

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR - ANNABA
BADJI MOKHTAR – ANNABA UNIVERSITY



جامعة باجي مختار – عنابة

Faculté : TECHNOLOGIE
Département : GENIE DES PROCEDES
Domaine : SCIENCES ET
TECHNOLOGIES
Filière : GENIE DES PROCEDES
Spécialité : GENIE CHIMIQUE.

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Thème:

**ETUDE DE LA QUALITE DE LA MATIERE PREMIERE DU
PROCEDE DE FABRICATION DES BRAMES DE L'ACIERIE
A OXYGENE 1 -SIDER EL-HADJAR –ANNABA-ALGERIE**

Présentée par : *OUARET IMENE*

Encadrante : *L. LARBI*

Grade *MAA Université Badji Mokhtar Annaba*

Jury de Soutenance :

O. BECHIRI	Pr	UBMA	Présidente
L.LARBI	MAA	UBMA	Encadrante
EL.K. GUECHI	Pr	UBMA	Examinatrice

Année Universitaire : 2022/2023

Liste des figures

Fig.1: situation géographique du complexe dans la wilaya d'Annaba.....	6
Fig. 2 : les hauts fourneaux de loin.....	11
Fig. 3: L'aciérie à oxygène n°1 (brames).....	12
Fig. 4 : Convertisseur à oxygène	19
Fig. 5 : Principe de l'élaboration à oxygène	20
Fig. 6 : Principe d'élaboration dans un four électrique	21
Fig. 7 : Les arcs électrique	
Fig. 8 : Four électrique dans une aciérie	21
Fig. 9 : Principe et réaction d'affinage	22
Fig. 10 : Principe de la coulée en chute.....	24
Fig. 11 : Principe de la coulée en source.....	24
Fig. 12 : Schéma du principe de la coulée continue	25
Fig. 13 : Poche de coulée alimentant un répartiteur.....	26
Fig. 14 : Répartiteur	26
Fig. 15 : Busette à fond conique	
Fig. 16 : busette immergées isolées.....	27
Fig. 17 : Lingotière	28
Fig. 18 : Refroidissement secondaire simultané de deux brames	28
Fig. 19 : Le mannequin	29
Fig. 20 : Rouleaux d'extraction.....	29
Fig. 21 : Exemple d'oxycoupage	30
Fig. 22 : Les produits de la coulée continue.....	30
Fig. 23 : Les brames.....	31
Fig. 24 : Les billettes en acier.....	32
Fig. 25 : Les blooms	33
Fig. 26 : Diagramme fer - carbone pour les aciers.....	33
Fig. 27 : Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en énergie	42
Fig. 28 : Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en longueur d'onde	44
Fig. 29 : Méthodes par volatilisation.....	52

Liste des tableaux

Tab.1 : produit de production.....	8
Tab 2 : Composition chimique moyenne de la fonte.....	36
Tab 3 : La composition chimique de la ferraille	37
Tab. 4 : La composition chimique du minerai de fer.....	38
Tab. 5 : La composition chimique de la castine.....	39
Tab. 6 : La composition chimique de la chaux.....	40
Tab 7 : Analyse spectrale de mènèrais Boukhadra (MRS BK).....	69
Tab 8 : Analyse spectrale de mènèrais Ouenza (MRS OZ).....	70
Tab 9 : Dosage du fer dans mènèrais Boukhadra (MRS BK)	70
Tab. 10 : Dosage du fer mènèrais Ouenza (MRS OZ)	71
Tab. 11 : Dosage de la chaux dans mènèrais Boukhadra (MRS BK)	71
Tab. 12 : Dosage de la chaux dans mènèrais Ouenza (MRS OZ)	72
Tab 13 : Dosage du silicium dans mènèrais Boukhadra (MRS BK).....	72
Tab 14 : Dosage du silicium dans mènèrais Ouenza (MRS OZ)	72
Tab 15 : Les gammes d'acières employées pour la coulée continue des brames chez Sidérurgie-Annaba	73
Tab 16 : Composition initiale de l'acier avant la coulée.....	73
Tab 17 : Composition de l'acier après la coulée	73
Tab 18 : Composition chimique de deux brames	73

SOMMAIRE

Liste des figures	I
Liste des tableaux	II
Liste des abréviations	III
Resumés	IV

INTRODUCTION GÉNÉRALE	1
------------------------------	----------

CHAPITRE I : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE	3
--	----------

I.1-Introduction :	3
I.2.Principales activités de l'entreprise SIDER EL HADJAR	3
I.3.Présentation des unités de production :	10
I.3.1. Cokerie :	10
I.3.2. Préparation Matières Premières et Agglomération (PMA) :	10
I.3.3. Hauts Fourneaux (HFX) :	10
I.3.4. Aciérie à oxygène n°1(Brames) :	11
I.4.Présentation de laboratoire centrale :	12
I.5- Conclusion :	13

CHAPITRE II : ELABORATION DE L'ACIER	15
---	-----------

II.1. Principes généraux :	15
II.2. Processus primaire :	18
II.2.1. Désulfuration en poche :	18
II.2.2. Filière fonte (Acier à oxygène) :	18
II.2.3. Filière électrique (Acier électrique) :	20
II.3. Processus secondaire :	21
II.4- Coulée de l'acier :	22
II.4.1- Coulée en lingotières :	23
II.4.2- La coulée continue :	24
II.5- Produits issus de la coulée continue :	30

CHAPITRE III- GENERALITES SUR LES ACIERS.....	34
III.1- Définition : _____	33
III.2- Les différentes phases de l'acier : _____	34
III.3- Matières premières.....	37
III.3.1. La fonte : _____	36
III.3.2. Ferraille : _____	36
III.3.3. Minerai de fer : _____	37
III.3.4. Spath-floor : _____	38
III.3.5. Castine : _____	39
III.3.6. La chaux : _____	39
 CHAPITRE IV- METHODES D'ANALYSE _____	 40
IV.1. Spectrométrie de fluorescence X _____	40
IV.1.1. Introduction _____	40
IV.1.2 Principe _____	40
IV.1.2.1. Rayons X et fluorescence _____	41
IV.1.2.2 Spectromètres à dispersion en énergie (EDS) _____	41
IV.1.2.3 Les spectromètres à dispersion en longueur d'onde (WDS) _____	42
IV.1. 2.4. Analyse quantitative - Les effets de matrice _____	44
IV.1.2.5 Comparaison des spectromètres EDS et WDS _____	45
IV.1. 3 Préparation des échantillons _____	46
IV.2 Analyse volumétrique « titrimétrique » _____	47
IV.2.1 Introduction _____	47
IV.2.2 Analyse titrimétrique _____	48
IV.2.3 Classification des réactions en titrimétrique _____	50
IV.3 La gravimétrie _____	51
IV.3.1 Définition _____	51
IV.3.2 Méthodes par volatilisation _____	52
IV.3.3. Méthodes par précipitation _____	53
IV.4- Conclusion : _____	53
 CHAPITRE. V- PARTIE EXPERIMENTALE : _____	 56
V.1- Introduction : _____	56

V.2- Analyse spectrophotométrie fluorescence X :	57
V.3- Analyse volumétrique :	58
V.3.1- Dosage volumétrique du fer :	58
V.3.2- Dosage volumétrique du fer ferreux	61
V.3.3- Dosage volumétrique de la chaux	63
V.4- Analyse gravimétrique de la silice	66
V.5- Résultats	69
V.5.1- Résultats expérimentaux de l'analyse spectrale :	69
V.5.2- Résultats expérimentaux de la volumétrie	70
V.5.2.1- Dosage volumétrique du fer	70
V.5.2.2- Dosage volumétrique de la chaux :	71
V.5.3- Résultats expérimentaux de l'analyse gravimétrique.....	72
V.6- Qualité de l'acier :	73
V.6.1- Compositions chimiques :	73
V.6.1.1- Analyse de la composition chimique de la coulée à l'ACO1	73
V.6.1.2- Analyse de la composition chimique après la solidification de la brame:	73
V.6.1.3- Analyse de la composition chimique des brames.....	73
V.6.2- Discussion des résultats expérimentaux :	74
V.7- Conclusion :	75
 CONCLUSION GENERALE	 76
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	77
ANNEXES.....	79
Annexe A : Les procédés de fabrication de l'acier	78
Annexe B : Classification des nuances d'acier par groupe	79

Liste d'abréviations

PMA : Un secteur d'agglomération

HF : Hauts fourneaux

ACO : Aciérie à oxygène

ACE : aciérie électrique

LAC : laminoir à chaud

LAF : laminoir à froid

LFR : laminoir à fil et rond

TSS : Tube sans soudure

PDE : poste de distribution électrique

SBS : Société Bônoise de Sidérurgie

SNS : Société Nationale de Sidérurgie

M.P.F : Matière première de fonte

MEB : Microscopie électronique à balayage

SEO : Spectrométrie d'émission optique

SEP : Spectrométrie d'émission plasma

MP : Matières premières

AS : Analyse spéciale

EDS : Spectrométrie à dispersion en énergie

WDS : Wavelength dispersive X-ray spectroscopy (spectromètres à dispersion en longueur d'onde)

MRS BK: Minerai Boukhadra

MRS OZ : Minerai Ouenza

LIF : Fluorures de lithium

PET : **Pentaerithritol**

ISO : Organisation internationale de normalisation

COFRAC : Comité français d'accréditation

CEE : Communauté économique européenne

Resumé

Abstract:

This study focuses on the importance of raw material quality in the production of slabs in the steel industry, more precisely, that of the company of SIDER in El HADJAR of the city of ANNABA in ALGERIA. It examines the company's production units, steelmaking processes, and the analysis methods used to control material quality. The study aims to identify key factors affecting slab quality and provide recommendations for process optimization.

Résumé:

Cette étude met l'accent sur l'importance de la qualité des matières premières dans la production des brames dans l'industrie sidérurgique, plus précisément, celle de l'Entreprise de SIDER à EL HADJAR de la ville de ANNABA en ALGERIE. Elle examine les unités de production de l'entreprise, les procédés de fabrication de l'acier et les méthodes d'analyse utilisées pour contrôler la qualité des matières premières. L'étude vise à identifier les principaux facteurs qui influent sur la qualité des brames et à fournir des recommandations pour l'optimisation des processus.

Arabic:

تركز هذه الدراسة على أهمية جودة المواد الخام في إنتاج الألواح الفولاذية في صناعة الصلب. تستعرض وحدات الإنتاج وعمليات تصنيع الصلب وطرق التحليل المستخدمة للسيطرة على جودة المواد الخام. تهدف الدراسة إلى تحديد العوامل الرئيسية التي تؤثر على جودة الألواح الفولاذية وتقديم التوصيات لتحسين العمليات.

Introduction générale

Introduction générale

La présente étude se concentre sur l'importance de la qualité des matières premières dans le processus de fabrication des brames dans l'industrie sidérurgique du Complexe de SIDER à EL-HADJAR de la ville de ANNABA en ALGERIE. L'objectif principal de notre travail, inscrit dans un contexte de préparation d'un Master Génie Chimique à l'Université Badji Mokhtar de Annaba, est d'analyser en profondeur les différentes facettes liées à la qualité des matières premières, en mettant en évidence les processus de production, les méthodes d'analyse utilisées et les résultats obtenus.

Au cours du premier chapitre, nous avons présenté une vue d'ensemble de l'entreprise SIDER EL HADJAR, en soulignant son historique et ses activités principales. Nous avons également examiné de près les différentes unités de production, notamment la cokerie, la préparation des matières premières et l'agglomération, les hauts fourneaux, ainsi que l'aciérie à oxygène n°1 (brames). De plus, nous avons souligné l'importance du laboratoire central dans le contrôle de la qualité des matières premières et des produits finaux.

Le deuxième et le troisième chapitres se sont concentrés sur les principes fondamentaux de l'élaboration de l'acier. Nous avons exploré les processus primaires tels que la désulfuration en poche et les filières de production d'acier à oxygène et d'acier électrique. Les processus secondaires, tels que la station d'affinage ont également été abordés. Nous avons examiné les différentes techniques de coulée de l'acier, y compris la coulée en lingotières et la coulée continue. En outre, nous avons présenté une vue d'ensemble des aciers, en définissant les différentes phases et en soulignant leur rôle crucial dans l'industrie sidérurgique.

Une revue bibliographique, énoncée dans un quatrième chapitre, afin de letter, en une généralité, les méthodes des analyses des matières premières dans l'industrie sidérurgique.

Dans le cinquième et dernier chapitre, intitulé "Partie Expérimentale", nous nous sommes penchés sur les analyses effectuées pour contrôler la qualité des matières

INTRODUCTION GENERALE

premières. Nous avons décrit les méthodes d'analyse utilisées, telles que la spectrométrie de fluorescence X, l'analyse volumétrique "titrimétrique" et la gravimétrie. Les procédures opératoires mises en place, allant de la collecte des échantillons à leur préparation pour l'analyse, ont été expliquées en détail. Les résultats obtenus ont été présentés et interprétés afin de fournir des recommandations et des conclusions pour garantir la qualité et la fiabilité du processus de fabrication des brames.

En résumé, cette étude met en évidence l'importance cruciale de la qualité des matières premières dans l'industrie sidérurgique. En examinant les différentes étapes de production, les méthodes d'analyse et les résultats obtenus, nous visons à identifier les principaux facteurs qui influent sur la qualité des brames. Les connaissances acquises grâce à cette étude permettront d'améliorer la compréhension de la qualité des matières premières et de mettre en place des mesures appropriées pour optimiser les processus de fabrication et maintenir des normes élevées de qualité.

Chapitre I

CHAPITRE I : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE**I.1- Introduction :**

Le complexe sidérurgique d'El Hadjar est situé à une distance de 15 Km de la ville d'Annaba.

L'usine est alimentée en minerai par voie ferrée à partir des mines de l'Ouenza et Boukhadra (au Sud Est du pays à 15 Km du complexe) et en charbon à partir du port d'Annaba auquel il est relié par une double voie ferrée. Les produits du complexe sont évacués par voie ferrée vers tout le pays et vers le port pour l'exportation. Le complexe sidérurgique d'El Hadjar s'étend sur une superficie de 800Ha dont 300Ha affectés aux ateliers de production sidérurgiques, (300Ha) affecté aux stockages et (200Ha) aux voies de communication et les surfaces des services.

Le complexe sidérurgique (l'entreprise SIDER d'Annaba) constitue une des plus importantes Entreprises d'AFRIQUE dans le secteur de la sidérurgie, au plan national c'est une des entreprises phares de l'est algérien.

Après avoir passé la dure phase de la sidérurgie en Algérie, le complexe entre dans la phase finale, celle de l'extension de la capacité de production de 400 000 tonnes/an à 2000 000 de tonnes/an.

Le Complexe comprenait à son actif les secteurs suivants :

- Un secteur d'agglomération « PMA ».
- Cokerie.
- Secteur HF1, et machine à couler.
- Une Aciérie à oxygène « ACO1 ».
- Une aciérie électrique « ACO2 ».
- Un laminoir à chaud « LAC ».
- Un laminoir à froid « LAF ».
- Un laminoir à fil et rond « LFR ».
- Un poste de distribution électrique « PDE».
- Un magasin de gestion des stocks.



Fig.1: situation géographique du complexe dans la wilaya d'Annaba

I.2- Historique

Le projet de construction d'une usine sidérurgique à Annaba était inscrit en 1958 dans le plan de Constantine. Ce projet a vu la création de la Société Bônoise de Sidérurgie (SBS) qui a été chargée de réaliser un haut fourneau et ses annexes.

1964, création de SNS : Après l'indépendance, l'état algérien a créé, le 03 Septembre 1964, la Société Nationale de Sidérurgie (SNS) qui a été chargée de la construction du complexe sidérurgique d'El- Hadjar

1969, première coulée : le complexe est entré en production après son inauguration le 19 juin 1969 par le Président Houari Boumediene.

1983, création de EN SIDER : La restructuration de l'industrie Algérienne a donné naissance à l'Entreprise Nationale SIDER.

1995, création du Groupe SIDER : Cette évolution marque le passage De l'entreprise administrée à l'entreprise économique EPE/SPA.

1999, création d'ALFASID : Un plan de redressement Interne du Groupe Sider donne naissance à 25 entreprises industrielles Autonomes dont ALFASID qui représenté le « cœur du métier » de la Sidérurgie.

ISPAT Annaba le 18.10.2001 : Un contrat de partenariat entre SIDER et LNM donne naissance à ISPAT Annaba. LNM détient 70% du capital social et SIDER 30%. Cette nouvelle société regroupe les filiales de SIDER liées au métier de base de la sidérurgie.

Ispat Tébessa est créé à la même période. Elle est le résultat d'un partenariat entre LNM (70%) et FERPHOS (30%). Elle comprend les mines de fer d'Ouenza et de Boukhara.

Décembre 2004 Mittal Steel Annaba : La société change de Dénomination après la fusion de LNM holding et ISPAT International.

Juin 2007, ArcelorMittal Annaba : Résultat de la fusion entre Mittal Steel et Arcelor.

Aout 2016 : nationalisation de l'entreprise sous l'appellation SIDER EL HADJAR.[1]

I.3- Principales activités de l'entreprise SIDER EL HADJAR

- Le fer est extrait du minerai dans un haut fourneau à l'aide d'un combustible, le Coke :

Minerai et coke solide sont enfournés par le haut fourneau. L'air chaud insufflé à la base provoque la combustion du coke. L'oxyde de carbone ainsi formé va réduire les oxydes de fer, c'est-à-dire leur prendre leur oxygène et, ainsi, isoler le fer. La chaleur dégagée par la combustion fait fondre fer et gangue (en une masse liquide) où la gangue, de densité moindre, flotte sur un mélange à base de fer : la fonte.

- Le carbone et les résidus de la fonte sont éliminés à l'aciérie par soufflage d'oxygène :

La fonte liquide est versée dans un convertisseur avec de l'acier usagé qui fait fonction de matière complémentaire, c'est le point d'entrée du recyclage. Parmi ces ferrailles, après usage, dans le cycle de fabrication. A l'issue de l'aciérie à oxygène, on obtient du fer presque pur à l'état liquide, c'est "l'acier sauvage".

- Le métal est complètement purifié :

Sa composition chimique est affinée au moyen d'additifs utiles au bon déroulement des futures opérations de transformation et aux propriétés voulues par l'acier : aluminium et manganèse.

- L'acier liquide est ensuite transformé en ébauches solides, "les brames" :

Cette opération se déroule à l'aciérie dans la machine de coulée continue : l'acier liquide est versé dans des moules rectangulaires, d'où il sort en continu, ayant formé une peau solide. Il arrive au bas de l'installation, solidifié à cœur, sous la forme d'un épais ruban d'acier immédiatement tronçonné aux longueurs voulues.

- Les brames sont transformées en fines bandes de tôle :

Dirigées vers le laminoir à chaud, elles sont réchauffées à 12000 °C et amincies par écrasements successifs entre des cylindres. Au final, l'épaisseur de la bande d'acier est de 1,2 à 5 mm, soit 200 fois moins épaisse que la brame ! Un second laminage, à froid cette fois-ci, est réalisé pour mettre l'acier à l'épaisseur voulue par le client. De nouveau écrasé et étiré, son épaisseur est encore divisée par 10 et peut atteindre jusqu'à 0,09 mm dans le cas de l'acier pour emballage.

- Le recuit de la bande de tôle :

Un traitement thermique à 8000C va rendre au métal, durci par le laminage à froid, toute sa malléabilité et le rendre ainsi apte à la mise en forme (emboutissage, roulage, estampage).

- L'étamage :

Pour devenir métal de l'emballage, l'acier va subir une ultime opération : pour protéger l'acier de l'oxydation, la bande est revêtue en continu d'une fine couche d'étain par un procédé d'électrodéposition. L'étain donne à l'acier, telle une feuille de papier glacé, une imprimabilité exceptionnelle.

Tab.1 : Produits de fabrication

Installation	Produits	Principaux utilisateurs
Cokerie	Coke	Métallurgie

HF 1 et HF 2	Fonte	Métallurgie
ACO 1	Brames	Industrie de transformation
ACO 2	Billettes	Industrie de transformation
Laminoir à chaud (LAC)	Tôles fortes	Construction métallique chantiers Navales tube bouteille à gaz
Laminoir à chaud (LAF)	Tôles fines	Electro-ménager mobilier métallique Industrie de transformation
Etamage	Fer blanc	Emballage métallique divers pour les Industries alimentaires et chimiques
Galvanisation	Tôles galvanisées	Bâtiments pour l'agronomie Industrie et élevage
Aciérie électrique (ACE)	Lingots	Recherche et production pétrolière transport des hydrocarbures
Laminoir à fil rond (LFR)	Fil rond à béton	Bâtiment et travaux publics hydraulique

I.4.Présentation des unités de production :**I.4 .1. Cokerie :**

Le coke métallurgique est le combustible de choix pour le haut fourneau. C'est un combustible non fusible, riche en carbone, très résistant et perméable. Ainsi, il favorise la circulation des gaz montants, fournit la chaleur nécessaire à la poursuite de la réaction et assure la réduction et la carburation du fer. Afin qu'il puisse remplir son rôle de perméabilisant, en particulier en bas du haut-fourneau où le minerai devient visqueux puis liquide, le coke doit être d'un calibre homogène, léger et mécaniquement résistant. En outre, sa teneur en soufre doit être faible pour ne pas polluer la fonte. Il est obtenu dans des fours à coke (usine intégrée à la sidérurgie appelée cokerie) par chauffage d'un charbon à l'abri de l'air.

I. 4.2. Préparation Matières Premières et Agglomération (PMA) :

A partir du minerai fourni par les mines de Ouenza et de Boukhadra, l'atelier de préparation matières broie le minerai, le met en tas pour alimenter les agglomérations. Une cuisson sur la chaîne est faite pour produire de l'aggloméré qui alimentera le haut fourneau.

I.4.3. Hauts Fourneaux (HFx) :

A partir des matières premières (aggloméré et coke) fournies par la PMA, les hauts fourneaux produisent de la fonte liquide destinée aux aciéries à oxygène. Le laitier qui est un produit fatal, il sert pour les cimenteries et les travaux publics.

Les HFx sont composés essentiellement de :

- atelier de stockage et criblage des matières premières
- planchers de coulées
- atelier de traitement gaz
- stations de pompage
- atelier de soufflage vent
- station de traitement des eaux et boues
- machines à coulées en gueuses
- atelier réfractaires.



Fig. 2 : les hauts fourneaux de loin

I.4.4. Aciérie à oxygène n°1(Brames) :

Construite en 1972, l'aciérie à oxygène n°1 (ACO1) transforme la fonte liquide provenant du haut fourneau, en acier à l'aide d'oxygène. L'acier est solidifié sous forme de produit appelé brame qui sera acheminé vers le laminoir à chaud pour être transformé en bobines.

Les principales installations de l'ACO1 sont :

- Une zone d'élaboration de l'acier liquide dotée de trois convertisseurs d'une capacité de 90 tonnes chacun
- Deux stations de traitement poches
- Une installation de dépoussiérage
- Deux machines de lingotières courbes pour la production de brames de largeur 750 à 1 300 mm et de 220 mm d'épaisseur
- Une installation de manutention et de traitement des brames.



Fig. 3: L'aciérie à oxygène n°1 (brames)

I.5- Présentation de laboratoire centrale :

Le laboratoire central d'AL HADJAR c'est un laboratoire d'analyse de tous ce qui minéraux et liquide qui contrôlé et traiter plusieurs paramètres qui somme utiliser dans notre jour.

Il est composé de cinq (5) différents laboratoires qui sont :

- Laboratoire spectrométrie (métallique et non métallique).
- Laboratoire des eaux.
- Laboratoire des huiles.
- Laboratoire des matières spéciales /matières premières.
- Laboratoire métallographie /Essais mécanique.

Ayant pour mission la gestion des laboratoires, centraux et propres à chaque unité, il a en charge de :

- Effectuer les contrôles physiques et chimiques des produits semi-finis et des matières premières, conformément aux standards, nuances et procédures préalablement fixées.
- Développer et mettre en œuvre des programmes d'assurance qualité, en relation avec l'activité de l'entreprise.
- Proposer des actions préventives et correctives, nécessaires à l'amélioration du système qualité.

- Elaborer des flashes d'information, quotidiens, hebdomadaires et mensuels abordant la production et la qualité Y afférent, au niveau de chaque unité.

a- Contrôles physiques :

Englobent les différents essais physiques, tels les essais de traction, de compression et de cisaillement, sur des éprouvettes échantillons, découpés dans des bobines d'acier.

b- Contrôles chimiques :

Englobent toutes les analyses chimiques. Par spectroscopie (aciers, fontes), fluorescence X (minerais, agglomérés, laitiers ...), par viscosimètre (huiles), par volumétrie (castines, scories...) ainsi que par analyses spéciales (zinc, étain ...)

Nous essayerons d'aborder dans le volet suivant, les détails concernant la méthode spectroscopique, et celle dite par fluorescence X, en abordant sommairement les méthodes d'analyse par voie humide.[1]

I.6- Conclusion :

Chaque direction se dispose d'un nombre d'unité, et chaque unité est spécialisé à une production acérique tenant en considération que la matière première qui consiste à la fonte qui démarre du haut fourneau passant par les aciéries pour produire les différentes marchandises selon la demande des clients acheteurs.

Généralement, on peut dire que c'est à partir des aciéries qu'il est obtenu l'acier fabriqué à partir de la fonte, affinée au convertisseur.

Chapitre II

CHAPITRE II : ELABORATION DE L'ACIER

II.1. Principes généraux :

Les matières utilisées pour la fabrication de l'acier sont : la fonte liquide, la ferraille, les additions scorifiantes et refroidissantes (chaux, castine, minerai de fer ...)

Le processus d'affinage à oxygène pur avec une lance verticale comprend successivement les opérations suivantes : enfournement des matières, soufflage, arrêt final (ou intermédiaire en cas de resoufflage), mesure de la température et prélèvement des échantillons du métal et du laitier et enfin coulée de l'acier avec addition des ferro-alliages dans la poche.

Au début de chaque coulée, on charge deux tonnes de chaux en procédant à un tartinage par basculement du convertisseur. L'ordre du chargement est le suivant :

On enfourne d'abord la ferraille légère puis lourde, ensuite on verse la fonte liquide dont la quantité est pratiquement toujours égale à 80 tonnes. Ces opérations sont faites à la position inclinée sur l'horizontal du convertisseur avec le trou de coulée nettement dégagé.

Une fois le convertisseur relevé en position verticale, on fait descendre la lance à une hauteur de 1600 mm au-dessus du bain métallique afin de former le laitier dès les premiers moments de soufflage.

Après trois minutes, on ajoute en moyenne deux tonnes de chaux, les quantités de chaux à charge dans le convertisseur sont calculées en fonction du silicium à oxyder.

Pour améliorer les conditions d'élimination du manganèse, on ajoute de la castine par portions de 300 à 700 kg avec des intervalles de deux minutes à partir de la deuxième minute de soufflage. En cas de surchauffe, on refroidit le bain métallique à l'aide des minerais de fer ou de la castine.

Au cours de l'affinage, l'oxydation des éléments du bain métallique dépend de leur affinité pour l'oxygène. La silice formée est vite neutralisée par la chaux du laitier, le manganèse après son passage dans le laitier revient dans le métal avec l'augmentation de la température.

Pour la réalisation d'une coulée, on doit passer par six opérations :

1) Première opération :

Le versement de la ferraille (~ 20 tonnes).

2) Deuxième opération :

Le versement de la fonte liquide. Après cette opération, on remonte le convertisseur dans sa position verticale.

3) Troisième opération :

Le soufflage de l'oxygène par le haut, avec une pureté de 99,5 % dans le but d'oxyder les éléments tels que le carbone, silicium, manganèse, soufre et phosphore et de viser une nuance programmée (teneur en carbone, en manganèse et température) à la fin de soufflage.

4) Quatrième opération :

Au moment de versement de l'acier liquide du convertisseur dans la poche à acier, on effectue la désoxydation et la mise à la nuance, avec l'addition en poche d'une quantité de Ferrosilicium , Ferromanganèse et aluminium).

Une fois le versement terminé, on déplace la poche à acier vers la station de barbotage par l'intermédiaire d'un chariot.

5) Cinquième opération :

Le barbotage consiste à homogénéiser la composition chimique et la température de l'acier liquide suivant les normes d'acceptation au niveau des machines de coulée.

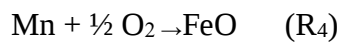
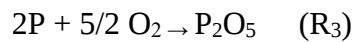
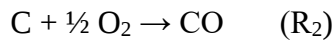
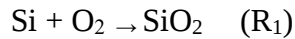
Une fois le barbotage terminé, on couvre l'acier liquide avec le laitier synthétique et on envoie la poche vers les machines de coulée continue.

6) Sixième opération :

La coulée de l'acier sur les machines de coulée continue à brames.

Chimie de processus primaires :

Le passage du bain liquide initial à l'acier final nécessite une diminution des teneurs de tous les éléments par oxydation partielle selon les réactions suivantes qui sont toutes exothermiques :



a) Le carbone : S'élimine sous forme gazeuse et turbulence créée, favorise l'élimination de l'hydrogène et de l'azote présentés dans le métal.

b) La silice (SiO₂) : formée se combine aux oxydes basiques MnO, FeO et à l'oxyde de calcium

(CaO) introduit en donnant une scorie qui monte à la surface du bain.

c) L'oxyde de phosphore : est réductible par le carbone mais la présence de CaO permet la formation de phosphate de calcium moins réductible. Une bonne déphosphoration exige donc un milieu très oxydant et très basique.

d) Désoxydation :

La désoxydation est l'opération qui affecte le plus profondément les qualités du métal (densité inclusionnaire, composition de métal, etc.) et donc ses caractéristiques de mise en œuvre (usinabilités, formabilité, résistance à la fatigue, à la rupture et à la corrosion, etc.). La désoxydation s'opère :

- Soit par traitement sous vide qui provoque le déplacement de l'équilibre global :



$$\lg k_p = 1168/T + 2,07 \quad (1)$$

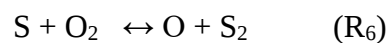
- Soit par l'introduction dans le métal liquide de désoxydants comme le silicium ou aluminium.

Dans le premier cas, la désoxydation se fait se forme gazeuse et dans le second cas, elle donne naissance à des inclusions de types oxydes qui s'éliminent au moins partiellement en passant dans le laitier.

e) Désulfuration :

La demande croissante d'aciers à très faible teneur en carbone en soufre (pouvant aller jusqu'à 0,001%) a conduit à parfaire l'opération de désulfuration.

Elle met en œuvre des échanges entre le métal et un laitier basique. La réaction globale de désulfuration s'écrit :



Elle montre que, pour le laitier de capacité en sulfure déterminée, la désulfuration de l'acier est d'autant meilleure que la désoxydation de l'acier liquide est plus poussée.

On peut également injecter du calcium pourrait dans l'acier liquide sous forme de siliciure.

L'action du calcium pourrait être due au fort brassage provoqué par sa vaporisation. Le calcium permet également de contrôler la morphologie des inclusions de sulfures présentes dans le produit final.[7]

II.2. Processus primaire :

II.2.1. Désulfuration en poche :

A la sortie du haut fourneau, la fonte subit une première désulfuration par la chaux, le carbure de calcium ou magnésium introduits dans la poche – tonneau qui sert à son transfert. Bien que les oxydes de calcium et de magnésium soient plus stables que les sulfures correspondants. Les teneurs en soufre peuvent atteindre 0,01 à 0,02 %. La scorie est éliminée par un décrassage soigné afin d'éviter au soufre d'être réincorporé dans le métal dans l'étape suivante.

II.2.2. Filière fonte (Acier à oxygène) :

Il est obtenu à partir de la fonte liquide dans un convertisseur. Le passage de la fonte à l'acier s'effectue grâce à l'insufflation d'oxygène pur pour éliminer l'excédent de carbone et d'impuretés par brûlage. Ci-contre le schéma de principe de l'élaboration. [5]



Fig. 4 : Convertisseur à oxygène

- **Principe d'opération :**

La transformation de la fonte en acier, appelée conversion, se déroule dans un réacteur dans lequel est insufflé de l'oxygène pur à température 1600°C. Le volume du convertisseur est 7 à 12 fois supérieur au volume de métal car au cours de l'élaboration on génère une « émulsion » fer, carbone, oxygène qui remplit tout le convertisseur (cela permet aussi de confiner les éventuelles projections de métal lors du traitement).

➤ Différents types d'injections sont pratiqués :

- Soufflage par le haut grâce à des lances refroidies à l'eau (procédé LD) ;
- Soufflage par le bas par l'intermédiaire de tuyères comprenant deux tubes coaxiaux (Procédé LWS) ;
- Soufflage mixte (procédé LBE, LET, K-BOP...).
- L'injection d'oxygène permet d'éliminer le carbone, le silicium, le manganèse, le phosphore et le soufre se trouvant initialement dans la fonte par formation d'oxydes du type CO, SiO₂, MnO.[5]

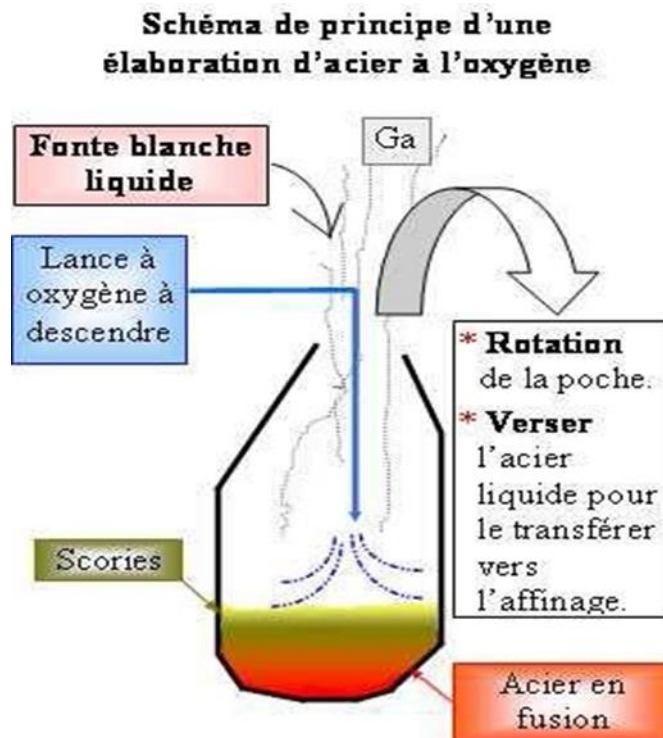


Fig. 5 : Principe de l'élaboration à oxygène

II.2.3. Filière électrique (Acier électrique) :

Il est surtout obtenu à partir de ferrailles refondues dans un four électrique. La fusion est obtenue par des arcs électriques. L'opération comporte trois phases : fusion, oxydation, décrassage du bain ; puis coulée de l'acier. [5]

- **Principe d'opération :**

Les électrodes produisent des arcs électriques à l'intérieur du four, ce qui engendre la fusion de la matière. Récupération du laitier et des résidus.

A la sortie du four, on obtient de l'acier sauvage liquide qui est versé dans une poche pour être acheminé vers l'aciérie.[5]

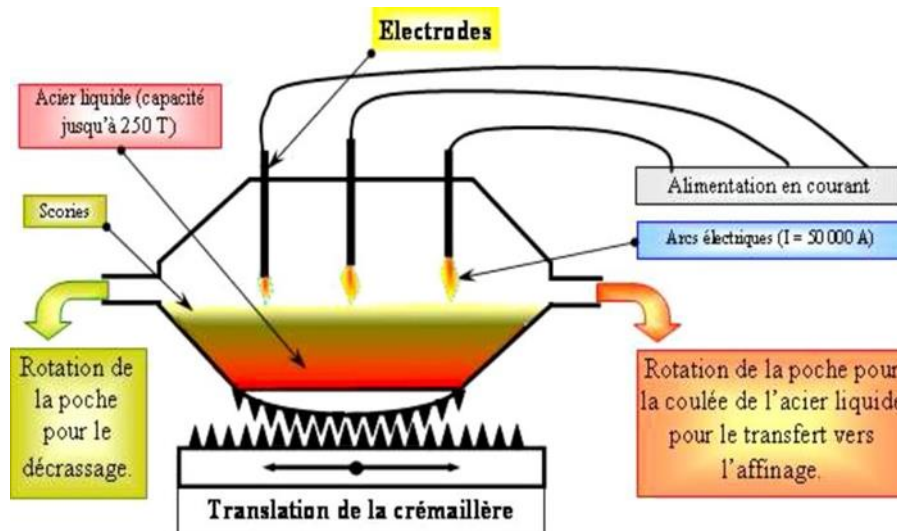


Fig. 6 : Principe d'élaboration dans un four électrique

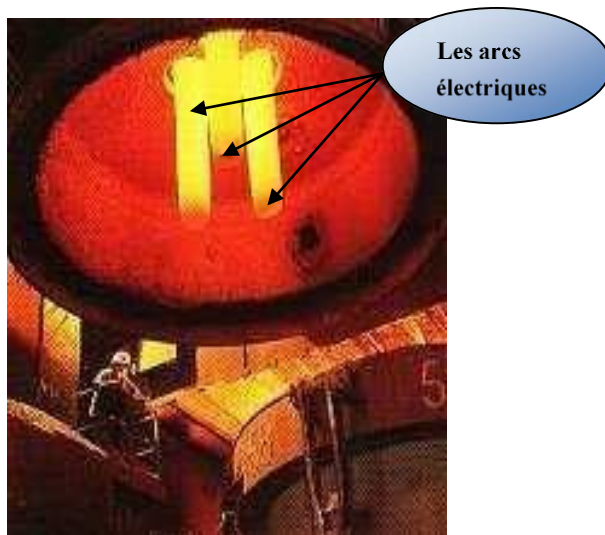


Fig. 7 : Les arcs électrique



Fig. 8 : Four électrique dans une aciérie

II.3. Processus secondaire :

- **Station d'affinage :**

Les opérations d'affinage (décarburation) et additions chimiques ont lieu dans un récipient sous vide. L'acier est mis en rotation entre poche et récipient à l'aide de l'argon. L'oxygène permet d'activer la décarburation et d'éliminer le carbone restant sous forme gazeuse (CO_2). Lors de la mise à nuance, des composants chimiques sont ajoutés tels que le silicium, le nickel, le manganèse ou le chrome. [8]

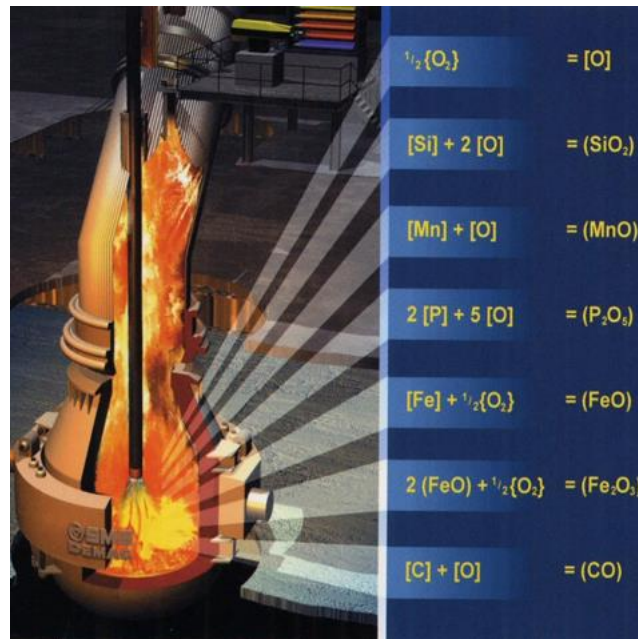


Fig. 9 : Principe et réaction d'affinage

II.4- Coulée de l'acier :

Avant sa solidification l'acier est coulé selon plusieurs procédés :

- Soit coulé dans des moules en sables pour obtenir des pièces de fonderie.
- Soit coulé dans des lingotières, lorsqu'il doit être ultérieurement travaillé (forgeage, laminage etc.). Ce procédé est souvent le plus utilisé.

Généralement l'acier à sa sortie du four ou du convertisseur est déversé dans une poche, le plus souvent on utilise les poches à quenouille, qui représente un réservoir conique en tôle épaisse revêtue intérieurement de briques réfractaires. La quenouille est destinée à soulever le tampon du siège (ouverture dans son fond par laquelle s'écoule l'acier de la poche).

L'acier à sa sortie du four doit être surchauffé de 100 à 150°C au-dessus de sa température de fusion. La surchauffe est nécessaire pour la compensation des pertes de chaleur occasionnées par la durée de la coulée qui peut parfois dépasser 1 heure 30 minutes.

Mais cette surchauffe doit être contrôlée car des températures très élevées peuvent provoquer les criques, la ségrégation chimique et la haute teneur en gaz.

Les températures basses peuvent contribuer aussi à la mauvaise qualité de la surface et la haute teneur en inclusions métalliques.[8]

II.4.1. Coulée en lingotières :

Les lingotières sont en fonte et peuvent avoir des formes et sections variables tels que carrée, rectangulaire, hexagonale etc. Le poids du lingot varie de 100 kg à 100 tonnes, mais les plus répandus sont les lingots de 6 à 8 tonnes.

Pour faciliter l'extraction des lingots solidifiés, leurs parois intérieures sont lubrifiées au préalable à l'aide de goudron et d'aluminium en poudre. L'extraction des lingots est facilitée aussi par l'inclinaison donnée aux parois.[8]

Selon le procédé de coulée en lingotières on distingue plusieurs types tels que :

a) La coulée en chute :

Le métal est directement versé dans la lingotière. Au début pour éviter les projections du métal sur les parois, l'acier est coulé lentement, une fois la couche amortissant le métal liquide est formée, on augmente la vitesse de coulée au maximum. A la fin lorsque le niveau du métal s'approche de la masselotte on diminue la vitesse de coulée, afin de réaliser la retassure en haut. La durée de remplissage d'une lingotière de 2 + 20 tonnes est de 2 à 8 minutes.

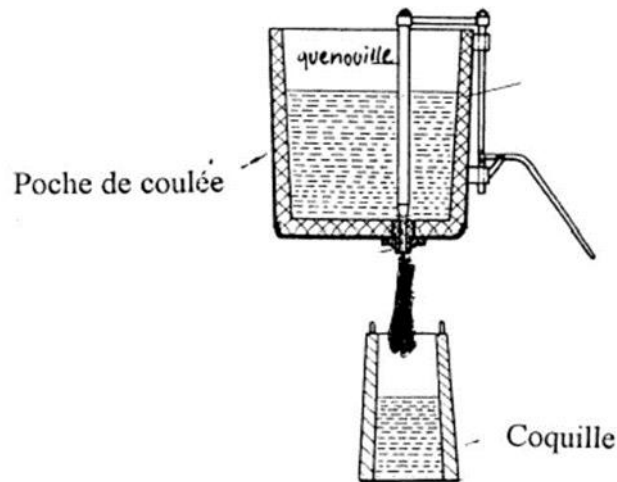


Fig. 10 : Principe de la coulée en chute

b) La coulée en source :

L'acier est versé dans un conduit vertical qui par l'intermédiaire d'un canal horizontal en matériaux réfractaires vient se raccorder aux moules principaux (lingotières).

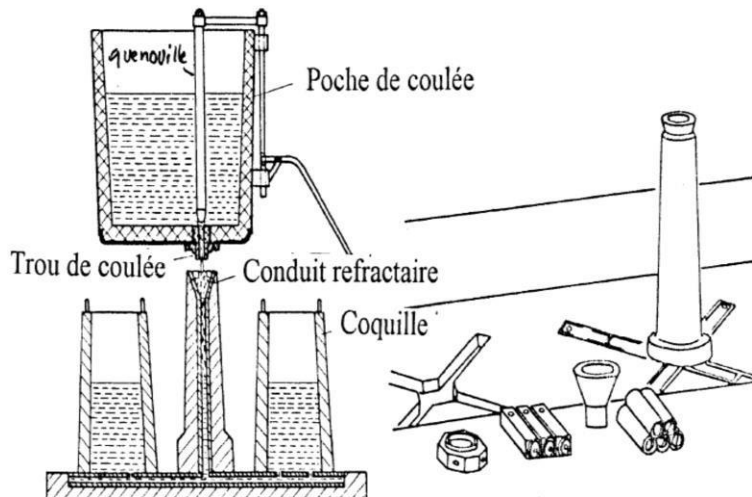


Fig. 11 : Principe de la coulée en source

II.4.2. La coulée continue :

La coulée continue est un procédé de solidification du métal en fusion. Il consiste à remplir de métal liquide dans une lingotière sans fond, puis à extraire lentement le produit du moule alors que celui-ci est, dans certains cas, encore liquide à cœur.

L'extraction du produit solidifié est compensée par un apport de métal liquide chaud : le métal liquide entre d'un côté du moule pendant que de l'autre coté en sort un produit solide.[8]

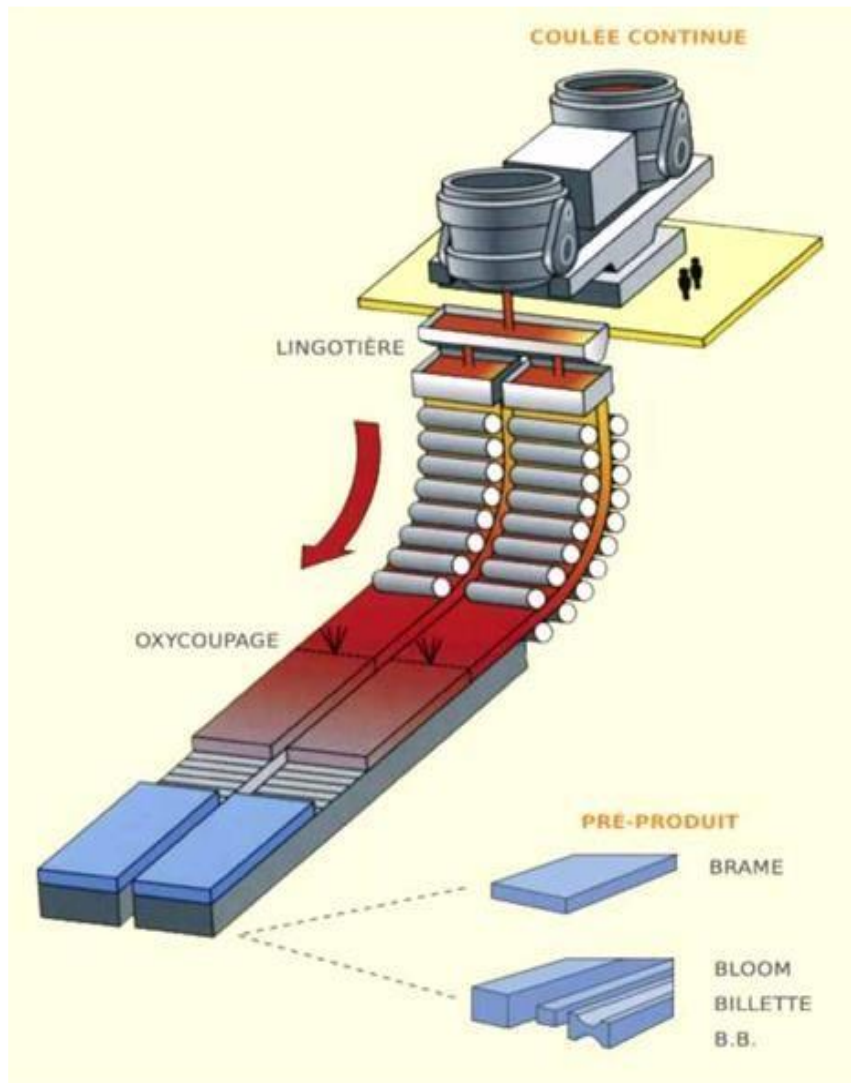


Fig. 12 : Schéma du principe de la coulée continue

II.4.2.1. Ligne de la coulée continue : Une ligne de coulée continue comprend généralement :

a) La poche de coulée :

La poche de coulée est de capacité variable, et peut contenir environ 150 tonnes de métal en fusion. Elle est montée sur une tourelle et du permet l'alimentation répartiteur.[8]



Fig. 13 : Poche de coulée alimentant un répartiteur

b) Le répartiteur :

Le répartiteur (ou régulateur de débit) permet d'envoyer l'acier liquide vers une ou plusieurs lingotières à un débit contrôlé, et sans interruption. Lors d'un changement de poche, il joue le rôle de réservoir-tampon de manière à assurer la continuité de l'alimentation de la (des) lingotière(s).[8]

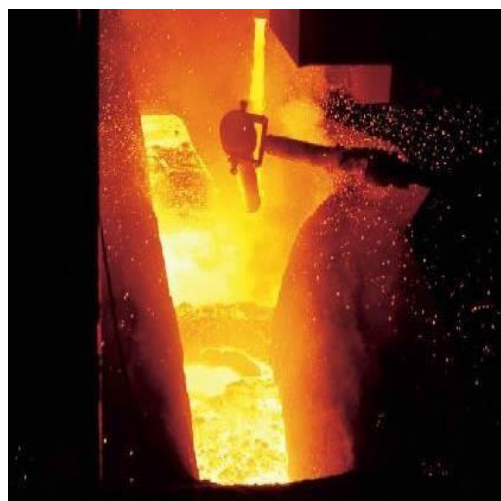


Fig. 14 : Répartiteur

c) La busette :

La busette est un long tube terminé par deux ou trois ouïes, situé entre le répartiteur et la lingotière. Sa partie inférieure est submergée dans l'acier liquide contenu dans la lingotière.

Elle permet l'injection d'acier liquide dans la lingotière en continu, en le protégeant du contact avec l'air pour éviter l'oxydation. Sa durée de vie est très courte, on la change environ toutes les cinq coulées. Son diamètre intérieur est typiquement 70mm.[8]

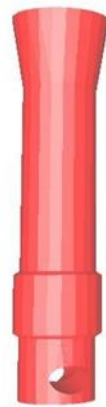


Fig. 15 : Busette à fond conique

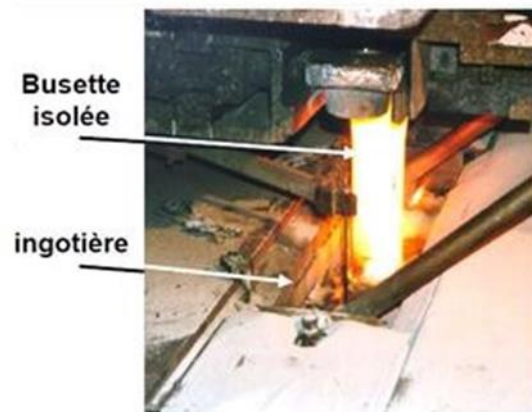


Fig. 16 : busette immergées isolées

d) La lingotière :

C'est dans la lingotière qu'a lieu le refroidissement primaire. C'est une sorte de moule sans fond en cuivre, maintenu à basse température par un système de refroidissement, en général hydraulique.

Pour éviter que l'acier ne reste collé aux parois des moules en cuivre lorsqu'il se solidifie, la lingotière est animée d'un lent mouvement d'oscillation vertical.

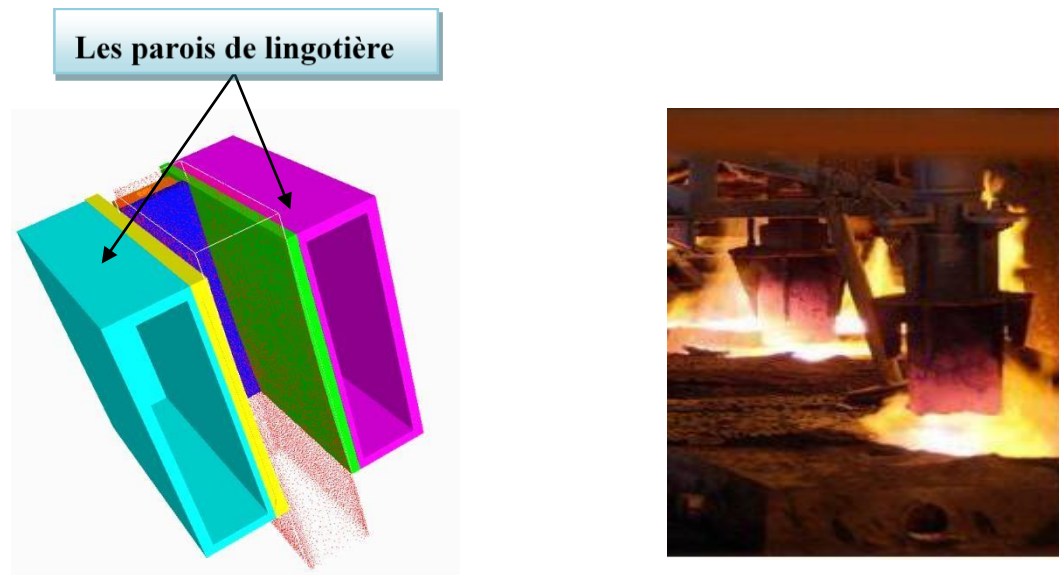


Fig. 17 : Lingotière

e) Le refroidissement secondaire :

C'est dans cette partie de la machine qu'a lieu la solidification du produit. Elle est constituée de rouleaux (de soutien et de guidage), entre lesquels sont disposés des systèmes de jet d'eau aspergeant le produit pour assurer le refroidissement secondaire.[8]



Fig. 18 : Refroidissement secondaire simultané de deux brames

f) Le mannequin :

Le mannequin sert à amorcer le procédé : il sert de fond provisoire à la lingotière et permet de "tirer" le début du produit jusqu'à l'endroit où il sera découpé.[8]



Fig. 19 : Le mannequin

g) Les cylindres d'entraînement :

permettant l'extraction régulière du métal solidifié. Ce sont des cages comprenant chacune deux rouleaux, l'un fixe définit la direction de la coulée et l'autre mobile, appuyé par des ressorts, exercent une pression constante et provoque l'entraînement de l'acier solidifié.[8]

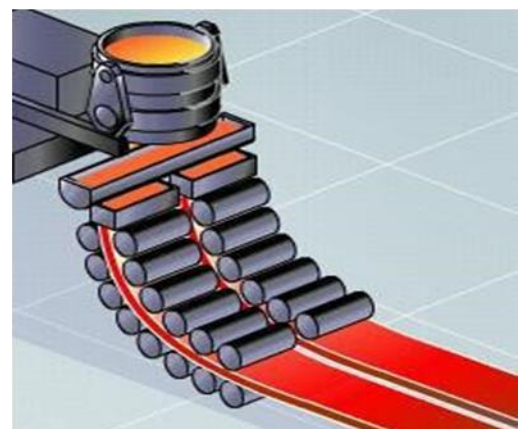


Fig. 20 : Rouleaux d'extraction

h) Un système de cisailage (oxycoupage) :

Permettant de couper les brames selon la longueur exigée. Pour des sections jusqu'à 250 cm² on utilise des cisailles hydrauliques et pour des sections plus grandes on utilise le chalumeau oxyacétylénique ou oxypropane. Dans certains cas l'utilisation de deux chalumeaux est exigée.[8]



Fig. 21 : Exemple d'oxycoupage

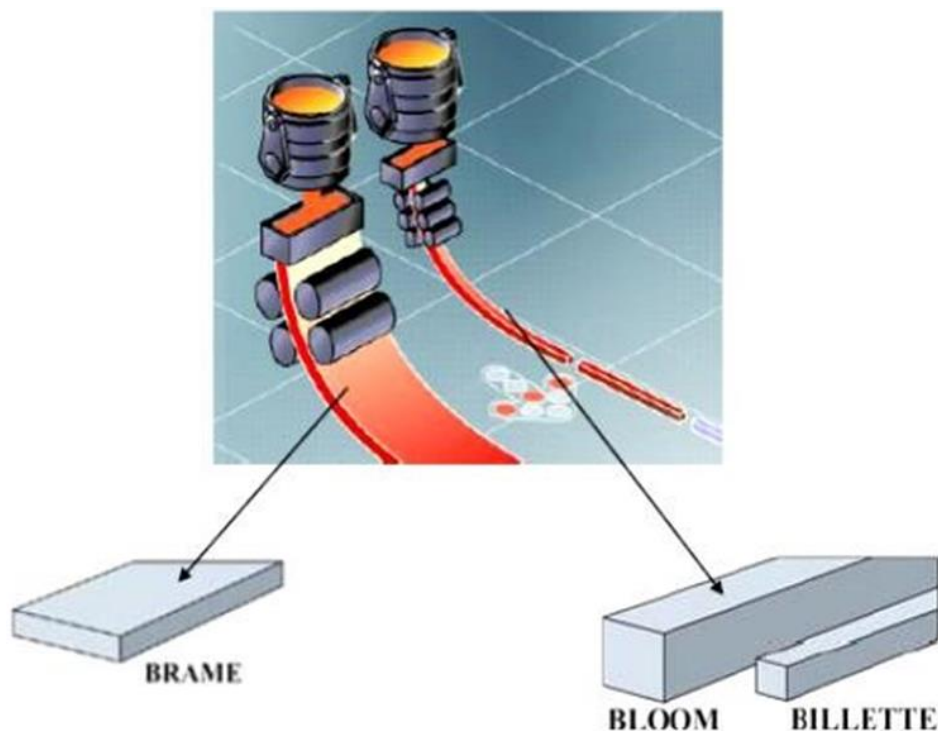
II.4.2.2- Produits issus de la coulée continue :

Fig. 22 : Les produits de la coulée continue

a) La brame :

Est un demi-produit sidérurgique. C'est la matière première utilisée pour la fabrication des tôles ou des plaques sur les trains de laminoirs.

La brame, est une masse d'acier de forme parallélépipédique et de fortes dimensions : d'environ 700 à 2 500 mm de largeur, de 5 à 15 m de long et de 150 à 350 mm d'épaisseur. Son poids peut atteindre plusieurs dizaines de tonnes.

Vers le milieu des années 1980, un développement de la coulée continue, avec la mise au point d'une lingotière de forme complexe, a permis l'apparition des brames minces, qui font de 25 à 80 mm d'épais.

Les brames sont obtenues, soit directement à la coulée continue, soit après réduction d'un lingot dans un train de laminoirs dégrossisseur. Les trains de laminoirs dégrossisseurs disparaissent aujourd'hui au profit des coulées continues.[9]



Fig. 23 : Les brames

b) La billette :

Est un demi-produit de l'industrie métallurgique, notamment de la sidérurgie. Son laminage ou extrusion permet d'obtenir des produits longs métalliques de faibles section (fil métalliques, barres, profilés...).

La billette est une masse de métal ressemblant à une grande barre. Sa section est généralement carrée, parfois rectangulaire ou ronde, de dimension supérieure ou égale à 50 mm et inférieure ou égale à 120 mm. Les produits de section plus grande sont des blooms. Sa longueur varie de 5 à 12 m de long.[9]



Fig. 24 : Les billettes en acier

c) Un bloom :

Est un demi-produit sidérurgique. C'est une barre d'acier de section carrée (exceptionnellement cylindrique ou rectangulaire) supérieure à un carré de 120 mm de côté (160 mm chez certains sidérurgistes, de 310 mm à 600 mm en section cylindrique chez ESB), de longueur variable, destinée à être engagée dans des trains de laminoirs. Cette barre est laminée pour obtenir des produits longs de section importante : poutrelles, rails...

Initialement coulé en lingot, puis laminé dans un blooming, l'acier produit prenait le nom de bloom. Aujourd'hui où les coulées continues sont généralisées, le cycle lingot/blooming a disparu et l'acier liquide est directement coulé en blooms.

Après fabrication, le bloom est stocké en l'état ou relaminé dans la fournée sur un train continu à chaud.

Pour le laminage des fils machines, barres marchandes, profilés ou petites poutrelles, on parle de billettes, qui sont des barres de plus petite section.[9]



Fig. 25 : Les blooms

III- Généralités sur les aciers :

III.1. Définition :

L'acier est défini comme un alliage de fer et de carbone avec une teneur en carbone inférieure à 2% (voir diagramme Fe-C). Dans l'industrie, l'acier est plus couramment utilisé que la fonte car il possède des propriétés mécaniques relativement bonnes par rapport à la fonte. [8]

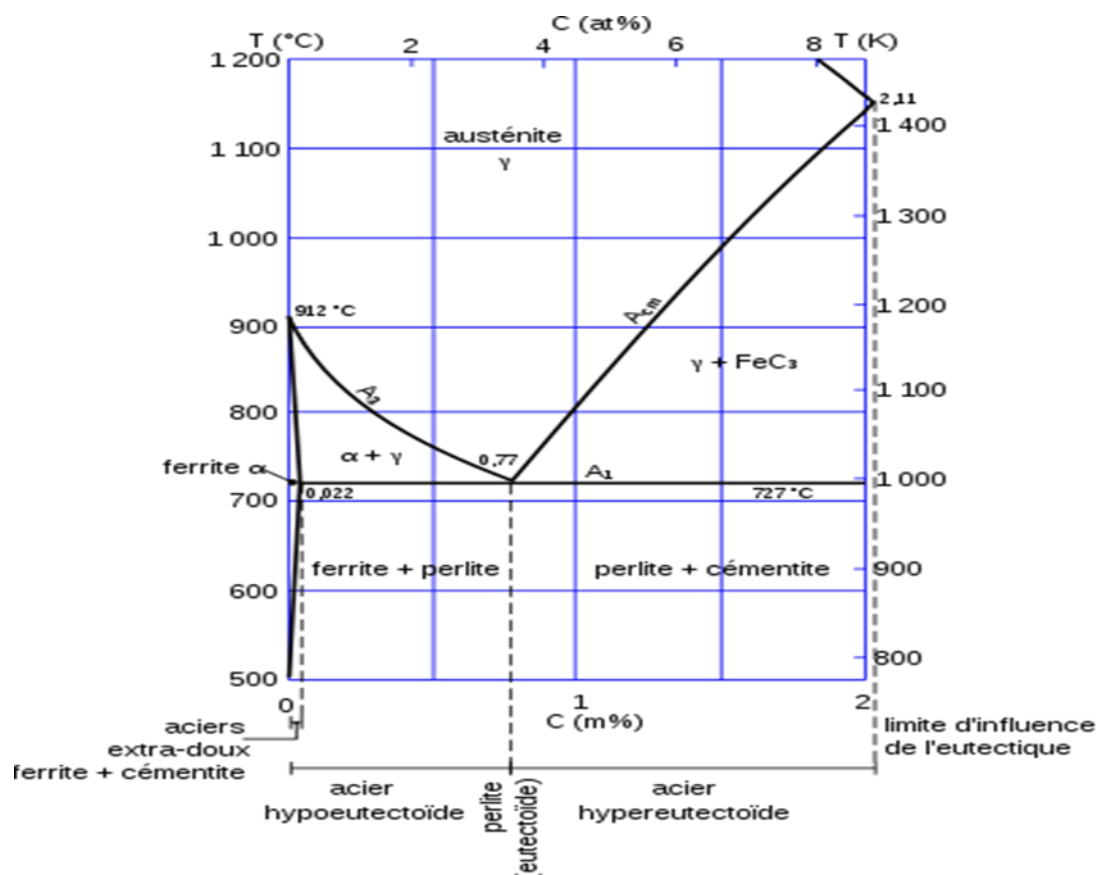


Fig. 26 : Diagramme fer - carbone pour les aciers

Selon le diagramme fer-carbone, à l'état solide, c'est-à-dire en dessous du point eutectoïde à une température de 727°C, plusieurs types d'aciers peuvent être distingués en fonction de leur pourcentage de carbone :

- Les aciers hypoeutectoïdes : (de 0,008 à 0,77 % de carbone) qui sont les plus moins durs.
- Les aciers eutectoïdes (0,77 % de carbone).
- Les aciers hypereutectoïdes (de 0,77 à 2,11 % de carbone) qui sont les plus durs.

III.2. Les différentes phases de l'acier :

Austénite, bainite, cémentite, ferrite, martensite et perlite.[8]

a) Austénite :

L'austénite (fer γ) est une phase du fer qui est stable entre 910°C et 1394°C. Elle a une structure cristalline cubique à faces centrées, ce qui permet une solubilité élevée du carbone (jusqu'à 2,1% en poids à 1147°C). L'austénite n'est pas magnétique.

b) Ferrite :

La ferrite (fer α) est une phase de l'acier avec une structure cubique centrée. Cette phase est observée lorsque la température est inférieure à 912°C ou supérieure à 1394°C, à condition que la teneur en carbone soit très faible. La transformation de la structure cubique à faces centrées (austénite) du fer vers la structure cubique centrée (ferrite) se produit lorsque la température diminue en dessous de 912°C et est accompagnée de l'apparition progressive du ferromagnétisme dans la structure cubique centrée.

c) Perlite :

La perlite est un constituant à deux phases de l'acier composé de 89% de ferrite et de 11% de cémentite. Sa structure se compose généralement de lamelles alternées de cémentite et de ferrite. La nucléation se produit aux joints de grains de la phase austénitique parente

d) Cémentite :

La cémentite (ou carbure de fer) est un composé chimique de formule Fe_3C et de structure orthorhombique. Elle contient 6,67% de carbone. La cémentite est très dure

(dureté Vickers HV = 700 à 800) mais très cassante ($A = 0\%$, $R_m = 700 \text{ N/mm}^2$). Elle forme un constituant appelé perlite avec la ferrite.

e) Martensite :

La martensite (fer α) est une phase métastable résultant de la transformation sans diffusion de l'austénite en dessous de la température martensitique. C'est une solution solide sursaturée de carbone dans le fer α , ayant la même composition que l'austénite initiale.

f) Bainite :

La bainite apparaît comme un agrégat de plaques (ou lames) de ferrite et de particules de cémentite. C'est un constituant qui possède les mêmes phases que la perlite (ferrite et cémentite) mais qui possède une structure particulièrement fine, souvent sous forme d'aiguilles, ce qui lui confère de bonnes propriétés mécaniques. Elle est dure et relativement facile à usiner.

La bainite peut exister sous deux formes, en fonction de la température à laquelle elle se forme

1) Bainite supérieure :

La bainite supérieure a une structure composée de fines plaques de ferrite d'une épaisseur de 0,2 micromètres et d'une longueur d'environ dix micromètres, qui se développent en paquets appelés lames. Au sein de chaque lame, les plaques sont parallèles et ont la même orientation cristallographique.

2) Bainite inférieure :

La bainite inférieure se forme juste au-dessus de M_s . Les lattes sont plus fines et les carbures sont dispersés dans les lattes.

III.3. Matière premières :

Dans n'importe quel procédé d'élaboration de l'acier, la composition, la qualité et la quantité des matières premières, sont des facteurs qui exercent une grande influence sur le cours du coût économique du processus technologique.

Les matières première pour la fabrication de l'acier sont : la fonte (liquide ou solide), la ferraille métallique , la chaux, la castine, le spathiflore et le minerai de fer.[7]

La fonte :

La fonte est le produit de la transformation du minerai de fer au haut fourneau. Cependant, la fonte sous le terme académique désigne un fer, dont la teneur en carbone est supérieur a 1,8 %. Le carbone est le constituant principal, sa vitesse d'oxydation détermine le cycle de conversion.

La composition de la fonte détermine dans une grande mesure le processus technologique de conversion, ainsi que les principaux indices techniques ou économiques. Lorsque la teneur en silicium de la fonte est élevée , il en résulte une consommation importante de la chaux et de minerai de fer pour le refroidissement du bain ; ce qui implique une augmentation de scorie formée. [7]

L'affinage d'une fonte à haute teneur en silicium diminue le rendement du convertisseur.

Tab 2 : Composition chimique moyenne de la fonte

Eléts	C	Si	Mn	P	S
%	4.20	0.60	2.50	0.05	0.03

Ferraille :

La composition chimique de la ferraille exerce une influence importante sur le processus d'affinage.

Les inclusions des éléments autre que le fer dans la ferraille donnent lieu à une prolongation du temps d'affinage ou à des défauts de qualité des produits.

Ces éléments nocifs sont les suivants : Sn, Cu, Ni, Sb ...

Ils ont une influence néfaste sur les caractéristiques mécaniques du produit fini.

Ces éléments ne s'éliminent pas au cours de l'affinage.

Le Sn: son inclusion à forte dose nuit à la qualité de l'acier. Le Cu : a un effet néfaste sur la qualité de l'acier dû à la haute teneur en soufre.

Le Ni: la haute teneur de cet élément rend instable la composition chimique et la température finale de l'acier.

L'antimoine et (Sb): sa teneur élevée conduit à la formation des criques sur bandes au cours de laminage, son effet est aussi néfaste pour l'estampage, la partie de la bande comprenant une forte dose refuse le revêtement et laisse des taches sur les produits finis.

Huiles et graisses : En plus de leur influence directe sur la composition chimique de l'acier, leur présence est dangereuse sur le plan sécurité car ils peuvent provoquer des explosions (dégâts matériels et corporels), d'où il est nécessaire d'éliminer d'avance les récipients à graisse ou à huiles.

Tout cela demande des précautions toutes particulières lors de la récupération, triage et stockage des ferrailles.[7]

Tab 3 : La composition chimique de la ferraille

Eléts	C	Si	P	S	Mn
%	0.15	0.20	0.03	0.04	0.25

Minerai de fer :

L'addition de minerai de fer dans le convertisseur a pour but de régulariser la température du métal pendant le soufflage, il opère sur la vitesse de décarburation et sur l'état de scorification. Les propriétés exigées au minerai de fer employé

Comme oxydant sont les suivant :

- Teneur en fer élevée, c'est-à-dire la haute teneur en oxygène utile.
- Basse teneur en soufre et en phosphore
- Présence minimale de l'eau.
- Minerai en roche.

Une introduction de minerai de fer dans le convertisseur revient à augmenter artificiellement et brutalement la teneur en oxyde de fer du laitier. Si le minerai est enfourné au début de soufflage, ou en temps normal, la teneur en oxyde de fer est plutôt

plus élevée ; il existe un risque de débordement par augmentation trop brutale de la décarburation en particulier des billes de fonte projetées dans le laitier.

Si le minerai est enfourné pendant la période de décarburation, on peut observer l'un ou l'autre mode d'action de minerai. Il peut se dissoudre dans le laitier si celui-ci est sec et donner lieu des à projections En fin décarburation, une addition de minerai peut perturber la relation entre la teneur en carbone du bain et la vitesse de décarburation et augmenter la dispersion obtenue dans le cas de l'arrêt dynamique effectué à partir de cette relation.

Afin de ne pas perturber l'affinage, il semble donc préférable d'enfourner le minerai pendant la décarburation de façon continue pour ne pas provoquer de brusques déséquilibres.[7]

Tab. 4 : La composition chimique du minerai de fer

Eléts	Fe ₂ O ₃	FeO	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MnO	P ₂ O ₅	FeT
%	72.90	0.60	5.80	1.60	5.10	2.50	4.90	0.023	51.5

Spath-fluor :

Le spath-fluor est une roche transparente présentant selon les pièces des couleurs très variées : Incolore, jaune, rouge mauve, allant jusqu'au mousse.

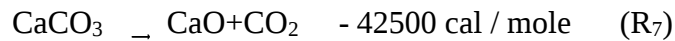
Le minerai est constitué essentiellement de Ca et des impuretés tels que SiO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃, CaCO₃, (S) et (P).

Le spath-fluor est le fondant le plus efficace en ce qui concerne son action plus fluidifiante sur la scorie.

L'utilisation de spath-fluor amène à une accélération de dissolution de la chaux, une amélioration des conditions de désulfuration de déphosphoration du métal et une augmentation de la viabilité du revêtement du convertisseur et une diminution de la concentration de la chaux.[7]

Castine :

La castine enfournée se décompose sous l'effet de la chaleur et grâce à la réaction suivante :



Elle fait apparaître le phénomène d'ébullition de chaux contribuant au brassage métal-scorie et à l'alimentation du bain en chaux sa scorification est excellente.

Cependant la dissolution de la castine étant une réaction endothermique, sa capacité de refroidissement t serait située à 1.40 fois de celle de la ferraille.[7]

Tab. 5 : La composition chimique de la castine

Eléts	CaO	MgO	SiO ₂	P	S	Pertes au feu
%	54.95	0.50	0.17	0.003	0.004	45.085

La chaux :

Un des soucis permanents de l'aciéristes est l'amélioration du rendement en fer dans l'opération d'affinage qui passe par une minimisation des quantités de laitier formé, c'est-à-dire de l'enfournement de chaux.

Dans l'affinage de la fonte au convertisseur, le rôle de la chaux est multiple :

- Assurer dès le début de l'affinage la formation d'un laitier basique fixant la silice et l'oxyde de phosphore résultant de l'oxydation du silicium et le phosphore contenus dans la fonte afin de protéger le garnissage contre un laitier trop oxydant.
- Dans le but d'améliorer ce rôle de protection de revêtement réfractaire, il est fréquent qu'une partie de la chaux soit enfournée sous forme de chaux magnésienne décarbonatée.
- Une dissolution rapide de cette chaux est nécessaire pour obtenir un laitier fluide dès le début de l'affinage ; le maintien d'une phase liquide au-dessus du métal se

traduit par une diminution des projections et par conséquent par un gain de rendement de fer.

Permettre au cours de l'affinage l'élimination du phosphore et du soufre dans le métal. Tout le phosphore présent dans le minerai se trouve en l'effet dans la fonte et l'aciérie de conversion représente pratiquement la seule possibilité d'éliminer cette impureté ; dans l'état actuel des techniques la chaux est l'agent déphosphorant par excellence, mais elle risque d'être concurrencée par excellence par le carbonate de sodium si les techniques de préaffinage de la fonte se développent industriellement. Le sidérurgiste recherche une dissolution rapide de la chaux pour former un laitier liquide basique.

Les conditions optimales de dissolution sont réunies lorsque la chaux peut offrir la surface maximale de contact avec le laitier, ce qui peut être réalisé par une diminution de la granulométrie et par une augmentation de la porosité.[7]

Tab. 6 : La composition chimique de la chaux

Eléts	CaO	CO₂	P	S
%	96.60	1.50	0.006	0.010

IV. Méthodes D'analyse

IV.1. Spectrométrie de fluorescence X

IV.1.1. Introduction

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale utilisée pour identifier et déterminer les éléments chimiques présents dans un échantillon. Elle peut être appliquée à une grande variété de matériaux tels que les minéraux, les céramiques, les métaux, les huiles, l'eau, les verres, sous forme solide ou liquide. Cette technique permet l'analyse de tous les éléments chimiques du béryllium (Be) à l'uranium (U) dans des gammes de concentration allant de quelques parties par million (ppm) à 100%, avec des résultats précis et reproductibles.[3]

IV.1.2 Principe

L'échantillon à analyser est exposé à un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent d'un état fondamental à un état excité.

L'état excité étant instable, les atomes tendent à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, principalement sous forme de photons X. Chaque atome émet des photons X d'énergie et de longueur d'onde spécifiques en raison de sa configuration électronique. Ce phénomène est appelé fluorescence X, qui est une émission secondaire de rayons X caractéristiques des atomes présents dans l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet de déterminer à la fois les éléments chimiques présents dans l'échantillon et leur concentration massique.[3]

IV.1.2.1. Rayons X et fluorescence

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques situées dans la partie du spectre électromagnétique entre 100 eV et 1 MeV. Leur énergie est suffisamment élevée pour arracher des électrons situés près du noyau des atomes. En spectrométrie de fluorescence X, des sources de rayonnement X couramment utilisées sont les tubes à rayons X ou les sources radioactives. Les photons X émis par un tube à rayons X ont la capacité d'arracher des électrons des couches proches du noyau des atomes, ce qui conduit à l'émission de photons X caractéristiques de chaque atome lors du retour à l'état d'équilibre. Différentes transitions électroniques peuvent se produire, ce qui donne lieu à plusieurs types de photons X, désignés par des notations telles que $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$, $L\beta$, selon le système de Siegbahn.[3]

IV.1.2.2 Spectromètres à dispersion en énergie (EDS)

Ces spectromètres exploitent la sensibilité des détecteurs à l'énergie des photons X émis par les atomes constituant l'échantillon à analyser. Ces détecteurs peuvent être de type semiconducteur, tels que les détecteurs au silicium dopé au lithium (Si(Li)), ou des détecteurs à silicium à diffusion (Silicon Drift Detector, SDD), qui sont connectés à un amplificateur. Lorsque les photons X pénètrent dans le détecteur, ils provoquent des ionisations dans le semi-conducteur, ce qui entraîne la migration de paires électrons/trous sous l'effet du champ électrique de polarisation, générant ainsi des impulsions de courant dont l'amplitude est proportionnelle à l'énergie du photon. Le détecteur convertit les photons X en charge électrique, tandis que l'amplificateur transforme le signal en impulsion électrique.[3]

Plus l'énergie du photon X incident est élevée, plus il crée de défauts dans le semi-conducteur, ce qui se traduit par une amplitude d'impulsion électrique plus grande. Par conséquent, l'amplitude des impulsions est directement proportionnelle à l'énergie du photon X pénétrant dans le détecteur. Étant donné que l'énergie des photons X incidents est caractéristique des atomes constitutifs de l'échantillon, on peut utiliser la hauteur des impulsions pour déterminer la nature de ces atomes. Lorsque la concentration d'un élément est élevée, l'appareil détectera davantage de photons X ayant la même énergie ou la même hauteur d'impulsion. Ainsi, pour déterminer la concentration des éléments présents dans un échantillon, il faut compter le nombre d'impulsions de même hauteur.

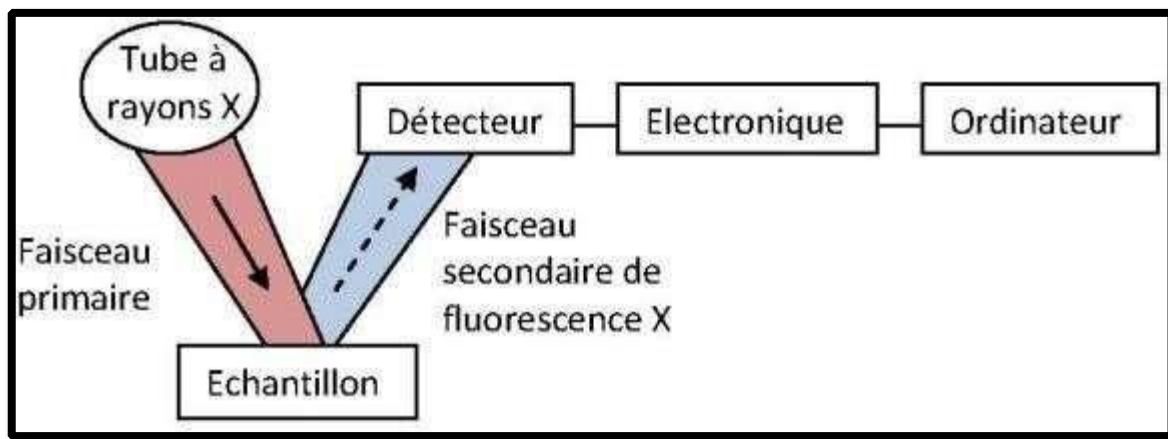


Fig. 27 : Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en énergie

IV.1.2.3 Les spectromètres à dispersion en longueur d'onde (WDS)

Dans ce type d'appareillage, pour identifier les différents rayons X émis par l'échantillon est intercalé sur leur trajet un cristal analyseur. Le dispositif utilise la propriété des solides cristallins de pouvoir diffracter des rayons X dans certaines conditions. Un solide cristallin peut être vu comme la répétition périodique tridimensionnelle d'éléments (atomes ou molécules) et être caractérisé par des plans réticulaires espacés d'une distance d passant par les centres de ces éléments. Ces plans ont la propriété de diffracter un rayonnement X de longueur d'onde λ lorsque l'angle incident Θ entre ce rayonnement X et les plans du solide cristallin est tel que l'équation dite de Bragg est satisfaite. [3]

$$\text{Equation de Bragg : } n\lambda = 2d\sin\theta \quad (2)$$

Avec :

λ = longueur d'onde du rayonnement X incident,

n = ordre de la réflexion (entier positif),

d = distance inter réticulaire du cristal analyseur,

θ = angle d'incidence du rayonnement X

Dans un WDS, le rayonnement de fluorescence X émis par les atomes constituant l'échantillon est d'abord colmatée par un système de fentes appelées fentes de Soller ou collimateur en un faisceau de rayons parallèles (pour concentrer le rayonnement) vers un cristal analyseur.

Le cristal analyseur est placé sur un goniomètre, ainsi l'angle qu'il présente aux rayonnements de fluorescence X peut varier. Un rayonnement caractéristique d'un atome ne sera détecté pour une position donnée du cristal que si sa longueur d'onde répond au critère de Bragg. Ainsi pour une position donnée du cristal, une seule raie caractéristique de longueur d'onde λ sera diffractée. L'analyse se fait donc de façon séquentielle.

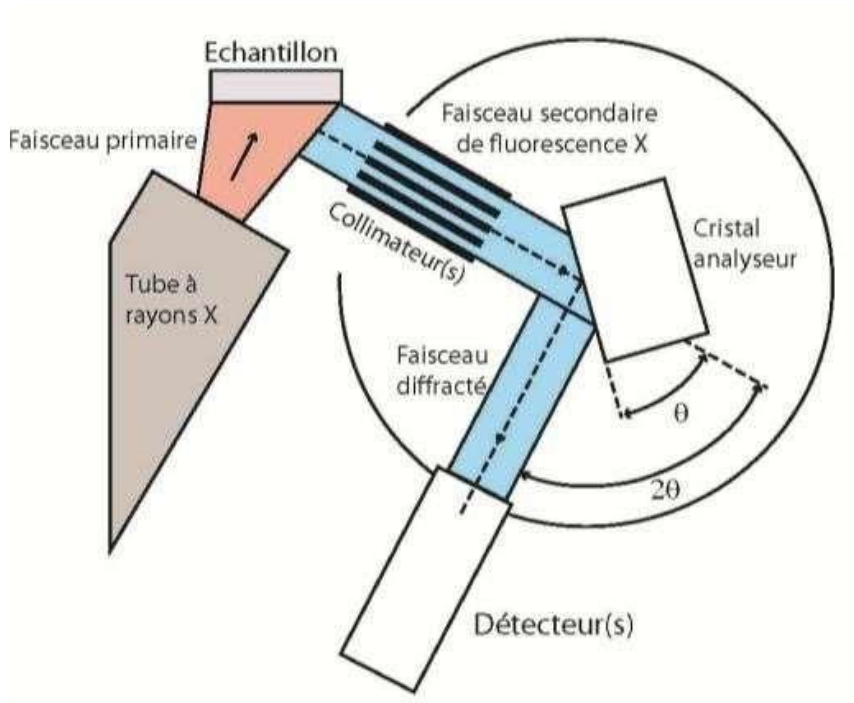


Fig. 28 : Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en longueur d'onde

Le faisceau diffracté est alors dirigé vers un système de détection placé tel que lorsque le cristal varie d'un angle θ , le système de détection varie d'un angle 2θ . Il est toujours bien placé pour recevoir les rayons diffractés par le cristal. Le système de détection, constitué d'un détecteur à flux gazeux et d'un compteur à scintillation montés souvent l'un derrière l'autre et utilisables en tandem¹, convertit le signal reçu en une impulsion électrique de magnitude proportionnelle à l'énergie du photon.

Ainsi, en faisant varier l'angle θ , et en utilisant successivement plusieurs cristaux² (donc avec des valeurs de d différentes), il est possible d'identifier tous les atomes constituant l'échantillon (analyse qualitative) et la mesure de l'intensité des raies diffractées permettra de déterminer la concentration massique de chaque élément chimique contenu dans l'échantillon (analyse quantitative).[3]

IV.1. 2.4. Analyse quantitative - Les effets de matrice

Pour pouvoir déterminer la concentration massique de chaque élément chimique contenu dans un échantillon à partir de la mesure de l'intensité des raies diffractées il est nécessaire d'avoir préalablement réalisé une calibration du spectromètre. Il s'agit

d'établir à partir de la mesure d'étalons des droites de calibration pour chaque élément chimique à déterminer qui relie les intensités mesurées en fonction de la concentration.

Mais la relation "Intensité mesurée" sur une raie spectrale d'un élément et sa "concentration" n'est pas directement proportionnelle. En effet, les autres atomes constituant l'échantillon (la matrice) peuvent modifier le signal : pour une même quantité d'un élément, plusieurs échantillons ne donneront pas la même réponse, car l'environnement de cet élément ne sera pas le même.

Ces effets de matrice comprennent deux phénomènes : des effets d'absorption [les rayons X émis par le tube sont absorbés par l'échantillon avant d'atteindre l'atome cible, c'est l'absorption primaire ; les rayons X fluorescents sont absorbés par l'échantillon en ressortant, c'est l'absorption secondaire] ou des effets d'exaltation ou fluorescence secondaire [les rayons X fluorescents émis par un atome peuvent exciter un atome voisin ; les atomes reçoivent donc des rayons X venant du tube et des rayons X venant d'autres atomes].

Pour les prendre en compte, des algorithmes de correction ont été développés et permettent de rendre exploitable quantitativement le traitement du signal. Mais il est impératif d'utiliser des étalons qui aient une matrice la plus proche possible de celle des échantillons à analyser. C'est une des difficultés rencontrées avec cette technique que de pouvoir disposer d'étalons 'ressemblant' aux échantillons à analyser.[3]

IV.1.2.5 Comparaison des spectromètres EDS et WDS

Les spectromètres à dispersion en énergie (EDS) sont en général d'un montage compact et simplifié par rapport aux spectromètres à dispersion en longueur d'onde (WDS) dans la mesure où ils n'ont pas de pièces en mouvement et où le détecteur est placé plus près de l'échantillon à analyser. Ils sont par conséquent bien moins encombrants et en général meilleur marché. Le système EDS est très utile pour une analyse rapide, tous les éléments étant détectés en même temps. Pour un spectromètre WDS, l'acquisition est plus lente car elle se fait élément par élément. On parle d'analyse séquentielle.

Le système WDS est lui bien plus adapté aux applications où une analyse quantitative précise est nécessaire. Les spectromètres WDS sont plus performants pour les éléments

légers ; leur pouvoir de résolution ou résolution spectrale, c'est-à-dire leur capacité à séparer des raies, est nettement supérieur – surtout pour des éléments dont les raies ont des énergies caractéristiques très proches³ et enfin les limites de détection sont en général plus faibles.[3]

1. Le compteur à flux gazeux est plus spécialement adapté aux rayons X de faible énergie et le compteur à scintillation aux rayons X de forte énergie.
2. Les cristaux analyseurs les plus courants sont les fluorures de lithium (LiF) plus spécialement dédiés aux éléments semi-lourds et lourds, les PET (pentaerithritol) et les multicouches aux éléments légers.

IV.1. 3 Préparation des échantillons

La fluorescence X appliquée aux céramiques archéologiques implique différentes méthodes de préparation des échantillons en fonction de leur domaine d'application spécifique. La spectrométrie de fluorescence X est couramment utilisée pour l'analyse des céramiques archéologiques, et nous décrirons deux procédures généralement utilisées, qui peuvent également s'appliquer à d'autres matériaux.

Les deux techniques commencent par un échantillon sous forme de poudre. Il est nécessaire de prélever un échantillon de l'éclat de céramique, d'éliminer tous les revêtements de surface pour s'assurer que l'analyse se concentre uniquement sur la pâte céramique. De plus, les surfaces externes en contact avec l'environnement d'enfouissement sont également nettoyées à l'aide d'une scie diamantée pour éviter toute contamination.

Ensuite, l'échantillon prélevé est chauffé à 950°C, puis réduit en poudre à l'aide d'un broyeur en agate ou en carbure de tungstène, également pour éviter toute contamination.

Ensuite, il est possible de préparer soit une pastille, soit une "perle de verre". La pastille est obtenue en comprimant la poudre céramique à l'aide d'une presse. Un liant peut être ajouté pour conférer une bonne solidité mécanique à la pastille. L'échantillon est alors prêt pour l'analyse. Cependant, l'épaisseur des grains influence fortement l'intensité de

fluorescence X en l'augmentant ou en la diminuant en fonction de l'élément et de la matrice, tout comme la pression et le temps de compression.

Ces inconvénients sont éliminés par la méthode de fusion, où l'échantillon est transformé en une "perle" de verre homogène et à la surface parfaitement lisse. Pour ce faire, la poudre céramique mélangée à un fondant (mélange tétraborate et métaborate de lithium) est chauffée à une température élevée sous agitation constante pour assurer une fusion complète et une excellente homogénéité du verre formé, qui est ensuite coulé dans une coupelle et refroidi.

Il est difficile de donner un poids moyen de céramique nécessaire, car plusieurs paramètres doivent être pris en compte. Cela inclut la nature de la pâte céramique - la quantité nécessaire peut être moindre pour un échantillon de pâte fine par rapport à un échantillon de pâte grossière contenant de nombreuses inclusions avec une répartition irrégulière. De plus, la présence ou non de revêtement doit également être considérée, car celui-ci est systématiquement éliminé. Au laboratoire de céramologie de Lyon, une "perle" est réalisée à partir de 0,8 g de poudre céramique et de 3,2 g de fondant. Cependant, compte tenu des différents traitements préalables nécessaires, un échantillon pesant au moins 2 g est requis pour des échantillons ayant une pâte relativement fine.[3]

IV.2 Analyse volumétrique « titrimétrique »

IV.2.1 Introduction

Les méthodes classiques d'analyse en solution, telles que la titrimétrie ou la gravimétrie, jouent encore un rôle important dans la chimie analytique moderne, et il existe de nombreux domaines dans lesquels les méthodes titrimétrique sont d'un apport inestimable. On trouvera ci-dessous la liste de leurs avantages :

1. Leur précision (0.1%) est meilleure que celle de la plupart des méthodes instrumentales
2. Elles sont habituellement supérieures aux techniques instrumentales pour l'analyse du constituant principal.
3. Elles impliquent des tirages simples, souvent préférables quand la prise d'essai est petite, par exemple pour des analyses ponctuelles.

4. Contrairement aux méthodes instrumentales, le matériel utilisé ne nécessite pas de constants réétalonnages.
5. Elles sont relativement bon marché, avec un faible cout par dosage.
6. Elles sont souvent utilisées pour étalonner et/ou pour valider des analyses instrumentales
7. Elles peuvent être automatisées.[4]

IV.2.2 Analyse titrimétrique

Les méthodes titrimétriques classiques présentent cependant plusieurs inconvénients. Le plus important vient de ce qu'elles sont normalement moins sensibles et souvent moins sélectives que les méthodes instrumentales. De plus, pour un grand nombre de mesures, les méthodes instrumentales sont habituellement plus rapides et souvent moins couteuses que la laborieuse méthode titrimétrique. Néanmoins, malgré la grande popularité des méthodes instrumentales, on peut voir, d'après ce qui a été dit plus haut, qu'il y a un champ considérable pour l'utilisation des méthodes titrimétrique classiques.

Le terme analyse titrimétrique se rapporte à l'analyse chimique quantitative basée sur la détermination du volume d'une solution de concentration connue avec précision qui est nécessaire pour réagir quantitativement avec un volume donnée d'une solution de substance analysée. Une solution de titre connu avec précision est appelée solution étalon. Connaissant l'équation chimique correspondante et les masses moléculaires relatives des réactifs. On calcule la masse de substances titrée à partir du volume de la solution étalon qui a été utilisée.

Le terme « analyse volumétrique » désignait autrefois cette forme de dosage quantitatif, mais il est maintenant remplacé par analyse titrimétrique. On considère que ce terme exprime beaucoup mieux le processus de titrage, et que l'on risque de confondre « analyse volumétrique » et « mesures de volumes » comme dans le cas des gaze .dans les analyses titrimétrique, la réactive concentration connue est appelé substance titrant, et la substance que l'on titre est la substance titrée. L'usage du terme « titrimétrique » n'a cependant pas été étendu aux instruments utilisée dans les différentes opérations .ainsi, le terme « verrerie de volumétrie », par exemple, est toujours d'usage courant,

mais il est préférable d'utiliser « verrerie jaugée » et « fiole ». Le mot « jaugé » est utilisé tout au long de cet ouvrage.[4]

La solution étalon est habituellement ajoutée à l'aide d'une long tube gradué, appelé burette. Le processus d'addition de la solution étalon jusqu'à réaction complète est nommé « titrage » et la solution à doser dite « titrée ». Le point où cela intervient est appelé point d'équivalence théorique ou stœchiométrique. La fin du titrage est détectée par un changement physique quelconque, du à la solution étalon elle-même (par exemple, la faible coloration rose du permanganate de potassium), ou, plus communément, à l'addition d'une agente auxiliaire, connu sous le terme d'inducteur, mais cela peut être toute autre mesure physique. Lorsque la réaction est pratiquement complète entre la substance titrée et la solution étalon, l'inducteur doit permettre d'observer visuellement un changement net (un changement de couleur ou de turbidité) de l'état du liquide titré. le point où cela intervient est appelé point de fin titrage. Dans un titrage. Dans un titrage idéal, ce point d'équivalence apparent doit correspondre à l'erreur de titrage. L'indicateur et les conditions expérimentales doivent être choisis de sorte que la différence entre le point de fin de titrage et le point d'équivalence stœchiométrique soit la plus faible possible.[4]

1. Pour être utilisée dans une analyse titrimétrique, une réaction doit remplir les conditions suivantes : Elle doit être simple, exprimée par une réaction chimique ; la substance à analyser doit réagir complètement avec le réactif dans des proportions stœchiométriques, aussi dites d'équivalence.
2. Elle doit être relativement rapide (la plus part des réactions ioniques satisfont à cette condition). Dans certains cas l'addition d'un catalyseur peut être nécessaire pour accroître la vitesse de la réaction.
3. Il doit y avoir modification d'une propriété physique ou chimique de la solution au point d'équivalence.
4. On doit disposer d'un indicateur visuel dont le changement de propriété physique (couleur ou formation de précipité) peut permettre d'obtenir avec précision le point de fin de titrage. Si aucun indicateur n'est disponible, la détection de ce point peut se faire d'une autre façon :

- a) Mesure du potentiel entre une électrode indicatrice et une électrode de référence (tirage potentiométrique).
- b) Formation du réactif titrant par électrolyse (titrage coulométrique).
- c) Mesure du courant passant dans la cellule de titrage entre une électrode indicatrice et une électrode de référence, entre lesquelles est appliquée une f.é.m. convenable (titrage ampérométrique).

Les méthodes titrimétriques permettant normalement une grande précision (0.1% ou mieux) et, chaque fois qu'elles sont applicables, elles présentent des avantages évidents par rapport à la méthode gravimétrique : elles nécessitent un appareillage plus simple et les dosages sont généralement effectués rapidement, en permettant souvent d'éviter des séparations difficiles et fastidieuses. L'analyse titrimétrique nécessite l'appareillage suivant :

- a) une verrerie de volumétrie étalonnée, comportant burettes, pipettes fioles ;
- b) des substances de pureté connue sous forme de solutions étalons ;
- c) un indicateur visuel ou une méthode instrumentale pour détecter la fin de la réaction

IV.2.3 Classification des réactions en titrimétrie

Les réactions de l'analyse titrimétrique appartiennent à quatre classes principales. Les trois premières n'impliquent pas de changement d'état d'oxydation et reposent sur la combinaison d'ions. Quant à la quatrième, celle des réactions d'oxydo-réduction, elle implique des changements d'état d'oxydation ou, exprimé autrement, des transferts d'électrons. [4]

1. Réactions de neutralisation ou d'acidimétrie et d'alcalimétrie

Cette classe comprend les titrages de bases libres, ou formées à partir de sels d'acides faibles par hydrolyse, à l'aide d'un acide étalon (acidimétrie), ainsi que les titrages d'acides libres, ou formés par hydrolyse de sels de bases faibles, avec une base étalon (alcalimétrie). Les réactions impliquent la combinaison d'hydrogènes et d'ions

hydroxydes pour former de l'eau. On y trouve aussi les titrages dans des solvants non aqueux, la plupart dans des solvants organiques.

2. Réactions de formation de complexes

L'acide éthylène diamine tétra acétique (EDTA), le plus souvent sous forme de sel de disodium, est un réactif très important pour les titrages basés sur la formation d'un complexe. Il est devenu l'un des réactifs les plus utilisés en analyse titrimétrique. Son importance dans la titrimétrie s'est accrue par suite de la possibilité d'utiliser des indicateurs sensibles aux ions métalliques pour la détection des points d'équivalence

3. Réactions de précipitation

Elles reposent sur la combinaison d'ions sous forme d'un précipité simple, comme dans le cas des ions argent par une solution d'ions chlorure. Aucun changement d'état d'oxydation n'intervient.

4. Réactions d'oxydo-réduction

Sous ce vocable sont classées toutes les réactions impliquant des changements de nombre d'oxydation ou des transferts d'électrons entre les substances. Les solutions étalons sont des solutions soit d'argent oxydants soit d'argent réducteurs. Les principaux agents oxydants sont : le permanganate de potassium, les dichromate de potassium. Les agents réducteurs les plus fréquemment utilisés sont les composés du fer et de l'étain, le thiosulfate de sodium, l'oxyde d'arsenic et le nitrate de mercure. On utilise aussi parfois le chlorure ou le sulfate de vanadium, le chlorure ou le sulfate de chrome et le chlorure ou le sulfate de titane.

IV.3 La gravimétrie

IV.3.1 Définition

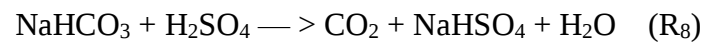
Les méthodes gravimétriques sont des méthodes quantitatives qui sont basées sur la détermination de la masse d'un composé pur auquel l'analyse est apparentée chimiquement. Deux méthodes sont utilisées : les méthodes par volatilisation ou les méthodes par précipitation.

IV.3.2 Méthodes par volatilisation

Dans les méthodes par volatilisation, l'analyse ou ses produits de décomposition sont volatilisés à une température appropriée. Soit le produit volatil est recueilli et analysé, soit la perte de masse de l'échantillon est déterminée.[4]

Exemple :

Produit volatil analysé : le dosage du bicarbonate de sodium dans les tablettes antiacides
On pèse un échantillon de comprimé finement broyé et on le traite avec de l'acide sulfurique dilué, ce qui décompose l'hydrogénocarbonate en dioxyde de carbone.



NaHSO_4 : Bicarbonate De soude (sodium)

Le CO_2 dégagé est ensuite absorbé en réagissant avec NaOH sur silicate contenant CaSO_4 (agent dessinant) pour produire de l'eau et du carbonate de sodium.

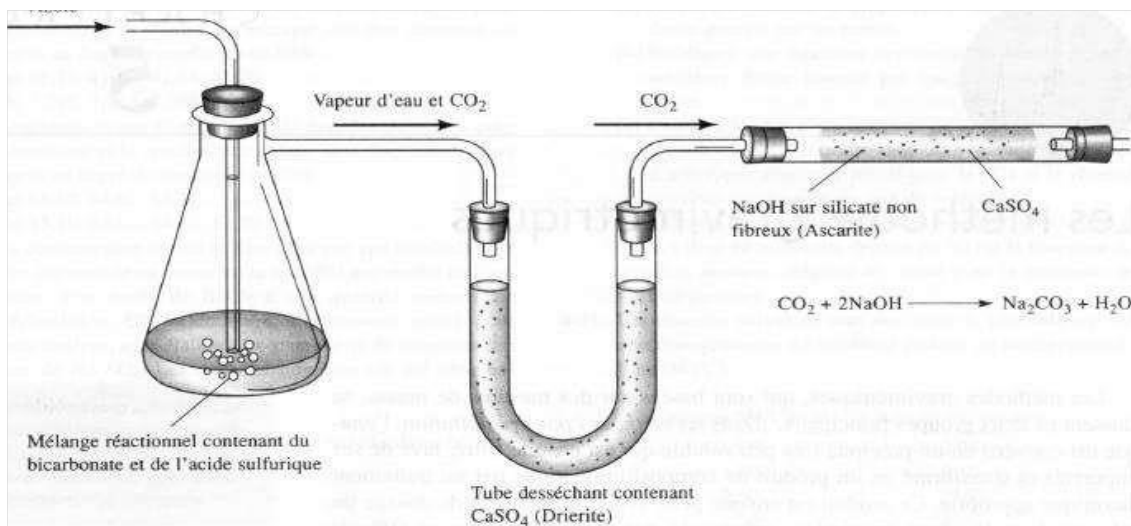
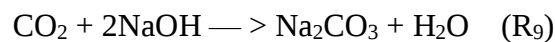


Fig. 29 : Méthodes par volatilisation

IV.3.3. Méthodes par précipitation

Afin que les méthodes gravimétriques par précipitation soient utiles certaines conditions du précipité doivent être assurées :

- 1) Le réactif précipitant doit réagir idéalement de manière spécifique ou de manière sélective.
- 2) Le précipité devrait être un produit
 - a) Facile à filtrer (grosses particules, cristaux plutôt que colloïdes).
 - b) Très peu soluble de manière à pouvoir le laver.
 - c) Composition stœchiométrique connue et Reproductible. On distingue trois classes de réactifs précipitants :
 - Réactifs inorganiques
 - Réactifs réducteurs
 - Réactifs organiques

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons examiné en détail le processus d'élaboration de l'acier, en mettant l'accent sur les principes généraux, les processus primaires et secondaires, ainsi que les méthodes d'analyse utilisées. Nous avons exploré la chimie des processus primaires, tels que la désulfuration en poche et les filières de production d'acier à oxygène et d'acier électrique. De plus, nous avons abordé la coulée de l'acier, en examinant les méthodes de coulée en lingotières et en coulée continue.

Nous avons également discuté des matières premières utilisées dans la production de l'acier, notamment la fonte, le minerai de fer, le spath-fluor, la castine et la chaux. Enfin,

nous avons examiné différentes méthodes d'analyse, telles que la spectrométrie de fluorescence X, l'analyse volumétrique titrimétrique et la gravimétrie.

La compréhension de ces concepts et processus est essentielle pour une production d'acier de qualité et pour assurer le respect des normes et des spécifications. En consolidant nos connaissances sur l'élaboration de l'acier, nous sommes mieux préparés pour la suite de notre étude.

Chapitre IV

Partie expérimentale :**Introduction :**

Dans ce chapitre, nous aborderons la partie expérimentale qui se concentre sur les analyses que nous avons réalisées pour contrôler la qualité des matières premières. Nous décrirons les modes opératoires et les procédures utilisées, et nous présenterons également les résultats obtenus à partir de ces analyses.

L'objectif de cette partie expérimentale est de présenter la méthodologie utilisée pour les analyses et les tests des échantillons, ainsi que les détails des procédures opératoires mises en place pour contrôler la qualité des matières premières utilisées dans le processus de fabrication des brames dans l'industrie sidérurgique. Nous examinerons également les équipements et les outils utilisés dans ce processus.

Nous mettrons l'accent en particulier sur les différentes méthodes d'analyse utilisées pour déterminer et contrôler les propriétés et les caractéristiques des matières premières, telles que la composition chimique. Nous expliquerons les procédures de prélèvement d'échantillons et de préparation pour l'analyse, ainsi que les méthodes spécifiques à chaque analyse.

Nous présenterons également les résultats associés à chaque analyse, en les analysant et en les interprétant de manière précise. Nous aborderons les données quantitatives et les résultats qualitatifs, et nous formulerons des recommandations et des conclusions basées sur ces résultats pour maintenir la qualité et la fiabilité du processus de fabrication des brames.

Cette partie expérimentale vise à clarifier les méthodes et les procédures utilisées dans l'analyse et le contrôle de la qualité des matières premières. Elle fournira une base solide pour l'analyse et la discussion ultérieures, contribuant à une meilleure compréhension du sujet de notre étude.

Analyse spectrophotométrie fluorescence X :

La spectrométrie de fluorescence des rayons X (SFX ou FX, ou en anglais XRF pour X-ray fluorescence) est une technique d'analyse chimique utilisant une propriété physique de la matière, la fluorescence de rayons X. Lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, entre autres, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X.

Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments. et capable d'analyser une large gamme de matériaux sous différentes formes pour une grande partie du tableau périodique. Cette polyvalence la rend applicable à un large éventail d'applications. XRF peut analyser presque tous les matériaux que vous pouvez présenter au spectromètre, mais mieux vous préparez un échantillon, plus vos résultats d'analyse sont précis.[2]

Matériel utilise :

Tétra borate de lithium

Creuset on platine Pt

Le spectromètre a fluorescence x

Enregistrement du programme OXSAS

Réception :

L'échantillon préalablement prélevé au niveau du haut fourneau (pastille) ou de l'aciérie (spémis), en accord avec les procédés recommandés, est acheminé par le biais d'un dispositif de transport pneumatique au laboratoire, afin d'être préparé pour analyse.

Préparation de l'échantillon :

Il subit une abrasion par meule, afin d'éliminer la couche de crasse, puis un surfacage par disque fin, pour l'obtention d'une profondeur de sillons en conformité avec le seuil toléré par le spectromètre.

Analyse de l'échantillon :

On introduit ce dernier dans le statif du spectromètre, puis on lance le programme d'analyse piloté par ordinateur (Lally sol pour les aciers, Lo-caste pour les fontes).

Une fois l'étincelage achevé, l'ordinateur restitue l'analyse de l'échantillon sous forme de pourcentage, qui doit être transféré en temps réel à la production.[2]

Mode opératoire :

- Mettre sur la table du statif l'échantillon pure pour 0945 et RN19 pour 3845, et 4053.
- Aller sur le menu OXSAS / analyse.
- Choisir mesure d'intensité
- Appuyer sur détails analyse

La valeur de l'intensité du fer nous informe sur les degrés de la qualité de l'argon dans le circuit, la qualité de la préparation de la surface de l'échantillon et décide s'il faut refaire la standardisation de l'appareil.

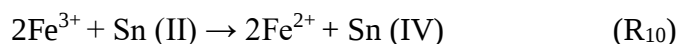
La valeur de l'intensité du fer doit être entre : 60 à 80 ⁺

Analyse volumétrique :**Dosage volumétrique du fer :**

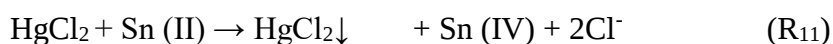
La méthode est applicable à tout échantillon non métallique de teneur en fer supérieure à 5 % et teneur en cuivre inférieure à 0,1 % sur attaque directe dans le cas de produits facilement attaquables par les acides ou sur filtrat de slice. [2]

Principe

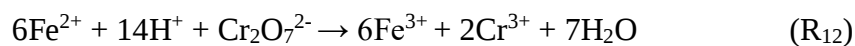
Réduction de Fe^{3+} par SnCl_2 :



Elimination de l'acide de chlorure stanneux par addition de chlorure mercurique



Oxydation quantitative de Fe^{2+} obtenu par une solution titrée de bichromate de potassium en présence de diphénylamine sulfonates de baryum comme indicateur suivant la réaction :

**Réactifs**

Chlorure stanneux : dissoudre 25g de SnCl_2 dans 400ml d'eau et 200ml d'acide chlorhydrique ($p=1,19$), chauffer jusqu'à ébullition, refroidir et compléter à 1 litre

Cette solution doit être récemment préparée

Chlorure mercurique : dissoudre 50g de HgCl_2 dans un litre d'eau.

Diphénylamine sulfonates de baryum : 0,35g dissous dans 5litres d'acide phosphorique (un quart).

Dilution titrée de bichromate de potassium 0,05N= dissoudre 2,452g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ séché à dans l'étuve.

Mode opératoire

Prise d'essai

0.1g pour teneur $\geq 25\%$

0.2g pour teneur $\leq 25\%$

Ou la quantité correspondante de filtrat de silice.

Mise en solution

- Attaque directe :

Introduire la prise d'essai dans un erlenmeyer de 500ml. Ajouter 30ml d'acide chlorhydrique concentré, couvrir d'un verre de montre et chauffer modérément en évitant l'ébullition. Lorsque l'attaque est terminée, découvrir la fiole, diluer légèrement avec un jet de pissette et porter à l'ébullition.

- Sur filtrat :

Verser dans la solution bouillante, en agitant jusqu'à décoloration, ajouter 3 gouttes en excès. Rincer les parois avec un jet de pissette, refroidir sous l'eau.

Ajouter 10ml de chlorure mercurique et attendre au moins une minute (jusqu'à formation d'un léger louche blanc chlorure mercureux).

Si la louche est trop importante, le chlorure stanneux a été ajouté en trop grand excès et le dosage est à refaire.

Dosage X

Titre de la solution de bichromate de potassium, Une solution exactement 0,05 N litre 2,7925mg de fer par ml si l'on vérifie, le titre, doser selon le mode opératoire 0,1mg de Fe_2O_3 séché ; soit v le volume en ml de bichromate utilisé pour ce dosage.[2]

$$T = \frac{0,1 \times 0,6995 \text{ g de fer}}{v \text{ ml de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} * 100 \quad (3)$$

Le pourcentage de fer dans échantillon est donne par :

$$Fe\% = \frac{t \cdot A \cdot 100}{\text{prise d'essai}} \quad (4)$$

t= titre bichromate en g de fer / ml

A=volume de bichromate en ml utilise pour dosage

Ps : prise d'essai en g

$$FeO\% = FeT\% \cdot 1.29 \quad (FeO / FeT = 1.29)$$

$$Fe_2O_3\% = 2FeT\% \cdot 1.43 \quad (Fe_2O_3 / 2FeT = 1.43)$$

$$Fe_2O_3\% = 2FeO\% \cdot 1.11 \quad (Fe_2O_3 / 2FeO = 1.11)$$

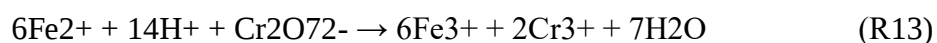
Dosage volumétrique du fer ferreux

La méthode est applicable aux minerais de fer, aux agglomérés scories et laitiers si la teneur en FeO . Est supérieure à 1%.

Cette méthode n'est pas rigoureuse car certains composés de fer ferreux ne sont pas entièrement mis en solution par l'acide chlorhydrique(HCl).[2]

Principe

Mise en solution du minerai par l'acide chlorhydrique sous atmosphère de gaz carbonique. Dosage par oxydation au bromate de potassium de fer (II), mis en solution, en présence de diphénylamine sulfonates de baryum comme indicateur.



Réactifs

- Carbonate de sodium exempt de matière réductrice.
- Acide chlorhydrique $p=$ (1.1g)
- Diphénylamine sulfonâtes de baryum : dissoudre 0.35g dans 5litre de $+H_3PO_4$ (0.25N)
- Solution titrée de bichromate de potassium 0.05 N dissoudre 2.452g $K_2C_2O_7$ séché à l'étuve dans un litre.

Mode opératoire**Prise d'essai**

0,5g (laitiers –minerais)

0,2g (agglomérée – scories)

Mise en solution

Introduire la prise d'essai dans un erlenmeyer de 300ml, ajouter 1g de carbonate de Soline et 20ml d'acide chlorhydrique, fermer immédiatement la fiole avec un et porter à l'ébullition que l'on maintient pendant une dizaine de minutes

Refroidir complètement sans déboucher.

Dosage

Déboucher la fiole, ajouter 100ml d'eau froide puis 25ml de diphénylamine et titrer immédiatement Avec $K_2Cr_2O_7$ jusqu'au virage violet.

Expression des résultats**Titre de la solution bichromate de potassium :**

Le titre en Fet est obtenu suivant le mode opératoire de la méthode en g

$$FeO\% = \frac{t' * A * 100}{\text{prise d'essai}} \quad (5)$$

Remarque

La durée d'attaque optimale doit être déterminée au préalable en effectuant une série d'essais à temps croissant jusqu'à l'obtention de résultats constants. Une durée d'attaque trop prolongée donne une teneur en FeO par défaut, car le fer II est très oxydable.

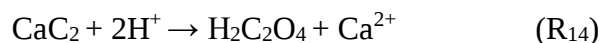
Dosage volumétrique de la chaux

La méthode est applicable à tout échantillon ayant une teneur en chaux supérieure ou égale à 1% sur attaque directe pour les échantillons attaquables par les acides (minerais – laitiers- scories –etc..) ou sur filtrat de la silice pour les échantillons non attaquables par les acides (Sable, réfractaires de coke etc....) si la teneur en manganèse est très élevée il faut opérer sur le filtrage des hydroxydes. La méthode n'est applicable aux produits contenant beaucoup plus de magnésies de la chaux.[2]

Principe

On principe l'oxalate de calcium (CaC_2O_4) à $PH\ 4 \pm 0,3$ en présence d'un excès d'ions oxalate de façon à maintenir les hydroxydes de Fe, Al, Mg, Ti, Mn en solution sous forme de complexes.

Après filtration, l'oxalate de calcium est dissous dans un excès d'acide sulfurique dilué et l'acide oxalique libéré est dosé par une solution titrée de permanganate de potassium.



Réactifs

- 1- Oxalate d'ammonium cristallisé $(\text{HN}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$.
- 2- Acide chlorhydrique ($\rho = 1,19$) HCL
- 3- Ammoniaque ($\rho = 0,91$) NH_4OH .
- 4- Acide acétique cristallisable $\text{HCO}_2 - \text{CH}_3$
- 5- Acétate d'ammonium prépare de la façon suivante : (Acide acétique 100ml ; Ammoniaque 130ml ; Eau 770ml)
- 6- Acide sulfurique (0.25 N)
- 7- Permanganate de potassium : solution titrée 0,1N
- 8- Dissoudre 3,1606g de KMnO_4 dans une fiole jaugée de ml.

La solution doit être préparée deux ou trois semaines à l'avance et conservée dans des flacons bruns.

Mode opératoire**Prise d'essai**

Teneurs en CaO inférieures à 10% : 0,5g ou l'équivalent sur filtrat en la silice.

Teneur en CaO supérieure à 10% : 0,2g ou l'équivalent sur filtrat de silice.

Pour les attaques directes, introduire la prise d'essai dans un bécher de 400ml et attaquer par 300ml d'acide chlorhydrique. Après dissolution diluer à 100ml environ avec de l'eau

Dosage

La prise d'essai (filtrat de silice en attaque) se trouve dans le bécher de 400ml. Ajouter 1 ou 2 gouttes d'hélianthine si le produit à analyser contient peu de fer : neutraliser par l'ammoniaque ajouter goutte à goutte jusqu'à apparition d'un léger trouble ou jusqu'au

virage de l'hélianthine. Ajouter 2ml d'acide chlorhydrique et agiter, la solution doit être parfaitement limpide. Ajouter ensuite 100ml d'acétate d'ammonium puis 15ml d'acide acétique porter à début d'ébullition. Retirer du feu et ajouter avec précaution deux spatules d'oxalate d'ammonium environ 5mg). Faire bouillir pendant 10mn. Laisser reposer pour que le précipité dépose au fond du bécher.

Filtrer sur filtre serré et laver plusieurs fois le bécher et le filtre à l'eau chaude ($\approx 50^\circ\text{C}$) en attendant entre chaque lavage, l'écoulement complet de l'eau de lavage précédente jusqu'à élimination totale des ions oxalates en excès (ajouter à l'eau de lavage chauffée à $70-80^\circ\text{C}$ 1ml d' H_2SO_4 dilué à 1 goutte de KMnO_4 la coloration rose doit rester stable une).

Placer le filtre et son contenu dans le bécher ayant servi à la précipitation, ajouter 100ml d'eau [bouillante et 20ml d'acide sulfurique (0.25 N).

Agiter et titrer par la solution de permanganate jusqu'à coloration rose persistante.[2]

Résultat

Titre de la solution de permanganate de potassium

Raiser 0,2 g d'oxalate de sodium séché à l'étuve, ajouter 50ml d'eau bouillante, 20ml d' H_2SO_4 et titrer avec KMnO_4 Jusqu'à coloration rose.

Le titre en chaux est :

$$T = \text{normalité} \times 0,02804) \text{ g de CaO/ml de KMnO}_4 \quad (6)$$

$$\text{Soit } t = 0,0837 \text{ g de CaO/ml de KMnO}_4 \quad (7)$$

Pourcentage de chaux dans un échantillon :

Soit A le volume en ml de permanganate utilisé pour le dosage,

$$\text{CaO}\% = \frac{t \cdot A \cdot 100}{\text{prise d'essai}} \quad (8)$$

Remarque : Prise d'essai en g.

La gravimétrie**Dosage gravimétrique de la silice****Principe**

Le silicium, présent dans les minerais, est transformé en silice hydratée par l'acide perchlorique. La silice formée est insolubilisée à la température de l'acide perchlorique. La silice est séparée par filtration, lavée, calcinée et pesée.

Réactifs

La gravimétrie qui est l'analyse par voie humide des minerais demande l'utilisation des réactifs suivants :

- Acide perchlorique a (e = 1,61 g/l)
- Acide chlorhydrique (e = 1,19 g/l) dilue (1+1)

Mode opératoire

- On introduit la prise d'essai de 1g dans un bécher en Pyrex de 250 ml. On ajoute 20ml d'acide perchlorique et on couvre le bécher d'un verre de montre.
- On chauffe jusqu'à la fin de l'effervescence, puis on chauffe jusqu'à apparition des fumées perchloriques qui doivent décoller.
- On maintient quelques minutes ces fumées jusqu'à ce que la goutte de condensation, qui est milieu du verre de montre, soit incolore.
- On retire du chauffage et on laisse refroidir.
- On ajoute 10 ml d'acide chlorhydrique et 100 ml d'eau chaude.

- On procède par la suite à la filtration en rinçant le bécher avec de l'acide chlorhydrique dilué et rassemblé la silice au moyen d'un agitateur muni d'un embout en caoutchouc.
- On lave le filtre avec l'acide chlorhydrique et on a achevé le lavage du bécher et de filtre avec l'eau chaude.
- On introduit le filtre et son contenu dans un creuset en platine préalablement séché puis calciner à 1000 °C pendant environ 20 minutes.
- On laisse refroidir le creuset dans un dessiccateur puis on le pèse.[2]

Soit P' son poids.

La pesée de creuset vide est P.

Le pourcentage du silicium est donné par :

$$Si\% = \frac{(P' - P)}{\text{prise d'essai}} * 100 \quad (9)$$

$$\text{Ou } \frac{Si}{SiO} = 0.4674 : \text{coefficient du passage} \quad (10)$$

Conclusion :

Ce chapitre a présenté en détail la méthodologie et les analyses utilisées pour évaluer la qualité des matières premières dans le processus de fabrication des brames dans l'industrie sidérurgique. La méthodologie a impliqué une série d'étapes rigoureuses, comprenant la collecte d'échantillons, la préparation des échantillons et l'utilisation de techniques d'analyse avancées telles que la spectrométrie de fluorescence X, l'analyse titrimétrique et la gravimétrie.

Chapitre IV

Chapitre IV : Résultats et interprétation

Résultats expérimentaux de l'analyse spectrale :

On a effectué des analyses spectrales des éléments :

- Fer totale FeT
- Chaux CaO
- Silice SiO₂
- Oxyde de magnésium MgO
- Alumine Al₂O₃
- Manganèse MnO
- Perte de feu PF
- Indice de basicité IP

Ainsi que les autres éléments dans les minerais MRS BK et MRS OZ.

Ces éléments étant d'une grande importance et teneur dans l'étude des minerais qui sera expliqués.

Tab 7 : Analyse spectrale de mènerais Boukhadra (MRS BK)

Eléments	FeT	Fe ₂ O ₃	CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	MnO	PF	IP	Tot
Essais										
1	46.55	66.56	6.95	13.03	0.53	2.36	2.75	0.26	0.53	92.44
2	41.87	62.60	5.10	13.15	0.8	1.83	2.10	16.60	0.38	96.82
3	54.24	77.56	3.43	5.68	0.48	0.80	3.10	8.35	0.60	99.45
4	47.43	67.82	3.34	12.91	0.42	3.09	2.88	9.21	0.25	99.67

Tab 8 : Analyse spectrale de mènèrais Ouenza (MRS OZ)

Eléments	FeT	Fe ₂ O ₃	Ca O	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	MnO	PF	IP	Tot
Essais										
1	39.90	60.67	13.56	9.7	1.47	0.01	2.33	14.74	1.60	96.16
2	46.79	68.59	10.40	5.75	0.93	0.83	2.22	10.70	1.80	95.98
3	37.51	49.17	13.02	9.58	1.6	2.17	2.15	15.70	1.36	94.04
4	56.90	81.36	4.90	1.69	0.32	0.82	3.00	7.13	2.89	99.22

Résultats expérimentaux de la volumétrie

Dosage volumétrique du fer

Pour toutes les mesures volumétriques réalisées, nous avons utilisé une solution ayant une concentration connue pour les deux minerais, le mènèrais de Boukhadra (MRS BK) et le mènèrais d'Ouenza (MRS OZ). Ces solutions ont été utilisées pour le calcul des résultats d'analyse des matériaux. Les valeurs de Fe₂O₃ obtenues par cette méthode sont mentionnées précédemment et regroupées dans les tableaux correspondants.

Tab 9 : Dosage du fer dans mènèrais Boukhadra (MRS BK)

Essais	Volume de solution titrée(ml)	Titre utilisée	FeT	Fe ₂ O ₃
1	15.35	0.0029	44.05	62.99
2	17.60	0.0029	50.57	72.31
3	19.10	0.0029	54.05	77.29
4	16.30	0.0028	46.78	70.29

Tab. 10 : Dosage du fer mènèrais Ouenza (MRS OZ)

Essais	Volume de solution titrée(ml)	Titre utilisée	FeT	Fe ₂ O ₃
1	12.30	0.0028	34.82	49.79
2	20.05	0.0028	56.74	81.13
3	15.10	0.0029	43.35	61.99
4	17.25	0.0028	48.81	69.79

Dosage volumétrique de la chaux :

Lors de toutes les mesures volumétriques effectuées, nous avons utilisé une solution intitulée T=0.00282 et T=0.00283 pour une seule fois dans le cas du troisième échantillon de MRS BK. Ces valeurs sont utilisées pour calculer les résultats d'analyse des matériaux MRS BK et MRS OZ. Les résultats de CaO obtenus par cette méthode sont regroupés dans les tableaux mentionnés précédemment.

Tab. 11 : Dosage de la chaux dans mènèrais Boukhadra (MRS BK)

Essais	Volume de la solution titrée(ml)	CaO
1	6.05	8.53
2	2.95	4.16
3	3.40	3.40
4	4.05	5.71

Tab. 12 : Dosage de la chaux dans mènèrais Ouenza (MRS OZ)

Essais	Volume de la solution titrée(ml)	CaO
1	12.40	17.48
2	1.20	1.69
3	8.90	12.55
4	10.15	14.31

Résultats expérimentaux de l'analyse gravimétrique

Pour déterminer la quantité de silicium par dosage gravimétrique, on utilise la différence de poids entre le creuset plein et le creuset vide. Les résultats expérimentaux du dosage du silicium dans les minerais sont classés dans les tableaux ? ?. Le tableau ? présente les résultats du dosage du silicium dans les minerais Boukhadra (MRS BK), tandis que le tableau ? concerne les minerais Ouenza (MRS OZ).

Tab 13 : Dosage du silicium dans mènèrais Boukhadra (MRS BK)

Essais	P	P'	Si%
1	71.22	71.12	.80
2	70.73	70.65	8.10
3	70.58	70.52	5.72
4	70.74	70.62	12.04

Tab 14 : Dosage du silicium dans mènèrais Ouenza (MRS OZ)

Essais	P	P'	Si%
1	70.63	70.56	7.25
2	70.59	70.54	4.95
3	70.50	70.43	6.20
4	70.65	70.58	7.62

Qualité de l'acier :

Compositions chimiques :

Tab 15 : Les gammes d'acières employées pour la coulée continue des brames chez Sidérurgie-Annaba

Type d'acier	C%	Mn%	Si%	S%	P%	Al%	Cu%	Ti%
A9	0,07÷0,11	0,25÷0,50	0.03 max	0.025 max	0.025 max	0,020÷0,060	0.050 max	0.30 Max

Analyse de la composition chimique de la coulée à l'ACO1

Tab 16 : Composition initiale de l'acier avant la coulée

Symbole	C%	Mn%	Si%	S%	P%	Al%
A9	0.08	0.05	0.04	0.007	0.006	0.13

Analyse de la composition chimique après la solidification de la brame :

Tab 17 : Composition de l'acier après la coulée

Symbole	C%	Mn%	Si%	S%	P%	Al%
A9	0.09	0.15	0.04	0.01	0.009	0.13

Analyse de la composition chimique des brames :

Tab 18 : Composition chimique de deux brames

Symbole	C%	Mn%	Si%	P%	S%	Cu%	Al%	Cr%
A9	0.11	0.42	0.01	0.009	0.004	0.024	0.025	0.016

A9	0.08	0.27	0.01	0.010	0.005	0.018	0.039	0.012
-----------	------	------	------	-------	-------	-------	-------	-------

Discussion des résultats expérimentaux :

Les résultats expérimentaux des analyses spectrale, volumétrique et gravimétrique fournissent des informations importantes sur la composition chimique des minerais étudiés et leur impact sur la qualité des brames produites.

En ce qui concerne les analyses spectrales, on observe des variations significatives dans les teneurs en différents éléments entre les deux minerais (MRS BK et MRS OZ). Par exemple, la teneur en fer total (FeT) est généralement plus élevée dans le minerai MRS BK par rapport à MRS OZ. De même, les teneurs en calcium (CaO), silice (SiO₂), magnésium (MgO), alumine (Al₂O₃) et manganèse (MnO) varient également entre les deux minerais. Ces différences de composition peuvent influencer les propriétés physiques et mécaniques des brames produites à partir de ces minerais.

Les dosages volumétriques du fer et de la chaux permettent de quantifier la présence de ces éléments dans les minerais. Les résultats montrent des variations dans les teneurs en fer total (FeT) et en chaux (CaO) entre les différentes mesures. Ces variations peuvent être attribuées à des facteurs tels que la qualité des minerais, les variations de processus et les échantillonnages.

L'analyse gravimétrique du silicium permet de déterminer la quantité de silicium dans les minerais. Les résultats indiquent des teneurs en silicium (Si%) relativement constantes pour chaque essai, que ce soit pour MRS BK ou MRS OZ. Cette constance suggère une stabilité dans la composition du silicium des minerais utilisés.

En commentant ces résultats, il est important de noter que la qualité des brames dépend de la composition chimique des minerais utilisés. Les variations observées dans les teneurs en différents éléments peuvent influencer les propriétés finales des brames, telles que la résistance, la ductilité et la résistance à la corrosion. Il convient donc de contrôler et de surveiller étroitement la qualité des minerais afin de maintenir des propriétés cohérentes des brames produites.

De plus, il est essentiel de se référer aux normes et aux spécifications de l'industrie pour évaluer la conformité des résultats aux exigences de fabrication des brames. Les résultats obtenus peuvent être comparés à des seuils acceptables pour déterminer si les minerais utilisés sont conformes aux critères de qualité établis.

En conclusion, les résultats des analyses fournissent des informations précieuses pour évaluer la qualité des matières premières et identifier d'éventuelles variations qui pourraient affecter la qualité des brames produites. Ces résultats peuvent être utilisés pour améliorer les processus de fabrication, optimiser la composition des minerais et garantir la production de brames de haute qualité.

Conclusion :

En conclusion, les résultats de ces analyses fournissent des informations essentielles sur la qualité des matières premières utilisées dans la fabrication des brames. Ces données sont cruciales pour assurer la production de brames de haute qualité dans l'industrie sidérurgique. Elles permettent d'identifier les variations de composition des minerais et de l'acier, ainsi que d'évaluer la concentration des éléments clés. Ces connaissances contribuent à améliorer les processus de production et à garantir des produits finaux conformes aux normes de qualité requises.

Conclusion Générale

Dans ce mémoire, nous avons exploré différents aspects liés au processus de production d'acier et à l'analyse de ses composants. L'étude a débuté par une présentation de l'entreprise SIDER EL HADJAR, ainsi qu'un aperçu de ses principales activités et unités de production.

Le Chapitre I s'est concentré sur la présentation des différentes unités de production au sein de l'entreprise, notamment la Cokerie, la Préparation des Matières Premières et l'Agglomération (PMA), les Hauts Fourneaux (HFX) et l'Acierie à oxygène n°1 (ACO1). Le laboratoire central de l'entreprise a également été présenté.

Le Chapitre II s'est penché sur l'élaboration de l'acier, en abordant les principes généraux et les processus impliqués. Il a couvert des sujets tels que les processus primaires, comprenant la désulfuration en poche, le processus de fabrication de la fonte par la route de l'acier à l'oxygène et la route de l'acier électrique. Le processus secondaire de raffinage et le processus de coulée de l'acier ont également été explorés. De plus, une vue d'ensemble sur les aciers et les matières premières utilisées dans le processus de production a été fournie.

Le Chapitre III s'est concentré sur les méthodes d'analyse utilisées dans l'étude, notamment la spectrométrie par fluorescence X, l'analyse volumétrique (titrimétrie) et la gravimétrie. Les principes et techniques associés à chaque méthode d'analyse ont été discutés en détail.

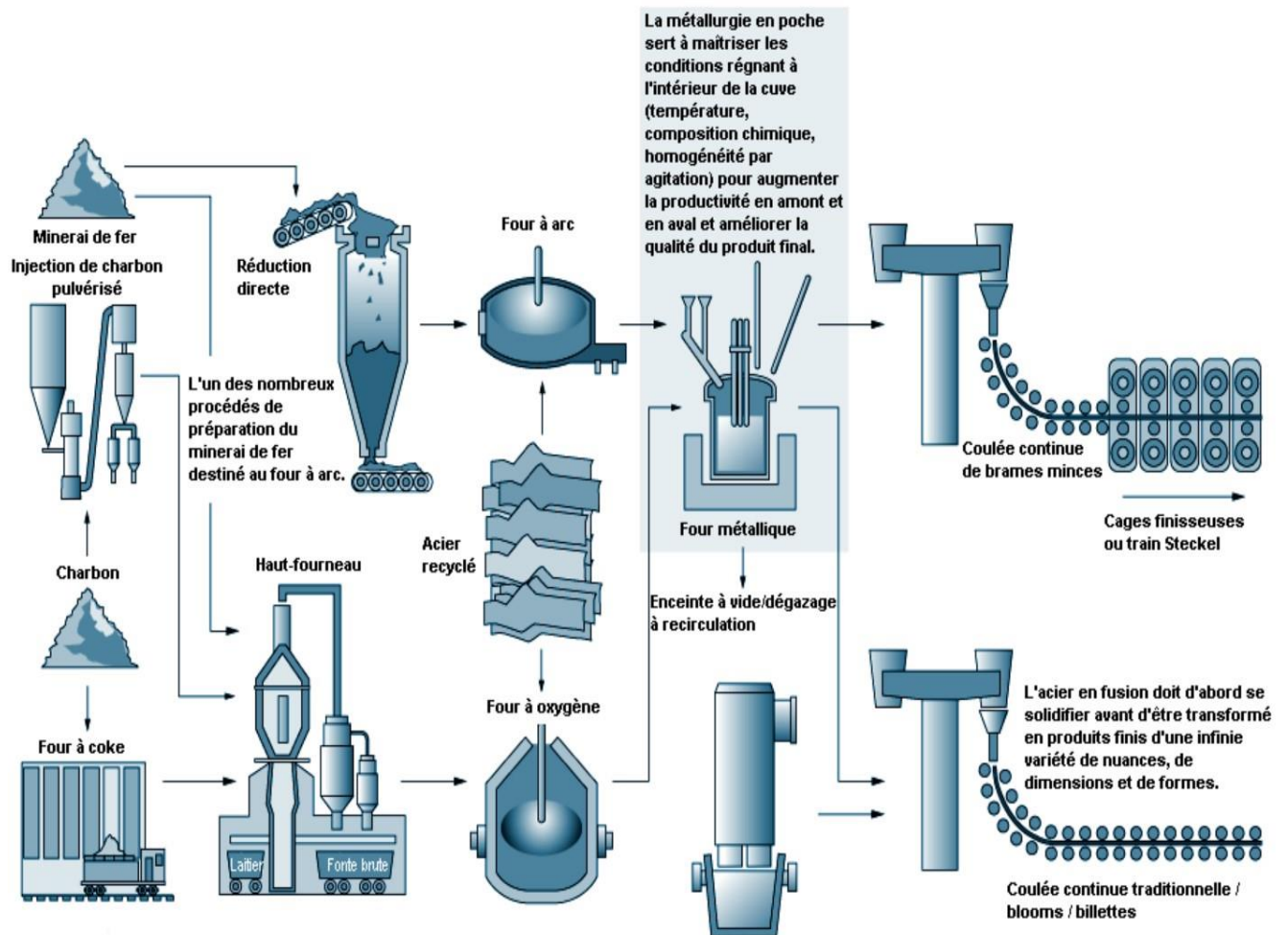
Le Chapitre IV de l'étude comprenait l'analyse spectrophotométrique par fluorescence X, l'analyse volumétrique (titrimétrie) et la gravimétrie. Les résultats expérimentaux obtenus pour chaque méthode d'analyse ont été présentés et discutés.

En conclusion, ce mémoire a permis de mieux comprendre le processus de production d'acier et d'analyser ses composants. Les résultats obtenus ont contribué à évaluer la qualité de l'acier produit par l'entreprise SIDER EL HADJAR. Cette étude offre des perspectives intéressantes pour améliorer les processus de production et de contrôle de qualité de l'acier.

Références

- [1]. Sider el Hadjar, presentation sider el Hadjar, Annaba, 2018.
- [2]. Laboratoire central sider el Hadjar, présentation de laboratoire central, Annaba, 2016.
- [3]. Valérie, thirion-merle, Spectrométrie de fluorescence x, circulation et provenances, 2014, collection sciences.
- [4]. Mr. Benramoul Zakaria, “ étude comparative du fer, chaux et silice dans les minerais par voie humide et voie spectrale“, institut de technologie, Bouira, 2017/2018.
- [5]. https://prodmainindus.pagespersoorange.fr/dr/dr_Elaboration_des_materiaux.pdf
- [6]. <https://www.ilocis.org/fr/documents/ilo073.htm>
- [7]. Salem.F, “ Désoxydation de l’acier a l’ACO1 par mesure de l’activité d’oxygène en poche “, Institue de métallurgie et génie de matériaux, Annaba, 2003/2004.
- [8]. Mr. Hamlaoui Katib, “Contribution à la diminution des criques de rives qui apparaissent dans les brames d’acier en coulée continue“, Badji Moukhtar, Annaba, 2015.
- [9]. <https://fr.wikipedia.org>

Annexe A : Les procédés de fabrication de l'acier



Annexe B : Classification des nuances d'acier par groupe

Type d'acier	C%	Mn%	Si%	S%	P%	Al%	Cu%
DD14	0,01÷0,03	0,15-0,20	0,03max	0,025max	0,025max	0,020-0,060	0,04max
A3	0,02÷0,04	0,15-0,20	0,030max	0,025max	0,025max	0,020-0,060	0,08max
DD13	0,02÷0,04	0,15-0,20	0,030max	0,025max	0,025max	0,020-0,060	0,08max
DD12	0,04÷0,08	0,20-0,30	0,30max	0,025max	0,025max	0,020-0,060	0,08max
A5	0,03÷0,06	0,15÷0,35	0,03	0,020	0,020	0,020÷0,060	
SAE1006	0,02÷0,06	0,15-0,30	0,030MAX	0,018MAX	0,017MAX	0,015-0,070	0,080MAX
SAE1008	0,04÷0,08	0,20-0,40	0,030MAX	0,020MAX	0,017MAX	0,015-0,070	0,080max
A5	0,02÷0,06	0,15÷0,35	0,03max	0,018max	0,017max	0,020÷0,060	0,15max
C 11 A	0,07 ÷ 0,13	0,25 - 0,60	0,10 - 0,30	< 0,035	< 0,030	0,020 - 0,10	
C 11B	< 0,10	0,25 - 0,50	<0,10	< 0,025	< 0,025	0,020 - 0,10	
C 12	0,08 ÷ 0,16	0,25 - 0,65	0,15 - 0,30	< 0,035	< 0,030	0,020 - 0,10	
C 10	0,10 ÷ 0,14	0,25 - 0,55	< 0,20	< 0,025	< 0,025	0,020 - 0,08	
C 7	0,04 ÷ 0,09	0,20 - 0,45	0,10 - 0,20	<0,025	< 0,025	0,020 - 0,08	
A9	0,07÷0,11	0,25÷0,50	0,03max	0,025max	0,025max	0,020÷0,060	0,050max
A7	0,04÷0,08	0,25MAX	0,03max	0,020max	0,020max	0,020÷0,060	0,080max
A9M	0,07÷0,11	0,20÷0,50	0,03max	0,020max	0,020max	0,020÷0,060	0,080max
A 13	0,11 - 0,15	0,45 - 0,65	<0,05	< 0,025	< 0,020	0,030 - 0,100	
C 13	0,09 - 0,17	0,40 - 0,80	0,15 - 0,30	< 0,035	< 0,030	> 0,020	
C 14	0,09 - 0,17	0,60 - 1,00	0,15 - 0,30	< 0,035	< 0,030	> 0,020	
A13M	0,11÷0,14	0,40 - 0,60	0,03max	0,018max	0,017max	0,020÷0,060	0,080max

Annexes

A13 (maghr eb tubes)	0,11÷0,1 5	0,45÷0, 65	0.03 max	0,020 max	0.020 max	0,020÷0, 060	
C16	0,13÷0,1 8	0,65÷1, 00	0,15÷0, 30	0,035 max	0.030 max	0,020÷0, 050	0,080ma x
C16 (maghr eb tubes)	0,13÷0,1 8	0,65÷1, 00	0,15÷0, 30	0,015 max	0.025 max	0,020÷0, 060	
S500M C	0,05 0,08	0.70 - 1.00	0,03 MAX	0,025 max	0,025 max	0,020 - 0,060	
C16C	0,13 : 0,18	0,65 : 1,00	0,15 : 0,30	0,015 max	0,025 max	0,030 : 0,040	
A 15	0,11 - 0,16	0,65 - 0,85	< 0,05	< 0,020	< 0,020	0,030 - 0,10	
C 16	0,13 - 0,18	0,65 - 1,00	0,15 - 0,30	< 0,035	< 0,030	> 0,020	
C 17	0,14 - 0,20	0,80 - 1,10	0,15 - 0,30	< 0,035	< 0,030	> 0,020	
C18 (ferrov ial)	0,15 - 0,20	1,20 - 1,50	0,15 - 0,25	0,025 max	0.025 max	0,020÷0, 060	
BS1	0,11÷0,1 5	0,30÷0, 50	0.25 max	0.015 max	0.025 max	0,020÷0, 060	0.080 max
BS2	0,13 ÷0,15	0,60÷0, 70	0.25 max	0.015 max	0.025 max	0,020÷0, 050	0.080 max
P265N B (BS2A)	0,13 ÷0,15	0,50÷0, 70	0,15- 0,20	0.015 max	0.025 max	0,020÷0, 060	0.080 max
C16A	0,13÷0,1 8	0,65÷1, 00	0,15÷0, 30	0.015 max	0.025 max	0,020÷0, 060	0,50 Max
BS2A	0,13 : 0,15	0,50 : 0,70	0,15	0,015	0,025	0,020 : 0,050	0,08 max
BS2TI	0,13- 0,15	0,50- 0,70	0,15- 0,20	0,015 max	0,025 max	0,020- 0,060	
C16 C (X52)	0,08 : 0,14	1,30 : 1,60	0,15 : 0,25	0,010 max	0,020 max	0,030 : 0,040	
C18 (maghr eb tubes)	0,15÷0,2 0	1,20÷1, 50	0,15÷0, 30	0,020 max	0.020 max	0,020÷0, 060	
DD11	0,08- 0,10	0,40- 0,55	0,030 max	0,025 max	0,025 max	0,020- 0,060	

Annexes

S235	0,10- 0,15	0,60- 1,00	0,03 max	0,025 max	0,020max x	0,020- 0,060	
S235J2 CR	0,11- 0,14	0,40- 0,60	0,030 max	0,018M AX	0,017M AX	0,015- 0,070	0,15 max
S235	0,10 – 0,15	0,60 – 1,00	0,03	0,025	0,020	0,020 – 0,050	
S265	0,14 – 0,16	0,50 – 0,70	0,15	0,015	0,025	0,025 – 0,060	
C30 (ferrov ial)	0,25 – 0,30	0,50 – 0,80	0,10 – 0,40	0,030	0,030	0,020 – 0,060	
20CM D5	0,17- 0,23	0,90 - 1,12	0,17- 0,37	0,020 max	0,025 max	0,020- 0,060	
20MC5	0,17- 0,22	1,10 - 1,40	0,15- 0,40	0,030 max	0,030 max	0,020- 0,060	
XC48	0,45- 0,51	0,50- 0,80	0,10- 0,40	0,0350	0,035	0,030-- 0,040	
N11T	0,07÷0,0 9	0,75÷0. 95	0,35 max	0,015 max	0,020 max	0,035÷0, 060	0,080 max
N 16	0,14 - 0,18	1,10 - 1,35	0,20 - 0,35	< 0,020	< 0,020	> 0,020	
NV 10	0,08 - 0,14	1,35 - 1,60	0,10 - 0,30	< 0,020	< 0,020	0,030 - 0,08	
NV 12	0,10 - 0,16	1,30 - 1,55	0,25 - 0,40	< 0,020	< 0,020	0,0 -0,08	
NV 15	0,13 - 0,17	1,15 - 1,35	0,20 - 0,30	< 0,020	< 0,020	0,0 -0,08	
NV10	0,08÷0,1 4	0,90÷1, 10	0,10÷0, 20	0,015 max	0,020 max	0,020÷0, 060	0,25 max
MIRR 10 (S355j 2w)	0,06÷0,0 9	1,30÷1, 50	0,30÷0, 45	0,015 max	0,020 max	0,020÷0, 060	
C45	0,42÷0,4 5	0,50÷0, 80	0,03 max	0,025 max	0,025 max	0,020÷0, 060	0,50 Max