qui s'établissent dans la réduction des oxydes de fer par les gaz. La réduction de ces oxydes a fait l'objet de nombreux travaux et les équilibres auxquels conduit cette réduction, dans le cas où l'on utilise des gaz, peuvent être représentés par les diagrammes de la Figure II-5 qui montrent les domaines de stabilité du fer métal et des divers oxydes.





II.3.4. Aspects cinétiques :

Les réactions de réduction des oxydes de fer sont des réactions de réduction d'un solide par un gaz. La cinétique des réactions pertinentes pour la réduction directe du fer dépend fortement de l'espèce chimique utilisée pour la réduction, de la configuration particulière du four et de la structure du minerai de fer fourni au système (Figure II-6).



Figure II-6. Processus théorique de réduction en lit fluidisé en deux étapes [6].

Dans le cas de la réduction par le gaz, les trois principaux paramètres étudiés sont les caractéristiques du minerai de fer, la température et la pression.

• Les caractéristiques du minerai de fer :

Suivant les procédés ; ce peut être du minerai calibré, des agglomérés tels que des boulettes, des fines, plus spécialement dans les procédés de fluidisation. On devine tout de suite les différences qui peuvent en résulter pour des comportements à la réduction, c'est-à-dire ce que l'on appelle souvent la réductibilité de ces divers types de minerais de fer. Cette réductibilité est influencée, en particulier, par la granulométrie du minerai, la porosité ou la surface spécifique, la minéralogie : Fe₃O₄, Fe₂O₃ ou même FeO(OH) ne sont pas réduits de la même façon, les constituants de la gangue, tels que la silice, l'alumine, la calcite, etc. ; ils interviennent sur le phénomène : la silice, en particulier, peut conduire à la formation de silicate de fer qui modifie les équilibres.

• La pression

Il paraît, en règle générale, très intéressant de l'augmenter. Cette règle doit être tempérée par les possibilités des différents procédés et les dessins des réacteurs correspondants, qui ne permettent pas toujours d'opérer à la pression souhaitée. Des complications sous l'effet de la température, de la pression et de la composition des gaz peuvent résulter de l'évolution du solide au cours de la réduction. En effet, la nature de la couche de fer produite au cours de la réduction peut être très poreuse et très perméable au gaz ou à l'inverse, constituer une barrière, un blindage imperméable qui empêche toute diffusion des gaz.

• La température

Il est généralement intéressant de l'augmenter dans des procédés industriels de réduction des minerais de fer, tout au moins dans la mesure où cela est compatible avec les autres contraintes techniques ou technologiques et notamment avec les dangers de collage et de ramollissement de la charge. La Figure II-6 donne des courbes de réduction typiques pour différentes températures.



Figure II-7. Influence de la température sur la réduction de boulettes de wüstite par l'hydrogène [5].

II.4. Description du processus industriel

II.4.1. Unité de réduction directe :

Dans le processus de réduction directe, des pellets d'oxyde de fer en vrac sont réduits (l'oxygène est enlevé) en fer métallique à l'état solide par un gaz réducteur. Le minerai de fer

est sous forme d'hématite Fe_2O_3 ou de magnétite Fe_3O_4 . Le gaz réducteur est composé d'hydrogène et de monoxyde de carbone qui est lui-même fabriqué par reformage du gaz naturel. Les températures de transformation sont proches à 1000°C. Il en résulte un produit solide que l'on appelle éponge de fer ou DRI.

Le minerai est introduit par le haut dans un four de forme cylindrique (Shaft), revêtu de 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 froid (comme CDRI) et qui sera stocké dans un four d'aciérie électrique (EAF) voisin pour une utilisation ultérieure. Il peut également être déchargé à chaud et alimenter une machine de briquetage pour la production de fer briqueté à chaud (HBI, Hot Briquetted Iron), ou bien alimenter à chaud un four à arc électrique (EAF).



Figure II-8. Procédé de réduction [7].

Le gaz sortant par le haut du four à cuve et après lavage et élimination éventuelle du CO₂ est recyclé. Une partie de ce gaz est utilisé comme gaz combustible et l'autre partie est mélangée avec du gaz naturel et alimente le reformeur. C'est une chambre revêtue de réfractaire contenant des tubes en alliage remplis de catalyseur. Le gaz est chauffé et reformé lorsqu'il traverse les tubes. Le gaz reformé, un syngaz contenant 88 à 92% de H₂ et de CO, est

ensuite introduit dans le four à cuve comme gaz réducteur, Dans le procédé MIDREX, la chaleur est produite en plusieurs endroits par combustion du gaz naturel. Le four à cuve luimême est chauffé par les gaz réducteurs, ce qui impose de faire circuler un débit suffisant dans le système, 4 à 5 fois le débit stœchiométrique nécessaire à la réduction. Il y a notamment un important système de récupération de chaleur en amont de reformeur. Une partie de la chaleur sensible du gaz de combustion du reformeur est récupérée pour préchauffer le mélange de gaz d'alimentation, l'air de combustion du brûleur et l'alimentation en gaz naturel.

II. 4.2. Aciérie électrique :

L'aciérie électrique est un outil de production d'acier liquide à partir du DRI produit dans l'unité de réduction directe qu'on l'ajoute une quantité de la ferraille (<20%). Le four de fusion est constitué d'une cuve d'acier garnie de réfractaires, et l'énergie nécessaire à la fusion des sources de fer (DRI) est fournie sous forme d'énergie électrique aux moyens d'arcs qui jaillissent entre plusieurs électrodes de graphite et la charge métallique.



Figure II-9. Représentation schématique du four à arc électrique [8].

Après avoir chargé la ferraille et les boulettes de Fe dans le four, un arc électrique à forte puissance est produit pour émettre la chaleur nécessaire afin de fondre le métal et de le convertir en acier de haute qualité. Une forte tension électrique est appliquée entre les électrodes de graphite et le métal, faisant jaillir un arc. La température engendrée par l'arc dépasse 1800°C et peut atteindre jusqu'à 3600°C. Une zone plus froide peut persister entre les électrodes. Cette zone est généralement chauffée par des brûleurs de gaz ou par un brassage électromagnétique du métal en fusion. Les câbles électriques, l'enveloppe, le toit et certains

éléments sont refroidis à l'eau ou à l'aide d'un autre fluide caloporteur. À la fin de chaque cycle de production, l'acier liquide issu du four subit ensuite les mêmes étapes d'élaboration : affinage et mise en forme de l'acier par métallurgie secondaire, coulée continue et enfin laminage. Cette unité est composée d'un parc à ferraille, deux fours de fusion, des poches de coulée, deux fours poches, deux installations de traitement en poche et deux coulée continue de billettes.

II. 4.3. Laminage à chaud

Le laminoir est composé de plusieurs cages avec des cylindres entre lesquels passe le métal qui y subit un écrasement progressif. Les cylindres tournent en sens inverses et sont groupés par paires. La mise en forme de l'acier se fait par un laminage qui consiste en une série d'opérations transformant les billettes obtenues par coulée en produits de formes et de dimensions déterminées. Avant le laminage les billettes doivent être réchauffées dans un four. Le laminage s'effectue à l'état austénitique particulièrement malléable. Le dégrossissage a lieu entre 1100°C et 1200 °C et la finition peut se faire à des températures descendant jusqu'à 800 °C.

Références

- 1. J. Birat, Principaux produits sidérurgiques, réf. M7020, Techniques de l'Ingénieur (2017).
- 2. https://www.worldsteel.org/media-centre/press-releases/2021/may-2021-crude-steel-production.html.
- https://www.worldsteel.org/media-centre/press-releases/2021/world-steel-in-figures-2021.html.
- 4. Documentation interne de l'entreprise, Algerian Qatari Steel.
- 5. J. Astier, Réduction directe, Réf : M7580 v4, Techniques de l'Ingénieur (2005).
- 6. Battle, T., Srivastava, U., Kopfle, J., Hunter, R., & McClelland, J. (2014). The direct reduction of iron. In *Treatise on process metallurgy* (pp. 89-176). Elsevier.
- 7. Hamadeh, H. (2017). Modélisation mathématique détaillée du procédé de réduction directe du minerai de fer (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).
- Postiglione, G. (2006). Nouvelle alimentation pour les fours à arc à courant alternatif (Doctoral dissertation).

Chapitre III

Description du procédé d'élaboration de l'acier à Bellara

III.1. Introduction

L'AQS commercialise une large gamme de produits sidérurgiques acier en quantité et en qualité, à une fiabilité supérieure conforme aux exigences normatives et aux exigences légales et réglementaires. Trois type de produits sont fabriques au niveau du complexe de Bellara :

• **Billette :** La billette ou stell billet est un produit semi-fini de section 150×150 mm et de longueur de 12 m obtenus par le processus de coulée continue destiné à la fabrication de rond à béton et de fil machine et sa fabrication se base sur le principe du laminage à chaud. Sa section est généralement carrée, parfois rectangulaire ou ronde. Son laminage ou extrusion permet d'obtenir des produits longs métalliques de faibles section (fil métalliques, barres, profilés...).



Figure III-1. Billettes.

La composition chimique de la nuance des billettes de grade (MS-fe500) référence (ISO 6935-2:2019) destiné à la fabrication de rond à béton est:

Tableau III-1 : La composition chimique de la nuance des billettes selon la norme ISO 6935-2:2019.

Elément (%)	С	Si	Mn	Р	S	Ni	Cr	Мо	Cu	V	Pb	N ppm	Ceq
Min	0,19	0,15	0,6	* *	*	*	*	*	*	*	*	*	0,30
Max	0,22	0,30	0,8	0,045	0,03	0,15	0,25	0,1	0,2	0,001	0,05	120	0,45
Aim	0,20	0,20	0,66	<0,025	<0,02	0,05	0,1	0,01	0,1	< 0,005	<0,005	<90	0,35
$C_{eq} = C + Mn/6 + (Cr+Mo+V)/5 + (Ni+Cu)/15 \le 0.5\%.$

La présente partie de la norme ISO 6935 spécifie les exigences techniques relatives aux barres à verrous utilisées pour l'armature du béton, applicable pour les livraisons de produits sous forme de barres, bobines et produits de bobines redressées. Ceci inclue les aciers soudables et non soudables Cette partie de la norme ISO 6935 couvre des produits livrés en longueurs droites ou en couronnes. Le processus de fabrication est laissé au choix du producteur. Les barres à verrous fabriquées à partir de produits finis, tels que plaques et rails de chemins de fer, sont exclues.

• Fil machine : Il est obtenu par laminage à chaud de billettes. C'est un produit long semifini de section circulaire présenté en bobines de diamètre variant entre de 5.5 mm à 14 mm de haute qualité. Le fil machine, à la différence des autres produits sidérurgiques, a différentes utilisations commerciales en fonction de sa composition chimique. Il est utilisé pour la réalisation de tréfilé soudés pour le domaine de la construction et les fils tréfilés (nus, recuits, revêtus) et une variété très large de produits tels que ressorts, grillages, chaines, vis.



Figure III-2. Fil a machine.

• Rond à béton

Les Ronds à béton ou "armatures pour béton armé" sont des ronds lisses ou crénelés destinés à la fabrication d'armatures pour béton. La surface de ces armatures présente des aspérités en saillies inclinées par rapport à l'axe de la barre qui sont destinées à favoriser l'adhérence des armatures au sein du béton. La résistance d'un élément en béton armé et la maîtrise de la fissuration supposent que l'acier ne puisse pas glisser à l'intérieur du béton, c'est-à-dire qu'il y ait adhérence parfaite entre les deux matériaux. Le produit rond à béton

soudable de nuance RB 500 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). Une gamme large de diamètres : 8, 10, 12, 14, 16, 20, 25, 32, 40 mm et de longueur de 12 m est fabriqué à l'AQS. Un marquage spécifique à AQS est gravé sur les barres comme on peut le voir sur la figure ci-dessous.



Figure III-3. Rond à biton AQS [1].

III.2. Processus d'élaboration de l'acier au niveau de l'aciérie électrique :

III.2. 1. Description générale de procédé

La fusion directe de matériaux contenant du fer, comme de la ferraille, est normalement faite dans des fours à arc électrique, qui jouent un rôle important, et en augmentation, dans les aciéries modernes. Le four fait fondre et raffine une charge de ferraille pour donner des aciers au carbone, aciers alliés et de l'inox dans des aciéries non intégrées (acier secondaire). L'emploi de fours à arc électrique dans la production d'acier présente trois bénéfices majeurs : un coût en capital plus faible pour l'aciérie, un besoin énergétique significativement plus bas pour les aciéries intégrées par rapport à la méthode four à coke/ haut fourneau/ convertisseur à oxygène, et l'absence de la nécessité d'utiliser des fours à coke.

L'élaboration de l'acier dans un four à arc électrique consiste en le chargement, la fusion, l'affinage, le décrassage et la coulée de la ferraille. En plus des ferrailles d'acier, la charge peut inclure de la fonte brute et des éléments nécessaires pour les alliages. Pendant que les ferrailles d'acier sont fondues, de la ferraille additionnelle peut être ajoutée dans le four. Le four à arc électrique produit de la chaleur en faisant passer un courant électrique entre les électrodes à graphites, à travers la charge dans le four. Cette énergie est complétée par du gaz naturel, de l'oxygène et d'autres combustibles. D'autres technologies utilisées pour la fusion

de matériaux à base de fer sont les fours cubilots (chaud et froid), les fours à induction, et les hauts fourneaux.

En étudiant le fonctionnement de l'aciérie, on peut distinguer trois niveaux dont les opérations principales sont : La fusion de la charge dans le four à arc électrique, l'affinage dans le Four d'affinage en poche (LRF) et la coulée continue dans la machine de coulée continue.

III.2.2. Four à arc électrique (EAF pour Electric Arc Furnace) :

Un four à arc électrique est une cuve cylindrique, 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, qui sont couverts pour minimiser la perte de chaleur. Les électrodes peuvent également être équipées de systèmes de refroidissement à l'eau.

C'est est un outil de fusion destiné à fondre un métal primaire qui est de la ferraille, mais qui peut être des minerais pré-réduits. Le four à arc est un système électrothermique utilisant l'énergie fournie par un arc électrique pour chauffer une charge. Les fours à arc sont utilisés presque exclusivement pour la fabrication d'acier à partir d'une charge métallique où les arcs se développent entre chacune des trois électrodes en graphite et le métal, ce dernier fond par attaque directe des arcs qui creusent des puits dans la charge métallique solide.



Figure III-4. Four à arc électrique (EAF pour Electric Arc Furnace) [1].

L'emploi de fours à arc électrique dans la production d'acier présente trois bénéfices majeurs : un coût en capital plus faible pour l'aciérie, un besoin énergétique significativement

plus bas pour les aciéries intégrées par rapport à la méthode four à coke/haut fourneau/convertisseur à oxygène, et l'absence de la nécessité d'utiliser des fours à coke.

L'élaboration d'acier à partir de four à arc électrique est un procédé discontinu dynamique, avec des intervalles entre deux coulées d'acier d'une heure ou moins pour la fusion, sauf pour la production d'acier inoxydable et d'aciers spéciaux. Le procédé évolue constamment, depuis l'enlèvement de la voûte du four pour charger les ferrailles d'acier, jusqu'à la fusion de la ferraille, avec les émissions venant des contaminants dans la ferraille tels que des huiles et des plastiques, jusqu'à l'affinage, et enfin jusqu'à la coulée de l'acier. Les conditions à l'intérieur du four à arc électrique, et les processus de combustion, varient tout au long du cycle de production de chaleur.

Au cours des dernières années, davantage de fours à arc électrique nouveaux et existants ont été équipés d'un système pour le préchauffage de la ferraille par les gaz émis, afin de récupérer l'énergie. La technologie dite « par tunnel » et le procédé Consteel, sont les deux systèmes éprouvés qui ont été introduits. Certains fours à arc électrique utilisent également un système de pulvérisation d'eau, ou de refroidissement par évaporation, pour refroidir les gaz chauds produits, et certains fours utilisent des échangeurs thermiques en amont du dispositif de contrôle des émissions. Les fours peuvent être équipés de dispositifs de contrôle de la pollution de l'air par voie sèche, quasi-humide ou humide.

III.2.3. Four d'affinage en poche (LRF pour Ladle Refining Furnace) :

Le four d'affinage en poche est installé dans l'aciérie électrique dans le but d'élaborer des aciers de hautes qualités. Ces dernières années, on a beaucoup parlé de l'efficacité du Ladle Refining Furnace (LRF) dans la production d'acier de construction. En fait, bien qu'il ne s'agisse en aucun cas d'une nouvelle technologie, elle a récemment trouvé plus de faveur auprès des fabricants d'acier, comme l'AQS, qui ont adopté ce procédé de LRF avec plus d'enthousiasme. Les raisons de la popularité croissante du four de raffinage de poche sont liées au procédé de fabrication. En effet, une fois que l'acier est fabriqué dans le four à arc, il est transféré dans la poche pour un affinage supplémentaire, un ajustement chimique, des modifications d'inclusion, etc. Tous ces traitements sont effectués à la poche. De la chaleur supplémentaire est nécessaire pour effectuer ces opérations. La poche est donc munie d'une source de chaleur qui chauffe le métal liquide et compense les pertes thermiques. Ainsi, le four dans lequel la qualité de l'acier liquide est améliorée par affinage et chauffage est appelé four d'affinage en poche. Dans le domaine de « Procédés de Métallurgie », l'affinage de l'acier en poche est également appelé « Métallurgie secondaire ».

Le soufre (S) et le phosphore (P) sont deux éléments cruciaux de l'acier dont les proportions doivent être contrôlées pour fabriquer un acier de haute qualité. Ces deux éléments, s'ils sont présents dans des proportions plus élevées, réduisent la ductilité de l'acier et créent des inclusions. Avec l'aide de LRF, l'acier est affiné en termes de S et P. De plus, le traitement LRF aide à faire flotter les inclusions dans l'acier et à éliminer les gaz dissous. L'acier liquide est brassé dans la poche par bullage pour amorcée les réactions, en réalise ainsi en même temps l'homogénéisation de la température et le control de la composition chimique. Toutes ces opérations permettent de produire des barres/aciers de meilleure qualité qui sont principalement nécessaires pour les projets d'infrastructure à grande échelle.



Figure III-5. Four d'affinage en poche.

Le processus d'acier affiné LRF est efficace pour fabriquer de l'acier de qualité supérieure via :

- Désulfuration de l'acier
- Élimination des inclusions d'oxyde pour rendre l'acier plus propre
- Homogénéisation de la température ainsi que de la composition de l'acier en fusion par agitation douce
- Dégazage de l'acier par purge de gaz inerte pour atteindre une faible teneur en gaz (oxygène, azote et hydrogène)
- Économie sur la consommation de ferro-alliages grâce à une meilleure récupération et au maintien de la composition dans une plage étroite
- Améliorer l'affinement des grains dans la microstructure

- Augmentation de la productivité car le four de fusion se vide plus tôt à basse température
- Agir comme un tampon en maintenant l'acier en fusion pour le séquençage entre le four et la coulée continue.

À l'heure actuelle, le LRF est le procédé le plus efficace pour produire de l'acier de construction de haute qualité lorsque le minerai de fer est utilisé comme matière première. C'est la méthode idéale pour fabriquer de l'acier de haute qualité pour la production de barres de qualité "D".



Figure III-6. Réactions chimiques lors de l'affinage [2].

III.2.4. La machine de coulée continuée (CCM pour Continuous Casting Machine) :

La fabrication de l'acier passe par un certain nombre d'étapes allant du minerai de fer brut ou de ferraille de recyclage, a de l'acier prêt à être utilisé dans différents secteurs industriels (bâtiments, voitures, ...). Le procédé le plus répandu qui permet de passer de l'acier liquide a un bloc d'acier solide, s'appelle la coulée continue (Figure III-7.a).

La machine de coulée a pour fonction première et essentielle de faire passer le métal de l'état liquide à l'état solide dans un format défini à partir des capacités de mise en forme des laminoirs aval : le produit obtenu devra présenter une qualité de surface et une qualité interne suffisantes pour ne pas poser trop de problèmes dans les processus ultérieurs de mise en forme puis lors de la mise en œuvre finale du matériau. La machine est composée d'un moule sans fond en cuivre appelé Lingotière (repère N°3 sur la Figure III-7.b). Elle sert à solidifier l'acier a son contact. Pour cela, elle est parcourue par un réseau de canaux dans lesquels circule de l'eau afin de la refroidir en permanence. L'acier liquide est injecté par le haut de la lingotière par la busette (repère N°1). Au contact de la paroi de la lingotière, la température de l'acier liquide diminue ce qui entraine sa solidification. Cette solidification se propage donc de la paroi des lingotières vers le cœur du produit et l'épaisseur solide est proportionnelle au temps de séjour dans la lingotière. Par conséquent, comme l'acier avance dans la lingotière et que celle-ci est refroidie, l'épaisseur solidifiée est plus importante en bas qu'en haut de la lingotière. L'acier se trouvant au centre du produit reste liquide.

Un ensemble de rouleaux dit "rouleaux extracteurs" (repère N°2) permet de guider et de tirer sur le produit partiellement solidifié par le bas de la lingotière pour l'extraire en continu. Un refroidissement par pulvérisation d'eau sur la surface de l'acier permet de terminer la solidification. A l'extrémité de la machine, le produit est découpé en morceaux selon la taille voulue [3].

Alors que le produit avance en continu entre les rouleaux, la lingotière est pourvue d'un mouvement oscillatoire vertical. Ce mouvement est là pour faciliter la lubrification et pour recoller les déchirures éventuelles de la peau lors des collages. Afin de faciliter l'extraction du produit, de limiter les collages et d'isoler thermiquement le ménisque (surface libre de l'acier liquide repéré par le N°5 sur la Figure III-7.b), un lubrifiant en poudre est déposé à la surface libre de l'acier en haut de la lingotière (repère numéro N°4). Il permet ainsi de faire barrage entre l'air et l'acier liquide, limitant l'oxydation du métal et la formation d'inclusion non métallique. Au contact de l'acier, le lubrifiant se liquéfie et s'introduit entre la lingotière et la peau solide.

La découpe à longueur du produit se fait le plus souvent au chalumeau (chalumeau à poudre dans le cas des aciers inoxydables) ; il peut se faire à la cisaille sur des produits de faible section. L'aval de la machine peut être organisé différemment selon la nature, le format, les exigences de qualité de surface des produits coulés :

- Ateliers de parachèvement (scarfing ou meulage) pour une partie de la production.
- Refroidissement contrôlé sous capots pour certaines nuances sensibles à la tapure.

Enfournement chaud directement dans le four de réchauffage du laminoir pour maximiser les économies d'énergie et régulariser les flux de production.



Figure III-7. a) La machine de coulée continuée, b) Schéma de principe de la coulée continue [3,4].

III.3. Laminage :

La mise en forme de l'acier se fait par un laminage qui consiste en une série d'opérations transformant les billettes obtenues par coulée en produits longs, de formes et de dimensions déterminées. Avant le laminage les billettes doivent être réchauffées dans un four. Le laminage s'effectue à l'état austénitique particulièrement malléable. Le dégrossissage à lieu entre 1100°C et 1200 °C et la finition peut se faire à des températures descendant jusqu'à 800 °C.

III.4. Influence des additifs sur les propriétés mécaniques de l'acier :

III.4.1. Phosphore (P)

Bien qu'il augmente la résistance à la traction de l'acier et améliore l'usinabilité, il est généralement considéré comme une impureté indésirable à cause de son effet fragilisant. L'effet de l'élément phosphore aura divers effets sur l'acier en fonction de la concentration. La quantité maximale de phosphore dans l'acier de qualité supérieure est entre 0,03 et 0,05 %.

III.4.2. Soufre (S)

Le soufre est normalement considéré comme une impureté et a un effet sur les propriétés d'impact lorsqu'un acier est riche en soufre et faible en manganèse. Le soufre améliore l'usinabilité mais diminue la ductilité transversale et ténacité aux chocs entaillés et a peu d'effets sur les propriétés mécaniques longitudinales.

III.4.3. Silicium (Si)

Le silicium est l'un des principaux désoxydants de l'acier. Le silicium aide à éliminer les bulles d'oxygène de l'acier fondu.

III.4.4. Carbone(C)

Le carbone est un élément essentiel pour durcir l'acier. Le domaine des aciers est limité à moins de 2 %. Au-delà de 0.6 % de carbone, on atteint la zone des aciers à outils caractérisée par de hauts niveaux de dureté et qui correspond au domaine des aciers de travail à froid des aciers à coupe rapide. L'augmentation progressive de la teneur en carbone conduit à une réduction des domaines de température correspondant à la transformation à chaud et au traitement thermique.

III.4.5. Aluminium(Al)

L'aluminium a été, jusqu'à présent peu ajouté dans les aciers à outils en raison de son rôle néfaste sur les propriétés de mise en œuvre telles que la transformation á chaud, l'usinabilité et l'aptitude á la rectification, ainsi que sur les caractéristiques de ténacité et de trempabilité. Toutefois, les progrès réalisés dans les modes d'élaboration permettent d'envisager des additions importantes (supérieures ou égales á 1 %) dans certains aciers à haute teneur en carbone. Cette addition d'aluminium entraîne des effets remarquables sur l'évolution des microstructures au cours des cycles thermiques.

III.4.6. Cuivre (Cu) :

Le plus souvent trouvé comme agent résiduel dans les aciers, le cuivre est également ajouté pour produire des propriétés de durcissement, précipitation et augmenter la résistance à la corrosion.

III.4.7. Manganèse (Mn) :

Le manganèse a tendance à augmenter le taux de pénétration du carbone pendant la carburation et agit comme un agent désoxydant doux. Pourtant quand trop de carbone et trop de manganèse accompagnent chacun d'autres, la fragilisation s'installe. Le manganèse est capable de former avec du soufre le sulfure de manganèse (MnS), ce qui est bénéfique pour usinage. En même temps, il contrecarre la fragilité de soufre et est bénéfique pour la finition

de surface de l'acier au carbone. Pour le soudage, le rapport manganèse/soufre doit être d'au moins 10 à 1. Une teneur en manganèse inférieure à 0,30 % peut favoriser la porosité interne et la fissuration dans le cordon de soudure, fissuration peut également se produire si la teneur est supérieure à 0,80%. Acier à faible rapport de sulfure de manganèse peut contenir du soufre sous forme de fer Sulfure (FeS), qui peut provoquer des fissures dans la soudure.

III.4.8. Nickel (Ni) :

Le nickel a un comportement semblable au manganèse. Son intérêt fondamental est qu'il abaisse notablement la température des points critiques. Cet abaissement est beaucoup plus grand au refroidissement qu'à l'échauffement. La séparation de la ferrite et la formation de la perlite se trouvant ainsi retardées, l'effet sur la structure est semblable à celui que produirait une augmentation de la vitesse de refroidissement dans un acier ordinaire au carbone.

Le nickel n'a qu'un effet modéré sur la trempabilité des aciers. En abaissant la température des points critiques et la vitesse critique du refroidissement, il permet une plus grande latitude les conditions du traitement thermique. On peut abaisser la température de trempe, en réduisant ainsi les possibilités de décarburation superficielle et de déformation.

Références

- 1. https://aqs.dz/produits/.
- 2. Documentation interne de l'entreprise, Algerian Qatari Steel.
- https://www.danieli.com/en/products/products-processes-and-technologies/billet-casters_ 26_87.htm.
- Bazart, L. (2014). Détection de changement de mode de fonctionnement : Application à la coulée continue de l'acier (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).

Chapitre IV

Contrôle de qualité de la matière au cours de production d'acier

IV.1. Matière première :

Les matières premières essentielles dans l'industrie de fer réduite sont les oxydes de fer sous forme de géométrique pellets (également appelées boulettes) après avoir subir une opération d'agglomération afin d'éliminer les impuretés tel-que le phosphore, soufre et l'alumine. Les pellets se présentent sous la forme de sphères de 8 à 18 mm de diamètre. Leur fabrication combine des procédés chimiques et thermiques pour enrichir le minerai en fer jusqu'à 67 %-72 % de fer, et lui donner les caractéristiques chimiques et mécaniques voulues.

L'oxyde de fer doit être contrôlé qualitativement pour assurer le bon déroulement de l'étape de la réduction directe dans le four.



Figure IV-1. Pellets d'oxyde de fer avant réduction et b) après réduction (DRI).

IV.2. Contrôle de qualité de la matière première arrivée :

La matière première est arrivée au site de stockage finale de Bellara à partir du port de Djen-Djen de Jijel, après décharge des bateaux de transports maritimes. Cette matière première est transportée pour le moment par des camions en attendant la mise en route de la ligne ferroviaire dans l'avenir proche. Au moment de déchargement, les opérateurs de contrôle qualité commencent leur travail avec l'opération d'échantillonnage en suivant des méthodes bien définis.

IV.2. 1. Echantillonnage :

C'est une opération réalisée dans la zone de stockage après chaque arrivage de la matière première afin de vérifier ces propriétés et sa composition avec le cahier de charge

établies préalablement lors de l'achat de cette matière des marchés internationaux. Le schéma ci-dessous présente un organigramme de la méthode d'échantillonnage :



Figure IV-2. Organigramme de la méthode d'échantillonnage.

IV.2. 2. Tests physiques :

Les tests physiques ont été réalisé sur un échantillon globale afin de de déterminer les spécifications de l'oxyde de fer qui sera utilisé dans la réduction :

IV.2. 2.1. Humidité :

Ce test est réalisé afin de déterminer la teneur d'eau dans la matière première. On doit appliquer une méthode de séchage pour évaporer l'eau. Pour cela, on prend une quantité initiale de l'échantillon globale d'une masse (M_1) de 2 kg et on la place dans un four à 105 ± 2 °C pendant 4 h pour s'assurer de l'élimination de l'eau absorber par la matière première. Après refroidissement, on pèse à nouveau la masse de l'échantillon finale et on le note M_2 . L'humidité est calculée donc selon la formule suivante :

Humidité (%) = $(M_1 - M_2 / M_1)*100$

La valeur moyenne de l'humidité de la matière première testé dans notre étude est de 2.2%.

IV.2.2.2. Distribution de la granulométrie :

Pour éviter l'étouffement du four, la granulométrie de l'oxyde d fer doit être connue et déterminer en pourcentage suivant la norme **ISO 4701:2019** (Iron ores and direct reduced iron-Determination of size distribution by sieving). Selon cette norme, la distribution de la

granulométrie de la matière première doit satisfaire les valeurs présentées dans le tableau cidessous :

Granulométrie		CCS	Porosité	densité	Humidité	T.I.	A.I.
(mm)	%	Kg/ Pellet	%	T/m ³	%	%	%
+16.0	7,39	298	24,35	2,33	1,09	96,7	2,93
+12.5	58,80						
+9.5	31,24						
+6.35	2,04						
+3.35	0,12						
-3.35	0,43						
<16.0 et >9.5	90,04						

Tableau IV-1 : spécification physico-chimique exigés sur la matière première.

TI : teneur en % des pellets.

AI : teneur en % des poudres.

Ces deux grandeurs représentent la teneur en % de la résistance à la compression. Ce test est réalisé sur une machine Tambler, les pellets d'oxyde rentrent dans la machine et subissent 200 cycle de compression et les granulés qui n'ont pas été cassées représentent TI et les pellets transformés en poudre représentent AI.

La matière première doit passer donc à travers un tamiseur automatique vibrant (Figure IV-3) constitué de plusieurs tamis avec différents diamètres allant de 19,5 mm jusqu'au moins de 3,3 mm. Les gros grains de plus de 19,5 mm vont rester au premier tamis et ainsi de suite.



Figure IV-3. Tamisage automatique vibrant.

Afin de calculer la distribution granulométrique des granulés, 2 kg de granulés ont été placés sur un tamis de 19,5 mm. Les résultats de tamisage des granulés de la matière première obtenus sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV-2 : re	sultat de	tamisage.
-------------------	-----------	-----------

Granulométrie (mm)	+19,0	+16,0	+12,5	+9,50	+6,30	+3,30	-3,30	<16.0 et >9.5
%	0	9	58,51	31,50	0,75	0,03	0,2	90,01

La distribution de la granulométrie de la matière première testé est conforme à la norme **ISO 4701:2019** avec 90,01 % de particules possédant une taille granulométrique entre 16 et 9,5 mm en accord avec la norme (90,04 %).

IV.2.2.3. Résistance au concassage (CCS pour compression crush strong) :

Pour assurer une bonne résistance au concassage et suivant la norme **ISO 4700**, au moins 60 pellets par échantillon global de la matière première avec des tailles allant de 9,5 à 16 mm sont testés. L'opération consiste à appliquer une force progressive à travers une presse hydraulique et de mesurer la résistance en Kg/pellet[.]



Figure IV-4. Machine de compression.

N°	CCS Kg/ Pellet	N°	CCS Kg/ Pellet	N°	CCS Kg/ Pellet	N°	CCS Kg/ Pellet	N°	CCS Kg/ Pellet	Moyenne Kg/ Pellet
1	261	13	234	25	154	37	344	49	227	
2	260	14	133	26	340	38	298	50	371	
3	299	15	250	27	345	39	219	51	338	
4	327	16	289	28	388	40	282	52	253	
5	426	17	367	29	388	41	451	53	150	
6	298	18	372	30	312	42	288	54	387	308,22
7	293	19	432	31	363	43	295	55	293	
8	447	20	351	32	301	44	407	56	291	
9	179	21	263	33	314	45	200	57	280	
10	151	22	511	34	322	46	295	58	372	
11	161	23	240	35	294	47	342	59	188	
12	337	24	216	36	554	48	243	60	237	

Tableau IV-3 : Résultat de résistances au concassage. +9,5< diamètre <12,5 mm.</th>

Tableau IV-4 : Résultat de résistances au concassage. 12,5< diamètre <16 mm.

N°	CCS	N°	CCS	N°	CCS	N°	CCS	N°	CCS	Moyenne
	Kg/ Pellet		Kg/ Pellet		Kg/ Pellet		Kg/ Pellet		Kg/ Pellet	Kg/ Pellet
1	514	13	354	25	272	37	343	49	257	
2	474	14	214	26	380	38	395	50	171	
3	293	15	461	27	288	39	339	51	404	
4	594	16	416	28	332	40	447	52	416	
5	758	17	393	29	556	41	247	53	393	200 50
6	328	18	345	30	425	42	134	54	345	390,30
7	446	19	888	31	342	43	373	55	888	
8	418	20	372	32	421	44	470	56	372	
9	607	21	344	33	385	45	410	57	344	
10	356	22	484	34	430	46	429	58	484	
11	387	23	354	35	290	47	234	59	354	
12	282	24	511	36	390	48	241	60	511	

Les résultats obtenus de ces tests présentés dans les deux tableaux ci-dessus 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), les pellets d'oxyde ayant la résistance supérieure à 250 kg/pellet sont conforme selon le processus de réduction.

Il faut noter que le processus de réduction de l'oxyde de fer exige une bonne qualité de la matière première. Ces résultats sont importants pour régler les paramètres donnés au système DCS, et qui seront changés selon la composition chimique donner par l'ingénieur qualité. Ces paramètres de processeurs de réduction sont :

- Température de réduction
- Flux des gazes réducteurs
- Flux des gazes de refroidissement.
- Vitesse de chargement et déchargement de la matière.

IV.2.3. Analyses chimiques :

Les analyses chimiques de la matière première et du fer réduit s'effectuent au niveau du laboratoire de réduction direct par l'utilisation d'une méthode qualitative par le bombardement d'un échantillon par des rayons fluorescence X (FRX) et aussi par l'utilisation des méthodes chimiques tel que la titration (réaction d'oxydant-réduction) et la méthode gravimétrique basé sur des réactions complexe de précipitation des éléments indésirables.

IV.2.3.1. Titration :

L'échantillon destiné à l'analyse qualitatif doit être préparé selon les normes internationales, la préparation se fait en trois étapes nécessaire (séchage, concassage, broyage et tamisage) afin d'obtenir de fines particules de taille inférieure à 180 µm afin d'assurer la qualité des résultats en adéquation au exigence de la norme ISO 2957-1/ ISO 2957-2. Selon les exigences de la norme la masse de l'échantillon doit être bien déterminé selon l'élément désirer.

Pour déterminé la teneur en fer dans l'échantillon pris de la matière première, l'échantillon doit être dissous dans un acide (acide chlorhydrique ou acide sulfurique) dans un bécher sur une plaque chauffante avec une température entre 80 et 100°C maximum afin d'éviter l'évaporation de l'eau.

 $Fe_2O_3 + 6 \text{ HCl} \quad \rightarrow \text{ 2 FeCl}_3 + 3 \text{ H}_2O$

Cette solution obtenue est mélangée avec une solution de chlorure d'étain. Une réaction d'oxydo-réduction est produite. On observe un changement de couleur avec l'obtention d'une solution incolore attestant la réduction totale du Fe (+III) en Fe (+II) selon la réaction suivante :

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

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

$$FeCl_{3} + SnCl_{2} = FeCl_{2} + SnCl_{3}$$

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

Afin de déterminer le degré de métallisation M, un échantillon de fer réduit (DRI) est ajouté dans un Erlenmeyer avec une solution de chlorure de fer de concentration connue, puis on laisse la solution sous agitation pendant 45 min afin de dissoudre le fer métallique.

$$FeCl_3 \rightarrow Fe^{3+} + 3 Cl^{-}$$

 $Fe^0 + 2 Fe^{3+} \rightarrow 3 Fe^{2+}$

La détermination de la teneur en fer se fait par la méthode de titration 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 est utilisé pour déterminer la concentration du fer dans la solution et bien sûr remonté à la masse de fer dans notre échantillon. Les réactions électrochimiques mise en jeu lors de cette réaction de dosage sont :

$$Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+} + e^{-}$$

 $Cr_2O_7^{2-} + 6 e^- + 14 H^+ \rightarrow 2 Cr^{3+} + 7 H_2O$

Et l'équation-bilan de la réaction du dosage s'écrit :

$$6 \text{ Fe}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O7}^{2-} + 14 \text{ H}^+ \rightarrow 6 \text{ Fe}^{3+} + 2 \text{ Cr}^{3+} + 7 \text{ H}_2\text{O}$$

Dans le cas du fer métallique (Fe (0)), on utilise le même procédé de titration de la solution obtenue après dissolution avec du FeCl₃.

IV.2.3.2. Détermination des impuretés :

Les impuretés (SiO₂, Al₂O₃, MgO, CaO et P) sont l'ensemble des éléments chimiques indésirable qui sont présent dans la matière première. Le protocole suivi pour déterminer le pourcentage massique de ces éléments est le suivant :

La première étape est la dissolution de la matière première dans des acides afin de précipiter les impuretés tel que SiO₂ et la solution récupéré est analysée afin de déterminer la composition des autres impuretés.

Pour réaliser cela, nous dissolvant l'échantillon dans l'acide chlorhydrique 37%. L'échantillon est placé dans un bécher, après rinçage des parois intérieurs du bécher avec de l'eau distillé, on ajout une quantité suffisante d'acide. La dissolution est réalisée sur une plaque chauffante à une température entre 70-90 °C, puis on ajoute de l'acide nitrique pour assurer le dégagement de l'acide nitreux (HNO₂) pendant quelques minutes. Pour assurer le dégagent de toutes les acides libres présent dans la solution, on doit ajouter de l'acide perchlorique de formule HClO₄. Le dégagement des gaz est total lorsque on observe une fumée blanche. La solution obtenue est filtrée dans une membrane.

IV.2.3.2.1. Détermination de SiO₂ :

Le précipité récupéré après filtration membranaire contient de la silice (SiO_2) ainsi que d'autre oxyde tels que : Cr_2O_3 , TiO₂. Afin de déterminer la teneur en silice, ce précipité est transféré dans un creuset en platine puis placer dans un four à moufle à 900° pendant 7 min. Le creuset est 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 où on ajoute de l'acide sulfurique (H_2SO_4) et fluorhydrique (HF). L'acide fluorhydrique est l'un des rares liquides connus capables de dissoudre la silice (SiO_2) selon l'équation chimique suivante :

$$SiO_{2(s)} + 6 \text{ HF}_{(aq)} \rightarrow H_2(SiF_6)_{(aq)} + 2 \text{ H}_2O_{(l)}$$

Le produit en fin d'expérience est transféré de nouveau dans un four a moufle pour compléter l'élimination du silicium. La masse totale du creuset avec le précipité après sortie du four est notée (M_2). La teneur en % de SiO2 présent dans notre échantillon est calculée selon la formule suivante :

 $SiO_2(\%) = M_1 - M_2/M_0$

Avec M₀ est la masse initiale de l'échantillon.

Cette méthode gravimétrique est une 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.

IV.2.3.2.1. Détermination des autres impuretés :

La première étape était de dissoudre la matière première dans des acides, la solution récupérée après filtration est utilisée pour déterminer la teneur des autres impuretés. On prélève des aliquotes de 25 mL de cette solution mère pour déterminer la teneur de chaque élément chimique. Les aliquotes sont le résultat de la distribution d'un volume initial en plusieurs parties égales. En quelques mots, c'est un échantillon qui représente les caractéristiques du reste. Par exemple, dans une solution, vous prenez une aliquote de 10 mL

qui représente 100 mL de la solution qu'on a préparée, en termes de caractéristiques telles que la concentration.

a) Dureté totale (CaO et MgO) :

Elle est due uniquement aux ions calcium et magnésium. La dureté se détermine par un dosage complexométrique par l'EDTA. On ajoute à deux aliquotes de l'Ammonium et le chlorure d'ammonium et on augmente la température de la plaque chauffante à 70°-90° pendant 20 min afin de former un précipité. Après précipitation, les deux solutions sont filtrées et encore porté au une température de 100 °C pour évaporer l'ammoniaque. Après refroidissement, les deux solutions sont titrées par une solution d'EDTA en utilisant des indicateurs spécifiques et la couleur change du rouge vers le bleu.

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

CaO (%) = (V_{EDTA} x Normalité x M_{equi} / M_{échantillon}) x facteur

MgO (%) = (TH-V_{EDTA})-N x $M_{equi}/M_{échantillon}$ x facteur

Avec :

TH: CaO% + MgO%

Mequil : poids d'équivalent de CaO

Mequi 2 : poids d'équivalent de MgO

Méchantillon : poids d'échantillon utilisé.

b) L'alumine (Al₂O₃) :

De la même manière, une solution de 25ml est placée dans un bécher sur une plaque chauffante, on ajoute une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH, 50%) afin de former un précipité. La solution finale est filtré dans une membrane afin de récupérer le précipité. Le pH de la solution doit être 5 à 6.

 $Al_2O_3 + H_2O + NaOH \longrightarrow NaAl(OH)_4$ $NaAl(OH)_4 \longrightarrow NaOH + Al(OH)_3 \downarrow$

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 de Al₂O₃, on utilise la formule suivante :

$$Al_2O_3$$
 (%) = (Blanc-V_{ZnSO4}) x N x M_{equi})/M x facteur

Avec :

Blanc : Solution étalon.

Mequi : poids d'équivalent d'Al₂O₃.

Méchantillon : poids d'échantillon utilisé.

c) Phosphore :

Pour détermine le teneur en phosphore, on utilise une solution préparée par des réactifs standards pour compléter l'expérience. Cette solution donne une oxydation du phosphore en PO₄.

On prépare 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. La solution B est préparée à partir de la dilution de l'acide nitrique dans l'eau distillé 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 et on le dissout dans l'acide nitrique et le mélange des solutions A et B. 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 :

 PO_4 (%) = (V_{NaOH} - V_{HCl}) x 1,34 /M x 10

M : la masse molaire de PO₄.

P % = Résultat x 0,321

Les résultats d'analyse des impuretés de la matière première utilisant la méthode chimique de titrage et la méthode gravimétrique sont représentés dans le tableau ci-dessous :

Eléments	SiO ₂	Al_2O_3	CaO	MgO	S	Р	FeO	CaO + MgO
Teneur en %	1,47	0,59	0,74	0,022	0,003	0,047	0,01	0,76

Tableau IV-5 : Résultats d'analyse des impuretés des pellets.

IV.3. Contrôle de qualité du fer produit par réduction directe (DRI) :

En utilisant la matière première avec les propriétés physico-chimiques mentionnées précédemment, on a obtenu un produit du fer réduit (DRI) présentant un degré de métallisation de 94,71 % (Tableau IV-6) attestant une qualité du produit selon les normes internationales.

Dans ce tableau, on observe que les valeurs du degré de métallisation des premiers tests sont plus faibles que le reste des tests. Cela confirme l'intervention de l'équipe de production en ajustant les paramètres de productions durant le début de la production afin d'améliorer ce degré de métallisation ce qui est fait à partir du 4 test réalisé sur le fer réduit produit. Ces tests sont réalisés sur une production de 24 heures et un degré de métallisation entre 94%-95% est obtenu.

Tableau IV-6 : Résultats d'analyse du fer réduit produit (DRI, production du	u 06/06/2021 au
07/06/2021).	

N° Test	Carbone %	Sulfure %	Fer total %	Fer métallique %	Métallisation %
1	2,34	0,001	90,59	84,03	92,76
2	2,12	0,001	91,18	84,58	92,76
3	2,31	0,001	90,85	84,80	93,34
4	2,54	0,001	91,58	87,39	95,42
5	2,58	0,001	91,41	87,21	95,41
6	2,31	0,001	91,57	87,27	95,30
7	2,13	0,001	91,52	86,54	94,56
8	1,94	0,001	91,26	87,53	95,91
9	2,26	0,001	90,79	86,77	95,57
10	1,88	0,001	91,75	87,66	95,54
11	1,99	0,001	91,14	86,70	95,13
12	2,21	0,001	91,47	86,74	94,83
Moyenne	2,22	0,001	91,26	86,44	94,71

Les résultats d'analyse des impuretés réalisés sur le fer obtenu après réduction utilisant la méthode chimique de titrage et la méthode gravimétrique sont représentés dans le tableau ci-dessous. La teneur en impuretés reste dans les limites exigées par les normes de qualités :

Tableau IV-7. Résultats d'analyse des impuretés contient la matière réduite (DRI).

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Р
Teneur en %	3,15	1,20	0,98	0,15	0,04

IV.4. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

La technique de diffraction des rayons X (DRX) est utilisée pour caractériser la structure des poudres et des matériaux cristallisée (minéraux, métaux, céramiques, produits organiques cristallisés). Les diffractogrammes ont été obtenus en utilisant un diffractomètre à poudre de Malvern Panalytical (Empyrean) avec un rayonnement Cu K α ($\lambda = 1,54056$ Å) et 2 θ variant de 5 à 90 °. Elle permet de reconnaître des produits ayant la même composition chimique brute, mais une forme de cristallisation différente et aussi identifier tous les phases des composés cristallisés dans l'échantillon analysé.



Figure IV-5. Diffractogramme X d'un échantillon de la matière première de minerai de fer.

La Figure IV-5 montre le Diffractogramme des rayons X du minerai de fer de départ utilisé pour la production du DRI. Le DRX montre que l'échantillon contient plusieurs composés cristallins et en particulier l'hématite (Fe₂O₃), Fe₃O₄, FeO et SiO₂. Le traitement des données (Figure IV.5) a été réalisé en utilisant le logiciel HighScore plus avec la version 2019 de la base des données de l'International Centre for Diffraction Data (Centre International des Données de Diffraction, ICDD). Le DRX montre les positions maximales des principaux minéraux. Un chevauchement important des pics est apparent. Cette analyse confirme que l'hématite est la composition majoritaire du minerai de fer avec la présence des impuretés comme le SiO₂.

IV.5. Analyses par Microscope Electronique à Balayage (MEB) et Spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDX) :

La microscopie électronique à balayage (MEB), au travers de l'analyse des signaux émis au cours des interactions électron-solide, permet de décrire tous les aspects topographiques du solide. Son principe consiste à balayer la surface d'un échantillon par un faisceau d'électrons finement localisé pour en collecter, par détecteurs respectifs, les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés. Le matériau analysé doit être conducteur afin d'éviter des phénomènes de charges dus aux électrons.

Couplée à un capteur EDX, on peut déterminer la composition chimique. En effet, la spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDXS pour Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) utilise les rayons X caractéristiques générés dans un échantillon irradié par un faisceau d'électrons pour l'identification des éléments chimique. L'analyse peut servir à déterminer la composition élémentaire de points individuels ou à faire ressortir par cartographie la distribution latérale d'éléments issus d'une zone numérisée.



Figure IV-6. Micrographie (MEB) de la poudre : **a**, **b**) matière première, **c**, **d**) fer réduit produit (DRI).

Dans notre cas des analyses MEB/EDX ont été réalisés sur deux échantillons, le premier concerne des pellets de la matière première et le deuxième concerne du fer produit après réduction directe (DRI). Les deux échantillons ont été broyé et analysé sous forme d'une poudre.

La Figure IV-6 montre les images MEB des deux poudres. Les deux poudres sont compactes et agglomérés avec une taille fine des particules. Une différence est visible entre la matière première composé essentiellement d'oxyde de fer et la matière réduite où en produit du fer métallique. La morphologie des grains est moins uniforme dans le cas de la matière première avec la présence de gros et de petits particules. A l'inverse, après réduction, on obtient une matière plus au moins homogène du fer métallique.





Les analyses EDX réalisés sur ces deux échantillons confirment le degré de métallisation obtenu et l'enlèvement de l'oxygène de l'oxyde de fer par réduction directe afin de former du fer métallique. L'intensité du pic caractéristique du fer à largement augmenté après réduction et qui est lié à la teneur du fer dans l'échantillon.

IV.6. Les Analyses lors de la transformation du Fer réduit (DRI) en Acier :

Dans la nouvelle technologique de fabrication du produit acier basé sur le four à arc éclectique, la fusion de fer réduit se fait en deux étapes :

Après chargement de la ferraille dans le four, le technicien commence a injecté le gaz naturel afin d'allumé une flamme chalumeaux en présence de l'oxygène. Dans la deuxième étape, On charge la matière première par des convoyeurs.

Après décarbonatation et oxydation des éléments indésirables tels que le phosphore, l'aluminium, ...etc, on ajoute la chaux vive (CaO) et la chaux dolomitique (CaO et MgO) afin de protéger les produits réfractaires du four et de former les scories.

 $SiO_2 + CaO = CaSiO_3$

 $P_2O_2 + CaO = CaP_2O_6$

Les scories sont des sous-produits solides, des mélanges d'oxydes divers, qui surnagent sur le métal en fusion, ou s'en détachent lors de leur mise en œuvre à haute température. Dans le cas particulier de la métallurgie du fer, les scories pauvres en fer sont appelées laitier.

La composition chimique de l'acier doit être contrôlée au cour du procédé de la fusion pour ajuster la composition chimique selon la norme internationale appliquée. Les analyses sont réalisées au niveau de laboratoire centrale de l'aciérie électrique (SMS) par l'application de la méthode qualitative dans un spectromètre. Cette analyse permis de déterminer la composition chimique d'un échantillon métallique.

Cette analyse se déroule selon plusieurs étapes allant de la réception des échantillons jusqu'à l'analyse de ces échantillons.

IV.6.1. Réception des échantillons :

Des échantillons sont reçus des deux fours de l'aciérie électrique (EAF, LRF) et de l'unité de coulée continue (CCM) par un système automatique (Figure IV-8) afin de suivre les changements dans les compositions chimiques et de l'ajuster en fonction du grade.



Figure IV-8. System pneumatique de réception des échantillons pour analyse.

IV.6.2. Préparation mécaniques des éprouvettes :

La préparation des échantillons pour obtenir la composition chimique nécessite un polissage mécanique, L'échantillon est soumis à un processus de lissage à l'aide du papier abrasif d'oxyde de zirconium de différente granulométrie dans une machine de polissage (Figure IV-9) afin de se débarrasser des impuretés à la surface de l'échantillon.



Figure IV-9. Machine de polissage



Figure IV-10. La forme d'échantillon a) avant le polissage et b) après le polissage.

IV.6.3. Analyse par Spectrométrie à Emission Optique des éprouvettes :

La composition chimique de l'acier doit être contrôlée au cour du procédé de fusion afin d'ajuster la composition chimique selon la norme internationale appliquée. La composition chimique des éprouvettes préparés sont analysées en utilisant un spectromètre d'émission optique.

La Spectrométrie à Emission Optique (OES en Anglais) consiste à appliquer de l'énergie électrique sous la forme d'un arc (dans l'air) ou d'étincelle (sous argon) générée entre une électrode et un échantillon de métal, les atomes vaporisés étant alors amenés à un état de haute énergie dans un « plasma de décharge ». Ces atomes et ions excités dans le plasma de décharge créent un spectre d'émission spécifique à chaque élément. Ainsi, un seul élément génère de nombreuses lignes spectrales d'émission caractéristiques. Les longueurs d'onde émises sont caractéristiques de l'élément chimique. Par conséquent, on peut dire que la lumière générée par la décharge est une combinaison des raies spectrales générées par les éléments présents dans l'échantillon [1].

Cette lumière est diffractée 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. Le calcul de la concentration de chaque élément est basé sur la comparaison des résultats avec un ensemble d'échantillons d'étalonnage précédemment mesurés. (Calibrations) Chaque élément dispose de nombreuses courbes de calibration spécifiques à chaque matrice (base Fe, Cu, Al,...etc...) et aux domaines de concentrations mesurées.

Le spectromètre d'émission optique a trois parties essentielles :

- Source électrique : permis de chauffer et exciter les atomes de l'échantillon
- Partie d'analyse : les ondes électromagnétiques émis par l'échantillon doivent être capter par des photo-tubes chaque un par sa longueur d'onde sous forme intensité.
- Partie logicielle : Traitement des données afin de convertir les informations en concentration.



Figure IV-11. a) Spectromètre d'émission optique, b) placement d'échantillon dans le spectromètre.

Tableau IV-8. Analyse chimique de l'éprouvette du four à arc électrique.

Eléments	С	S	Р	Mn	Si	Cu
Teneur en %	0,15	0,045	0,035	0,20	0,02	0,05

Selon les résultats obtenus, l'affinité de l'acier au four est ajustée par l'addition des additifs de type ferro-alliages tels que le SiMn, FeSiMn et le charbon dans le but de régler la composition chimique de l'acier avec celle de la nuance désirée. Les opérateurs de production continuent cette vérification de la composition chimique à partir des échantillons envoyés au laboratoire d'analyse SMS.

Tableau IV-9. Analyse chimique de l'éprouvette du four d'affinage à poche (LRP).

Eléments	С	S	Р	Mn	Si	Cu	Mo	N (ppm)
Teneur en %	0,21	0,016	0,020	0,80	0,25	0,05	0,01	100

Les résultats d'analyse chimique obtenus de l'éprouvette du four d'affinage à poche sont envoyés à l'ingénieur de production afin d'ajuster cette composition à travers des additifs pour respecter la norme internationale. Une fois que la composition est conforme et validé par le laboratoire d'analyse, l'acier liquide en fusion du four d'affinage à poche est transféré vers la dernière étape de coulage et de refroidissement pour fabriquer les billettes.

IV.6.4. Contrôle de qualité des biellettes produites :

Le protocole de suivi de la qualité des biellettes est le suivant :

- Un échantillon de dimension 10x10cm est coupé de la barre de billette produite.
- Préparation de l'échantillon dans la polisseuse mécanique pour l'analyse chimique et microstructurale.

IV.6.4.1. Analyse par Spectrométrie à Emission Optique des biellettes produites :

Les échantillons sont utilisés pour déterminer les traces de carbone, soufre et des gaz (O₂, N₂) par des analyseurs élémentaires.

Analyse spectrale est réalisé par un spectromètre d'émission optique comme nous l'avons déjà fait pour les éprouvettes.

Eléments	С	S	Р	Mn	Si	Cu	Mo	N (ppm)
Teneur en %	0,21	0,016	0,020	0,79	0,21	0,05	0,01	110

Tableau IV-10. Analyse chimique de la billette.

D'après les résultats du Tableau IV-10 de la billette et on comparaison avec ceux d'analyse chimique de l'éprouvette du four d'affinage à poche, une légère différence dans la composition est obtenue et qui est dû à l'étape de refroidissement sous air de l'acier liquide lors de la coulée (augmentation de la teneur en azote de 100 à 110 ppm).

IV.6.4.2. Analyse micro et macro-structurelle :

La surface lisse de l'échantillon déjà préparer dans la machine de polissage automatique est lavée et nettoyée par l'acétone afin d'éliminer toute résidu rester coller sur cette surface de travail. Puis, on plonge cette échantillon dans un bain d'acide chlorhydrique très concentré (37%) à une température de 80°C pendant 30 min.



Figure IV-12. Photo de la macrostructure de la billette après le bain d'acide.

La billette après le test avec l'acide présente une structure en colonnes grossière gris, parallèle et allongé formé par une croissance unidirectionnelle pendant la solidification.

IV.6.4.3. Analyses élémentaires (C, S, O, N):

Une analyse élémentaire est réalisée sur les échantillons d'éprouvette en utilisant deux appareils d'analyse : **ELTRA CS-800** afin de déterminer la teneur en Carbone et Soufre, et **ELTRA ON 900** pour déterminer la teneur en Oxygène et l'Azote [2].

Le CS-800 d'ELTRA avec un four à induction est idéalement adapté pour la détermination simultanée du carbone et du soufre dans des échantillons inorganiques. Il fournit des résultats d'analyses rapides et précises et peut être utilisé pour une variété d'applications. Le CS-800 est équipé d'un maximum de quatre cellules indépendantes infrarouges (IR) qui permettent l'analyse simultanée précise des concentrations élevées et faibles en soufre et en carbone et en une seule mesure. La sensibilité des cellules peut être adaptée individuellement en choisissant la longueur d'onde IR pour assurer les propriétés optimales de mesure pour chaque application. Le ON 900 d'ELTRA est un analyseur élémentaire puissant et robuste pour la mesure des concentrations en oxygène et en azote dans des échantillons inorganiques comme l'acier. Les détecteurs NDIR et de conductivité thermique, très sensibles, détectent de manière fiable les concentrations en éléments, de faibles concentrations aux pourcentages élevés. Le système innovant de dépôt d'échantillon avec rinçage pulsé de la chambre et chute verticale de l'échantillon permet une analyse conviviale et confortable des échantillons en forme de tige, granuleux ou pulvérulents d'un

poids pouvant atteindre 2 grammes. **ON 900** satisfait les exigences de toutes les normes internationales telles que ASTM E 1019 ou DIN EN 3976.

Avant l'analyse dans le CS-800, l'échantillon doit être préparer en le plaçant dans une perçusse (Figure IV-13) afin d'obtenir des flocons de fer. Les flocons de fer obtenus sont pesés dans un creuset en céramique et on ajoute des accélérateurs de réaction (tungstène, fer) afin de satisfaire les normes en vigueur dans le système de qualité internationale.



Figure IV-13. Perçage de l'échantillon.

L'analyse de l'échantillon dépend du processus de combustion en présence d'oxygène très pur (> 99.995%) dans le four à une température de 1600 °C, le CO₂ et le SO₂ résultant de la combustion de l'échantillon passe à travers un filtre pour éliminer l'humidité et la poussière. Ces gaz résultants sont dirigés vers les deux cellules infrarouges afin de déterminer la concentration de C et S. Les réactions de combustion au cours de ce procédé sont :

$$\begin{array}{rcl} C + O_2 & \rightarrow & CO_2 \\ S + O_2 & \rightarrow & SO_2 \end{array}$$



Figure IV-14. Analyseur de carbone souffre : ELTRA CS 800.

Pour l'analyse élémentaire Oxygène/Azote, l'échantillon est coupé avec une dimension de 1x1 cm par une machine de découpe. L'échantillon est introduit dans le four à une température de 3000 °C, l'oxygène réagit avec le carbone de creuset (creuset de graphite) et le nitrogène est détecté directement par une cellule de conductivité thermique. Les résultats sont obtenus sont groupés dans le tableau suivant.

Tableau IV-11. Analyses élémentaires (C, S, O, N).

Eléments	С	S	O (ppm)	N (ppm)	
Teneur en %	0,208	0,015	20	115	

IV.6.4.4. Propriétés microstructurales :

Les photos MEB réalisés sur un échantillon confirme la qualité de la billette produite au sein du complexe de Bellara avec l'absence de la porosité qui peut causer des dégâts néfastes sur l'acier lors de l'étape de laminage.



Figure IV-15. Micrographie MEB d'un échantillon de billette.

IV.7. Laminage :

Les biellettes d'acier froid sont transférées vers un four de préchauffage à une température de 1200 °C ajustable selon la composition chimique, puis acheminer vers le train de laminage. Le produit fini de type rond à béton et file machine sont soumis à des tests physique afin de certifier la qualité du produit fini.

Le Centre de Recherche Métallurgique (CRM.) en Belgique a développé en 1974 un procédé qui s'appelle TEMPCORE et qui a permis d'améliorer les propriétés mécaniques du rond à béton sans altérer leur ductilité. Le procédé consiste en une trempe la surface locale des tiges sortant du laminoir à chaud, suivie de l'auto-revenu de la martensite. Le procédé est composé de trois étapes (Figure IV-16) :

- 1. Refroidissement rapide pendant une courte période de la barre d'armature favorisant la transformation de l'austénite en martensite à la surface.
- 2. Retrait sélectif de la martensite de la chaleur qui coule du centre de la barre.
- 3. Transformation de l'austénite restante en un mélange de perlite et de ferrite.



Figure IV-16. Principe du processus Tempcore [3].

IV.7.1. Propriétés du rond à béton TEMPCOR 500

Le rond à béton fabriqué au sein du complexe est le **TEMPCOR 500.** Cet acier peut être plié après la fabrication. Il est robuste et capable de résister aux rigueurs de la construction. Il est facilement recyclable. Les armatures métalliques ne glissent pas à l'intérieur du béton. C'est le phénomène d'adhérence qui empêche ou limite ces glissements et le béton suit alors les armatures dans leurs déformations.

IV.7.1.1. Compositions chimiques :

Les aciers utilisés pour la production de l'armature de nuance 500 MPa sont de qualité ordinaire, teneur faible en carbone, peu chargés en éléments d'alliage et donc soudables. Toutefois, une teneur en carbone équivalent qui dépasse 0,50 indique l'utilisation élevée de différents éléments d'alliage tels que Cr, V, Mo etc., ce qui compliquent la soudure mais permettent d'obtenir les caractéristiques de plasticité élevés [4].

 Tableau IV-12. Analyse chimique de rond à béton.

Eléments	С	S	Р	Mn	Si	Cu	Mo	C eq
Teneur en %	0,2	0,016	0,02	0,78	0,17	0,04	0,003	0,372

La composition chimique du rond à béton est conforme à celle donnée par la nuance normalisée « TEMPCORE 500 ». Même si la teneur du manganèse et silicium est légèrement inférieurs, les autres teneurs restent conformes. La légère diminution des teneurs en Si et Mn est due probablement à une oxydation du rond à béton pendant le laminage.

IV.7.1.2. Propriétés mécaniques :

La caractéristique principale de l'armature est sa limite d'élasticité Re. On peut la calculer comme le rapport entre la force à la limite d'élasticité de l'armature et sa section nominale. De plus, les normes déterminent la valeur de la résistance à la rupture Rm ou bien le rapport R_m/R_e . Ce rapport caractérise la sécurité du rond à béton dans la construction [4]. Ce dernier doit être conforme aux prescriptions pour les caractéristiques de traction spécifiées dans le tableau suivant.

Classe de	Nuance	Re	R _m Min	Ductilité	Ductilité	Ductilité
ductilité	d'acier	Min	(Mpa)	R _m /R _e Min	Allongement	Allongement
		(Mpa)			(Max)(%)	(Min)%
В	B500BWR	500	550	1,08	14	5

Tableau IV.13. Propriétés mécaniques selon la norme internationale ISO 6935-2 :2007(E).

Le premier « B » signifie acier pour béton armé. Les 3 chiffres suivants représentent la caractéristique spécifiée de la valeur de la limite d'élasticité supérieure. W signifie destiné au soudage. Le dernier « R » signifie barre nervurée.

Les essais de traction sont réalisés au niveau du laboratoire des essais mécaniques du laminoir. L'essai de traction est l'un des plus répandus et des plus pratiqués. Il permet de déterminer certaines caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux qui servent de critère de qualité des matériaux. Le graphe suivant présente les étapes de traction :

La figure ci-dessous présente l'allure de la courbe d'un essai de traction réalisé ces derniers jours.

Étape 1 : présente la limite d'élasticité (Re) : c'est la contrainte à partir de laquelle un matériau arrête de se déformer d'une manière élastique, réversible et commence donc à se déformer de manière irréversible.

Étape 2 : présente l'allongement à la rupture : est une caractéristique sans dimension des matériaux. Elle définit la capacité d'un matériau à s'allonger avant de se rompre lorsqu'il est sollicité en traction. Il consiste à réaliser un champ de contrainte uniforme et uni-axiale de traction dans une éprouvette et à enregistrer l'allongement résultant.
Customer	ILYAS	TestDate	21/06/2021
Coil No/Packet No	21200109	Туре	Circle
Size(mm)	08	So(mm)	50.27
Rm(MPa)	680	ReH(MPa)	608



Figure IV-17. L'essai de traction du rond à béton TEMPCOR 500.

Étape 3 : présente la résistance à la traction : Elle correspond à la capacité d'un matériau à résister à des charges, à des forces sans rompre en raison d'une concentration de contrainte ou de déformation. La résistance maximale à la traction (Rm) est souvent désignée par la contrainte maximale et est calculée en divisant la force maximale de traction que l'échantillon supporte par sa surface transversale.

IV.7.1.3. Propriétés thermiques :

Le module de dilatation thermique du ferraillage est très proche de celui du béton. Sous l'effet du feu, le rond à béton résiste à des températures élevées avant que les propriétés de résistance et de ductilité ne changent. De nombreuses structures en béton qui ont été soumises à un incendie peuvent être réhabilitées en utilisant l'acier d'armature existant [4].

Références

- Meilland, R. (2005). Spectrométrie d'émission optique à source étincelle (partie 2). Ed. Techniques Ingénieur.
- 2. https://www.eltra.fr/fr/produits/analyseurs-chs/cs-i/fonction-caracteristiques/.
- **3.** Khalifa, H., Megahed, G. M., Hamouda, R. M., & Taha, M. A. (2016). Experimental investigation and simulation of structure and tensile properties of Tempcore treated rebar. *Journal of Materials Processing Technology*, *230*, 244-253.
- **4.** Okba Boughedda, Application des traitements thermiques lors du laminage à chaud du rond à béton de l'acier Tempcore-500 (Algerian Qatari Steel-AQS).

Conclusion générale

Ce travail a pour objectif la description du procédé de préparation et de production de l'acier pour béton armé et cela à travers les trois unités principales de production et de décrire les différentes caractérisations chimiques, physiques mécaniques et thermiques afin de produire un acier possédant les propriétés demandées par le marché national et international et conforme aux normes internationales en utilisant une technologie respectueuse de l'environnement.

Le complexe s'appuie comme point de départ sur une grande unité de réduction directe utilisant le procédé MIDREX et le gaz naturel comme source de gaz réducteur et source d'énergie. Des pellets d'oxyde de fer en vrac sont réduits (l'oxygène est enlevé) en fer métallique à l'état solide par un gaz réducteur composé d'hydrogène et de monoxyde de carbone qui est lui-même fabriqué par reformage du gaz naturel. Il en résulte un produit solide que l'on appelle éponge de fer ou fer réduit (DRI). Les différentes caractérisations physico-chimiques réalisés sur la matière première et le produit DRI confirment l'obtention d'un produit du fer réduit (DRI) présentant un degré de métallisation de 94,71 % attestant une qualité du produit conforme aux normes internationales.

La deuxième unité principale est l'aciérie électrique utilisée afin de produire des billettes qui sont un produit semi-fini avec des caractéristiques physiques spécifique et une composition chimique conforme aux normes internationales. Pour obtenir le produit final, les billettes sont soumises au procédé de laminage sous chauffage dans les fours de l'unité de laminage. Le procédé TEMPCORE utilisé à BELLARA dans cette troisième unité est une méthode économique garantissant une production de barres d'armature à une haute résistance. La composition chimique du rond à béton est conforme à celle donnée par la nuance normalisée « TEMPCORE 500 ». Même si la teneur du manganèse et silicium est légèrement inférieurs, cette légère diminution des teneurs en Si et Mn est due probablement à une oxydation du rond à béton pendant le laminage.

<u>Résumé</u>

De nos jours, plus de 70% des produits fabriqués contiennent de l'acier. L'acier est un alliage métallique ferreux, qui est d'ailleurs principalement composé de fer, l'élément additionnel étant le carbone. Selon les aciers la teneur en carbone est comprise entre environ 0,005 % et 1,5 % en masse, qui comporte aussi une concentration appréciable d'autre éléments. Le Complexe sidérurgique de Bellara (AQS) utilise des technologies plus avancée pour la fabrication du rond à béton et de file machine de différents diamètres. La matière première sous forme de pellets constitués essentiellement de l'oxyde de fer (hématite, Fe₂O₃) est réduite dans l'unité de la réduction directe en utilisant la technologie MIDREX à l'aide du gaz naturel suivi par une fusion des DRI dans un four a arc éclectique afin de fabriquer un produit semi fini sous pression d'eau appelé biellette. L'étape finale est la production du rond à béton de qualité MS-fe500, possédant des propriétés mécaniques qui dépassent les exigences de la norme (ISO6935-2/2015) en utilisant le procédé Tempcore. Tout au long de cette chaine de production des contrôles de qualité sont réalisés afin de garantir une qualité du produit final selon les normes internationales.

Mots clés : Acier, DRI, Tempcore MIDREX, MEB, AQS.

<u>Abstract</u>

Nowadays, more than 70% of the products manufactured contain steel. Steel is a ferrous metal alloy, which is composed mainly of iron, the additional element being carbon. Depending on the steel, the carbon content is between 0.005 % and 1.5wt%, which also comprises an appreciable concentration of other elements. The Algerian Qatari Steel Complex uses more advanced technologies for the manufacture of reinforcing steel bars and rods of different diameters. The raw material in the form of pellets consisting mainly of iron oxide (hematite, Fe_2O_3) is reduced in the direct reduction unit using MIDREX technology and natural gas, followed by a melting of the DRI in an eclectic arc furnace in order to manufacture a semi-finished product under water pressure. The final step is the production of steel bars (Tempcore rebars) MS-fe500, possessing mechanical properties that exceed the requirements of the standard (ISO6935-2 / 2015) using the Tempcore process. Throughout this product ochain, quality controls are carried out in order to guarantee the quality of the final product according to international standards.

Keywords: Steel, DRI, Tempcore MIDREX, SEM, AQS.