

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie Minier

Laboratoire de Génie Minier



Thèse de Doctorat En Génie Minier

Présenté par

Farid Aghilasse MANSOUR

Caractérisation des Impuretés et Enrichissement
Magnétique du Minerai de Fer de Gara Djebilet

Soutenu publiquement le 14/02/2022 devant le jury composé de :

Président	M. M ^{ed} Aguid BACHAR ASSED	Professeur	ENP
Directeur de thèse	M. Malek OULD HAMOU	Professeur	ENP
Examineur	M. Abdelhak BOUTALEB	Professeur	USTHB
Examineur	M. Abdelmadjid KASSER	Professeur	ENP
Examineur	Mme. Nabila BOUTOUCHENT- GUERFI	MCA	ENP

ENP 2022

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique

Département Génie Minier

Laboratoire de Génie Minier



Thèse de Doctorat En Génie Minier

Présenté par

Farid Aghilasse MANSOUR

Caractérisation des Impuretés et Enrichissement
Magnétique du Minerai de Fer de Gara Djebilet

Soutenu publiquement le 14/02/2022 devant le jury composé de :

Président	M. M ^{ed} Aguid BACHAR ASSED	Professeur	ENP
Directeur de thèse	M. Malek OULD HAMOU	Professeur	ENP
Examineur	M. Abdelhak BOUTALEB	Professeur	USTHB
Examineur	M. Abdelmadjid KASSER	Professeur	ENP
Examineur	Mme. Nabila BOUTOUCHENT- GUERFI	MCA	ENP

ENP 2022

ملخص : تبحث هذه الدراسة في آثار تغيير درجة الحرارة ، وقت الإرجاع و جرعة كبريتات الصوديوم على درجة تمدن الكريات المرجعة ، معدل استرجاع الفصل المغناطيسي و كذلك على محتوى الحديد والفوسفور في المنتجات المغناطيسية . أظهرت النتائج الحصول على مسحوق مرجع نهائي يعاير 96 % حديد و 0,16 % فوسفور مع معدل استرجاع 97,72 % عندما تم إرجاع الكريات المختلطة من خام الحديد و الفحم في وجود 5 % من كبريتات الصوديوم عند 1250 درجة مئوية لمدة 30 دقيقة . وفقا لتحليلات انكسار الأشعة السينية و المجهر الإلكتروني الماسح ، فإن إضافة كبريتات الصوديوم تعزز إرجاع أكسيد الحديد و تعميق إرجاع الفلوراباتيت . و هكذا ، يبقى الفوسفور في الخبث بدلا من الزوبان في طور الحديد المعدني ، لكي يتم إزالته بعد ذلك في المخلفات بعد تعريضه لسلسلة من الطحن و الفصل المغناطيسي الرطب و المنخفض الشدة .

الكلمات المفتاحية : غار جبيلات ؛ خام الحديد عالي الفوسفور ؛ الإرجاع المباشر القائم على الفحم ؛ كبريتات الصوديوم ؛ الفصل المغناطيسي الرطب المنخفض الشدة .

Abstract: This study investigates the effects of reduction temperature, reduction time, and sodium sulfate dosage on the metallisation degree of reduced pellets, the recovery rate of magnetic separation, as well as on the iron and phosphorus content of magnetic products. The results reveal that a final direct reduced iron powder (DRI) assaying 96wt% Fe and 0.16wt% P at a recovery rate of 97.72% was obtained when the ore-lignite-CaO mixed pellets were reduced in the presence of 5wt% Na₂SO₄ at 1250°C for 30 min. According to XRD and SEM-EDS analyses, the addition of sodium sulfate promotes the reduction of iron oxides and hinders the reduction of fluorapatite. Thus, phosphorus remains in the slag instead of melting into the metallic iron phase, which is then removed into tailings by subsequent grinding and low-intensity magnetic separation.

Key words: Gara Djebilet; high-phosphorus oolitic iron ore; coal-based direct reduction; sodium sulfate; wet low-intensity magnetic separation.

Résumé : Cette recherche étudie les effets de la température de réduction, du temps de réduction, et du dosage de sulfate de sodium sur le degré de métallisation des boulettes réduites, le taux de récupération de la séparation magnétique, ainsi que sur la teneur en fer et en phosphore des produits magnétiques. Les résultats révèlent qu'une poudre de minerai de fer réduit (DRI) dosant 96% Fe et 0,16% P à un taux de récupération de 97,72% a été obtenue lorsque les boulettes mixtes minerai-lignite-CaO ont été réduites en présence de 5% Na₂SO₄ à 1250°C pendant 30 min. Selon les analyses DRX et SEM-EDS, l'ajout de sulfate de sodium favorise la réduction des oxydes de fer et empêche la réduction de la fluorapatite. Ainsi, le phosphore reste dans la scorie au lieu de fondre dans la phase de fer métallique, qui est ensuite éliminée dans les stériles par le broyage et la séparation magnétique par voie humide à basse intensité.

Mots clés : Gara Djebilet ; minerai de fer oolithique riche en phosphore; réduction directe par le charbon; sulfate de sodium; séparation magnétique par voie humide à basse intensité.

Dédicaces

To my loving parents Amar and Farida Ouddaï, for their encouragement and desire to see me continue to reach for more. Their support and guidance, from the beginning of my academic pursuit up to this doctoral level, are deeply appreciated.

To my brother Ziri for being supportive and loving. To my sister Chahinez for being patient, understanding, and fraternal advice at the exact moments I needed it most. I love you both for the inspiration, encouragement, support, and most of all your patience.

To my dear sister Malika, and to her children Awras, Madghis, and Kenza Dihya. My dear sister, the words cannot describe how much I love and appreciate you. You have inspired me in ways that you may never understand. I look forward to watching your children grow and achieve their goals. I thank God for them, and I will always love them.

To all the members of Mansour, Allahoum, and Ouddaï families, especially my aunt Ouardia and my cousins Nasreddine Allahoum and Mohand Ouidir Allahoum.

To my closest friends Choayb Refis, Hakim Rabia, and Fahm Tiour for being my stress release when needed and for the talks that brought both humour and encouragement. The most stressful moments are endured better with laughter. Without hesitation, they led and held me through those moments of fear, discouragement, exhaustion and desperation.

Remerciements

First and foremost, my heartfelt thank goes to the Almighty God for giving me the opportunity to undertake this research study and the strength to complete it satisfactorily. Without his blessings and his help, this achievement would not have been possible.

I would like to express my deepest gratitude to my patient and supportive supervisor Prof. Dr. Malek Ould-Hamou, for the precious guidance, encouragement and advice he has provided throughout my time as his student and my journey towards this degree. His positive outlook and human qualities inspired me and made me feel confident in my abilities. His careful editing contributed enormously to the production of this thesis. Furthermore, many thanks are dedicated to the rest of the mineral processing research team at Ecole Nationale Polytechnique. Every one of them has been of great help to me.

I am also very grateful to all those at the Earth Sciences, Geography, and Territorial Planning Faculty of USTHB for the support received through the work undertaken with them, I would like to mention Prof. Dr. Abdelhak Boutaleb for providing access to the facilities of the Mining Geology laboratory and for his insight assistance and guidance with the mineralogical and petrographical studies.

I shall be failing in my duties if I don't express sense of gratitude towards Prof. Dr. Mehmet Sabri Çelik, who accepted me to be part of his research team and run some of experiments at the Mining Faculty laboratories at Istanbul Technical University (İTÜ). His support, guidance and overall insights in this field have made this an inspiring experience for me. Many thanks are also due to Dr. Onur Güven for his continuous support and words of encouragement. I take pride in acknowledging the insightful guidance of Prof. Dr. Emin Çiftçi at the Geological Engineering Department of İTÜ, for sparing his valuable time whenever I approached him and showing me the way ahead.

I would like to thank the committee members of who accepted to examine this dissertation. Many thanks are due to Prof. Dr. Mohammed Aguid Bachar-Assed, Prof. Dr. Malek Ould-Hamou, Prof. Dr. Abdelhak Boutaleb, Prof. Dr. Abdelmadjid Kasser, and Dr. Nabila Boutouchent-Guerfi.

Finally, many thanks are dedicated to all participants that took part in the study and enabled this research to be possible.

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale 15

Partie 1 Recherches Bibliographiques

Chapitre 1 : L'industrie mondiale du fer et de l'acier

1	Introduction	18
2	Les gisements de fer dans le monde	18
3	L'industrie de fer et de l'acier	20
4	Commerce mondial du minerai de fer	22
5	Réserves et ressources du minerai de fer dans le monde.....	23
6	Défis rencontrés par la sidérurgie.....	24
7	Perspectives de l'industrie sidérurgique	25

Chapitre 2 : Le gisement de minerai de fer oolithique de Gara Djebilet

1	Introduction	26
2	Cadre et situation géographique	26
3	Cadre et situation géologique	27
3.1	Cadre géologique régional.....	27
3.2	Cadre géologique local	28
4	Morphologie et cadre sédimentologique	28
5	Le minerai.....	31
6	Minéralogie.....	31
7	Types de faciès du minerai	33
8	Distribution des minéraux	34
9	Réserves de minerai.....	35

Chapitre 3 Traitement de minerai de fer oolithique

1	Introduction	38
2	Préparation mécanique et classification	38

3	Méthodes de concentration.....	39
3.1	Méthodes Minéralurgiques.....	39
3.1.1	Séparation par gravité.....	39
3.1.2	Séparation magnétique.....	41
3.1.3	Flotation.....	46
3.1.4	Agglomération sélective d'huile.....	50
3.1.5	Flocculation selective.....	52
3.1.6	Lixiviation acide.....	53
3.2	Méthodes pyrométallurgiques.....	55
3.2.1	Matières premières.....	56
3.2.1.1	Bouletage (agglomération en boulettes).....	57
3.2.1.2	Agglomération sur grille.....	59
3.2.2	Haut fourneau (BF).....	60
3.2.3	Four à arcs électrique (EAF).....	63
3.2.4	Réduction-fusion.....	63
3.2.5	Réduction directe.....	66
3.2.5.1	Procédures à l'échelle du laboratoire dans la production de DRI.....	71
3.2.5.1.1	Grillage magnétisant.....	72
3.2.5.1.2	Chauffage par micro-ondes.....	73
3.2.5.1.3	Réduction basée sur le gaz.....	74
3.2.5.1.4	Réduction directe par le charbon.....	75

Partie 2 Matériels et Méthodes

1	Introduction.....	79
2	Matériels.....	79
2.1	Échantillons de minerai de fer oolithique.....	79
2.2	Échantillons de charbon.....	84
3	Méthode et équipements.....	85
3.1	La fragmentation du minerai de fer oolithique.....	86
3.1.1	Concassage primaire.....	87
3.1.2	Concassage secondaire.....	90
3.2	La fragmentation du charbon.....	91
3.3	Pelletisation.....	94

3.4	Réduction par grillage	96
3.5	Le broyage des boulettes	97
3.6	Séparation magnétique humide à faible intensité	98

Partie 3 Résultats et Discussions

1	Introduction	102
2	Considération thermodynamique.....	102
3	Expériences à facteur unique	104
3.1	Effet de la température de réduction.....	104
3.2	Effet du temps de réduction.....	106
3.3	Effet de la dose de sulfate de sodium	108
4	Caractérisation des boulettes réduits	110
4.1	Composition de phase des boulettes réduits	110
4.2	Caractéristiques de la microstructure des boulettes réduites	116
4.3	Distribution du phosphore dans la microstructure du DRI.....	121
5	Caractérisation des concentrés magnétiques	130
	Conclusion générale.....	133
	Références.....	135

Liste des tableaux

Tableau 1 : Types des accumulations de fer.....	19
Tableau 2 : Les principaux pays producteurs de minerai de fer en 2013	20
Tableau 3 : Commerce mondial du minerai de fer en 2012 et 2013	23
Tableau 4 : Estimation des réserves de minerai de fer dans les principaux pays producteurs en 2013	24
Tableau 5 : Les dimensions des différentes Garas	30
Tableau 6 : Occurrences possibles de minéraux dans le faciès pétrographiques	34
Tableau 7 : Réserves de minerai de fer calculées et estimées de Gara Djebilet.....	35
Tableau 8 : Ressources mondiales de minerai de fer oolithique	37
Tableau 9 : Guide des critères de concentration pour la séparation par gravité.....	40
Tableau 10 : Densité des minéraux sélectionnés ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	41
Tableau 11 : Susceptibilités magnétiques des minéraux liés au minerai de fer	43
Tableau 12 : Résultats des tests de séparation magnétique rapportés par l'IRSID	45
Tableau 13 : Composition chimique du minerai enrichi rapportée par CITIC.....	45
Tableau 14 : Hydrophobie des matériaux.....	47
Tableau 15 : Angles de contact dans le système solide-hexadécane-eau	52
Tableau 16 : Application de l'agglomération d'huile de matériaux sélectionnés.....	52
Tableau 17 : Les résultats des expériences effectués par un bureau d'études de traitement des minéraux de Prague en 1967	54
Tableau 18 : Comparaison des procédés de réduction par fusion	65
Tableau 19 : Comparaison des procédés de réduction directe.....	69
Tableau 20 : Test du grillage magnétisant du minerai de fer de Gara Djebilet réalisé par l'IRSID.....	72
Tableau 21 : Composition chimique de l'échantillon de minerai de fer brut (%)......	82
Tableau 22 : Caractéristiques physiques et mécaniques du minerai brut	83
Tableau 23 : Résultats d'analyses approximatives du charbon (%)	84
Tableau 24 : Principales caractéristiques techniques du concasseur à mâchoires.....	87
Tableau 25 : Principales caractéristiques géométriques du concasseur à mâchoires	88
Tableau 26 : Résultats du tamisage du produit de concassage primaire	88
Tableau 27 : Valeurs des facteurs de taille pour le produit de concassage primaire	89
Tableau 28 : Coefficients de HAZEN pour le produit de concassage primaire	90
Tableau 29 : Principales caractéristiques techniques du concasseur à cône.....	90
Tableau 30 : Principales caractéristiques géométriques du concasseur à cône	90
Tableau 31 : Résultats du tamisage du produit de concassage secondaire.....	91
Tableau 32 : Valeurs des facteurs de taille pour le produit de concassage secondaire ..	91
Tableau 33 : Coefficients de HAZEN pour le produit de concassage secondaire.....	91
Tableau 34 : Principales caractéristiques techniques du concasseur ERSEL.....	91
Tableau 35 : Principales caractéristiques géométriques du concasseur ERSEL	92
Tableau 36 : Résultats du tamisage des produits de concassage du charbon	93

Tableau 37 : Valeurs des facteurs de taille pour le produit de concassage du charbon..	93
Tableau 38 : Coefficients de courbure HAZEN pour le charbon concassé.....	93
Tableau 39 : Principales caractéristiques techniques du four.....	96
Tableau 40 : Principales caractéristiques géométriques du four	97
Tableau 41 : Principales caractéristiques techniques du broyeur	97
Tableau 42 : Caractéristiques géométriques du bol de broyage	97
Tableau 43 : Principales caractéristiques géométriques et techniques du tube Davis....	99
Tableau 44 : L'effet de la température sur les expériences CBDR-WLIMS	104
Tableau 45 : L'effet de la température sur les expériences de séparation magnétique.	104
Tableau 46 : L'effet des périodes de temps sur les expériences CBDR-WLIMS.....	106
Tableau 47 : L'effet des périodes de temps sur les essais de séparation magnétique...	106
Tableau 48 : L'effet du dosage du sulfate de sodium sur le CBDR-WLIMS	108
Tableau 49 : L'effet du dosage du sulfate de sodium sur la séparation magnétique.....	108
Tableau 50 : Analyses quantitative des données du point sélectionné à partir du matériau magnétique de la boulette réduit à 1250°C pendant 30 min en l'absence de Na ₂ SO ₄ ..	124
Tableau 51 : Résultats d'analyse quantitative du point sélectionné à partir du concentré de la boulette réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% de Na ₂ SO ₄	131

Liste des figures

Figure 1 : La production de minerai de fer brut dans le monde depuis 2000.....	21
Figure 2 : La production mondiale d'acier depuis 2000	22
Figure 3 : La production mondiale de l'Acier en 2018	22
Figure 4 : Commerce mondial du minerai de fer en 2016.....	23
Figure 5 : Fluctuation des prix du fer utilisable (62% Fe) de 2005 à 2020	25
Figure 6 : Situation géographique du gisement de Gara Djebilet.....	26
Figure 7 : Les accumulations ferrifère dans la ceinture paléozoïque nord-africaine.....	27
Figure 8 : Carte de localisation géologique du dépôt de Gara Djebilet.....	28
Figure 9 : Carte géologique des lentilles de Gara Djebilet.....	29
Figure 10 : Colonnes lithostratigraphique des gisements de Gara Djebilet	30
Figure 11: Répartition des réserves au sein des Garas	36
Figure 12 : Contact triphasé entre solide, liquide, et air.....	47
Figure 13 : Agglomération d'huile.....	50
Figure 14 : Formation d'agglomérat de particule et d'huile.....	50
Figure 15 : Système particules-huile-eau	51
Figure 16 : Principe de flocculation	53
Figure 17 : Le schéma de base de lixiviation	54
Figure 18 : Procédés de fabrication du fer et de l'acier	56
Figure 19 : Schéma des différentes voies de traitement.....	57
Figure 20 : Schéma des deux principaux procédés de bouletage : à grille droite (a), et la combinaison grille-four tournant-refroidissoir (b)	58
Figure 21 : Procédure d'agglomération sur grille	59
Figure 22 : Plan de haut fourneau.....	60
Figure 23 : Principales réactions dans le BF.....	61
Figure 24 : System sidérurgique BF-BOF.....	62
Figure 25 : Four à arcs électrique	63
Figure 26 : Schéma de réduction-fusion et de réacteur de fusion	64
Figure 27 : Classification des procédés de réduction-fusion.....	66
Figure 28 : Capacités de production des procédés de réduction.....	67
Figure 29 : Différents types de DRI (directement de MIDREX)	67
Figure 30 : Relation entre les ressources en fer et les réducteurs dans divers procédés de fabrication du fer	68
Figure 31 : Classification des procédés de réduction directe	70
Figure 32 : Caractérisation de la taille de l'échantillon	79
Figure 33 : Echantillon de minerai de fer oolithique de Gara Djebilet	80
Figure 34 : Diffractogramme d'échantillons de fer provenant de Gara East (a), Gara Centre (b) et Gara Ouest (c)	81
Figure 35 : Photomicrographies d'échantillons de minerai de fer oolithique.....	83
Figure 36 : Échantillon de charbon bitumineux	84

Figure 37 : Localisation du bassin de Béchar-Abadla (a) et la lithostratigraphie Permocarbone (b).....	85
Figure 38 : Schéma de processus expérimental.....	86
Figure 39 : Le concasseur à mâchoires Black (a) et le concasseur à cône de laboratoire (b) utilisés lors de la fragmentation du minerai brut	87
Figure 40 : Tamiseuse agitatrice Retsch Digital AS200	87
Figure 41 : Produit de concassage primaire (a) et de concassage secondaire (b).....	88
Figure 42 : Tracé de la courbe d'analyse granulométrique du produit de concassage primaire.....	89
Figure 43 : Tracé de la courbe d'analyse granulométrique du produit de concassage secondaire	92
Figure 44 : Le concasseur à mâchoires utilisé pour le concassage du charbon.....	93
Figure 45 : Courbe granulométrique du charbon concassé	94
Figure 46 : Four à haute température Protherm MoS-B 170/8 (a) et schéma des creusets et des boulettes utilisés dans les expériences (b).....	96
Figure 47 : Le broyeur à disques vibrants (a) et le bol de broyage (b).....	98
Figure 48 : Le tube magnétique de Davis utilisé pour le processus de concentration....	98
Figure 49 : Dispositif de spectromètre de fluorescence X (a), diffractomètre de poudre de rayons X (b) et microscope électronique à balayage SEM-EDS (c).....	100
Figure 50 : Corrélations entre la variation d'enthalpie de réaction et la température ..	102
Figure 51 : Effet de la température de réduction sur les indices d'évaluation du procédé (a) et sur les teneurs en fer et en phosphore du matériau magnétique (b)	105
Figure 52 : Effet du temps de réduction sur les indices d'évaluation du procédé (a) et sur les teneurs en fer et en phosphore du matériau magnétique (b)	107
Figure 53 : Effet du dosage du sulfate de sodium sur les indices d'évaluation du procédé (a) et sur les teneurs en fer et phosphore du matériau magnétique (b).....	109
Figure 54 : Diffractogrammes du minerai brut (a), boulette réduite en l'absence de Na_2SO_4 à 1200°C pendant 30 min (b), boulette réduite en l'absence de Na_2SO_4 à 1250°C pendant 60 min (c) et boulette réduite en présence de 10% de Na_2SO_4 à 1250°C pendant 30 min (d)	111
Figure 55 : Relations des réactions DR en l'absence de Na_2SO_4	114
Figure 56 : Relations des réactions DR en présence de sulfate de sodium	116
Figure 57 : Microphotographies des boulettes réduites à 1250°C pendant 30 min en l'absence de sulfate de sodium (a) et en présence de 7,5% de Na_2SO_4 (b).....	117
Figure 58 : Stades de croissance des grains de fer métallique.....	118
Figure 59 : Image SEM d'une boulette réduite à 1250°C pendant 60 min en l'absence de Na_2SO_4 avec spectres EDS et données d'analyse des points 1 et 2	119
Figure 60 : Image SEM et analyses EDS d'un échantillon réduit à 1250°C pendant 30 min avec l'ajout de 5% de Na_2SO_4	120
Figure 61 : Cartographies élémentaires EDS d'un échantillon réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% de Na_2SO_4	122

Figure 62 : La distribution réticulaire du phosphore observée dans le concentré magnétique de l'échantillon réduit à 1250°C pendant 30 min en l'absence du sulfate de sodium (a) et le résultat de la mesure EDS au point choisi (b)	123
Figure 63 : Diagramme schématique de l'évolution des minéraux au cours du processus de réduction directe du minerai de fer oolithique riche en phosphore	124
Figure 64 : Diagramme de phase binaire Fe-P	126
Figure 65 : Diagramme d'équilibre des phases Fe-C	127
Figure 66 : Schéma du comportement de la distribution du phosphore dans DRI.....	129
Figure 67 : Diffractogramme du concentré magnétique réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% de Na ₂ SO ₄	130
Figure 68 : Microphotographie d'un concentré magnétique réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% Na ₂ SO ₄	131

Liste des abréviations

BF	haut fourneau
BFB	lit fluidisé bouillonnant
BFG	gaz de haut fourneau
BIF	formations ferrifères rubanées
BOF	convertisseur à l'oxygène
BOG	oxygène gazeux basique
Bt	milliard de tonnes
CBDR	réduction directe par le charbon
CCPP	centrale électrique à cycle combiné
CFB	lit fluidisé circulant
CID	gisements de fer de canal
COG	gaz de cokerie
CUS	séquences grossièrement ascendantes
DID	gisements de fer détritiques terrestres
DHIMS	séparation magnétique par voie sèche à haute intensité
DLIMS	séparation magnétique par voie sèche à basse intensité
DR	réduction directe
DRI	minerai de fer réduit (fer-éponge, fer spongieux)
DRX	diffraction des rayons X
DSO	minerai à expédition directe
DT	tube magnétique de Davis
EAF	four à arcs électrique
EDS	spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie
EXID-OIS	accumulations ferrifères extensives
FOC	faciès oolithique cimenté
FOD	faciès oolithique détritique
FOND	faciès oolithique non-détritique
FBR	réacteurs à lit fluidisé
FRX	fluorescence des rayons X
FUS	séquences de finesse ascendantes
GBDR	réduction directe par les gaz
GC	Gara Centre
GE	Gara Est
GIF	formations de fer granulaire
GK	combinaison grille-four tournant-refroidissoir
GW	Gara Ouest

HBI	minerai de fer briqueté à chaud
HIMS	séparation magnétique à haute intensité
HM	métal chaud
IOCG	gisements d'oxyde de fer Cu-Au
IRSID	institut de recherche de la sidérurgie
LIMS	séparation magnétique à basse intensité
LOI	perte au feu
LOID-OIS	accumulations ferrifères locales
Mt	millions de tonnes
OIS	occurrences de ferrifère oolithiques
RHF	four à sole tournante (rotatif)
RIF	formations de fer de type rapitan
RK	four tournant
SEM	microscope électronique à balayage
SF	four à cuve
SG	chaîne droite
SR	réduction-fusion
WHIMS	séparation magnétique par voie humide à haute intensité
WLIMS	séparation magnétique par voie humide à basse intensité

Introduction générale

Les minerais de fer oolithiques, très répandus à travers le monde, constituent souvent les approvisionnements locaux des anciennes sidérurgies. Les gisements sont d'importance variable ; certains sont énormes, tels que Bakchar en Russie, Lisakovsk au Kazakhstan, Wadi Al-shatti en Libye, Exi en Chine, et Wadi Fatima en Arabie Saoudite [1, 2]. Les réserves de minerai de fer oolithique en Algérie s'élèvent à environ 7 milliards de tonnes; ils se trouvent principalement dans les gisements de Gara Djebilet (5 milliards de tonnes) et de Mecheri Abdelaziz (2 milliards de tonnes) [3].

Les gisements de minerai de fer de Gara Djebilet, d'une teneur en fer appréciable, sont d'exploitation facile (à ciel ouvert), malheureusement le minerai, par sa structure oolithique complexe a une teneur élevée en phosphore [4-6]. Le phosphore étant un élément nuisible dans la fabrication de l'acier, car il augmente la fragilité et réduit la ductilité et la ténacité à basse température des produits en acier.

La récupération du fer à partir de divers minerais de fer réfractaires (en particulier les minerais de fer oolithiques), en tant qu'alternative aux ressources de minerai de fer faciles à traiter, est un enjeu mondial important pour faire face à l'augmentation rapide des besoins en fer et atténuer la menace de la pénurie des matières premières dans l'industrie sidérurgique [4]. De nos jours, l'extraction du fer par le procédé de haut fourneau reste la plus dominante dans l'industrie sidérurgique. Cependant, ce n'est ni rentable ni faisable pour les minerais de fer oolithiques riche en phosphore car presque toute la teneur en P est absorbée par le fer métallique liquide chaud en raison de la température élevée du processus [5]. Récemment, plusieurs tests à l'échelle du laboratoire ont été menés sur l'amélioration de l'enrichissement des minerais de fer oolithiques riches en phosphore à travers le monde [6]. Les voies disponibles incluent les procédés hydrométallurgiques et pyrométallurgiques [7]. La séparation physique, la séparation gravimétrique, la séparation magnétique, la flottation, l'agglomération, la floculation sélective sont les principaux procédés hydrométallurgiques [7]. De nos jours, un nouveau procédé voit le jour et pourra être une alternative à la valorisation du gisement de Gara Djebilet ; Il s'agit de la bio-flottation et de la biolixiviation [3]. L'enrichissement du minerai de fer oolithique par la minéralurgie classique n'a pas donné des résultats satisfaisants, que ce soit pour l'amélioration de la teneur en fer ou de la diminution du phosphore contenu dans le minerai brut. Le processus de lixiviation chimique est très efficace pour éliminer le phosphore sans dissolution ni perte de fer. Cependant, la corrosion des équipements et son manque de compétitivité à l'échelle industrielle sont les principaux inconvénients de cette méthode. Les procédés pyrométallurgiques tels que le grillage magnétisant, le chauffage par micro-ondes, la réduction directe par les gaz (GBDR), et la réduction directe par le charbon (CBDR) sont des voies prometteuses pour la production d'une poudre de minerai de fer réduit appelée aussi fer-éponge (DRI). Dans cette étude, un minerai de fer oolithique riche en

phosphore issu de Gara Djebilet a subi un processus de réduction directe par le charbon (CBDR) suivi d'une séparation magnétique par voie humide à basse intensité (WLIMS). Les effets de la température de réduction, du temps, et du dosage du sulfate de sodium sur l'élimination du phosphore, la teneur en fer, le degré de métallisation, et le taux de récupération du fer pendant la réduction et la séparation magnétique ont été optimisés. De plus, les transformations de phase des oxydes de fer et les caractéristiques de distribution du phosphore dans les produits réduits et les concentrés magnétiques ont également été étudiées.

Ce manuscrit est organisé en cinq chapitres

Le chapitre 1 : « **L'industrie mondiale du fer et de l'acier** » qui constitue un rappel de certaines notions clés se rapportant aux différentes accumulations métallifères et formations ferrifères dans le monde ainsi que les principaux pays producteurs de fer dans le monde.

Le chapitre 2 : « **Le gisement de minerai de fer oolithique de Gara Djebilet** » est consacré à la présentation du site de Gara Djebilet, à savoir ses caractéristiques géographiques, géologiques, sa morphologie et à sa minéralogie.

Le chapitre 3 : « **Traitement de minerai de fer oolithique** » est dédié aux différentes méthodes de concentration utilisées, à savoir la gravimétrie, la flottation, la floculation, l'agglomération, la lixiviation, et l'extraction par la pyrométallurgie.

Le chapitre 4 : « **Matériels et méthodes** » résume les étapes de traitement par réduction carbothermique et la séparation magnétique. Après avoir choisi le protocole expérimental, illustré par un flowsheet, des expérimentations ont été réalisées. En dehors de la préparation mécanique, l'opération de pelletisation a été réalisée suivie par une réduction par le charbon, d'un broyage et d'une séparation magnétique par voie humide à basse intensité en utilisant d'un tube magnétique de Davis.

Le chapitre 5 : « **Résultats et discussion** » est consacré à la présentation des résultats de réduction carbothermique et de séparation magnétique. Ainsi qu'à l'étude de l'effet des additifs sur le comportement du phosphore et sa distribution dans les différentes phases.

Le minerai oolithique, après avoir subi un grillage réducteur a été caractérisé en utilisant la microscopie optique, la SEM-EDS, et la DRX.

Le matériau magnétique obtenu à partir de la réduction sous des paramètres de réduction optimaux (réduit à 1250°C pendant 30 min avec l'ajout de 5% Na₂SO₄) suivi par la suite de broyage et de la séparation magnétique humide à basse intensité, a été étudié à l'aide de la diffraction des rayons X (DRX) et SEM-EDS (Environmental FEI Quanta 250 SEM, Pays-Bas).

Recherche Bibliographiques

Chapitre 1 : L'industrie mondiale du fer et de l'acier

1 Introduction

Près de 32% de la masse de la croûte terrestre est constituée de fer et son abondance en terme d'élément chimique (Fe) se situe entre 5% de la croûte terrestre et plus de 80% du noyau de la planète. On s'attend donc à ce qu'il y ait un certain nombre de minéraux de fer fréquemment trouvés et divers gisements de minerai de fer se produisant à la surface de la Terre. Les gisements et produits contenant du fer qui ont été exploités, sont exploités, ou pourraient être exploités de manière économique pour leur teneur en fer sont appelés « minerai de fer ». Le terme « minéralisation du fer » est utilisé pour désigner toute accumulation de fer non rentable [1].

2 Les gisements de fer dans le monde

Les minerais de fer et d'autres types d'accumulations métallifères où le minerai de fer est produit comme sous-produit sont considérés comme la principale source de fer, mais aucun n'est aussi important que les minerais de fer hébergé dans des formations ferrifères. Les gisements de minerai de fer hébergés dans des formations ferrifères non-enrichis (BIF : formations ferrifères rubanées, GIF : formations de fer granulaire, RIF : formations de fer de type rapitan) représentent la majorité de la production et des ressources mondiales actuelles de minerai de fer, suivis par les importants gisements de fer de canal (CID), les minerais d'oxyde de fer-apatite de type Kiruna et certains types de skarns Cu-Fe. De nos jours, plus de 95% de tous les gisements de minerai de fer extraits sont d'origine sédimentaire, dérivés sous forme de précipités chimiques de l'eau de mer, dont les gisements de minerai de fer hébergés par les formations ferrifères sont les plus abondants. Il existe également de nombreuses autres accumulations moins importantes mais qui restent des sources primaires comptant les gisements de fer détritiques terrestres (DID), qui forment des cônes alluviaux provenant des minerais de formation de fer ; dépôts de placers marins détritiques généralement appelés « sables de fer » ; gisements oolithiques de goethite de type Minette/Salzgitter ; gisements d'oxyde de fer Cu-Au (IOCG); et les minerais métamorphiques de contact formés par le remplacement des roches carbonatées dans les auréoles des intrusions granitoïdes. Bien que les gisements d'IOCG ne représentent qu'une petite quantité de la production mondiale actuelle de minerai de fer, la quantité de Fe contenue sous forme de magnétite ou d'hématite est supposée atteindre celle de certains des plus grands gisements de minerai de fer hébergées par les formations ferrifères. Chacun des types d'accumulation de minerai de fer cités dans le Tableau 1 a une minéralogie caractéristique du tout-venant et du minerai produit, de la minéralogie de la gangue, des textures du minerai et des propriétés physiques du produit [1].

Tableau 1 : Types des accumulations de fer

(Source: L. Lu, Iron ore: Mineralogy, processing and environmental sustainability)

Classification	Sous-type	Caractéristiques	Exemples
Formations ferrifères	non-enrichies, BIF, GIF, RIF	Magnétite avec silicate gangue	Chine: Diao Juntai Australia: Karara
	Martite-goethite haut teneur en hématite	Martite ± goethite Hématite avec quartz, kaolinite	Australie : Marandoo Australie : Mount Whaleback
Accumulations métallifère du canal (CID)	faible teneur en Al_2O_3	Pisolithique goethite avec faible teneur en hématite	Australie : Yandicoogina junction
	haut teneur en Al_2O_3		Australie : Robe Mesa J, Mesa A, Kings
Accumulations métallifère détritiques (DID)	accumulations détritique terrestre	Hématite-goethite conglomérats et gravés dérivés par érosion de formations de fer	Australie : Brockman 2, Marillana
	accumulations marine "sables de fer"	accumulations sédimentaire marine riche en titan-magnétite	nouvelle Zélande: Waikato, North Head, Tahāroa
Fe oxyde	fer-apatite	magnétite-apatite	Suède : Kiruna
	Kiruna-type		U.S.A. : Pea Ridge Pérou : El Romeral
	Fe-skarns	Accumulations de Magnétite	Chile : El Laco PRC : Daye
Accumulations Fe-Ti-V	Anorthosite	Titano-magnétite inclus dans un gabbro or ferrodiorite	Sud Afrique : Bushveld Igneous
	Flood basaltes	Titano-magnétite inclus dans les basaltes	Australie : Windimurra Chine : Panzihua, Xinjie
Oolithique Fe		Accumulations de fer oolithique	Allemagne : Minette Chine : Exi U.S.A. : Clinton
Fe-Cu-Au (IOGC)			Australie : Ernest Henry Chile : La Candelaria

3 L'industrie de fer et de l'acier

Le minerai de fer est la principale matière première à partir de laquelle le fer métallique est récupéré pour être utilisé dans l'industrie sidérurgique [1]. Sa production peut être exprimée en minerai brut, en minerai utilisable, ou en teneur en fer du minerai. Le minerai extrait et qu'est n'a pas été traité ou concentré pour améliorer sa teneur en fer est appelé « minerai brut » ou « tout-venant ». La teneur en fer du minerai extrait peut varier de moins de 10% dans les gisements à faible teneur à plus de 60% dans les gisements à haute teneur. Le minerai utilisable (minerai fini, minerai marchand, minerai à expédition directe) décrit le minerai qui peut être directement introduit dans une procédure en aval. Le minerai de fer utilisable contient généralement de 58% à 65% Fe peut comprendre des produits tels que des concentrés, du minerai à expédition directe (DSO), des boulettes, et des agglomérés. La teneur en fer (ou teneur en métal) désigne la quantité de fer dans le minerai brut ou utilisable. Avant d'être évalués commercialement disponibles, les minerais de fer consommés dans la sidérurgie nécessitent une teneur en fer supérieure à 58%. Les minerais de fer qui ne sont pas utilisables commercialement doivent subir un traitement pour améliorer leur teneur en fer. Le minerai de fer utilisable pourrait être fourni par des mines de minerai de fer à haute teneur avec un léger traitement physique et aucune voie d'enrichissement. Avec ce type, les productions déclarées pour les minerais bruts et utilisables sont similaires. Le minerai provenant de gisements à faible teneur doit être soumis à une concentration avant d'être utilisé dans l'industrie sidérurgique. Dans ce cas, le minerai extrait est appelé minerai brut et les concentrés de traitement sont désignés minerai utilisable ; la quantité produite sera inférieure à celle du minerai brut. À l'exception des gisements situées dans certains pays comme l'Australie et le Brésil, presque tous les autres gisements de minerai de fer du monde sont à faible teneur et nécessitent un traitement supplémentaire [2]. La Chine est le plus grand pays producteur de minerai de fer, suivie par l'Australie et le Brésil (Tableau 2) [3].

Tableau 2 : Les principaux pays producteurs de minerai de fer en 2013
(Source: N.M.I.C. (USGS), Mineral commodity summaries)

Rang	Pays	Production de minerai de Fer (Mt)		
		Minerai brut (poids brut)	Minerai utilisable (poids brut)	Minerai utilisable (teneur en fer)
1	Chine	1450	417	259
2	Australie	609	609	377
3	Brésil	387	387	245
4	Inde	150	136	84
5	Russie	105	102	60
6	Ukraine	82	70	39
7	Sud Afrique	72	72	45
8	États Unis	53	53	47
9	Iran	50	48	24
10	Canada	43	42	26
	Global production	3110	2230	1370

Le monde a connu des augmentations radicales de la production de minerai de fer brut d'environ 1,08 Bt en 2000 à 3,06 Bt en 2016 (Figure 1) et la production d'acier brut de 850 Mt à 1,5 Bt au cours de la même période (Figure 2) [1].

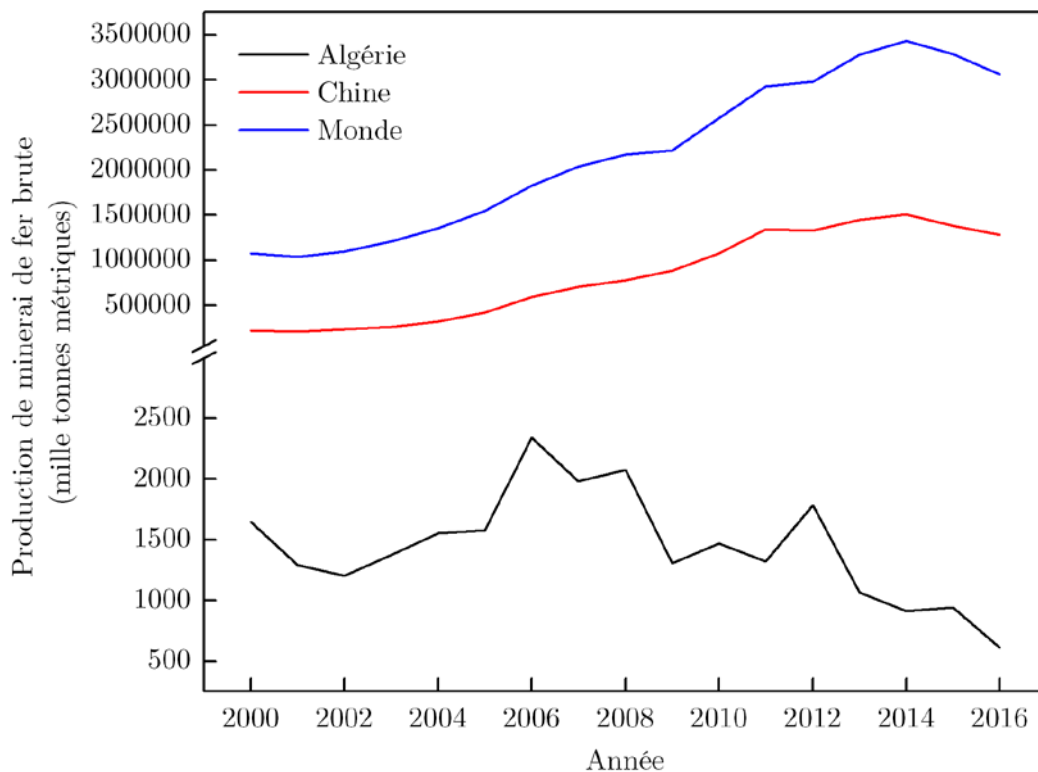


Figure 1 : La production de minerai de fer brut dans le monde depuis 2000
Source: US Geological Survey (USGS)

L'alliage de carbone et de fer qui est crucial pour l'économie mondiale est appelé acier. Sa combinaison remarquable de résistance, de formabilité, de polyvalence, de recyclabilité, et de faible coût en fait un matériau parfait pour l'industrie de la construction et les applications d'ingénierie. Depuis 2000, la production d'acier brut a presque doublé dans le monde. Par rapport à l'augmentation de 94% de la production mondiale d'acier brut entre 2000 et 2013, la croissance de la production chinoise d'acier brut a atteint durant la même période près de 540%, ce qui représente 86% de la production supplémentaire [1]. En 2018, plus de 1,7 milliards de tonnes ($1,7 \cdot 10^9$ T) d'acier brut ont été produits à travers le monde (Figure 3) ; on estime que le marché du fer se développera davantage dans un avenir proche. L'amélioration de la production d'acier devrait se poursuivre dans le futur, et la seule incertitude concerne les années précises pendant lesquelles le niveau de production dépassera la limite des $2 \cdot 10^9$ de tonnes puis celle des $3 \cdot 10^9$ de tonnes [4].

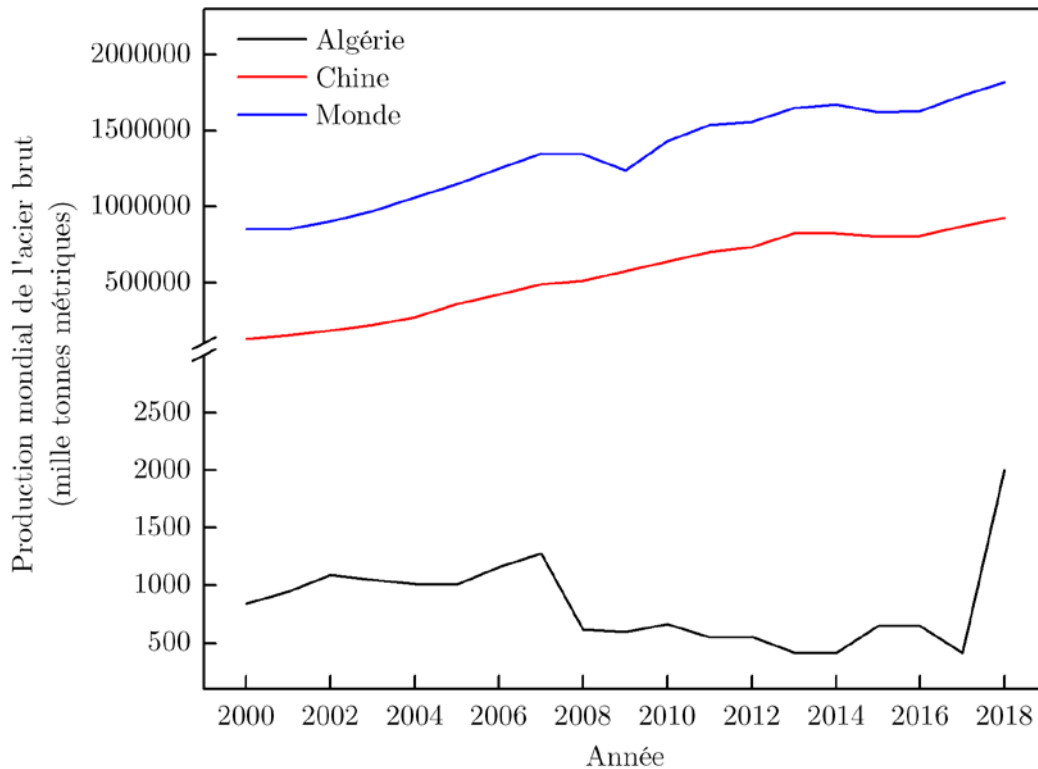


Figure 2 : La production mondiale d'acier depuis 2000
Source: Worldsteel Association

4 Commerce mondial du minerai de fer

Les tonnages des exportations et importations mondiales du minerai de fer pour 2012 et 2013 sont résumés dans le Tableau 3. La Chine a importé 63% du minerai de fer transporté par mer dans le monde en 2016, et c'est le principal pays importateur, suivi par le Japon, la Corée du Sud, et l'Allemagne comme le montre la Figure 4 [1].



Figure 3 : La production mondiale de l'Acier en 2018
Source: worldsteel.org

Tableau 3 : Commerce mondial du minerai de fer en 2012 et 2013

(Source: L. Lu, Iron ore: Mineralogy, processing and environmental sustainability)

Pays	2012 (Mt)	2013 (Mt)
<u>Importateurs</u>		
Chine	745	820
Japon	131	136
Union Européenne (E.U.)	121	128
Korè de sud	66	63
<u>Exportateurs</u>		
Australie	492	579
Brésil	327	330
Sud Afrique	54	48
Canada	35	36

5 Réserves et ressources du minerai de fer dans le monde

La production de minerai de fer dans les principaux pays producteurs est soutenue par d'importantes réserves qu'il est techniquement et économiquement possible d'exploiter. Comme indiqué dans le Tableau 4, l'Australie possède les plus grandes réserves en ce qui concerne à la fois minerai brut et utilisable, derrière le Brésil avec des teneurs en fer in situ importantes. La Russie est également bien située en termes de réserves de minerai de fer brut et de teneur in situ, mais visiblement, la Chine est moins bien douée. Bien que les poids de minerai brut en Chine soient abondants et analogues à ceux de la Russie, leur poids en terme de teneur est considérablement inférieure, de sorte que la teneur en fer est environ la moitié de celle de la Russie [1].

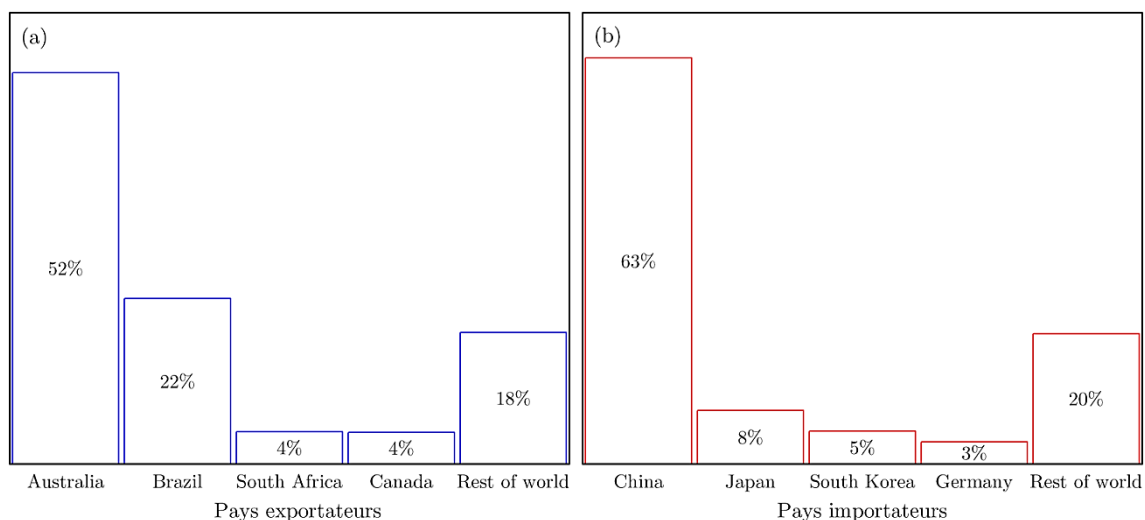


Figure 4 : Commerce mondial du minerai de fer en 2016

Source: The United National Conference on Trade and Development (UNCTAD)

6 Défis rencontrés par la sidérurgie

Bien que l'industrie du fer soit parfois considérée comme une simple exploitation minière, elle est cependant concurrentielle à l'échelle internationale et subit continuellement une pression importante pour réduire les charges en raison de la récente chute spectaculaire des prix du minerai de fer. Par conséquent, le niveau technologique dans cette industrie est plutôt innovant. Des exemples de derniers développements pionniers pour réduire les charges et promouvoir la qualité et la récupération des concentrés comprenaient le broyage agité pour le broyage fin, le micro-criblage pour éliminer les minéraux de la gangue, l'application de la flottation des particules grossières et fines et les biotechnologies [1].

Tableau 4 : Estimation des réserves de minerai de fer dans les principaux pays producteurs en 2013

(Source: L. Lu, Iron ore: Mineralogy, processing and environmental sustainability)

Rang	Pays	Réserves de minerai de fer (Mt)	
		Minerai brut	Minerai utilisable
1	Australie	53000	23000
2	Brésil	31000	16000
3	Russie	25000	14000
4	Chine	23000	7200
5	Inde	8100	5200
6	Venezuela	4000	2400
7	Canada	6300	2300
8	Ukraine	6500	2300
9	Suède	3500	2200
10	Etats Unis	6900	2100
11	Iran	2500	1400
12	Kazakhstan	2500	900
13	Sud Afrique	1000	650
	Reste du monde	14000	7100

Malgré ces développements pionniers, des défis considérables restent à relever pour cette industrie au cours des années suivantes, car les réserves mondiales de minerai à haute teneur continuent de baisser et les types de minerais alternatifs (comprenant les minerais d'hématite/goethite à faible teneur, les minerais de magnétite, les minerais oolithiques et les minerais polymétalliques) doivent être exploités pour les remplacer. Ces minerais devront être broyés pour libérer les minéraux utiles entraînés par les processus d'enrichissement tels que la séparation par gravité, la séparation magnétique, la flottation par mousse, la lixiviation chimique et la biolixiviation pour produire des matériaux de haute qualité appropriés pour un traitement ultérieur en aval. Ainsi, il y aura une exigence continue de promouvoir l'efficacité du broyage et de la concentration pour intensifier la productivité et réduire les charges de production, ainsi que diminuer le rendement des déchets, la consommation d'eau, les émissions de gaz à effet de serre, et l'impact environnemental [1].

7 Perspectives de l'industrie sidérurgique

Le coût d'une tonne de minerai après avoir atteint les 197 \$ par tonne en 2008 a chuté pour atteindre les 40 \$ par tonne en décembre 2015, (Figure 5). Cette baisse du prix du minerai de fer est due au ralentissement de l'économie chinoise et à l'offre excédentaire du minerai des principaux producteurs de minerai de fer. Cependant, les prix du minerai de fer se rétablissent progressivement et le pic des 150 \$ a été franchi début décembre 2020 et il s'est échangé à plus de 180 \$ la tonne le 19 avril de l'année 2021; un niveau que la matière première n'avait plus atteint depuis mai 2011, soit, pratiquement une décennie [1].

Dans son rapport du 20 avril 2021, sur les perspectives des marchés des matières premières (CMO), la Banque mondiale confirme cette tendance. Après avoir franchi la barre des 150 \$ début décembre 2020, la tonne de minerai de fer s'est échangée à plus de 180 \$ la tonne le 19 avril de l'année 2021, un niveau que la matière première n'avait plus atteint depuis mai 2011, pratiquement une décennie. Mi-février 2021, la société de recherche et d'analyses Fitch a estimé dans un rapport que le prix du fer suivrait une tendance à la baisse jusqu'en 2025, avec entre autres 120 \$ la tonne cette année et à moyen terme, l'institution de Bretton Woods attribuent à la conjonction de plusieurs facteurs favorables qui devraient maintenir les prix dans leur fourchette actuelle durant le reste de l'année et les années à venir. En ce qui concerne ces vents favorables qui portent le minerai de fer, notons qu'ils sont liés d'une part à la reprise économique mondiale marquée par une hausse de la demande, et d'autre part aux problèmes d'approvisionnement. C'est une opportunité pour notre pays, pour lancer définitivement un secteur essentiel de l'économie nationale.

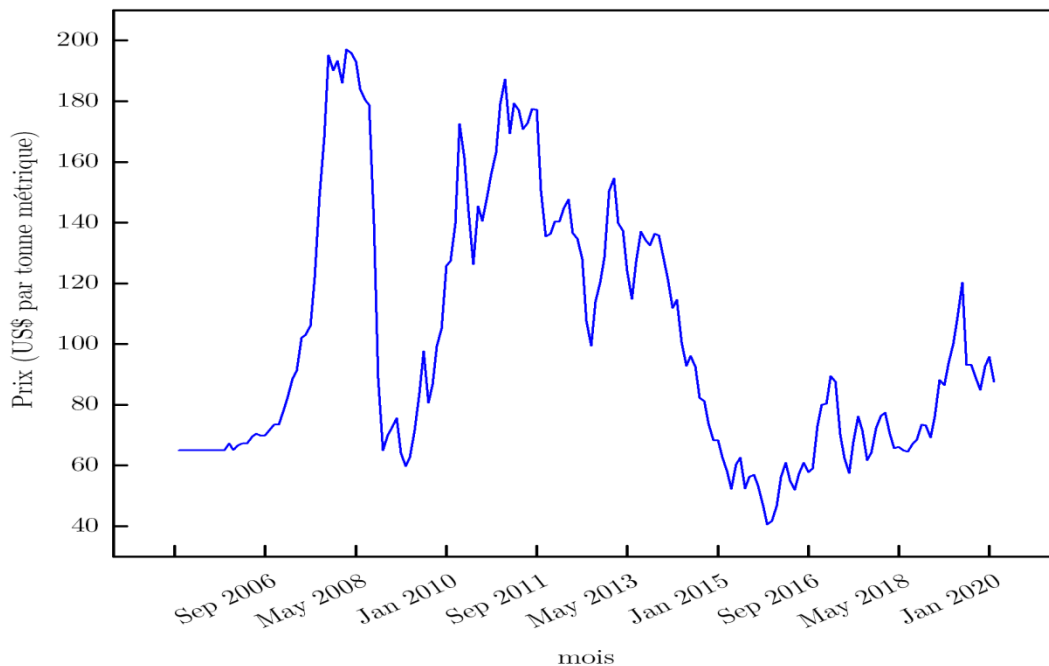


Figure 5 : Fluctuation des prix du fer utilisable (62% Fe) de 2005 à 2020
Source: Thomson Reuters DataStream, World Bank

Chapitre 2 : Le gisement de minerai de fer oolithique de Gara Djebilet

1 Introduction

Le gisement de minerai de fer de Gara Djebilet a été découvert par P. GEVIN en 1952, en levant la carte géologique de la région [8]. Il est situé dans le Sahara Algérien et se compose de trois grandes lentilles principales se produisant sous forme de champs séparés, s'étendant d'est en ouest sur une étendue de 60 km, correspondant à Gara Ouest (GW), Gara Centre (GC) et Gara Est (GE) (Gara signifie Mesa au Sahara) [9].

2 Cadre et situation géographique

Le gisement de Gara Djebilet est situé dans le Sahara Algérien, à une distance d'environ 135 km au sud-est de la ville de Tindouf (Figure 6). Le trait le plus saillant de la topographie locale est l'existence d'une grande falaise, regardant vers le sud ; dont la partie supérieure est constituée par le minerai lui-même, et qui s'abaisse progressivement vers l'est, pour disparaître à l'extrémité nord-est de la Gara centrale. Une piste de 200 km relie Tindouf au site de Gara Djebilet, au voisinage duquel une piste d'envol a également été aménagée. Les difficultés d'accès de cette région jointes à la nécessité de créer un réseau d'évacuation, nous obligent à une étude très pointue de la rentabilité du gisement [8].



Figure 6 : Situation géographique du gisement de Gara Djebilet

3 Cadre et situation géologique

3.1 Cadre géologique régional

Le gisement de minerai de fer de Gara Djebilet est une importante accumulation ferrifère oolithique de la « Ceinture Ferrifère Paléozoïque Nord-Africaine » qui s'étend du Zemmour (Sahara occidental) au Fezzan (Sahara oriental) sur une longueur de 3000 km (Figure 7). Cette ceinture Paléozoïque comprend de nombreuses occurrences de ferrifère oolithiques (OIS) d'âge Ordovicien, Silurien, et Dévonien qui sont interstratifiées avec des sédiments Paléozoïques. Ces occurrences sont divisées en deux sortes [10] :

- EXID-OIS (Accumulations Ferrifères Extensives) avec des lits fins constants et une grande extension horizontale. Leurs longueurs peuvent varier entre 20 km et 200 km. Ils se trouvent dans les roches sédimentaires du l'Ordovicien, du Dévonien Moyen, et du Carbonifère Inférieur (Tournaisien) ;
- LOID-OIS (Accumulations Ferrifères Locales) avec une épaisseur irrégulière et une extension restreinte. Leurs longueurs ne peuvent pas excéder 20 km et leurs épaisseurs peuvent aller au-delà de 30 m. Ils sont interstratifiées dans les roches du Dévonien Inférieur et Supérieur. Le type LOID plus épais apparaît économiquement le plus intéressant, et c'est le principal type OIS du bassin de Tindouf, auquel appartiennent trois accumulations de fer identifiées, à savoir le gisement Gara Djebilet de Dévonien Inférieur, le dépôt Mecheri Abdelaziz de Dévonien Supérieur et le dépôt Fedj Mlehas de Dévonien Inférieur (Figure 8).

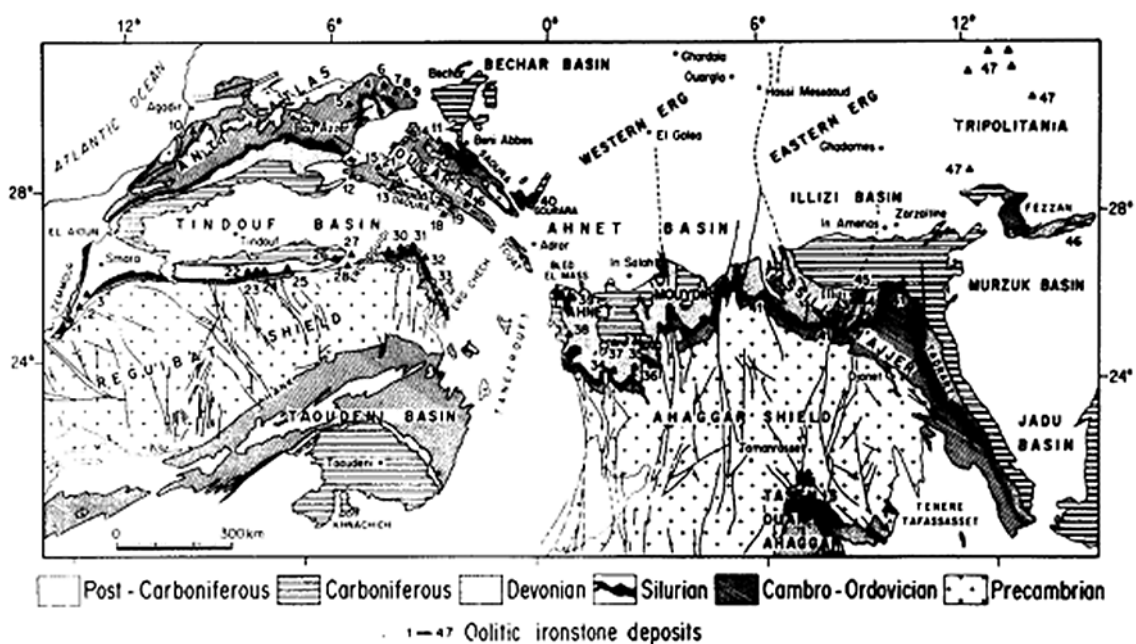


Figure 7 : Les accumulations ferrifère dans la ceinture paléozoïque nord-africaine
Source: S. Guerrak, Paleozoic oolitic ironstones of the Algerian Sahara: A review

3.2 Cadre géologique local

Le minerai de fer oolithique économique est intercalé dans les sédiments du Dévonien Inférieur le long de la partie ouest du flanc sud du bassin de Tindouf (Plateforme Saharienne), en particulier dans la Formation Djebilet Supérieur d'âge Paragian. Le bassin de Tindouf correspond à un large pli synclinal orienté WSW-ESE développé depuis le début du Silurien. Il est délimité à l'ouest par le bassin d'El Aïoun et la chaîne des Mauritanides, à l'est par la dépression de l'Erg Chech et les chaînes d'Ougarta, au nord par l'Anti-Atlas et au sud par le bouclier de Reguibat. Le flanc nord plissé de ce bassin contraste avec le flanc sud non perturbé (Figure 8). Comme le montre la Figure 9, l'ensemble du gisement est composé de trois dépôts de fer correspondant à des larges lentilles de tailles et d'épaisseurs différentes appelées Gara Ouest (GW), Gara Centre (GC) et Gara Est (GE). Leurs dimensions sont présentées dans le Tableau 5 [9].

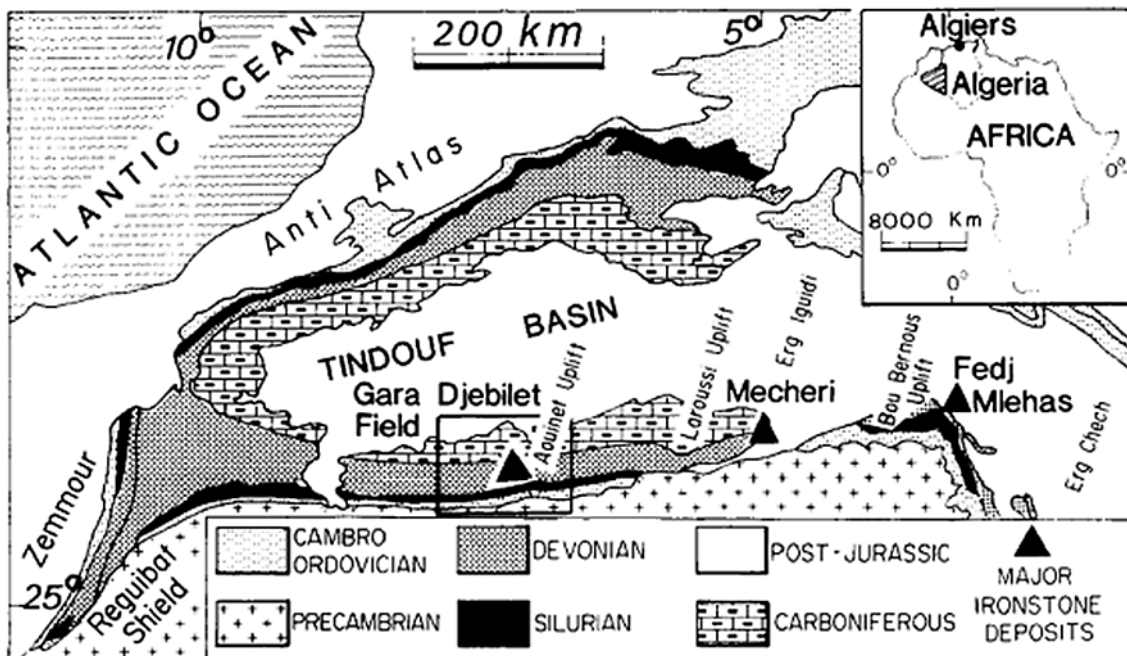


Figure 8 : Carte de localisation géologique du dépôt de Gara Djebilet

Source: S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria

4 Morphologie et cadre sédimentologique

Le gisement est constitué de trois larges lentilles de minerai de fer oolithiques, légèrement inclinées vers le nord ($1,5^{\circ}$ à 2°). Ces lentilles sont interstratifiées dans des sédiments argileux et sableux ; la roche encaissante gréseuse (classée comme quartzarénite) est chloritique à ferrugineuse, contenant plus de 85% de quartz et moins de 15% de matrice. La structure, et la colonne lithostratigraphique synthétique pour chaque gisement sont reportées sur la Figure 10. Il est clair que trois séquences

grossièrement ascendantes (CUS), situées entre deux séquences de finesse ascendante (FUS) apparaissent au sein de la Formation de Gara Djebilet : La première FUS concerne la transgression marine du Silurien, constituée majoritairement de schistes argileux verts et violets contenant de la microfaune, comme les graptolites; le premier CUS, correspond à une séquence de progradation vers la mer, au cours de laquelle une avant-plage incomplète recouvre un plateau du large [9].

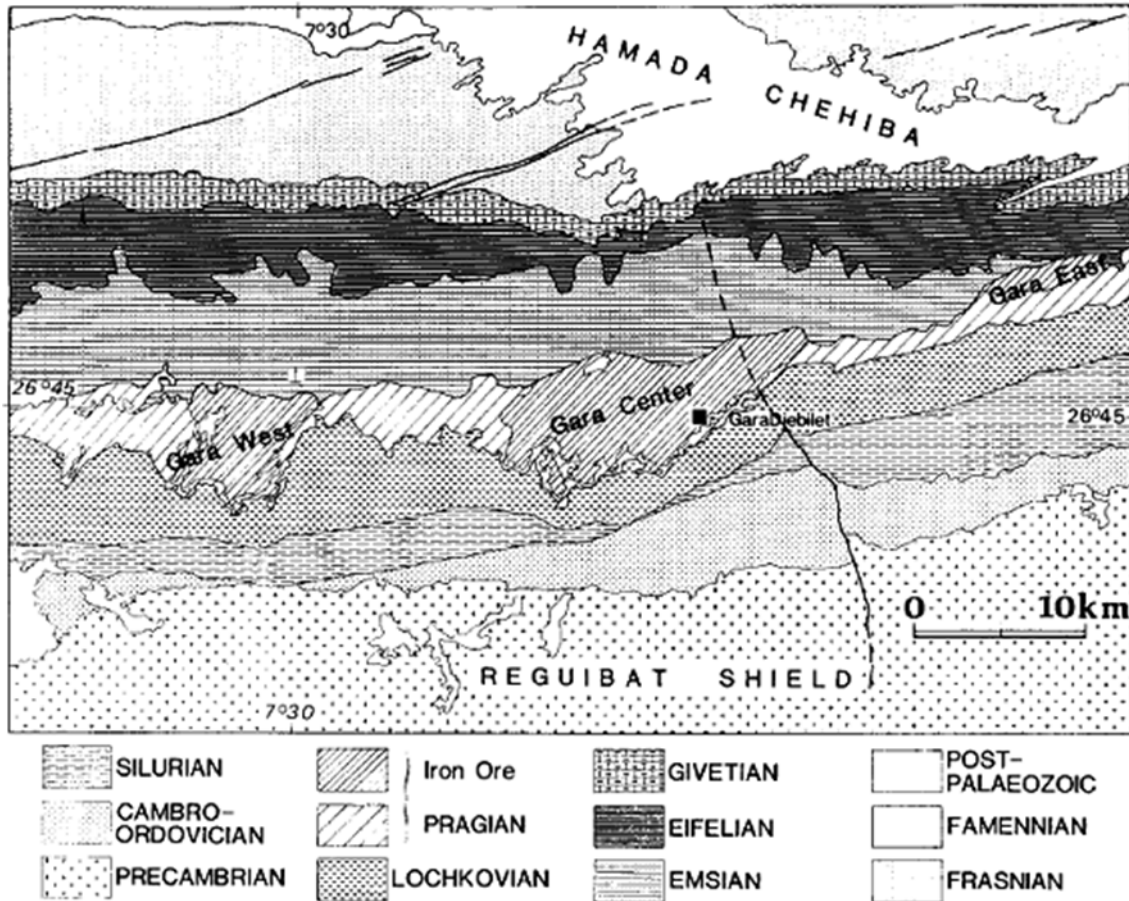


Figure 9 : Carte géologique des lentilles de Gara Djebilet

Source: Salah Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria

Une faune variée et certains fragments oolithiques remaniés se rencontrent au sein de grès à grains fins, et de grès calcaireux. Un CUS complet, équivalent d'une île-barrière, peut être reconnu dans la succession. Le long du front de cette île, les sédiments d'avant-plage composés de grès ferrugineux laminés sont recouverts par des sédiments d'estran correspondant à des sables avec des stratifications croisées tabulaires-planaires à moyenne échelle. Des stratifications croisées tabulaires-planaires à grande échelle avec des grès sableux et une végétation fossile caractérisent le faciès des dunes éoliennes. Le dernier CUS débute sur les dunes éoliennes et il est constitué de grès argileux parallèlement laminés correspondant à une zone intérieur d'estran, et se termine par le minerai de fer oolithique [9].

Tableau 5 : Les dimensions des différentes Garas

(Source: S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria)

	Longueur (km)	Largeur (km)	Epaisseur (m)
Gara Ouest	14	4	0-30
Gara Centre	20	5	0-30
Gara East	7	1	0-9

Vu la diminution de la teneur du quartz en ascension dans le minerai de fer, son dépôt peut être lié à une lagune ou un environnement de baie. Dans les sédiments oolithique, le faciès du fer quartzitique semble proche de la barrière, tandis que le faciès du fer non détritique est au-dessus ou du côté de la terre. Pendant le dépôt du minerai de fer, l'activité organique était intense, ce qui est mis en évidence par les fréquentes déjections de *Skolithos* apparaissant principalement dans le minerai non magnétique inférieur, le minerai non magnétique supérieur, et rarement dans le minerai magnétique. Les déjections comprennent des ooids chamositiques disséminés dans un ciment dominée par la chamosite et liés à des inclusions d'apatite, de pyrite et de sidérite [9].

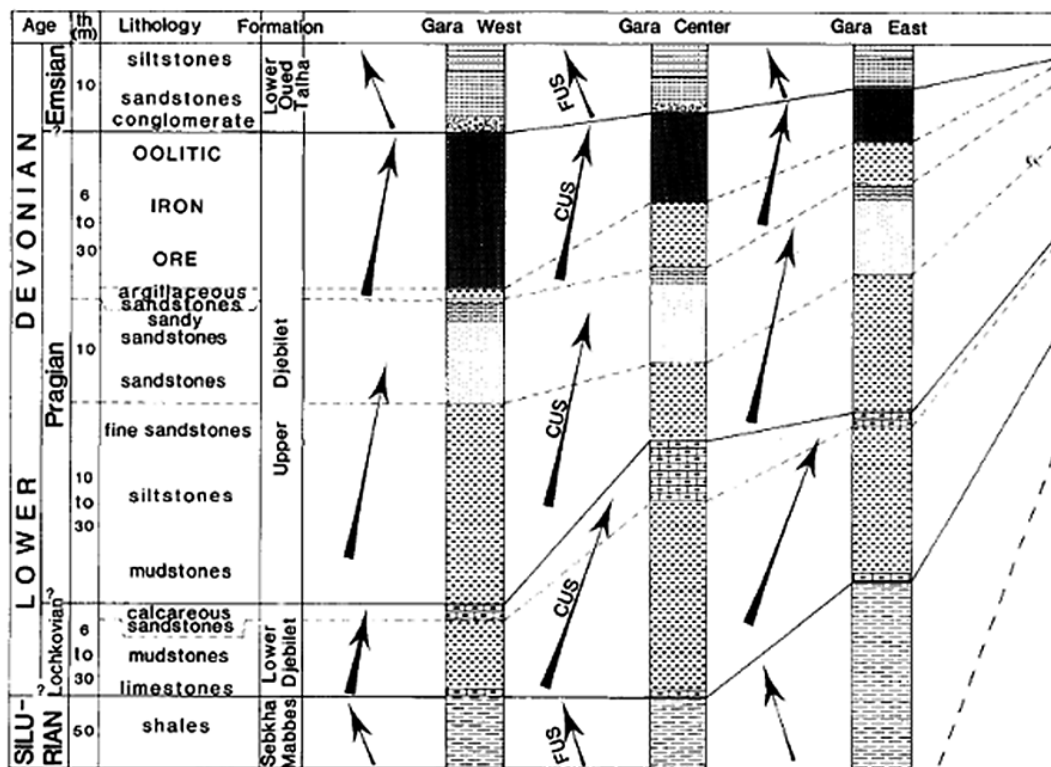


Figure 10 : Colonnes lithostratigraphique des gisements de Gara Djebilet
Source: S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria

Les ichnofacies de *Skolithos* ont caractérisé des habitats à sédiments mous dans la zone intertidale marqués par des conditions de haute énergie. Ceci explique l'apparition

d'ooïds cassés dans les sédiments oolithiques comme l'une des nombreuses marques de remaniement, démontrant un comportement détritique des ooïds anciennement formés dans des conditions d'eau calme. Un nouveau cycle sédimentaire a commencé lorsque la transgression généralisée de l'Emsien a recouvert l'ensemble de la plate-forme saharienne. Cette position stratigraphique typique du minerai de fer a également été remarquée dans d'autres dépôts oolithiques du Sahara. Les accumulations de fer peuvent être considérées comme des indicateurs de la fin des régressions régionales. Cette explication concerne en grande partie les minerais de fer sahariens [9].

5 Le minerai

Le minerai de fer oolithique de Gara Djebilet est très comparable au type Clinton, désigné comme formations à hématite-chamosite-sidérite, riche en phosphore par rapport aux formations charteuses, à texture oolithique et lits lenticulaires. Contrairement au type Minette, sa composition chimique se caractérise par une plus faible teneur en silice, alumine, fer ferreux, calcium et magnésium. De plus, la teneur totale en fer est de 10% à 15% inférieure dans le type Minette. Dans d'autres classifications, Gara Djebilet est similaire au type SCOS-IF (formation de fer sableuse, argileuse, oolithique, et île marine peu profonde) qui correspond à la fois aux types Clinton et Minette [9].

6 Minéralogie

Le gisement de minerai de fer de Gara Djebilet peut être divisé en :

- (i) le minerai inférieur non magnétique (3-10 m d'épaisseur) ;
- (ii) le minerai magnétique (6-10 m d'épaisseur) ;
- (iii) le minerai supérieur non magnétique (4-12 m d'épaisseur).

Les minéraux riches en Fe sont la magnétite, l'hématite, la goethite, la maghémite, la chamosite, la sidérite, et la pyrite ; tandis que le quartz, l'apatite, la calcite et la kaolinite sont les principaux minéraux pauvres en Fe. Les minéraux accessoires sont le rutile, le saphène, le zircon et la tourmaline. Leur distribution est appréciée par leur position en coupe verticale et par le type de faciès ferreux. Les associations minérales les plus probables sont [9] :

- minerai supérieur non magnétique : goethite, chamosite, hématite, sidérite, apatite ;
- minerai magnétique : magnétite, maghémite, chamosite, sidérite, hématite, apatite ;
- minerai inférieur non magnétique : chamosite, sidérite, hématite, goethite, apatite, quartz.

Leur répartition sera discutée comme suit :

- a) Chamosite : c'est une chlorite trioctaédrique 14 Å, la formule généralisée est :
 $(\text{Si}_{3.16}\text{Al}_{0.84})\text{O}_{10}\text{Fe}_{3.65}(\text{OH})_2$
 $(\text{Al}_{11.52}\text{Mg}_{0.39}\text{Ca}_{0.19}\text{Ti}_{0.02}\text{P}_{0.01})\text{OH}_6$
- b) Sidérite : elle contient une faible quantité de MgO lié à la magnésite (MgCO_3). La sidérite peut se former au stade locomorphique de la diagenèse par substitution partielle in situ de chlorite ;
- c) Magnétite (Fe_3O_4) : elle a été caractérisée couramment en termes d'Eh et de pH de l'environnement local. A partir de l'équation de Nernst, Eh est exprimé par :

$$Eh = E^0 + \frac{RT}{nF} \ln k \quad (\text{Eq. 1})$$

Eh est le potentiel d'oxydation (potentiel redox)

E^0 est le potentiel redox dans des conditions standard

R est la constante universelle du gaz ($R=0,00198 \text{ kcal}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mole}^{-1}$)

T est la température en degré Kelvin (K)

n est le nombre d'électrons impliqués dans la réaction

F est la constante de Faraday ($F = 23,06 \text{ kcal par volt-gramme équivalent}$)

$\ln(k)$ est le logarithme népérien de la constante d'équilibre de la réaction

E^0 est calculé d'après la réaction

$$E^0 = \frac{\Delta F^0}{nF} \quad (\text{Eq. 2})$$

ΔF^0 est l'énergie libre standard de la réaction

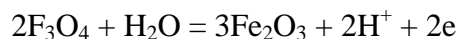
Le pH se déduit de la relation suivante

$$pH = -\log H^+ \quad (\text{Eq. 3})$$

Dans l'eau en milieu ambiant, la magnétite est stable dans des conditions fortement réductrices ($-0,8 < Eh < -0,3$ et $pH > 8$). Cependant, ces conditions ne sont pas courantes dans la nature. Par conséquent, le scénario le plus probable pour la formation de magnétite est le suivant :

- (i) dépôt et développement de roche ferrifère riche en chamosite : $Eh \approx -0,3$ et $7,0 < pH < 8,0$;
- (ii) oxydations séquentielles de la chamosite impliquant l'occurrence d'hématite : $Eh > 0,0$ et $pH > 8,0$;
- (iii) sous un Eh stable, l'oxydation s'est poursuivie et le minerai non magnétique inférieur s'est finalement déposé ;
- (iv) un nouveau lit de minerai non magnétique à porosité relativement élevée s'est développé sur l'ancien minerai non magnétique inférieur. Tout au long de la

phase initiale de diagenèse (redoxomorphique), l'augmentation de la formation de chamosite est autorisée car l'activité organique a contribué à conduire le fer à l'état ferreux. La deuxième étape (locomorphique) impliquait une précipitation importante de matière minérale dans les espaces interstitiels. Pendant ce temps, une substitution partielle in situ de la chamosite par la sidérite s'est produite. De même, la variation de la chimie des eaux lagunaires permet la baisse d'Eh et l'élévation du pH. La conversion de l'hématite (précédemment résultant de l'oxydation différentielle de la chamosite) en magnétite induite par la percolation prêté de ces eaux réductrices et basiques du lagon en roche ferrifère poreuse non magnétique. Cette transformation est décrite par la réaction d'électrode suivante :



L'équation Eh-pH pour la réaction est la ligne suivante :

$$\text{Eh} = 0,221 - 0,059 \cdot \text{pH}$$

La variation de porosité pour le minerai magnétique (19-26%) et pour le minerai non magnétique (11-16%) met en évidence cette interprétation. À mesure que les conditions réductrices et le pH changeaient avec le temps, la sidérite pouvait se former et l'hématite ne s'altère pas ;

- (v) la dernière étape correspondante à la fin de ces conditions typiques et le retour à des eaux plus oxydantes a entraîné le dépôt d'un minerai non magnétique chamositique-hématitique
 - La maghemite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) est le principal oxyde de fer magnétique résultant du processus d'altération de la magnétite. La maghemite se trouve couramment dans les gisements de Gara Djebilet. Cependant, pas comme un minéral pur mais contient une certaine quantité de H_2O (LOI de 14%) engendrant la conversion partielle de la maghemite en hydroxyde de fer ;
 - Les minéraux riches en phosphore peuvent éventuellement être liés à la fluorapatite.

7 Types de faciès du minerai

La structure de minerai de fer est constituée d'ooids (oolithes), d'intraclasts et de grains détritiques qui sont noyés dans une matrice ou dans du ciment. Les relations entre ces différentes espèces permettent de déterminer trois types de faciès :

- Faciès détritique (FOD) — un faciès avec des ooids dispersés dans une matrice riche en quartz ;
- Faciès non détritique (FOND) — un faciès avec des ooids dispersés dans une matrice pauvre en quartz ;
- Faciès cimenté (FOC) — un faciès avec des ooids cimentés et des structures de remplissage des pores.

En raison des variations minéralogiques des ooids, il est probable d'identifier de nombreux sous-faciès (Tableau 6). Par conséquent, le minerai se présente sous la forme d'un mélange hétérogène distribué différemment au sein de chaque gisement. L'association minéralogique riche en magnétite, et les types de faciès FOND et FOC sont répandus à Gara Ouest. Gara Centre contient à la fois des associations magnétiques et non magnétiques, réparties entre les types de faciès FOND et FOC [9].

Tableau 6 : Occurrences possibles de minéraux dans le faciès pétrographiques (Source: S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria)

Iron subfacies Mineralogy of ooids	FOD		FOND						FOC									
	a	b	a	b	c	d	e	f	a	b	c	d	e	f	g	h	i	
Hématite			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Magnétite			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Maghémite																		
Goethite	■																	
Chamosite																		
Sidérite			■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
Apatite																		

Le type de faciès FOD non magnétique n'existe qu'en Gara Est avec le type de faciès FOC magnétique. Le minerai de fer de peut être considérée comme le résultat de processus sédimentaires impliquant des remaniements successifs (transport mécanique et périodes de dépôt). Le faciès FOC constitue 65% du volume total de minerai, tandis que les faciès FOND et FOD constituent respectivement 27% et 8%. Chaque texture de type faciès ferreux peut être attribuée à des conditions physiques locales spécifiques. Le faciès FOND est associé à des milieux de plus faible énergie que ceux de FOD, alors que le FOC semble être le type de faciès ferrugineux le plus développé [9].

8 Distribution des minéraux

Dans le type de faciès FOC, le ciment est généralement oxydé avec de la goethite et de la magnétite mais la sidérite peut également être présente. Dans le FOND, la matrice est majoritairement oxydée avec des plaques de chamosite et de sidérite. Le FOD est soit quartzitique, soit goethitique, le premier type n'apparaissant qu'à Gara Est. Les minéraux peuvent se répartir de plusieurs manières :

- La magnétite est présente dans les ooids sous forme de petits cristaux automorphes (5-20 μm) présentant la texture oolithique. La magnétite de matrice se présente sous forme de gros cristaux automorphes (50-100 μm) ;
- La maghémite existe généralement dans les parties les moins profondes du minerai magnétique. Il se distribue au sein de la magnétite et se développe à ses dépens ;

- La chamosite est courante dans les ooids et la matrice, en tant que noyau de certains ooids, en tant que composant principal d'ooids entiers, en tant qu'intraclasts, en tant que minéraux fibreux dans le ciment ou la matrice, ou en tant que remplissage des pores ;
- La sidérite présente une diversité d'occurrences. Elle se présente sous forme d'inclusions de 1 à 3 mm de diamètre ; comme remplissage des pores au fond de chamosite ; rarement sous forme de cristaux automorphes millimétriques ; et comme ciment. Dans le minerai magnétique ou dans le minerai non magnétique, elle se développe souvent aux dépens des ooids et elle peut créer de larges zones de la matrice ;
- L'hématite, étant intimement associée à la chamosite, ou alternant au sein des lamelles d'ooids, elle se répartit dans toutes les variations du minerai de fer au sein du minerai inférieur non magnétique. Très rarement, l'hématite aciculaire peut être trouvée ;
- La goéthite est courante dans le minerai supérieur non magnétique et elle est formée par des processus d'altération. Il résulte de l'oxydation et de l'hydratation de l'hématite et de la sidérite diagenétiques auxquelles elle est associée ;
- L'apatite est plutôt rare et se présente sous forme de cristaux prismatiques, fréquemment à la fois dans les ooids et dans la matrice, s'étendant occasionnellement des ooids vers la matrice ;
- Le quartz sous forme de noyaux ou de grains détritiques n'existe que dans le type de faciès FOD.

9 Réserves de minerai

Un gisement de minerai de fer de plus de 4 m d'épaisseur et d'une teneur de coupure de 57% Fe est qualifié d'intérêt économique. Par conséquent, les réserves de minerai doivent être subdivisées en deux types, à savoir les réserves géologiques totales et les réserves économiques (Fe > 57%). Le dernier type se produit principalement dans le minerai magnétique. Le Tableau 7 nous renseigne sur les volumes de ces deux types de réserves.

Tableau 7 : Réserves de minerai de fer calculées et estimées de Gara Djebilet (Source: S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria)

	Réserve totale		Réserves économique	
	Tonnage (Mt)	Teneur en Fe	Tonnage (Mt)	Teneur en Fe
Gara Centre (démontré)	3035	48,2	580	57,7
Gara West (démontré)	1310	47,2	405	57,9
Gara East (déduit)	250	51	-	-
Champ entier (identifié)	4595	48,1	985	57,8

La figure 11 montre l'étalement des réserves de minerai de fer et montre une accumulation vers le nord-est pour les réserves de minerai économique. Les réserves susmentionnées peuvent être à nouveau subdivisées en :

- Minerai mesuré ($Fe > 57\%$) ;
- Minerai indiqué ($Fe > 57\%$) ;
- Minerai inféré ($Fe < 57\%$) ;
- Minerai développé ($Fe < 57\%$).

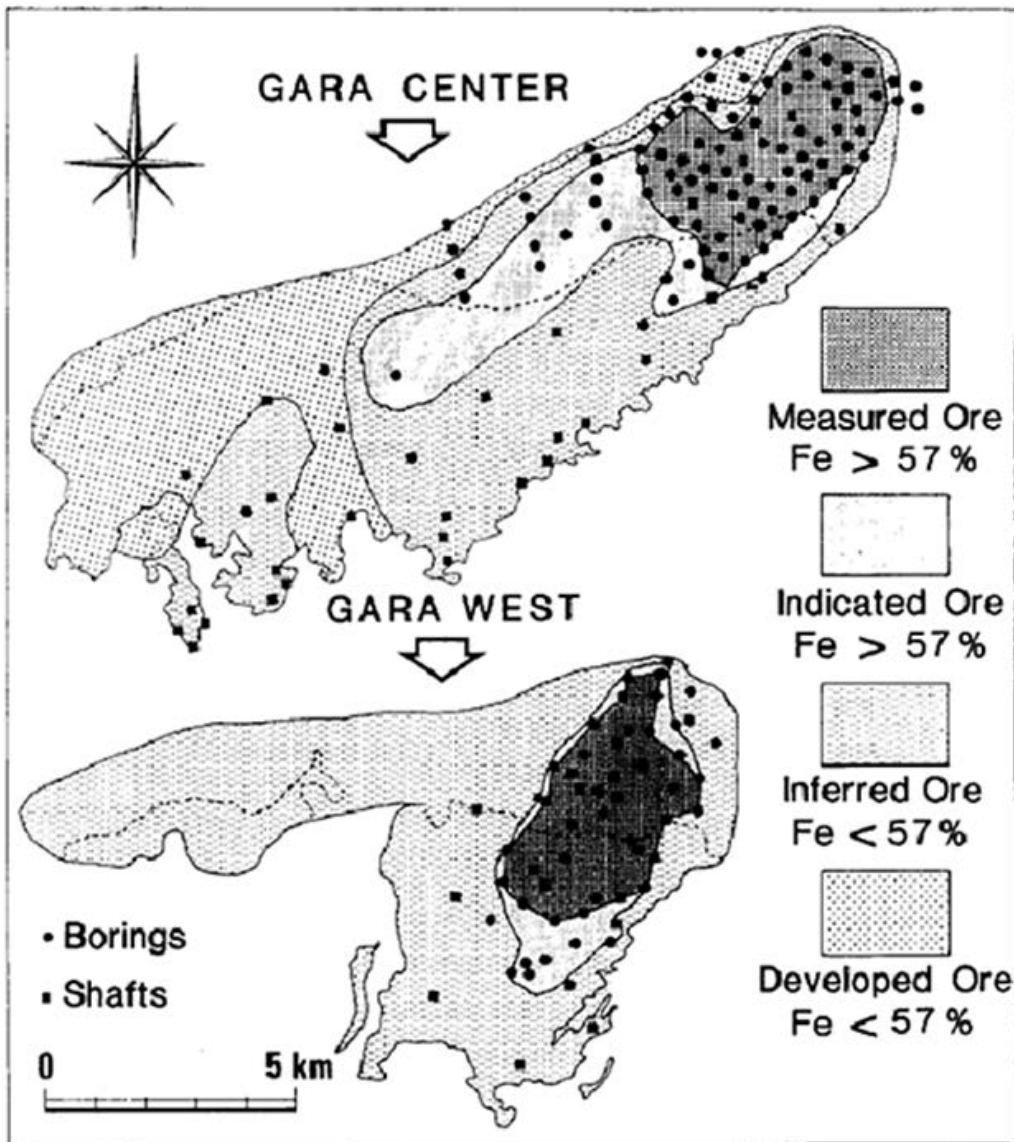


Figure 11: Répartition des réserves au sein des Garas

Source: S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria

Dans le classement mondial des gisements de fer oolithique, Gara Djebilet peut être classée à la quatrième position avec 5 BT de réserves géologique totales de minerai de fer (Tableau 8).

Tableau 8 : Ressources mondiales de minerai de fer oolithique
(Source: S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet field, Saharan Platform, Algeria)

Rang	Nom et location	Age	Type	Réserves totale (Mt)	Teneur Fe (%)	Réserves économique (Mt)
1	Bakchar (Russie)	Eocène	Minette	37000	36	13320
2	Lorraine (France)	Lias	Minette	9000	31	2790
3	Ayatsk (Kazakhstan)	Turonien	Minette	7943	36	2860
4	Gara Djebilet (Algérie)	Paragian	Clinton	4600	48	2210
5	Lisakovsk (Kazakhstan)	Mid Oligocène	Minette	5942	20	1720
6	Wadi Ash Shatti (Libye)	Famennian	Minette	3413	47	1600
7	Angara-Pitsk (Russie)	haut Protérozoïque	Clinton	3066	39	1200
8	Mecheri (Algérie)	Famennian	Clinton	2600	44	1140
9	Kerch (Russia)	Eocène	Minette	2819	38	1070
10	Wahana (Canada)	bas Ordovicien	Clinton	2000	52	1040

Chapitre 3 Traitement de minerai de fer oolithique

1 Introduction

Près de 98% du minerai de fer extrait est utilisé pour fabriquer de l'acier cru soit par la voie haut fourneau-convertisseur à l'oxygène (BF-BOF), soit par la voie du four à arcs électrique (EAF). Les minerais contenant de très grandes quantités d'hématite (ou leur teneur en fer est supérieure à 60%) sont appelés « minerai naturel », « minerai riche », ou « minerai d'expédition directe (DSO) », ce qui signifie qu'ils peuvent être introduits directement dans le BF-BOF route. Sinon, les minerais à faible teneur (ou minerai pauvre) nécessitent un traitement supplémentaire avant d'être utilisés dans l'industrie sidérurgique [1].

2 Préparation mécanique et classification

Pour répondre aux exigences de taille requises pour les minerais de fer riches et libérer les minéraux utiles dans les minerais pauvres, les minerais extraits sont soumis à de nombreux niveaux de concassage et de criblage. Le niveau de fragmentation requis pour les minerais de fer réfractaires est similaire à celui des minerais de fer faciles à traiter pour donner les mêmes produits. Les concasseurs sont utilisés pour casser les grosses roches en plus petites. Ils existent en plusieurs types selon qu'ils soient utilisés à l'échelle de laboratoire ou à l'échelle pilote. Un crible (ou tamis) est une surface présentant des ouvertures de dimensions identiques. Les particules présentées à cette surface passeront ou seront retenues, selon qu'elles sont plus petites ou plus grandes que la dimension des ouvertures. Il existe une distinction entre criblage et tamisage dans l'industrie minéralurgique. Le mécanisme de séparation par taille des deux est identique, mais le criblage est appliqué aux opérations à l'échelle pilote tandis que le tamisage est appliqué aux opérations à l'échelle du laboratoire. Un criblage industriel est réalisé pour des séparations de tailles de 300 mm à 40 μm . Le criblage à sec est limité aux matériaux dont la taille est plus grande que 0.5 mm. Le criblage humide est courant jusqu'à environ 250 μm et peu efficace jusqu'à environ 40 μm . Les séparations de matières sèches par tamis sont généralement tentées jusqu'à environ 75 μm . Les matériaux plus fins ont tendance à obstruer les ouvertures des tamis. Dans de tels cas, un tamisage humide serait plus efficace. Le broyage est l'étape finale de la préparation mécanique, effectuant une réduction de taille à des tailles plus fines que les concasseurs. Après le broyage, l'état du matériau solide est modifié en termes de taille, de surface, et de forme des grains. Les fines produites nécessitent des étapes de déschlammage supplémentaires pour éliminer celles contenant de l'argile et d'autres déchets minéraux.

Les séparations de tailles encore plus fines sont si difficiles qu'un processus de classification est largement préféré. Dans un circuit de broyage, le classificateur sert à retirer du circuit le matériau qui correspond aux exigences de taille du produit et à récupérer le matériau surdimensionné vers le broyeur pour un broyage ultérieur [1].

Le minerai de fer oolithique de Gara Djebilet a subi un essai de fragmentation par l'IRSID (Institut de Recherche de la Sidérurgie Française) en 1961. Les échantillons ont ensuite été soumis à des essais de concassage et de criblage, suivis d'un broyage de fractions inférieures à 40 mm. Les résultats révèlent que plus le broyage est fin, plus le teneur en fer est élevé. Cependant, aucune variation de teneur de minerai de fer de Gara Djebilet n'a été observée lors des essais effectuées par la société allemande "Krupp phosphore [11].

En avril 1966, des essais de broyage et de classification des échantillons de "Rohstoffe" ont été réalisés. Ils ont signalé que le dosage du fer présentait une légère amélioration de 58,5% à 59,3% pour la taille de la fraction -40mm +10 mm. Cependant, aucun changement dans la teneur en phosphore n'a été observé et est resté aussi élevé que 0,8%. Pour la fraction -10 mm, la teneur en phosphore a diminué de 0,9% à 0,64% , mais aucune amélioration du grade de fer n'a été observée [11].

MANIEH et al. [12] ont étudié l'utilisation de boulette ou de tiges cylindriques pour maximiser la libération d'oxydes de fer du minerai de fer de Wadi Fatima en Arabie saoudite. Les expériences ont été réalisées à l'aide d'un broyeur à barres et d'une gamme de tailles d'alimentation de 12,5 à 25 mm du minerai séché. La taille de tige appropriée était de 25,5 mm de diamètre et le meilleur rapport massique de tige/masse de minerai était de 4/1. Le volume de charge était d'environ 33% du volume du broyeur.

3 Méthodes de concentration

3.1 Méthodes Minéralurgiques

3.1.1 Séparation par gravité

La séparation par gravité est un processus dans lequel des particules de tailles, de formes, et de densités mélangées sont séparées les unes des autres dans un fluide par la force de gravité ou par la force centrifuge en fonction de leurs densités différentes, mais également en fonction de leurs variations de tailles et de formes [13]. Les appareils de concentration gravimétrique peuvent être classés en 03 groupes :

- Par milieu dense
- Par accélération différentielle
- Par nappe pelliculaire fluente

Un rapport de critère de concentration (CC) dit de TAGGART est utilisé pour déterminer l'adéquation des procédés de séparation gravimétrique à un type de minerai particulier. Il est défini comme :

$$CC = \frac{\rho_h - \rho_f}{\rho_l - \rho_f} \quad (Eq. 4)$$

ρ_h est la densité du matériau lourd ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)

ρ_l est la densité du matériau léger ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)

ρ_f est la densité du milieu fluide (typiquement de l'eau ou de l'air) ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)

Certains CC pour les minéraux qui sont traités par séparation gravitaire sont donnés dans le Tableau 9 [14].

Tableau 9 : Guide des critères de concentration pour la séparation par gravité
(Source: A. Gupta et al., Mineral processing design and operations)

Critère de concentration	Séparation	Intervalle d'efficacité
Plus que 2,5	Facile	Jusqu'à 75 μm
1,75 – 2,5	Effective	Jusqu'à 150 μm
1,5 – 1,75	Possible mais difficile	Jusqu'à 2 mm
1,25 – 1,5	Possible mais très difficile	Jusqu'à 6,5 mm
Moins que 1,25	Impossible	Impossible

Pendant la séparation par gravité, les particules plus lourdes que le liquide de suspension coulent, tandis que les particules plus légères flottent. Lorsque la séparation par gravité est effectuée lentement, la séparation est effectuée uniquement par les forces de gravité (F_g) et de flottabilité (F_b) et la force résultante est :

$$F = F_g - F_b = m_p \times g - m_f \times g = (\rho_p - \rho_f) \times V_p \times g \quad (Eq. 5)$$

m_p est la masse des particules (kg)

m_f est la masse de liquide déplacée par particule (kg)

ρ_p est la densité des particules ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)

ρ_f est la densité du liquide ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)

g constante de gravité

V_p volume de particules (m^3)

La principale caractéristique de la séparation par gravité statique est $\Delta\rho = (\rho_p - \rho_f)$ qui se réfère à la densité du matériau dans le milieu liquide. Lorsque la séparation par gravité se présente comme un processus dynamique, le résultat de la séparation sera affecté par des paramètres supplémentaires, généralement la force de frottement F_t , qui dépend du diamètre de particule d , de la vitesse de la particule en mouvement v_p et de la viscosité du liquide. La viscosité résulte du frottement se produisant entre les molécules liquides en mouvement et les particules en mouvement. Lorsque la viscosité est constante à une température donnée, le liquide de suspension est appelé newtonien. Cependant, la viscosité d'une suspension contenant des particules est généralement

variable. Leur viscosité dépend de la teneur en particules dans le liquide et de telles suspensions sont étiquetées non newtoniennes [15]. La prise en compte de F_t dans le bilan des forces agissant sur une particule conduit à la formule suivante :

$$F = F_g - F_b - F_t \quad (\text{Eq. 6})$$

Cela indique qu'à une force de résistance élevée, une séparation rapide des particules ne peut pas se produire car la différence de densité de liquide et de particule est apparemment réduite par le frottement des particules contre les molécules du liquide en suspension. La séparation par gravité est généralement réalisée dans l'eau dont la densité est de $0,99823 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ à 20°C . Cependant, la plupart des matériaux solides sont plus denses que l'eau. Par conséquent, des liquides plus denses que l'eau (ou des liquides lourds) doivent être utilisés pour la séparation par gravité. Les liquides lourds peuvent être homogènes ou hétérogènes (contenant deux ou plusieurs suspensions en formation). Les liquides homogènes peuvent être divisés en liquides organiques et inorganiques. Les liquides lourds inorganiques homogènes sont généralement constitués d'eau et de sels solubles dans l'eau. La densité de certains matériaux ($10^3 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$) est indiquée dans le tableau 10 [15].

Tableau 10 : Densité des minéraux sélectionnés ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)
(Source: A. Gupta et al., Mineral processing design and operations)

Fer	7,60	Apatite	5	Goethite	3,80
Wustite	5,88	maghemite	4,90	Chamosite	3,20
Hématite	5,30	Fayalite	4,39	Anorthite	2,74
Magnétite	5,15	Sidérite	3,96	Quartz	2,63
Pyrite	5,01	Hercynite	3,95	Nepheline	2,60

SEIFELNASSR et al. [16] ont utilisé une table à secousses de laboratoire de $50 \text{ cm} \times 120 \text{ cm}$ sur le minerai de fer oolithique pisolitique du gisement Wadi Halfa dans le nord du Soudan contenant 45,3% Fe_2O_3 et 47,5% SiO_2 . Les minéraux ferreux étaient la goethite avec une petite quantité d'hématite. Alors que les minéraux de la gangue étaient du quartz, de la calcite, du kaolin, et du feldspath. Les tests de ont été effectués sur des échantillons qui avaient été broyés et deschlammés à $20 \mu\text{m}$. Des résultats optimaux (44,9% Fe à une récupération de 86,7%) ont été obtenus lors du traitement de matériaux broyés à moins de $150 \mu\text{m}$ avec un angle d'inclinaison de la table de 5° .

3.1.2 Séparation magnétique

L'un des principaux procédés adoptés pour enrichir les minerais de fer pauvres est la séparation magnétique. Cela signifie l'utilisation de séparateurs magnétiques avec l'intensité de champ magnétique, le gradient de champ magnétique, et d'autres conditions appropriés pour séparer différents minéraux en fonction de leurs différences de susceptibilité magnétique. Dans les séparateurs magnétiques, le champ magnétique peut être fourni par un aimant permanent ou par l'excitation d'une bobine [1]. La force magnétique agissant sur une particule suffisamment fortement magnétique peut être calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$F_m = m_p \times \chi_0 \times \mu_0 \times H \times \text{grad}(H) \quad (\text{Eq. 7})$$

F_m est la force magnétique agissant sur une particule (N)

m_p est la masse d'une particule (kg)

χ_0 est la susceptibilité magnétique spécifique (masse) de la particule ($\text{m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$),

μ_0 la perméabilité du vide, $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} (\text{H} \cdot \text{m}^{-1})$,

H est l'intensité du champ magnétique ($\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$),

$\text{grad}(H)$ est le gradient de champ magnétique ($\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$), $\text{grad}(H) = \Delta H / \Delta L$,

$\Delta L \rightarrow 0$, et ΔL la distance entre deux points quelconques du champ magnétique

De l'équation précitée, il est apparu que F_m est proportionnel à quatre facteurs, qui sont m_p , χ_0 , H , et $\text{grad}(H)$. Etant donné que m_p et χ_0 sont fixes, l'évolution de F_m dépend de la variation de H ou $\text{grad}(H)$. Ainsi, il est important de créer un champ magnétique de haute intensité et gradient pour les minerais de fer oxydés afin d'obtenir une récupération de fer plus élevée. Différents minéraux trouvés sur terre possèdent différentes susceptibilités magnétiques qui peuvent conduire à différentes propriétés magnétiques allant de fortement magnétique (ferromagnétique), faiblement magnétique (paramagnétique), à antimagnétique (diamagnétique). Le Tableau 11 présente les valeurs de susceptibilité magnétique de certains minéraux liés au minerai de fer [1]. Sur la base des valeurs de susceptibilité magnétique spécifiques, les minerais de fer peuvent être divisés en deux groupes, à savoir les minerais de fer fortement magnétiques, tels que la magnétite (72,4% Fe), et les minerais de fer faiblement magnétiques (minerais de fer oxydés), tels que martite (70,0% Fe), hématite (70,0% Fe), specularite (70,0% Fe), limonite (57,14-59,89% Fe), et sidérite (48,2% Fe). Alors que la magnétite convient naturellement à la séparation magnétique, les minerais de fer oxydés sont beaucoup plus difficiles à récupérer à l'aide de séparateurs magnétiques, car leur susceptibilité magnétique n'est que d'environ 1% de celle de la magnétite. Parmi les minerais de fer oxydés, la specularite est la plus sensible aux champs magnétiques, car elle est mieux cristallisée, suivie de la martite et de l'hématite. En revanche, la limonite est moins sensible aux champs magnétiques et plus difficile à récupérer en utilisant la séparation magnétique. La sidérite ne contient que 48,2% Fe et, par conséquent, il est impossible d'obtenir une teneur élevée en Fe pour les concentrés de sidérite. Des minéraux de gangue claire dans les minerais de fer se trouvaient sous forme de quartz, de feldspath et de calcite. Les susceptibilités magnétiques de ces minéraux sont proches de zéro. Il est donc facile de les séparer des minerais de fer par séparation magnétique. Cependant, les susceptibilités magnétiques des minéraux de la gangue sombre, tels que le spodumène, le chlorite, le grenat, la biotite et l'olivine, sont très proches des susceptibilités magnétiques des minerais de fer oxydés. Il est donc facile de les séparer des minerais de fer par séparation magnétique.

Tableau 11 : Susceptibilités magnétiques des minéraux liés au minerai de fer
(Source: L. Lu, Iron ore: Mineralogy, processing and environmental sustainability)

Minéral	χ_0 ($10^{-8} \text{ m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$)	Molécule
Fer	50000	Fe
Maghemite	40000 – 50000	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$
Magnétite	20000 – 110000	Fe_3O_4
Martite	620 – 1350	Fe_2O_3
Specularite	370	Fe_2O_3
Fayalite	130	Fe_2SiO_4
Spodumene	82	$\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$
Garnet	69	$(\text{Ca, Fe, Mg, Mn})_3(\text{Al, Fe, Mn, Cr, Ti, V})_2(\text{SiO}_4)_3$
Limonite	66 – 74	$\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$
Feldspath	63	$(\text{K, Na, Ca, Ba, NH}_4)(\text{Si, Al})_4\text{O}_8$
Biotite	52 – 98	$\text{K}(\text{Mg, Fe})_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{F, OH})_2$
Chlorite	38 – 113	$(\text{Mg, Al, Fe, Li, Mn, Ni})_{4-6}(\text{Si, Al, B, Fe})_4\text{O}_{10}(\text{OH, O})_8$
Olivine	36	$(\text{Mg, Fe, Mn, Ni})_2\text{SiO}_4$
Ilménite	34 – 500	FeTiO_3
Sidérite	32 – 270	FeCO_3
Goethite	26 – 280	$\alpha\text{-FeOOH}$
Hématite	10 – 760	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$
Pyrite	1 – 100	FeS_2
Apatite	-0.33	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F, OH, Cl})$
Calcite	-0.3 – 1.4	CaCO_3
Quartz	-0.5 – -0.6	SiO_2

Les minéraux nocifs typiques du minerai de fer comprennent la pyrite et l'apatite, qui contiennent les éléments nocifs S et P. Ils sont également faiblement magnétiques. Mais si leurs susceptibilités magnétiques sont plus faibles que pour les minerais de fer oxydés, il est encore possible de les éliminer partiellement des minerais de fer par la séparation magnétique [1]. La F_m dans un séparateur magnétique est en concurrence avec diverses forces externes telles que les forces de traînée gravitationnelle, centrifuge et hydrodynamique. Pour une particule sphérique de densité ρ_p la force gravitationnelle est donnée par :

$$F_g = (\rho_p - \rho_f) \times V_p \times g \quad (\text{Eq. 8})$$

ρ_p et ρ_f sont les densités de la particule et du milieu fluide ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)

V_p est le volume des particules (m^3)

g est l'accélération par gravité ($\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$)

La force centrifuge peut être exprimée par :

$$F_c = (\rho_p - \rho_f) \times \omega \times V_p \times r \quad (\text{Eq. 9})$$

r est la position radiale de la particule (m)

ω est la vitesse angulaire ($\text{rad} \cdot \text{s}^{-1}$)

La plupart des processus de séparation des minéraux sont effectués dans l'eau ou dans une boue, de sorte que les forces de traînée des fluides et la tension interfaciale de surface sont également des forces concurrentes, ainsi que des forces magnétiques et gravitationnelles. La force de traînée hydrodynamique peut être obtenue à partir de l'équation de Stokes :

$$F_d = 3\pi\eta d(v_f - v_p) \quad (Eq. 10)$$

η est la viscosité dynamique du fluide ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$)

d est le diamètre des particules (m)

v_f et v_p sont respectivement les vitesses du fluide et de la particule

Il ressort des quatre dernières équations que :

$$F_g \propto d^3, F_c \propto d^3, F_m \propto d^2, F_d \propto d$$

Étant donné que certaines des forces dépendent différemment du rayon des particules, leur importance relative variera avec la taille des particules. La dépendance de la F_g sur la troisième puissance du rayon de la particule signifie que la force de gravité sera importante pour les grosses particules. D'autre part, F_d qui dépend de la première puissance de la taille des particules dans le régime de Stokes, sera important pour petites particules. Cette situation démontre que F_g est dominant pour un diamètre de particule supérieur à 500 μm , tandis que pour un diamètre de particule inférieur à 50 μm , le F_d est la principale force concurrente. Il est clair qu'une condition nécessaire (mais non suffisante) pour une séparation réussie des particules plus fortement magnétiques des particules moins fortement magnétiques dans un champ magnétique est que le F_m agissant sur les particules plus magnétiques doit être supérieur à la somme de tous les forces concurrents. Simultanément, F_m agissant sur des particules moins fortement magnétiques doit être inférieur à la somme des forces concurrentes correspondantes. La sélectivité du processus sera déterminée de manière critique par les valeurs relatives des forces magnétiques et concurrentes. Si la F_m est beaucoup plus grande que les autres forces concurrentes, la sélectivité de la séparation sera médiocre, car aucune distinction ne sera faite entre les espèces magnétisables de valeurs de susceptibilité magnétique différentes. Une sélectivité plus élevée peut ainsi être acquise lorsque les forces magnétiques et concurrentes sont de magnitudes comparables [17].

La séparation magnétique avait été réalisée par l'IRSID en 1961 sur des tout-venants de minerais fer provenant de Gara Djebilet. En effet, le produit de broyage +6-120 mm était passé dans un tube magnétique testeur de Davis. Les résultats révèlent que le grade de fer présentait une amélioration de 1% à 3%, donc un concentré contenant 58% à 60% Fe a été acquis [11]. Cinq ans plus tard, des tests de séparation magnétique humide de faible intensité (WLIMS), à l'aide d'un tube magnétique testeur de Davis à différentes intensités de champ magnétique, ont été réalisés par le groupe allemand "Krupp Rohstoffe" sur des échantillons de minerai de Gara Djebilet classés en plusieurs fractions granulométriques. Dans des conditions optimales, un concentré

titrant 64,5% Fe et 0,48% P a été obtenu. En utilisant une séparation magnétique sèche de faible intensité (DLIMS), une teneur en fer de 62,4% et une teneur en phosphore de 0,48% été obtenues. Le grade de fer s'est légèrement amélioré pour atteindre 63% lorsqu'un traitement secondaire (DLIMS) a été utilisé (Tableau 12) [11].

En 2008, « Corus Consulting » a réalisé des tests physiques et métallurgiques à l'échelle du laboratoire sur des échantillons en morceaux pesant 450 g provenant de minerai de fer de Gara Djebilet. Le but de ces tests était de déterminer : (i) si le minerai grumeleux convient comme charge au BF; (ii) si le minerai convient comme matière première pour la production d'agglomérats et de boulettes, qui peuvent être utilisés au BF ou au DR; et (iii) déterminer la quantité d'énergie nécessaire au concassage et au broyage du minerai de Gara Djebilet. Les résultats révèlent que le minerai en morceaux a de bonnes propriétés physiques et métallurgiques mais que ses propriétés chimiques le rendent presque inutilisable comme charge de BF. En outre, ils ont signalé que le concassage et le broyage du minerai de Gara Djebilet nécessitent une faible consommation d'énergie. Des améliorations substantielles de la qualité ont été obtenues grâce à la séparation magnétique des échantillons de différentes tailles. Ceci explique pourquoi il existe une relation entre la libération d'éléments nocifs et la taille des particules, la teneur en phosphore a diminué mais reste toujours élevée [11].

Tableau 12 : Résultats des tests de séparation magnétique rapportés par l'IRSID

Teneur (%)	Brute	WLIMS	DLIMS
P ₂ O ₅	1,8	1,1	1,3
P	0,78	0,48	0,56
SiO ₂	5,3	1,8	5,1
Fe ₂ O ₃	81	92	83
Fe	56,64	64,33	58,04
CaO	1,9	0,4	1,1
Rendement Fe (%)	-	73	86-89

Des tests de séparation magnétique à haute intensité (HIMS) ont été réalisés par le CITIC en 2008 sur des échantillons de minerai de Gara Djebilet à différentes granulométries. Les résultats ont montré un enrichissement de 2,85% à 3,55% en fer par rapport au minerai brut. Si le minerai est soumis à LIMS suivi de HIMS, le concentré obtenu ne sera pas significativement enrichi. Ainsi, les produits de LIMS n'auront pas à subir le HIMS. De ce fait, des tests LIMS ont été réalisés sur le minerai à différentes granulométries fines (45 et 38 µm). Le produit obtenu avait une teneur en fer variant de 62,78% à 63,5% avec une récupération moyenne de 74% (Tableau 13).

Tableau 13 : Composition chimique du minerai enrichi rapportée par CITIC

Composant	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	P
Teneur (%)	62.94	2.46	3.27	0.77	0.31	0.10	0.54

DEY et al. [18] ont bénéficié d'une latérite goethitique pisolitique contenant 56,7% Fe et 1,79% SiO₂, il a d'abord chauffé les échantillons à 500°C pour décomposer la goethite, puis le matériau grumeleux a été broyé à -10 µm pour une libération appropriée de la goethite de l'argile imbriquée. Enfin, le produit a été concentré via WHIMS à 1,2 T pour produire un concentré titrant 63,12% Fe à une récupération de fer de 76,7%.

SADAWY [19] a soumis le minerai d'hématite oolithique d'Assouan titrant 40,25% Fe au DHIMS en utilisant un séparateur magnétique à rouleaux induits par le laboratoire Carpco. La qualité d'alimentation était de 40,25% Fe. L'hématite a été libérée à une taille grossière (+0,5-1,0 mm), mais le test par des intensités de champ magnétique comprises entre 0,4 et 1,2 T sur des échantillons de ces fractions n'a pas permis d'obtenir des teneurs et des récupérations de matériaux magnétiques raisonnables. Le test de fractions fines (-0,1 mm) à de faibles intensités de champ a donné des teneurs plus élevées mais des récupérations faibles. Inversement, les tests à des intensités de champ plus élevées ont donné des récupérations élevées mais à de faibles teneurs. Le traitement des particules grossières a donné des teneurs plus élevées mais à de faibles taux de récupération. L'auteur a conclu que le DHIMS n'était pas une technique appropriée pour valoriser ce minerai.

QIU et al. [20] ont enrichi un minerai d'hématite oolithique contenant 48,32% Fe et 14,92% SiO₂ par LIMS (0,12 T) suivi de HIMS (1,6 T) à l'aide d'un Slon HGMS. Le LIMS du minerai broyé à 80% passant 74 µm a donné une teneur de 54,5% Fe à 77% de récupération. Les résidus de l'ancienne concentration ont été soumis au HIMS. La teneur en matériau magnétique acquise était de 41,5% Fe avec une récupération de 11%. Le traitement de matériaux plus fins (98,4% passant 74 µm) par une voie similaire a réduit la récupération du fait que le minerai est devenu « boueux ». Un broyage en quatre étapes et des séparations magnétiques en quatre étapes ont donné un concentré contenant 52,95% Fe à une récupération de 82,32%.

3.1.3 Flotation

La flottation est une méthode de concentration fréquemment adoptée pour traiter les minerais de fer complexes ou à faible teneur lorsque la taille moyenne des particules à libérer est trop petite pour un traitement efficace par la séparation gravimétrique ou lorsque la différence des densités entre les minéraux est trop petite. La flottation dépend du fait que la surface du minéral utile est hydrophobe, tandis que la surface du minéral de la gangue est hydrophile [14]. En raison de l'hydrophobie, les particules adhèrent à une bulle de gaz formant un agrégat particule-air qui est plus léger que l'eau, et se déplace vers la surface de l'eau. Les particules hydrophiles n'adhèrent pas aux bulles et tombent au fond d'un récipient de flottation [15]. Lorsque les trois phases solide, liquide, et gazeuse sont en contact, un équilibre s'établit entre les tensions interfaciales solide-air γ_{SA} , solide-liquide γ_{SL} , et liquide-air γ_{LA} comme le montre la figure 12.

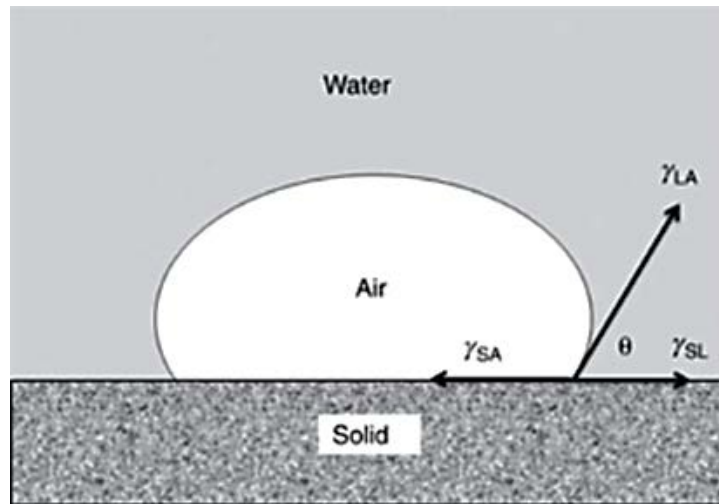


Figure 12 : Contact triphasé entre solide, liquide, et air
Source: A. Gupta, Mineral processing design and operations

L'angle entre la tangente à la courbe au contact triphasé et la surface solide, à l'équilibre, est l'angle de contact, et est pris comme l'angle à travers la phase fluide de densité plus élevée (dans un système de flottation, elle correspond à la phase aqueuse). A l'équilibre, le bilan des forces surfaciques est donné par l'équation de Young :

$$\gamma_{SA} = \gamma_{SL} + \gamma_{LA} \times \cos \theta \quad (Eq. 11)$$

Un angle inférieur à 90° indique une surface hydrophile, tandis qu'un angle supérieur à 90° représente une surface hydrophobe. Une surface hydrophobe est celle qui favorisera le contact avec l'air par rapport à l'eau en raison d'une énergie libre de surface solide plus faible et par conséquent collera facilement à une interface air si elle est disponible. Cependant dans la flottation de particules minérales, un angle de contact bien inférieur à 90° est encore capable de coller à une bulle d'air et donc de flotter [14]. Le Tableau 14 présente les angles de contact pour certains matériaux mesurés par flotométrie [15]. Si l'on considère un contact triphasé comme le montre la Figure 12 où la bulle d'air se détache de la surface solide alors l'interface solide/air est remplacée par une interface solide/eau et une interface air/eau.

Tableau 14 : Hydrophobie des matériaux

(Source: J. Drzymala et al., Mineral processing: Foundations of theory and practice of minerallurgy)

Fortement hydrophobique		Hydrophobique		faiblement hydrophobique		Hydrophilique	
Matériel	θ	Matériel	θ	Matériel	θ	Matériel	θ
Paraffine	+90	Sulphide	44	Fluorite	13	Fer	0
Téflon	+90	Charbon	26	Graphite	6,2	Magnétite	0
Sulfur	63,2	Ilménite	14	Or	5	Hématite	0
Silicone	35,4	Molybdenite	5.9	Cuivre	3	Quartz	0

La variation d'énergie libre accompagnant ce remplacement d'une unité de surface de l'interface solide/air par une interface solide/liquide est donnée par :

$$\Delta G = (\gamma_{SL} + \gamma_{LA}) - \gamma_{SA} \quad (Eq. 12)$$

Combinaison avec l'équation de Young

$$\Delta G = \gamma_{LA} \times (1 - \cos \theta) \quad (Eq. 13)$$

ΔG est le changement d'énergie libre

Si $\Delta G < 0$, alors la séparation de la bulle et du solide se produira, mais si $\Delta G > 0$, alors les conditions ne sont pas favorables pour que la séparation se produise. Si un autre composant est introduit dans le système, il s'adsorbera ou se concentrera à une interface s'il réduit l'énergie de surface de cette interface. Le terme *adsorption* fait référence à l'existence d'une concentration plus élevée de tout composant particulier à la surface d'une phase liquide ou solide que celle présente dans tout le volume. L'adsorption des produits chimiques sur la surface minérale doit être effectuée de manière sélective de sorte que seule la surface minérale utile devienne hydrophobe tandis que les surfaces minérales de la gangue deviennent ou restent hydrophiles [14].

Les réactifs de flottation sont des matières chimiques introduites dans la pulpe pour pouvoir créer la flottation sélective des minéraux. Ils se divisent en deux classes :

- Première classe : Les réactifs de flottation agissent sur la surface des minéraux ; en dépendance de leur fonction, ces réactifs se divisent en groupes :
 - ✓ Collecteurs : Ce sont des substances organiques. L'action des collecteurs consiste à diminuer la mouillabilité des surfaces des minéraux par la formation sur leur surface, des pellicules hydrophobes qui contribuent à une meilleure adhérence des particules aux bulles d'air.
 - ✓ Les déprimants (dépresseurs). Ces réactifs sont utilisés afin de diminuer la flottabilité des minéraux de la roche stérile ou de diminuer la flottabilité des minéraux qui doivent passer en produits de cellule. Les déprimants empêchent la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.
 - ✓ Activants : Ils contribuent à la fixation des collecteurs sur la surface des minéraux.
 - ✓ Régulateurs de milieu : Ils sont utilisés afin de créer les conditions favorables lors de la flottation. Leur destination principale est le réglage de la composition des ions dans la pulpe. Les régulateurs exercent une influence sur les procédés d'action des collecteurs, des activants et des déprimants avec les minéraux.
- Deuxième classe : Les réactifs de flottation agissent sur la surface de séparation gaz-liquide. Ce sont les moussants ; ils contribuent à la dispersion de l'air qui est aspiré dans la cellule de flottation et il contribue à la formation d'une mousse stable et solide

En 1964, l'IRSID a réalisé trois procédés de flottation (mousse, cationique et anionique) sur un produit de broyage de taille moins que 100 μm issu de minerai de fer de Gara Djebilet, pendant 10 min à 20°C. Les résultats révèlent que, seul le test de flottation anionique a conduit à des résultats acceptables générant un concentré titrant 0,3% P et 62% Fe. La flottation directe a permis la récupération d'une grande partie des oxydes de fer et de la sidérite à partir des fractions -6 mm . Il a été suggéré d'utiliser la flottation comme traitement ultérieur du concentré magnétique [11].

En juin 2007, le CITIC a remis à la SONATRACH un document exprimant sa vision pour le développement du projet Gara Djebilet. En 2008, un test de flottation par mousse a été réalisé par le CITIC au CHANGSHA (Research Institute in Mining and Metallurgy of China) sur le minerai brut de Gara Djebilet avec une finesse de broyage de 87% inférieure à 74 μm , afin d'augmenter la teneur en fer et d'éliminer le phosphore. Les résultats du broyage-flottation montrent que les taux d'élimination des nuisibles et la perte de récupération du fer sont respectivement de 49,5% et 27,34%. L'enrichissement n'était que d'environ 2,82%. Il est donc conclu que le test de broyage-flottation du minerai brut n'est pas possible pour l'élimination des impuretés [11].

HANNA et al. [21] ont étudié les résultats de la flottation des fractions grossière (+38 μm) et fine (-38+11 μm) du minerai de fer du district de Birmingham en Alabama. Les réactifs de flottation utilisés étaient 0,5 kg/t de chlorure de calcium, 2 kg/t de Pamak 4 (tall oil distillé) et 1 kg/t d'amidon caustifié comme déprimant de fer. La mousse la plus rugueuse a été nettoyée 2 fois. Des concentrés titrant 59 à 60% Fe avec des récupérations de fer de 51 à 70% ont été générés en flottant les fractions grossières. Les fractions fines ont produit des concentrés à plus faible teneur de 57 à 58% Fe avec des récupérations de fer de l'ordre de 70 à 85%. La récupération globale du fer et la qualité des concentrés ont diminué avec l'augmentation de la finesse du broyage en raison de la production de boues excessives. Certains additifs de broyage ont été testés pour déterminer leur effet sur la production de boue. L'ajout de réactifs anioniques tels que l'oléate de sodium, l'Aerosol OT (un sulfosuccinate) et le Cyanamid 899R (un sulfonate de pétrole) pendant le broyage a amélioré à la fois les résultats de flottation et de broyage. L'ajout de fluorure d'ammonium a également réduit la teneur en phosphore des concentrés.

RAO et al. [22] ont utilisé un collecteur cationique comprenant des amines primaires, secondaires et tertiaires dans un test de flottation de quartz à partir d'un minerai d'hématite oolithique contenant 49,25% Fe. Le minerai a été concassé à 92,5% moins de 74 μm et de l'amidon de tapioca caustique utilisé pour déprimer l'hématite. Le réactif était de 50 g/t d'amidon au stade grossier et de 25 g/t au stade nettoyeur, avec 200 g/t de collecteur ajoutés aux stades grossier et nettoyeur. Un produit contenant 58,1% Fe à une récupération de 92,6% a été acquis. Un flowsheet impliquant des étapes de dégrossissage, de récupération, et de nettoyage a produit un produit de fer titrant 58,12% Fe à 96,04% de récupération.

3.1.4 Agglomération sélective d'huile

L'agrégation de particules et de gouttes de liquide, lorsqu'elles sont en suspension dans un liquide non miscible, est appelée agglomération. Le processus est appelé agglomération d'huile lorsque le liquide utilisé pour l'agglomération est non miscible à l'eau et réalisé en milieu aqueux (Figure 13). Les agglomérats peuvent être séparés de la suspension par décantation, siphonage, ou tamisage à travers un tamis ou un crible. Ainsi, les paramètres affectant l'agglomération de l'huile sont regroupés en trois familles, à savoir les paramètres influençant la collision particules-gouttes d'huile, les paramètres responsables de leur adhésion, et les facteurs influençant la stabilité des agglomérats d'huile [15].

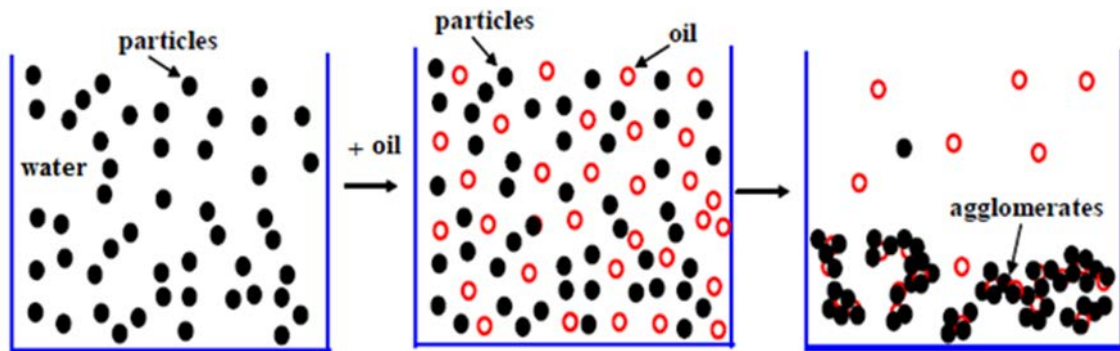


Figure 13 : Agglomération d'huile

Source: J. Drzymała et al., Mineral processing: Foundations of theory and practice of minerallurgy

L'agglomération d'huile est un processus physico-chimique et peut être écrite comme une réaction : particule (dans l'eau) + goutte d'huile (dans l'eau) = agglomérat particule-huile (dans l'eau) qui est illustré à la figure 14.

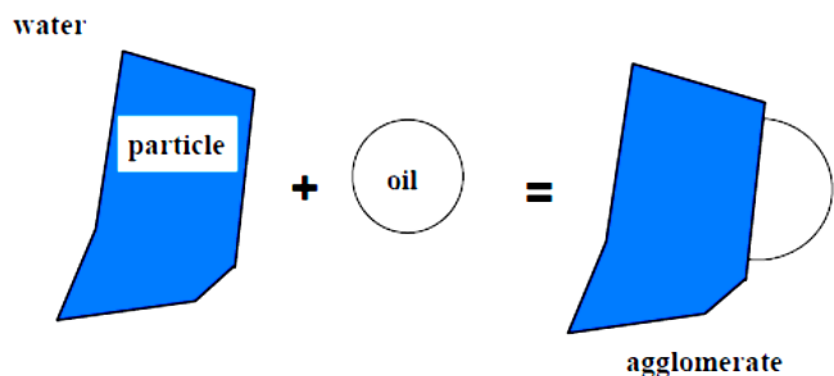


Figure 14 : Formation d'agglomérat de particule et d'huile

Source: J. Drzymała et al., Mineral processing: Foundations of theory and practice of minerallurgy

L'agglomération d'huile peut être décrite comme un processus thermodynamique résultant d'un changement de la potentielle thermodynamique de Gibbs également appelé enthalpie libre (ΔG_{aggl}).

$$\Delta G_{aggl} = \gamma_{SO} - \gamma_{SW} - \gamma_{OW} \tag{Eq. 14}$$

γ_{SO} est l'énergie interfaciale particule-huile
 γ_{SW} est l'énergie interfaciale particule-eau
 γ_{OW} le débit est l'énergie interfaciale huile-eau

Étant donné que les valeurs γ_{SW} et γ_{SO} ne sont pas faciles à déterminer, leur combinaison avec l'équation de Young est requise :

$$\gamma_{SW} = \gamma_{SO} + \gamma_{OW} \times \cos \theta_0 \tag{Eq. 15}$$

La présentation graphique pour un système particule-huile-eau est représentée sur la Figure 16. En combinant les équations susmentionnées, nous pouvons obtenir la relation suivante :

$$\Delta G_{aggl} = -\gamma_{OW} \times (\cos \theta_0 + 1) \tag{Eq. 16}$$

θ_0 est l'angle de contact dans le système particule-huile-eau mesuré à travers la phase huileuse.

Cette équation définit la thermodynamique de l'agglomération du l'huile pour un cas idéal illustré à la Figure 15.

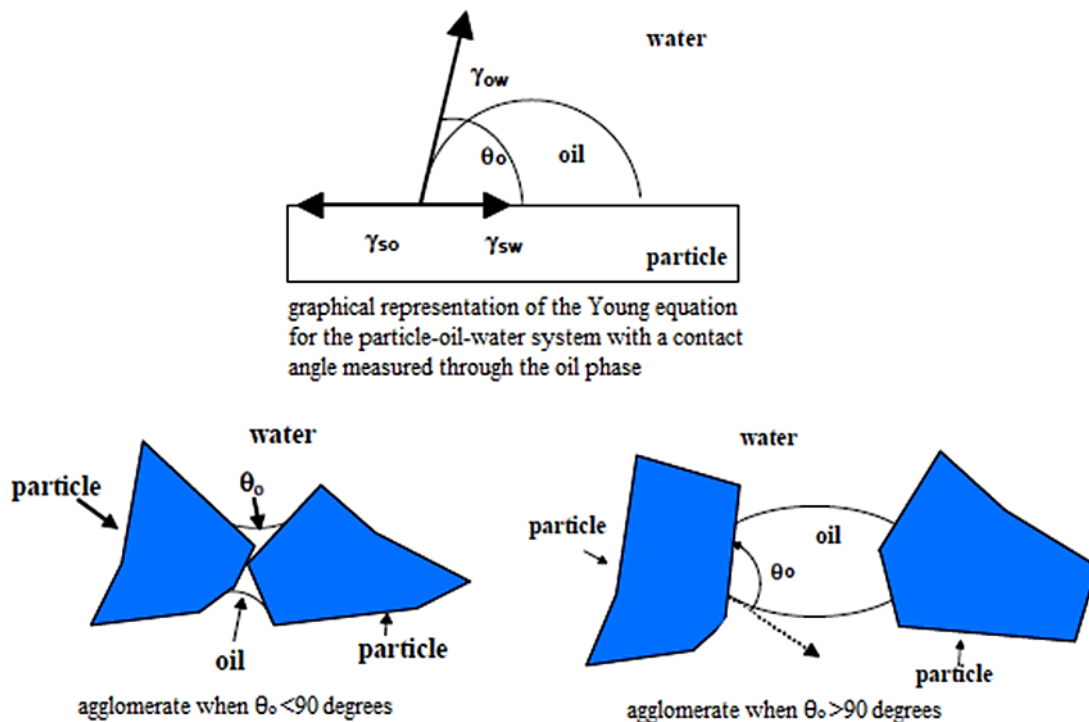


Figure 15 : Système particules-huile-eau
 Source: J. Drzymała et al., Mineral processing: Foundations of theory and practice of mineralurgy

Les valeurs sélectionnées des angles de contact mesurés à travers la phase huileuse pour différentes substances dans l'eau en contact avec l'huile (hexadécane) sont présentées dans le Tableau 15.

Tableau 15 : Angles de contact dans le système solide-hexadécane-eau
(Source: J. Drzymala et al., Mineral processing: Foundations of theory and practice of minerallurgy)

Solide	θ_0	Solide	θ_0
Téflon	19.5	Plexiglass	75-90
Sulfur	38	Pyrite	105
Graphite	45-47	Cellulose	120
Charbon	65-75	Quartz	165

Le tableau suivant présente quelques exemples d'agglomération d'huile [15].

Tableau 16 : Application de l'agglomération d'huile de matériaux sélectionnés
(Source: J. Drzymala et al., Mineral processing: Foundations of theory and practice of minerallurgy)

Matériel brut	Hydrophobisation substance-huile	Modificateur	Remarques
$\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$	sodium oleate-n-heptane		Agglomération de Fe_3O_4
$\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{SiO}_2$	acide oléique (HOI)-n-heptane		Agglomération de Fe_3O_4
Minerai de fer avec apatite	HOI et tall huile-naphta huils		Agglomération de Ca-minéraux pH = 10
Iron ore	HOI-naphta	pH, Na_2SiO_3	pH = 8.5

Agglomération sélective de l'huile utilisée par Uwadiae [23] pour enrichir le minerai oolithique d'Agbaja. La qualité d'alimentation était de 45,6% Fe. Avant le traitement, un broyage ultrafin (-5 μm) était nécessaire pour la libération des minéraux utile. Les additions de réactif étaient 5 ml d'acide oléique, 5 ml de NaOH à 10% et 0,07 g de silicate de sodium ajoutés à la charge de broyage ultrafine de 50 g. Le pH de la suspension a été ajusté à 9 puis 7 ml de kérosène ont été ajoutés avant d'agiter la charge dans un mélangeur. Une fois le processus terminé, la suspension a été tamisée à 38 μm pour séparer les agglomérats de la gangue et un concentré titrant 65% Fe à 89,3% de récupération a été acquis.

3.1.5 Flocculation selective

Lorsque de particules fines, réparties dans l'eau ou un autre liquide, s'agrègent sous l'impact de composés liants appelés flocculants, le processus est appelé flocculation (Figure 16). Une molécule de flocculant doit être longue et élastique afin de lier les particules en agrégats, après adsorption de différentes parties d'une chaîne de flocculant sur plusieurs particules. Les agrégats formés (ou flocs) ont une taille plus grande que les anciennes particules, ils se déposent donc beaucoup plus rapidement que les particules

individuelles. Les flocculants sont des polymères à structure en chaîne, solubles dans l'eau et leur masse moléculaire en g/mole est d'environ un million [15].

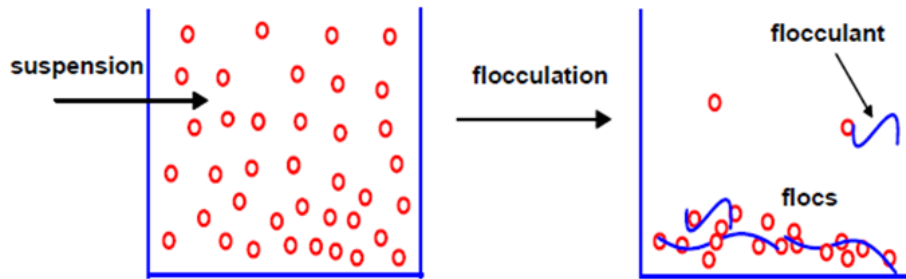


Figure 16 : Principe de flocculation

Source: J. Drzymala et al., Mineral processing: Foundations of theory and practice of minerallurgy

Les flocculants sont utilisés pour accélérer la décantation des particules, améliorer la filtration, enrichir les matières premières et aussi comme modificateurs de flottation. Ils sont obtenus à partir de produits naturels polymériques (amidon, cellulose, chitine, protéines) ou de synthèse chimique. Dans le traitement des minerais, des flocculants synthétiques sont également utilisés, qui peuvent être de caractère ionique, cationique et non ionique [15].

Nébo et al. [24] ont étudié les amidons et les polyacrylamides non ioniques pour la flocculation sélective du minerai de goethite oolithique d'Agbaja. L'utilisation d'amidon de maïs a donné des résultats légèrement meilleurs que l'amidon de manioc, qui à son tour a donné de meilleurs résultats que Superfloc 16. Les résultats globaux ont révélé que la concentration de ce minerai à grains très fins (+7-30 μm) par flocculation sélective était possible.

3.1.6 Lixiviation acide

La lixiviation caustique ou acide est un ensemble de techniques de séparation chimique pour éliminer les impuretés des minerais de fer. Dans l'extraction chimique, le métal ou le minéral de valeur est séparé du minerai finement broyé par dissolution. Cette solution riche en métaux ou "enceinte" est ensuite séparée des solides et reçoit un traitement complémentaire pour récupérer sa valeur. Elle est alors libellée «solution stérile» (Figure 17) [25].

L'acide nitrique dilué a été utilisé par la société allemande "Krupp Heusch Rohstoff" pour la lixiviation d'échantillons de minerai de fer Gara Djebilet de moins de 63 μm . La teneur en phosphore du produit final était de 0,32%. De plus, ils ont signalé que la lixiviation de fractions inférieures à 40 μm à 75°C est plus efficace en ce qui concerne l'obtention d'un produit final titrant 0,31% P. Avec l'augmentation de la durée de lixiviation, la teneur en phosphore était aussi faible que 0,27% [11].

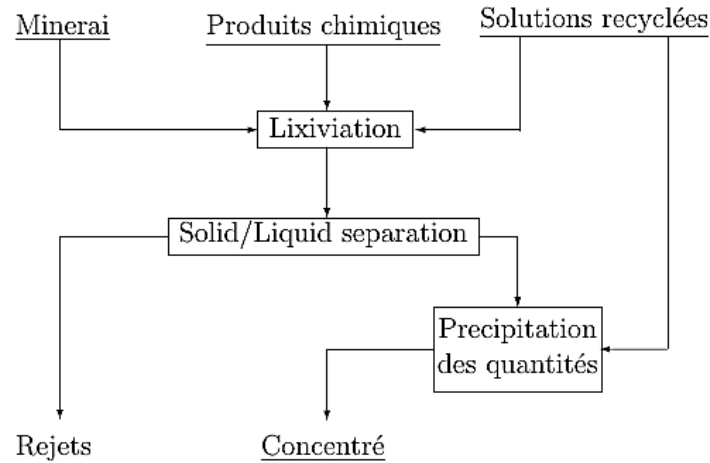


Figure 17 : Le schéma de base de lixiviation
Source: E. J. Pryor, Mineral processing

Plusieurs tests de lixiviation ont été effectués par un bureau d'études de traitement des minéraux de Prague en 1967 sur des échantillons de Gara Djebilet titrant 0,5% P qui étaient le produit d'essais de concentration antérieurs. Les résultats des expériences sont résumés dans le tableau suivant [11].

Tableau 17 : Les résultats des expériences effectués par un bureau d'études de traitement des minéraux de Prague en 1967

Lixivant	Expérience préalable	Teneur en P (%)
HNO ₃	-	0.38
HNO ₃	Séparation magnétique	0.18
NaOH + HNO ₃	-	0.18
NaOH + HNO ₃	Torréfaction par aimantation	0.15

JIN et al. [26] ont utilisé une lixiviation caustique et acide pour éliminer le phosphore d'un échantillon de minerai de fer titrant 1,12% P. La lixiviation à 10% en poids de solides avec 4% de NaOH à 25°C pendant 2 h a éliminé 28% du phosphore présent uniquement sous forme d'apatite. La lixiviation avec les acides sulfurique, hydrochlorique et nitrique a éliminé le phosphore présent à la fois sous forme d'apatite et dans les oxydes de fer. La lixiviation acide à 10% en poids de solides avec 1% d'acides sulfurique, chlorhydrique et nitrique pendant 20 ou 60 min à température ambiante a entraîné l'élimination de 91,6%, 85,0%, et 89,4% de P, respectivement. Les pertes de fer pendant la lixiviation acide étaient inférieures à 0,25%.

WANG et al. [27] ont rapporté que HCl était le meilleur acide pour l'élimination du P de l'hématite oolithique avec une taille de particule d'environ 0,1 mm de la province occidentale du Hubei en Chine. Dans des conditions optimales (0,2 mol/L HCl, 298 K pendant 10 min à un rapport solide/liquide de 0,03 g/ml) la déphosphoration atteint 90% avec moins de 0,18% de perte en fer.

JIANG et al. [28] ont étudié l'utilisation de l'acide sulfurique pour diminuer le dosage en P d'un minerai d'hématite oolithique. Ils ont lixivié un concentré produit par concentration gravimétrique titrant 58,67% Fe et 0,52% P avec différents lixivants pour réduire sa teneur en P. La réaction du concentré avec 10% de NaOH à 25°C n'a réduit la teneur en phosphore que de 38,08%, tandis que la lixiviation avec de l'acide sulfurique à 2% a réduit la teneur en phosphore de 93,84%. Les conditions optimales pour la lixiviation étaient : acide sulfurique 1%, teneur en solides 10%, vitesse d'agitation de 600 tr/min, température ambiante et temps de contact de 10 min. Le produit lixivié final contenait 59,26% Fe et 0,056% P.

YU et al. [29] ont utilisé plusieurs acides inorganiques pour éliminer le phosphore d'un minerai de fer oolithique riche en phosphore de l'ouest du Hubei en Chine. La teneur en P du minerai brut était de 0,52 %. L'acide sulfurique était le lessivage le plus approprié pour le phosphore, avec des pertes de fer négligeables. Les paramètres de lixiviation pour la modélisation ont été fixés à : concentration d'acide sulfurique 0,1 mol/L, vitesse d'agitation 200 tr/min, granulométrie -840 +710 μ m et un rapport liquide/solide de 150/1. Les taux de déphosphoration étaient généralement de 80 à 90%.

3.2 Méthodes pyrométallurgiques

La fabrication du fer et de l'acier comprend plusieurs procédés pyrométallurgiques qui peuvent être rattachés dans différentes combinaisons en fonction des caractéristiques des matériaux d'alimentation et des matériaux finaux [4]. Les principales méthodes de traitement peuvent être résumées comme (Figure 19) :

- ***Procédure haut fourneau (BF)/ convertisseur à l'oxygène (BOF).*** Les oxydes de fer et les gangues présentes dans le minerai sont réduits à haute température dans le haut fourneau. Le minerai de fer, les combustibles (principalement le coke et le charbon), et les fondants (le calcaire, le quartz, le grès, et le quartzite) sont utilisés pour produire de la fonte brute. La charge de coke, de minerai, et de calcaire est continuellement chargée dans le BF par le haut; l'air chauffé est injecté à travers les tuyères afin de permettre aux réactions de réduction de se produire lorsque les matériaux de charge se déplacent vers le bas. Le métal fondu (composé de la fonte et le laitier) est concentré en bas du four, tandis que les fumées, la poussière, et le gaz de gueulard sont éliminées par le haut. Le matériau est ensuite transformé en acier dans le BOF. Du fait des opérations de frittage et de cokéfaction, ce procédé est très coûteux en énergie et se heurte à des problèmes d'émissions à effet de serre à fort impact (dioxines, furanes, CO₂, SO_x, NO_x).
- ***Procédure ferrailles/fours à arcs électrique (EAF).*** Certains déchets d'acier sont utilisés comme alimentation pour l'EAF pour acquérir un produit de la composition requise. Les besoins énergétiques sont moindres par rapport à la méthode BF/BOF du fait de l'inexistence des opérations de cokéfaction et de frittage en agglomérat.

- **Procédure de réduction par fusion.** La fusion utilise essentiellement des agents réducteurs (essentiellement du charbon de bois) à des températures élevées pour décomposer les minerais de fer. Les gaz et les scories sont éliminés, et le métal en fusion est reçu à la sortie de la fonderie. Les autres impuretés sont éliminées du fer via l'injection de substances réductrices puis collectées dans la scorie une fois acquis.
- **Procédure de réduction directe (DR)/EAF.** Les minerais de fer sont réduits grâce à l'emploi de gaz naturel ou le charbon. L'intensité énergétique de ces procédés est similaire ou légèrement inférieure par rapport à la voie BF/BOF.

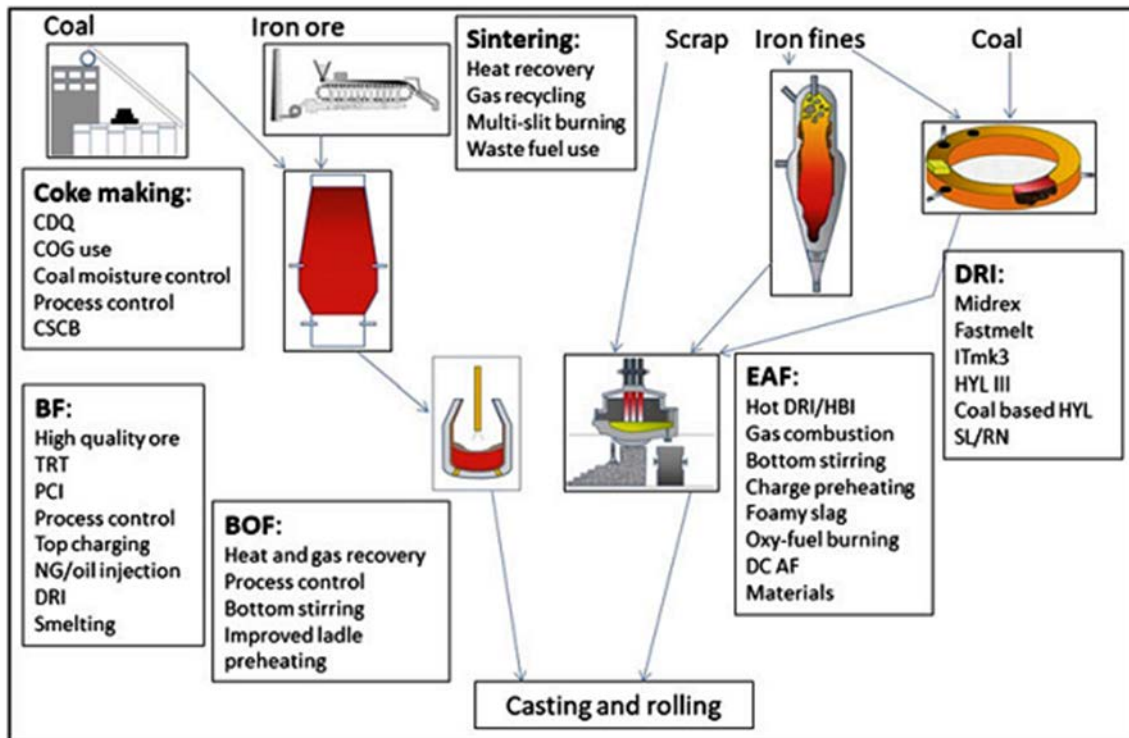


Figure 18 : Procédés de fabrication du fer et de l'acier
Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

3.2.1 Matières premières

La majorité des minerais de fer riches (DSO) nécessitent des procédures de traitement à sec ordinaires pour répondre aux exigences de taille. Cela comprend le concassage et le criblage à plusieurs niveaux pour obtenir des produits calibrés (-31,5 +6,3 mm) et des fines (-6,3 mm). Les minerais de fer pauvres doivent être enrichis pour atteindre la teneur en fer souhaitée, ce qui implique des procédures de traitement plus compliquées. Le minerai grumeleux, l'aggloméré, et les boulettes constituent la principale charge des BF modernes. Cependant, les agglomérats de fer tels que les agglomérés sur grille et les boulettes sont maintenant les plus dominants, en raison de la pénurie dramatique des minerais de fer riches dans le monde qui constitue le principal fournisseur de minerai grumeleux. Le minerai d'alimentation utilisé pour l'agglomération sur grille a une granulométrie maximale typique de 8 à 12 mm et une

granulométrie moyenne (d_{50}) de 0,2 à 1 mm. L'alimentation pour le processus d'agglomération en boulettes (pelletisation) se compose d'une fraction beaucoup plus fine (taille de grain maximale d'environ 40 à 60 μm) qui est produite par enrichissement du minerai de fer afin d'enrichir la teneur en fer. Les matières premières et les procédés appartenant aux différentes méthodes pyrométallurgiques sont schématiquement décrits dans la Figure 19 [1].

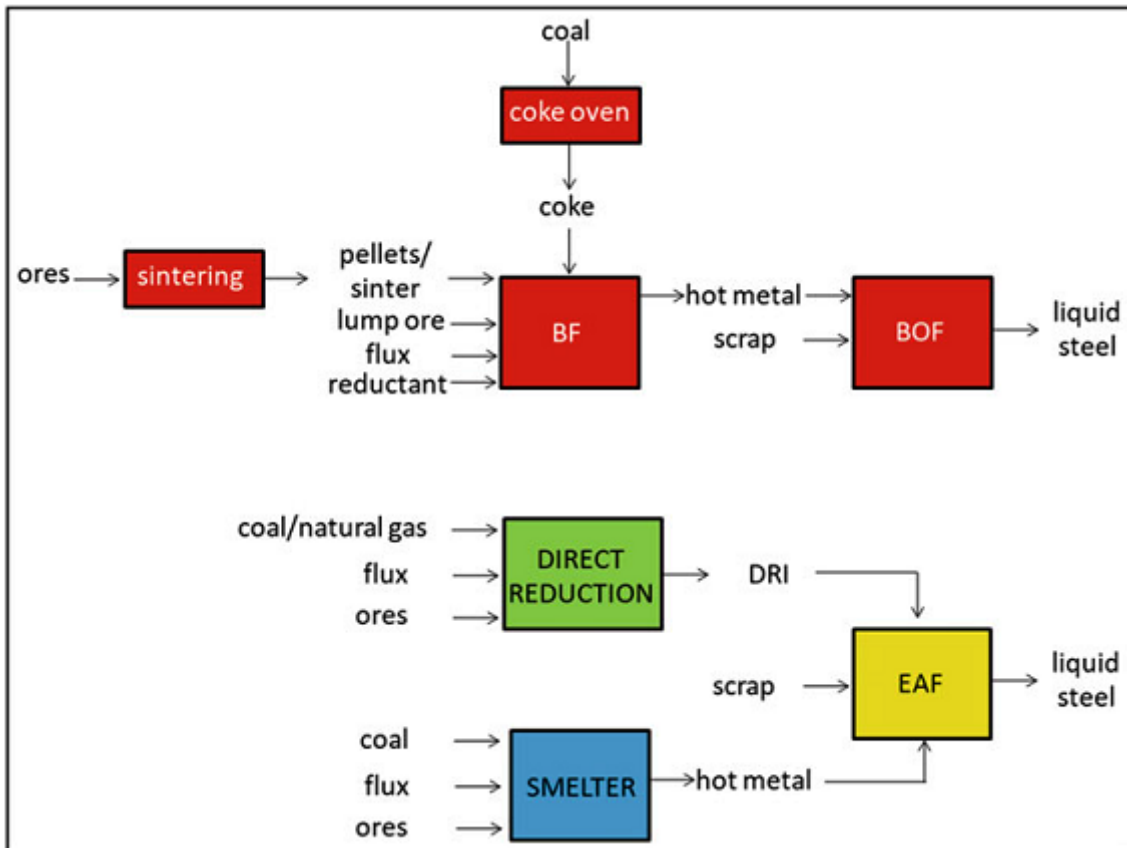


Figure 19 : Schéma des différentes voies de traitement
Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

3.2.1.1 Bouletage (agglomération en boulettes)

Bien que leur teneur soit élevée en fer, la distribution granulométrique fine des concentrés limite leur utilisation dans le frittage du minerai de fer. Pour cette raison, le bouletage (ou la pelletisation) est nécessaire pour produire des boulettes pré-réduit à partir de concentrés en tant que matériaux de charge pour les circuits BF et DR. Le bouletage est couramment utilisé, en particulier lorsque les matériaux de charge doivent être transportés à grande distance de la mine au haut fourneau, en raison de la durabilité et de la facilité de manipulation des boulettes. Actuellement, les technologies à l'échelle pilote disponibles pour la production des boulettes comprennent le four à cuve (SF), la combinaison grille-four tournant-refroidissoir (GK), et les systèmes de frittage à chaîne (grille) droite (SG). L'avantage de la technologie SF réside dans ses faibles coûts d'investissement et d'exploitation. Cependant, son alimentation est limitée pour le concentré de magnétite et il donne une faible quantité de boulettes cuites. À l'inverse, le

système GK (ou le processus du four tournant) produit des boulettes cuites en utilisant une variété d'alimentations en boulettes, telles que la magnétite, l'hématite, la specularite, la goethite, la cendre de pyrite et leurs mélanges. De plus, la qualité des boulettes cuites produites avec le système GK est plus homogène que celle des technologies SF et SG. Le SG convient à diverses alimentations en boulettes et à la production de types de produits flexibles, tels que les boulettes acides, les boulettes fluxés et les boulettes à haute teneur en MgO. Près de 30% des boulettes produites dans le monde sont utilisés dans les procédés de DR pour produire du DRI, tandis que le reste est utilisé dans les voies BF-BOF. La Figure 20 montre les organigrammes des procédés modernes de granulation SG et GK [1].

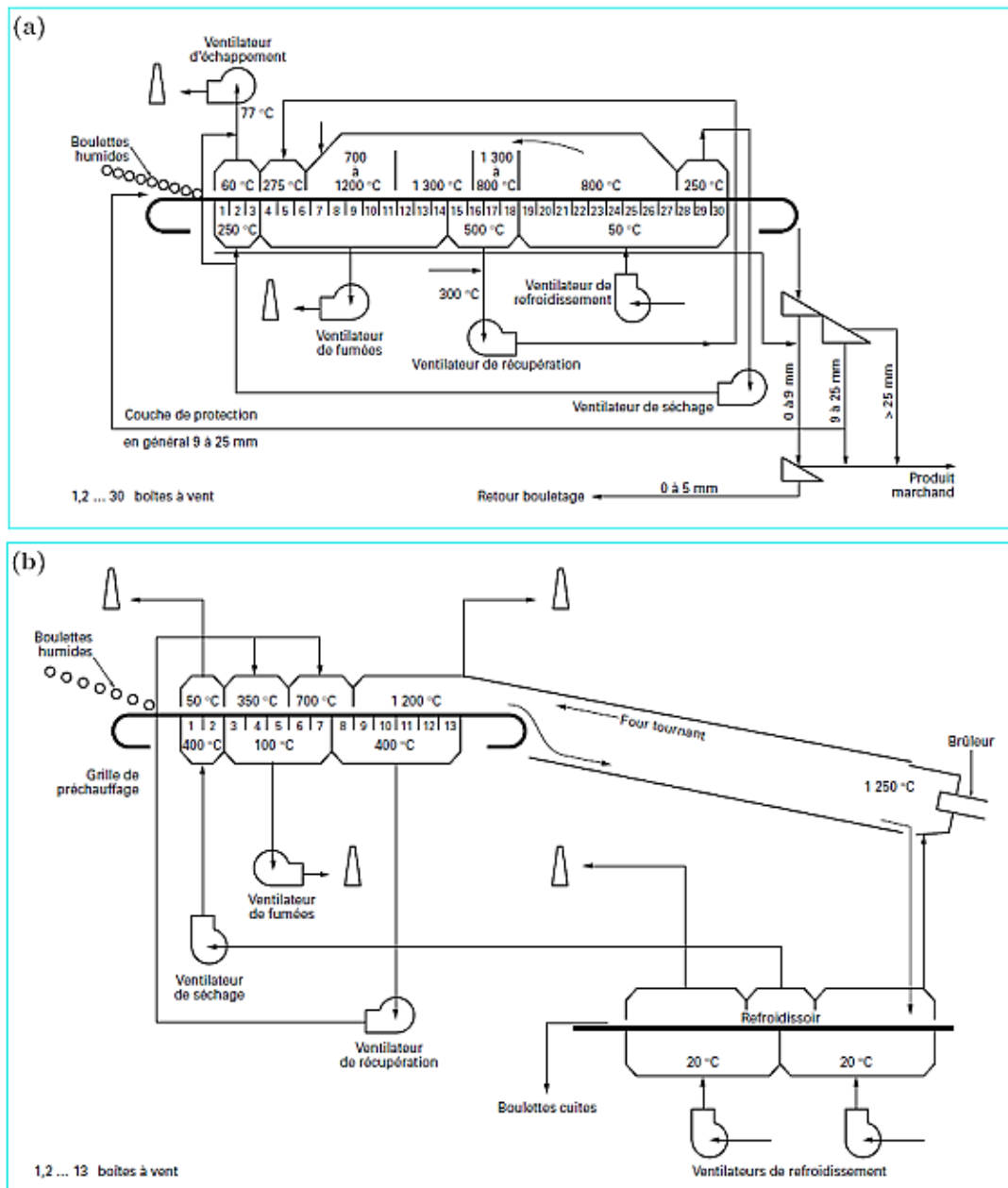


Figure 20 : Schéma des deux principaux procédés de bouletage : à grille droite (a), et la combinaison grille-four tournant-refroidissoir (b)

Source : J. ASTIER, Agglomération des minerais de fer

3.2.1.2 Agglomération sur grille

Le minerai de fer se présente sous forme de morceaux (grumeleux, calibrés) ou de minerais fins dans la nature. Le minerai grumeleux est concassé et tamisé avant d'être transporté de la mine. Il doit respecter certaines restrictions de qualité (plus de 62% Fe) et des caractéristiques physiques en ce qui concerne sa taille et sa manipulation puisqu'il est introduit directement dans le BF. Le minerai fin doit être converti en agglomérat plus gros pour être utilisé dans les BF. La procédure d'agglomération sur grille est réalisée pour transformer la matière première à grain plus fin en un minerai de fer aggloméré à grain plus gros de dimensions appropriées pour être utilisé dans le BF.

L'obtention d'un produit aggloméré adéquat dépend des conditions de la réception et du stockage des matières premières et de l'étape d'homogénéisation de la charge ou du lit de fusion avant le processus de grillage sur chaîne (Figure 21). L'agglomération agit sur un lit poreux nécessaire à la perméabilité et à l'amélioration des réactions de réduction. L'aggloméré est de bonne qualité s'il a une réductibilité élevée qui diminue l'intensité des opérations de BF et la consommation de coke [4].

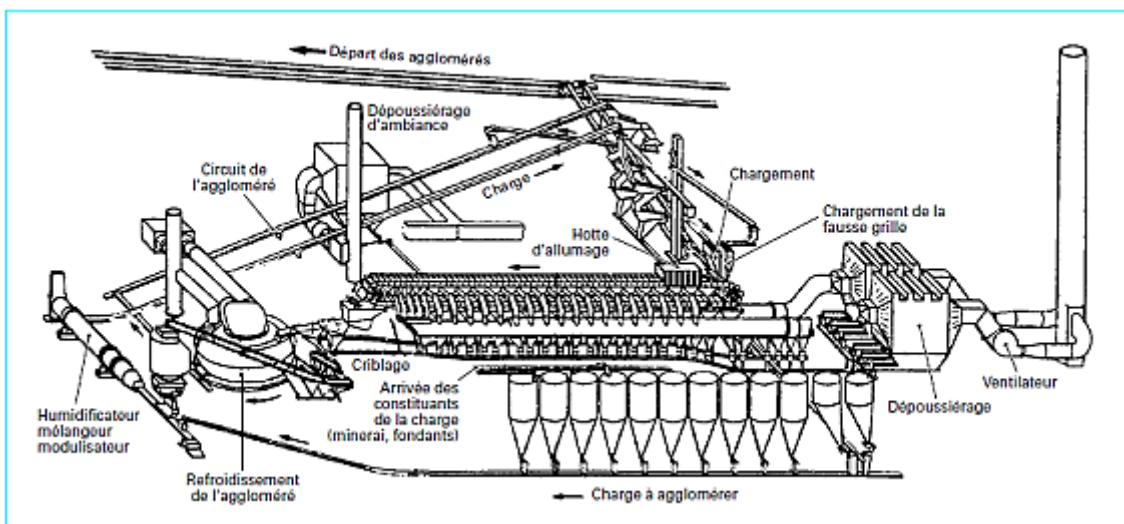


Figure 21 : Procédure d'agglomération sur grille
Source : J. ASTIER, Agglomération des minerais de fer

Les objectifs principaux du procédé d'agglomération sur grille sont :

- D'augmenter la taille du minerai à un niveau acceptable pour le haut fourneau dans le but d'améliorer la perméabilité de la charge à l'intérieur du BF;
- De former un agglomérat solide avec une réductibilité en vrac élevée ;
- D'éliminer les matières volatiles comme le CO_2 des carbonates, l' H_2O des hydroxydes et le soufre des fines de minerai de type sulfure ainsi que leur agglomération;
- D'incorporer le flux dans l'alimentation;
- D'utiliser certains déchets contenant du fer, du combustible, et du fondant; et pour concevoir les caractéristiques de l'alimentation ferreuse vers une charge de

haut fourneau idéale et une réduction partielle du minerai de fer des étages Fe^{+3} aux étages Fe^{+2} [4].

3.2.2 Haut fourneau (BF)

Le principal procédé de production de métal fondu est le BF qui repose sur le principe d'un réacteur à lit mobile avec écoulement à contre-courant des réactifs solides (coke et oxydes de fer) contre le gaz réducteur (Figure 22). La capacité de BF peut atteindre 5000 m^3 couvrant environ 70% de la production mondiale de fer métallique. Le minerai de fer préparé (calibrés, boulettes, aggloméré sur grille), le coke, et la chaux sont chargés dans une granulométrie spécifique par le haut dans le BF afin de permettre une descente en douceur de la colonne de matériau ainsi qu'une bonne pénétration du gaz. L'air comprimé chaud est fluxé des tuyères au secteur inférieur du four. Un soufflé d'air chaud (généralement enrichi en oxygène) et fréquemment un réducteur auxiliaire (comme le charbon) sont soufflés à travers les tuyères près de la partie inférieure du four [4].

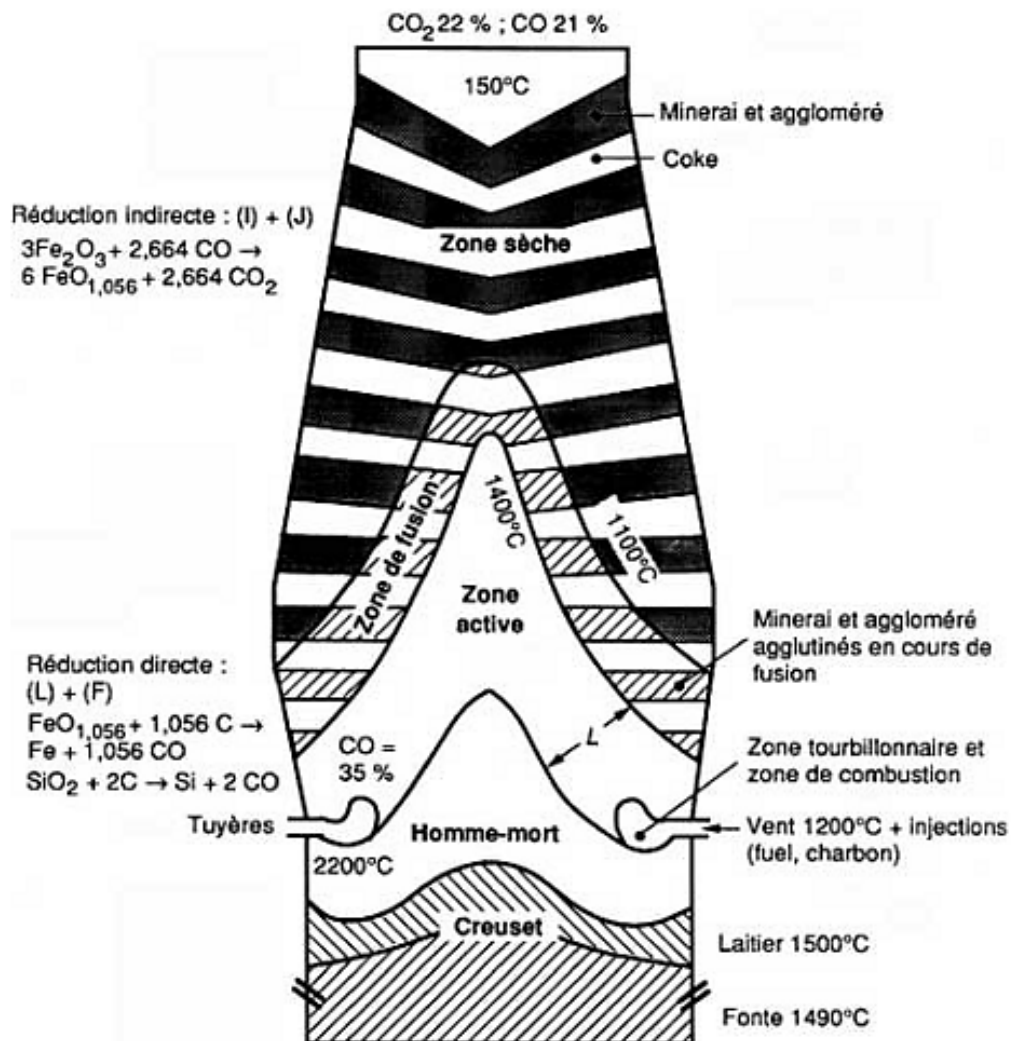


Figure 22 : Plan de haut fourneau
Source : M. BURTEAUX, Haut fourneau – Théorie

Le jet d'air chaud réagit avec le coke dans la charge (et tout réducteur auxiliaire) pour former des gaz réducteurs (CO et H_2) qui s'écoulent à contre-courant de la charge descendante. Les charges mettent environ 8 h pour descendre au fond du four où elles deviennent un métal fondu composé de la fonte et du laitier liquides. Le métal chaud est soutiré et conduit vers une unité de désulfuration si sa teneur en soufre est trop élevée. Les soufflantes à air froid offrent la pression pour le flux d'air, tandis que les tuyères à insuffler l'air chaud fournissent l'augmentation de la température à l'air jusqu'à 1350°C . Des combustibles supplémentaires, tels que le pétrole, le gaz naturel ou les déchets plastiques, peuvent être injectés pour faciliter la combustion. La fonte d'affinage en fusion est collectée au fond du four, tandis que le laitier flotte sur la fonte en fusion. Les gaz résiduels et la poussière de gueulard chauds sont éliminés par le haut du four. Tout excès de gaz est utilisé pour produire de la vapeur et de l'électricité. Le besoin en énergie pour la procédure BF est d'environ $11,6 \text{ GJ/t-HM}$. Les problèmes environnementaux sont évidemment liés aux émissions de CO_2 en plus des poussières, des eaux usées provenant du lavage des gaz, des produits de traitement du laitier tels que le SO_2 et le H_2S et les boues. Le schéma de toutes les réactions avec la variation de température dans le BF est présenté sur la figure 23 [4]

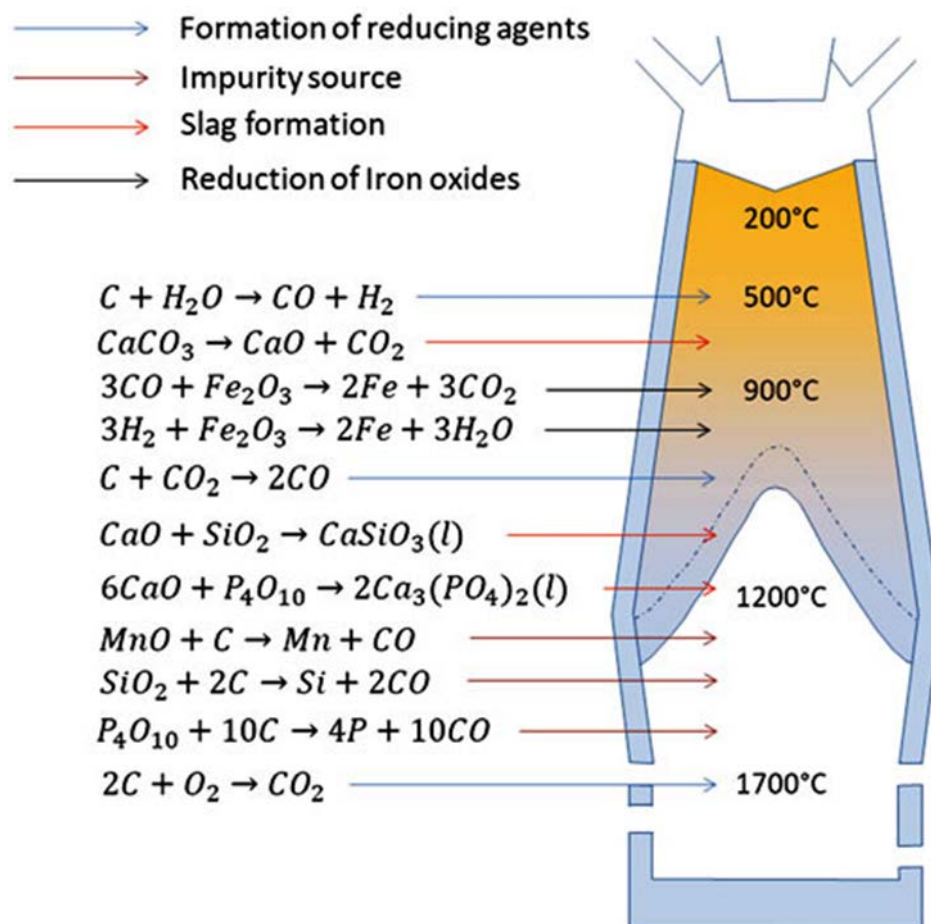


Figure 23 : Principales réactions dans le BF

Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

La figure 24 présente les processus impliqués dans le système sidérurgique BF-BOF. Le chemin d'écoulement principal du BF-BOF est le suivant : le coke provenant de la cokéfaction et l'aggloméré sur grille (ou les boulettes frittées provenant du bouletage), sont introduits dans le BF. La fonte d'affinage produite par le BF est convertie en acier cru par le procédé BOF, et les produits laminés sont fabriqués par coulée et laminage. Les gaz restants, y compris le gaz de cokerie (COG), le gaz de haut fourneau (BFG) et l'oxygène gazeux basique (BOG), sont envoyés au centre énergétique comme combustible ou convertis en électricité via centrale électrique à cycle combiné (CCPP).

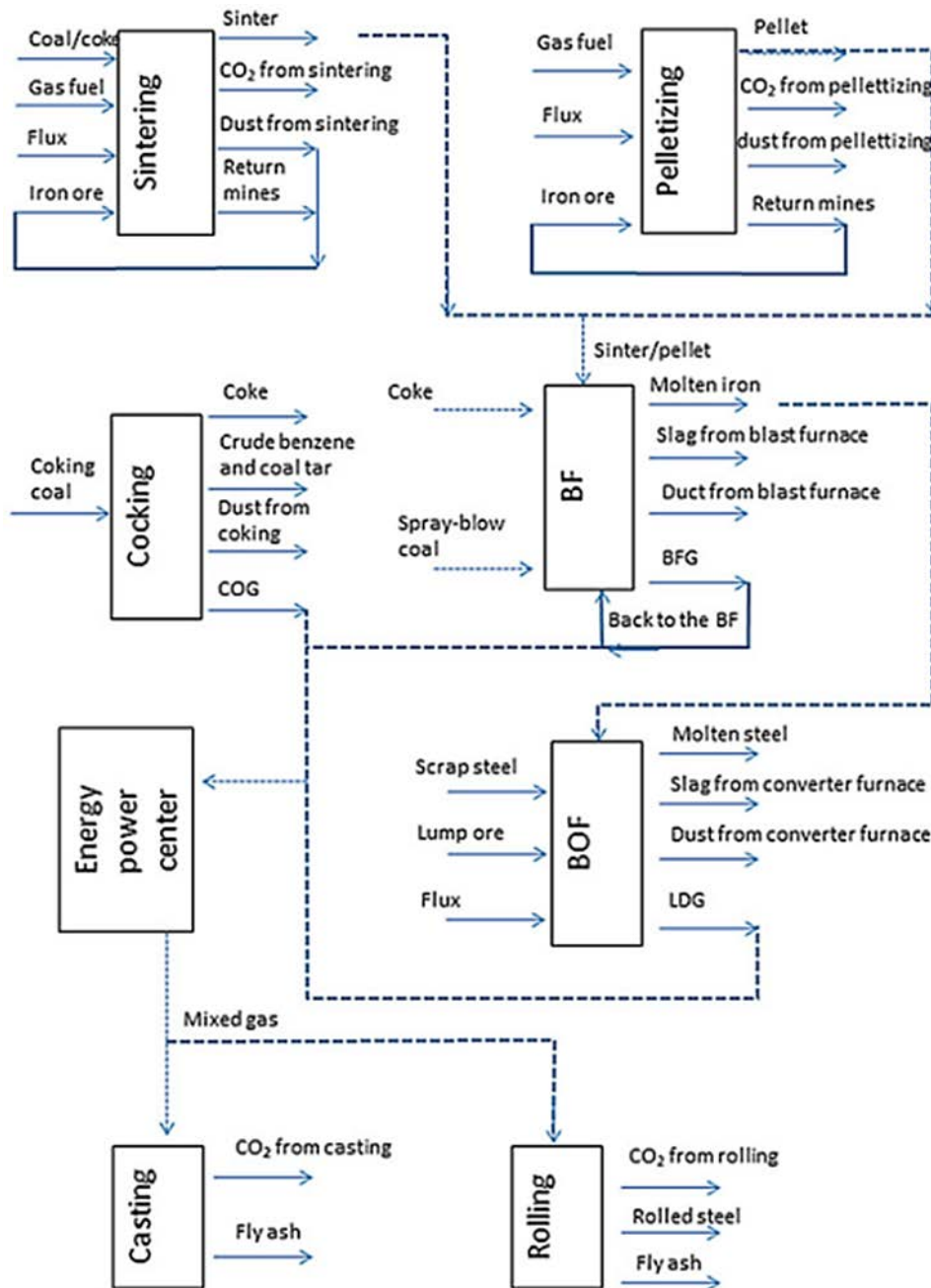


Figure 24 : System sidérurgique BF-BOF

Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

3.2.3 Four à arcs électrique (EAF)

Le four à arcs électrique (EAF) est la principale alternative à la filière BF-BOF. L'acier n'est obtenu que par fusion de ferraille. L'EAF est le processus de recyclage de ferraille le plus important. Les ferrailles, la poudre de fer préréduit (DRI), la fonte d'affinage, et les additifs sont fondus grâce à des arcs électriques de haute puissance formés entre une cathode et les anodes (Figure 25). En plus du recyclage de la ferraille, les EAF sont utilisés pour récupérer les déchets internes, tels que la poussière de l'EAF, les scories, et les matériaux réfractaires. Les émissions sont dues à l'élimination du carbone de la matière en fusion sous forme de CO et CO₂. Dans l'ensemble, les récents progrès technologiques et sa mise en œuvre dans le processus de production ont considérablement amélioré l'efficacité et la productivité du four, faisant de l'EAF une option rentable par rapport à la voie d'acier intégrée. La totalité de la chaleur dans un EAF peut être divisée en trois étapes : le chauffage de la ferraille jusqu'à une température massique moyenne de 1000 à 1100°C, le chauffage et la fusion supplémentaires de la ferraille et, enfin, le chauffage de la fonte à une température de coulée [4].

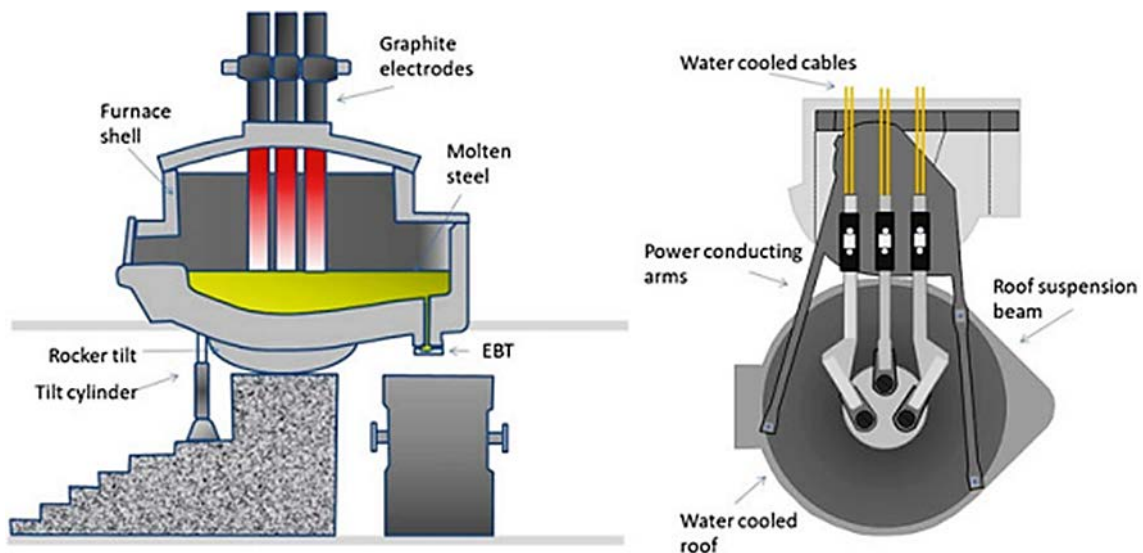


Figure 25 : Four à arcs électrique

Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

3.2.4 Réduction-fusion

De nos jours, plus de 80% des minerais de fer extraits sont de taille fine, qui ne peut être introduits dans le BF que s'ils sont agglomérés par des procédés de bouletage ou d'agglomération sur grilles. Il existe une demande croissante pour un procédé de sidérurgie avec un coût d'investissement, une consommation d'énergie, et des émissions inférieurs à ceux d'un BF. Des procédés alternatifs prometteurs pour la production de métal fondu sont les procédés de réduction-fusion (Figure 26). Cela est dû à ses coûts d'exploitation inférieurs dus à la substitution des charbons à coke par des charbons non cokéfiant moins chers tels que le charbon demi gras, ainsi qu'à la réduction des émissions en évitant l'étape critique de la fabrication du coke. Tout d'abord, le minerai de fer a subi une réduction à l'état solide dans une unité de pré-réduction. Le produit

résultant est ensuite fondu et encore réduit dans la cuve de réduction par fusion où le charbon est gazéifié, produisant de la chaleur et du gaz chaud riche en CO qui peut être davantage oxydé pour produire de la chaleur supplémentaire pour fondre le fer. La gazéification du charbon est le résultat d'une réaction avec l'oxygène et le minerai de fer à l'état liquide. La chaleur est utilisée pour fondre le fer et le gaz chaud est transporté vers l'unité de pré-réduction pour réduire les oxydes de fer au début du processus. Ce processus est appelé post-combustion et conduit à un compromis dans l'utilisation du gaz chaud entre un potentiel de pré-réduction accru et un apport de chaleur accru pour la fusion. La consommation d'énergie est inférieure à celle requise pour le procédé BF, sans besoin de production de coke [4].

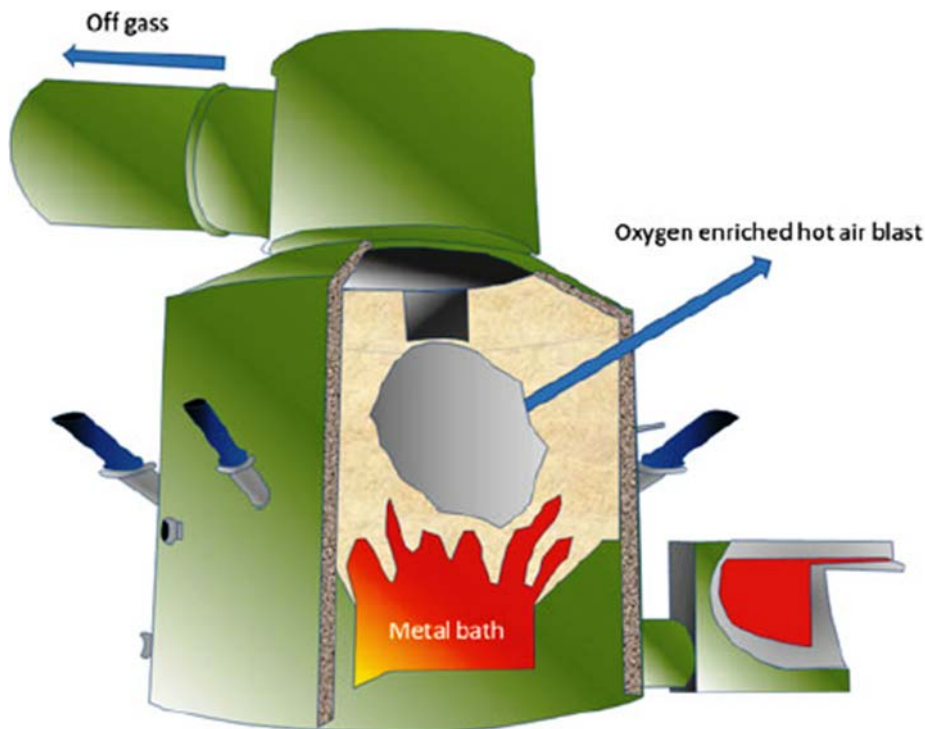


Figure 26 : Schéma de réduction-fusion et de réacteur de fusion
Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

La qualité du métal fondu est similaire à celle appartenant à la BF, même si des matières premières de qualité inférieure peuvent être utilisées. Les procédés de fusion peuvent être divisés en deux groupes principaux :

- Les procédés incluant une pré-réduction des minerais tels que Corex®, FINEX® et Redsmelt® NST. Ici, les gazes dégagées de fusion sont utilisés pour l'étape de pré-réduction.
- Les procédés sans étape de pré-réduction tels que HIs melt®. La fusion agit en une seule opération dans un réacteur où sont mélangés minerais de fer et charbon.

Le principal inconvénient des procédés de réduction-fusion est représenté par la nécessité de grandes quantités d'O₂. Les principales caractéristiques des procédés

réduction-fusion sont répertoriées dans le Tableau 18. Une classification technologique des procédés de SR prenant en compte les ressources en minerai de fer et en énergie ainsi que les technologies appliquées pour les étapes de fusion et de pré-réduction sont présentées à la Figure 27. Selon le type d'étape de fusion appliqué, trois groupes de procédés peuvent être distingués : les procédés en lit, les procédés en bain et la fusion électrique [4]. La plupart des procédés de SR se composent d'une étape de fusion et d'une étape supplémentaire de pré-réduction.

Tableau 18 : Comparaison des procédés de réduction par fusion
(Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes)

	Corex®	FINEX®	Hismelt®
Alimentation en oxydes de fer	Morceau, aggloméré, boulette, fin	Fine	Fine, ferraille
Pré-réduction	Four à cuve	Lit fluidisé	Préréduit optionnel
Degré de pré-réduction (%)	80-95	85	10
Température de pré-réduction (°C)	800-850		700
Alimentation en charbon	Morceau	Morceau + pulvérisé	Fine
Réacteur de réduction-fusion	Fondeur-gazéificateur	Fondeur-gazéificateur	Fonderie à bain de fer vertical
Fonderie	Fusion du minerai, gazéification du charbon	Fusion du minerai, gazéification du charbon	Dans le bain liquide
Pression (kPa)	300-450	300-450	80
Gaz oxydants	Oxygène	Oxygène	Jet d'air préchauffé, oxygène
degré de post-combustion (%)	-10	-10	50-75
Consommation de charbon (kg/t-HM)	900-1050	700	700-810
consommation d'oxygène (m ³ /t-HM)	> 500	> 500	260
Température de métal (°C)	1490-1520	1520	1420
Qualité du métal (%)	C 4.5-4.7	C 4.5	C 4.4
	Si 0.6-0.8	Si 0.65	Si < 0.1
	S 0.01-0.04	S 0.03	S 0.1
	P < 0.1	P < 0.1	P 0.02
Gazes éjectés (MJ/m ³)	7.5-8.5	7.5-8.5	3.2
Durée de processus	Hours	Hours	Hours
Consommation d'énergie (GJ/t-HM)	18.9-21.7		18.9-20

L'avantage de ce dernier est que la consommation globale d'énergie peut être abaissée par l'utilisation de la chaleur sensible et de l'énergie chimique du gaz réducteur sortant de l'étape de fusion pour la pré-réduction et le préchauffage du minerai de fer [4].

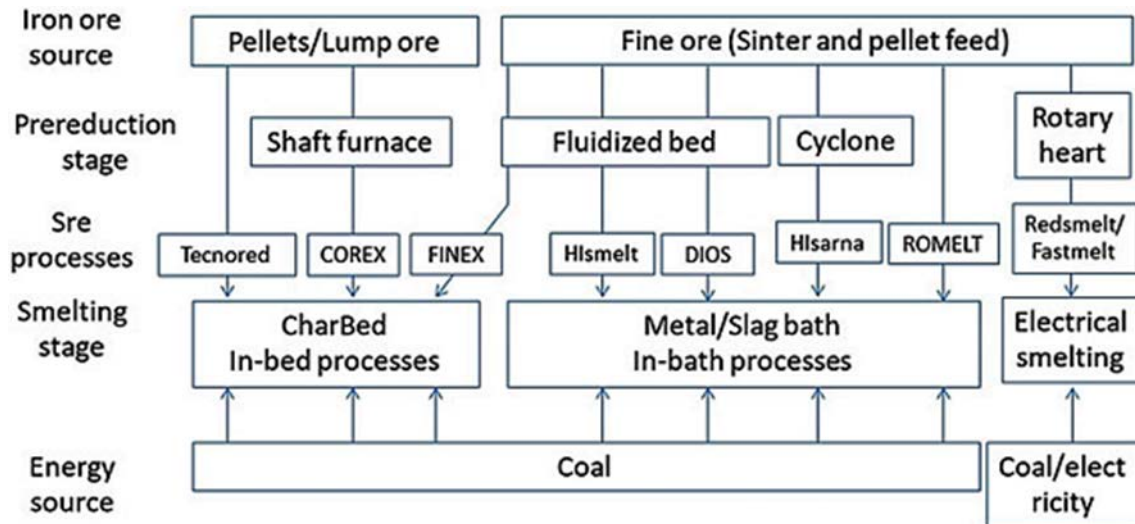


Figure 27 : Classification des procédés de réduction-fusion
Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

3.2.5 Réduction directe

En raison de l'augmentation continue de la production d'acier de haute qualité par l'EAF, le besoin d'unités de fer vierge pour fondre les résidus de ferraille a augmenté. Le DRI est ajouté à l'EAF pour deux raisons principales :

- En remplacement de la ferraille et de la fonte brute ;
- Le DRI est utilisé pour augmenter la qualité du mélange global de ferraille en raison de l'absence d'éléments nuisibles.

Le DRI a une densité et une forme uniformes et peut être chargé automatiquement en continu. Le DRI permet d'utiliser des qualités de ferraille moins chères et de faible qualité. Le DRI peut être nécessaire en raison d'un manque de ferraille dans la région ou d'un coût extrêmement élevé de la ferraille. Le DRI peut être utilisé pour permettre à l'aciérie de fonctionner à un coût global des matières premières le plus inférieur. La DR est l'élimination de l'oxygène du minerai de fer à l'état solide (qui a pratiquement lieu en dessous de 1000 à 1100°C). Il englobe divers procédés basés sur différentes matières premières, réacteurs, et agents réducteurs. Le gaz naturel ou les charbons sont les principaux agents réducteurs utilisés dans le processus de réduction. Le produit final est le minerai de fer réduit également appelé fer-éponge (DRI). Ce matériau hautement poreux a un degré de métallisation compris entre 85 et 95% avec une teneur en carbone comprise entre 0,5 et 4% en fonction de la voie employée et des paramètres de traitement. Le DRI est ensuite converti en acier dans l'EAF. Les usines DRI se développent dans le monde entier grâce à la petite taille des usines avec de faibles besoins d'investissement en capital. Cependant, les usines à petite échelle représentent la

limite de la technologie pour les usines de grande capacité. La Figure 28 illustre la capacité de production maximale par module de procédé de réduction du minerai de fer actuellement disponible [4].

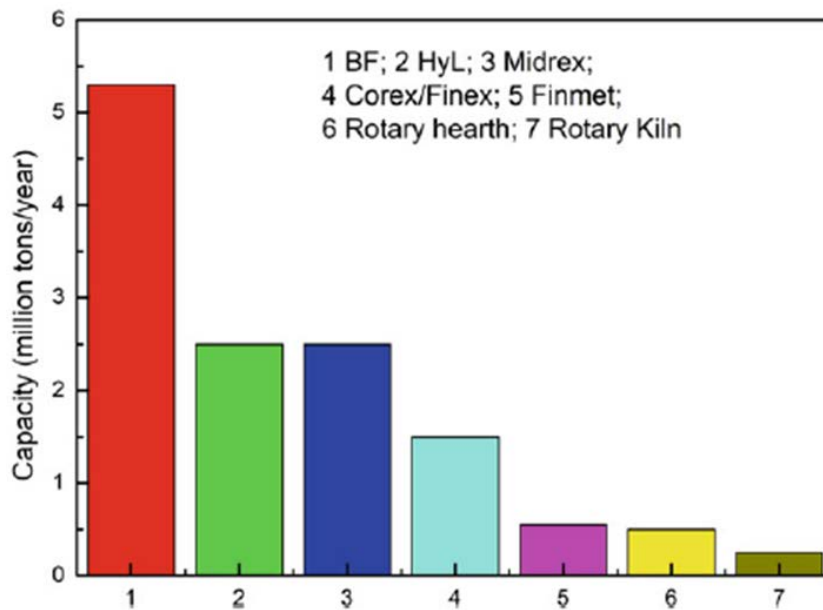


Figure 28 : Capacités de production des procédés de réduction
Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

Les combustibles employés sont le gaz naturel et/ou le charbon. La consommation énergétique est de l'ordre de 10,4 GJ/t-DRI soit l'équivalent de 300 m³/t-DRI de gaz naturel. Les émissions de CO₂ sont quantifiées dans la fourchette 0,77-0,92 t-CO₂/t-acier. En fonction des réacteurs réducteurs employés, les systèmes sont de quatre types principaux : Fours à cuve (SF) ; Fours tournants (RK) ; Fours à sole tournante (RHF) ; Réacteurs à lit fluidisé (FBR).

Les plantes les plus utilisées sont à base de SF (MIDREX[®], Hyl-ENERGIRON) ; dans lequel aucun matériau de fusion et de scorie ne serait séparé dans l'EAF. Cela conduit à une augmentation marquée de la consommation d'énergie au sein de l'AEP par rapport à l'itinéraire de la ferraille. Figure 29 présente les différents types de DRI produit [4].



Figure 29 : Différents types de DRI (directement de MIDREX)
Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

La figure 30 montre la relation entre le minerai de fer et les réducteurs dans divers procédés de fabrication du fer (l'échelle de production est de Mt/an) [4].

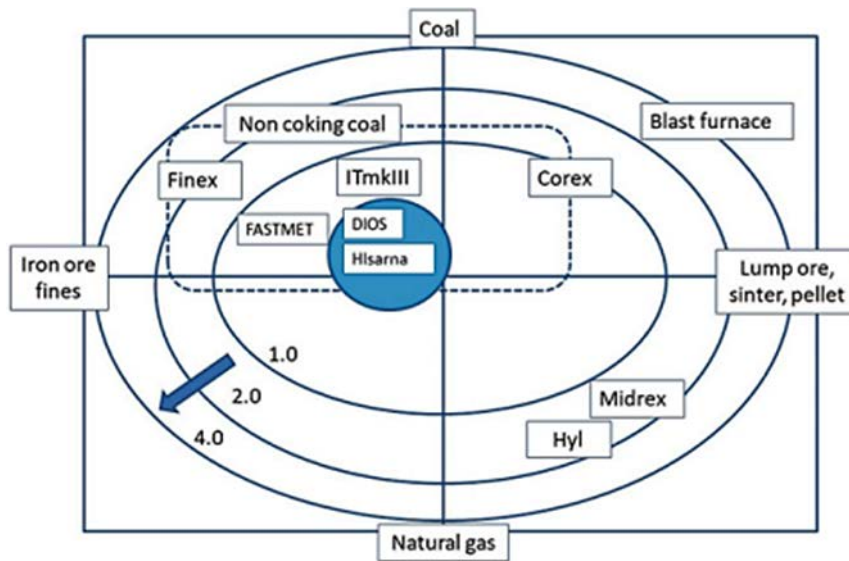


Figure 30 : Relation entre les ressources en fer et les réducteurs dans divers procédés de fabrication du fer

Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

La figure précédente illustre l'échelle de capacité de production par des cercles concentriques. Les agglomérats tels que l'aggloméré sur grille et les boulettes, et le minerai calibré en tant que ressources en fer constituent la principale matière première du BF. Le principal réducteur est le charbon. L'échelle de production annuelle d'un BF atteint 4 Mt. Les procédés DR par le gaz naturel, tels que MIDREX® et HYL-ENERGIRON, qui sont situés dans la zone inférieure droite, sont largement adoptés dans le monde en raison de la disponibilité du gaz de schiste. D'autres procédés sont positionnés dans la région supérieure gauche, où les minerais fins et le charbon sont utilisés. Les procédés SR (HISARNA®, DIOS®, FINEX®) et RHF (Fastmet®, ITmk3®) sont des exemples de cette orientation dans la fabrication du fer. Bien que COREX® soit une sorte de procédé SR, il dépend des agglomérats. Ces procédés sont considérés comme prometteurs car l'utilisation directe de charbon non cokéifiable est possible; cependant leur capacité de production est inférieure à celle de la BF. Le Tableau 19 résume les conditions de traitement des principales usines de DRI. Les procédés DRI peuvent réduire les émissions de CO₂ en utilisant du gaz naturel au lieu du charbon en raison du remplacement du CO par le H₂ du méthane. Cependant, cela n'est possible que dans les régions où l'approvisionnement en gaz naturel est bon marché et abondant. La substitution du charbon dans les boulettes de minerai de fer pourrait réduire les émissions de CO₂ des RK et RHF. Le charbon de bois permet aux réacteurs de fonctionner à une température plus basse et d'atteindre un débit plus élevé.

Tableau 19 : Comparaison des procédés de réduction directe
(Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes)

	MIDREX®	Hyl III	SL/RN	Fastmelt®	ITmk3®	Circofer®	FINMET®
Réacteur	SF	SF	RK	RHF	RHF	FBR	FBR
Aliment.	Morceau et/ou boulette	Morceau et/ou boulette	Morceau ou boulette	Boulette	Boulette	Fine	Fine
Temp. de réduction (°C)	750-1000	930-1050	1050- 1100	1250-1350	1360	850 (BFB) + 950 (CFB)	450-800
Durée de réduction (min)	> 360		600	6-12	10	45-230 (BFB) + 20-30 (CFB)	
Con. gaz naturelle (GJ/t- DRI)	9.6	9.4-10	-	-	-	-	12.4
Produit	DRI/HBI	DRI/HBI	DRI/HBI	DRI/HBI hot metal	pépité de fer	DRI/HBI	HBI
Compo. (%)	TFe 90-94 MFe 83-90 C 1-2.5 S .001-.003 P .005-.09 Gangue 2.8-6	TFe 87-93 MFe 80-88 C 1.5-5.5	TFe 94.7 MFe 88 C .1 S .025 Gangue 3.3	TFe 96-98 C 2-4 S < .05 P < .05	MFe 96-97 C 2.5-3 S .05-.07 P .051 Gangue free	TFe 93.2 MFe 86.7 C 1.6 S .035 Gangue 3.3	TFe 91-94 MFe 84-86 C 1-2 S < .03 P < .09 Gangue < 3
Electricité généré (kWh)	-	-	400-609	100-313	234	-	-
Consom. d'énergie (GJ/t- DRI)	10.4	9.4-11.2	14.9	14.5-20	16.1-18.9	11.7	14

Une classification des procédés DR basée sur les ressources en minerai de fer ainsi que les technologies de réduction de la production de gaz et de réduction du minerai de fer en DRI/HBI est présentée à la figure 31. 75% de la production totale de DRI et HBI sont produits par les procédés DR basés sur le gaz naturel comme ressource énergétique, qui doit être converti par la technologie de reformage du gaz en gaz réducteurs (CO et H₂) pour la réduction de l'oxyde de fer en fer métallique [4]. MIDREX® et HYL-ENERGIRON sont les procédés avec les plus grandes capacités installées dans le monde. Les deux technologies sont basées sur des boulettes et du minerai en morceaux comme matière première d'alimentation du minerai de fer. La technologie utilisée pour l'étape de réduction est donc la technique SF. Les procédés à base du gaz naturel, FINMET®, CIRCORED® et le carbure de fer peuvent utiliser directement le minerai fin par la technologie du lit fluidisé pour l'étape de réduction. Les processus DR à base du charbon avec RHF et RK peuvent utiliser directement le charbon pour la production DRI/HBI. Si la technologie du four à cuve ou du lit fluidisé est appliquée pour l'étape de réduction, le charbon doit être converti en gaz réducteur dans une étape supplémentaire de gazéification du charbon. Par rapport au BF, le DRI nécessite des minerais de

meilleure qualité contenant plus de 65% Fe. La consommation d'énergie est fortement influencée par les propriétés physiques, chimiques, et métallurgiques des minerais de fer décolorés. Étant une réduction à l'état solide, la gangue a une concentration élevée; de plus, le DRI est riche en cendres et en soufre, ce qui influence les opérations futures de l'EAF. Dans les usines de SF, le gaz naturel doit être prétraité afin d'éliminer le soufre. Les émissions de CO₂ sont évidemment régies par la qualité des minerais de fer en raison du charbon ou du gaz naturel nécessaire à employer pour les réactions de réduction [4].

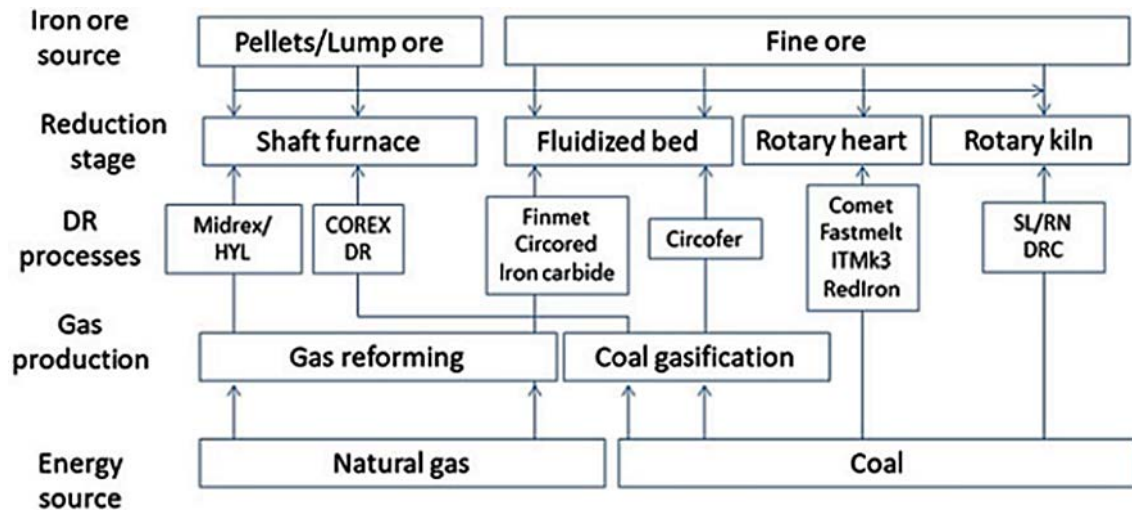


Figure 31 : Classification des procédés de réduction directe
Source: P. Cavaliere, Clean Ironmaking and steelmaking processes

Au début des années 1980, il a été décidé de trouver une solution au minerai de fer de Gara Djebilet par la voie pyrométallurgiques. Les principaux secteurs de production d'acier étaient les suivants :

- Agglomération – BF/BOF ;
- Réduction directe (DR) – four à arcs électrique (EAF).

Des études comparatives ont été menées par SIDER sur le choix des voies à adopter :

Bien que la filière agglomération – BF/BOF, largement utilisée et maîtrisée, elle n'a pas été retenue comme filière de production en raison de la grande quantité de charbon à coke nécessaire à la production d'une tonne de fonte (1 tonne de charbon pour une tonne de fonte). De plus, le coke n'est pas disponible en Algérie ; il faudrait l'importer ailleurs. Le secteur bouletage-DR-EAF a été retenu comme option de développement bien qu'il ne soit pas totalement maîtrisé pour les minerais riche en phosphore, mais ce secteur a l'avantage d'utiliser le gaz naturel, qui est sorti en abondance en Algérie [11].

En décembre 1985, environ 400 tonnes de minerai de fer de Gara Djebilet ont été envoyées à HYLSA au Mexique pour des tests DR utilisant le procédé HYL et la fusion EAF. Des essais DR ont été réalisés sur du minerai brut sous forme de morceaux. Ces tests ont eu lieu dans une usine pilote d'une capacité de 24 tonnes par jour, avec un

cycle de réduction de 300 kg toutes les 20 minutes. Cette installation est similaire aux installations industrielles HYL. Les essais de fusion ont été effectués dans un EAF d'une capacité nominale de 500 kg et fonctionnant avec des électrodes de 10, 20 cm de diamètre avec une puissance de 750 kVA et une tension de ligne de 13200 V. L'alimentation de prairie réduite va de 2 à 35 kg/min. Les tests ont été réalisés selon plusieurs modes opératoires en appliquant différents indices de basicité; différentes méthodes d'injection de chaux et d'oxygène. En général, le minerai est décrit comme de type oolithique et consiste en une couche de minerai magnétique entre des couches non magnétiques. Les essais de réduction ont permis de conclure que le minerai de Gara Djebilet est apte à la réduction directe selon le procédé HYL. Le taux de métallisation obtenu peut être supérieur à 93 %. Le fer total peut être supérieur à 78%. Des tests de fusion ont montré qu'il est possible d'obtenir de l'acier en faisant fondre le fer-éponge dans un EAF ; la teneur en phosphore obtenue est inférieure à 0,04% et répond aux normes de conformité de l'acier [11].

En 1988, près de 30 tonnes de fer-éponge produites dans les usines pilotes de HYLSA à Monterrey (Mexique) ont été envoyées au bureau d'étude du traitement des minerais en Allemagne. Des essais de fusion de cette fer-éponge dans un four électrique à résistance aux scories (four à arc submergé ou four ESW) ont été réalisés. Les tests à l'échelle du laboratoire ont été réalisés dans un four de 70 kWh. Les essais pilotes ont été réalisés dans un four de 300 kWh. Dans le four de 70 kW, il a été constaté qu'il y a une grande influence de la teneur en FeO sur le taux de dephosphorisation. Pour obtenir un niveau de 0,03% P dans l'acier, un minimum de 14% en poids de FeO et une basicité CaO/SiO₂ de plus de 2,2 sont nécessaires. Une augmentation supplémentaire de la teneur en FeO et de la basicité à 2,8 entraîne une diminution de la teneur en phosphore de l'acier à moins de 0,01%. La consommation d'énergie était d'environ 3200 kW/t-acier. Les résultats obtenus dans le four de 300 kW ont confirmé les valeurs enregistrées lors des essais préliminaires (70 kW). La consommation d'électricité était de 1800 kW/t-acier. La consommation d'électrodes était de 41 kg/t. Dans le domaine industriel, les résultats probables du procédé seraient :

- Analyse de l'acier : 0,1-0,2% C, 0,05-0,1% Si, 0,02% Mn, 0,02 % S, 0,03% P;
- Analyse des scories : 15% FeO, 1% MnO, 17% SiO₂, 11% Al₂O₃, 41% CaO.

La quantité des scories seraient d'environ 600 kg/t-acier. Ce procédé, dont le mode opératoire est relativement simple, peut présenter un intérêt économique malgré la forte consommation d'énergie électrique [11].

3.2.5.1 Procédures à l'échelle du laboratoire dans la production de DRI

La réduction des oxydes de fer en fer métallique est bien documentée depuis de nombreuses décennies. Ce procédé est plus efficace s'il est utilisé dans l'enrichissement de minerais de fer fins qui ne conviennent pas aux opérations de traitement conventionnelles susmentionnées. Il implique la conversion de minéraux de fer non magnétiques en une forme magnétique ou en fer métallique en réduisant le minerai à

une haute température. La magnétite artificielle ou les espèces de fer métalliques résultantes sont ensuite séparées de la gangue par la séparation magnétique. Dans la plupart des systèmes de réduction magnétisante, le minerai est réduit à une température spécifique puis trempé dans l'eau avant la séparation magnétique. Le refroidissement du produit chauffé permet de récupérer la chaleur sensible qui est utilisée pour préchauffer ou sécher le minerai, réduisant ainsi les besoins calorifiques globaux du procédé [1].

3.2.5.1.1 Grillage magnétisant

Un grillage magnétisant à 600°C d'échantillons de fer de Gara Djebilet a été réalisée par l'IRSID en 1961. Le produit grillé a été séparé au travers un tube magnétique de Davis (DT) et les résultats sont présentés dans le Tableau 20 [11].

En 1964, l'IRSID a réalisé un essai de grillage magnétisant sur des échantillons de minerai de fer de Gara Djebilet concassés et broyés à une finesse de -1 mm. Les produits de broyage ont été tamisés à +0-100 µm, +100-400 µm, et +400 µm. Toutes les fractions ont été grillées à 650°C et refroidies à une température ambiante. Ensuite, ils ont été soumis à une séparation magnétique humide à basse intensité (WLIMS) via un DT après avoir été broyés à 80% à moins de 50 µm. La teneur en fer des concentrés variait de 62,5% à 63,5%. Cependant, la teneur de phosphore était supérieure à 0,4%. Dans les rejets, une augmentation spectaculaire de 20 à 40% a été observée dans le quartz. Alors qu'une augmentation de 13% à 15% a été observée dans l'alumine [11].

Tableau 20 : Test du grillage magnétisant du minerai de fer de Gara Djebilet réalisé par l'IRSID

	Ech. 1 (%Fe)	Rendement (%)	Ech. 2 (%Fe)	Rendement (%)
Tout venant	57,00	100,0	56,00	100,0
minerai grillé	61,35	92,50	60,35	92,50
minerai concassé et grillé (concentré)	63,35	88,50	61,95	84,80
minerai concassé et grillé (rejets)	33,80	4,00	39,60	7,70
minerai concassé et non grillé (concentré)	64,10	38,30	-	-
minerai concassé et non grillé (rejets)	52,30	61,70	-	-

YU et al., [30] ont étudié le grillage magnétisant à l'aide de gaz CO, suivi d'une séparation magnétique sur un minerais de fer oolithiques de la province occidentale du Hubei en Chine. La charge a été broyée à -0,2 mm et grillée à une température comprise entre 800 et 900°C. Le minerai grillé a été broyé à 90% en passant 74 µm avant la séparation magnétique. Les minerais hématiques donnent des concentrés magnétiques contenant plus de 60% Fe à des taux de récupération majoritairement supérieurs à 93%. Les minerais de limonite ou de sidérite donnent des teneurs en Fe et des récupérations légèrement inférieures. Les minerais broyés à des tailles plus grossières (-0,4 mm) donnent des teneurs et des récupérations plus faibles.

UWADIALE et al., [31] ont étudié les effets de la température et de la finesse du minerai de fer d'Agbaja et du charbon d'Okaba sur la réduction suivie d'une séparation magnétique à l'aide d'un DT. A 600°C, un produit magnétique titrant 60% Fe a été acquis avec une récupération de fer de 87,3%.

Le grillage magnétisant du minerai de fer oolithique d'Agbaja a été rapporté par Uwadiale [32]. La goethite oolithique s'est transformée en hématite à des températures modérées, puis l'hématite a réagi avec le CO (provenant du charbon ajouté) pour former de la magnétite ou de la γ -hématite. La température optimale pour la conversion de la goethite en magnétite était de 600°C. L'augmentation de la température à 800°C a entraîné la formation de wustite (FeO). Une augmentation supplémentaire de la température de grillage jusqu'à 1000°C a entraîné une augmentation progressive du dosage et de la récupération du Fe en raison de la transformation du FeO non magnétique en fer métallique magnétique à ces températures. Selon Uwadiale [35], après avoir grillé le minerai d'Agbaja pendant 1 h, les échantillons ont été trempés dans l'eau et concentrés à l'aide d'un DT.

3.2.5.1.2 Chauffage par micro-ondes

OMRAN et al., [33] ont rapporté que le traitement par micro-ondes d'un minerai de fer oolithique de la région orientale d'Assouan en Égypte a favorisé les propriétés magnétiques des minéraux faiblement magnétiques en les modifiant en phases magnétiques plus fortes. La récupération du fer est passée de 39,54% dans l'échantillon non traité à 97,95% dans l'échantillon traité en utilisant une intensité de champ magnétique de 1 T. Le traitement par micro-ondes du minerai à 900 W et 2,45 GHz pendant 90 s a fait passer la température de 22 à 684°C.

TANG et al., [34] ont examiné l'effet du traitement par micro-ondes avant le traitement du minerai de fer oolithique riche en phosphore pour l'élimination du P. Les résultats montrent que le traitement par micro-ondes pourrait modifier la microstructure des fines et a un effet important sur sa réduction gazeuse en réduisant la résistance interne du gaz, en augmentant la vitesse de réaction chimique et en retardant l'apparition du frittage. Les résultats des tests de réduction gazeuse utilisant un four tubulaire indiquent qu'un traitement par micro-ondes et une température de réduction élevée de 1273 K (1000°C) sont nécessaires pour décomposer totalement la texture oolithique plus dense. Le taux de métallisation des fines traitées à l'aide d'une puissance micro-ondes de 450 W a pu atteindre 90% sous 1273 K (1000°C) et pendant 2 heures.

YIN et al., [35] ont utilisé le chauffage par micro-ondes et la réduction avec du charbon pulvérisé avant la séparation magnétique pour diminuer la teneur en P du minerai d'hématite oolithique provenant de la région de Wushan en Chine. Les températures finales après irradiation aux micro-ondes étaient dans la gamme de 950 à 980°C. Le taux de déphosphoration le plus élevé atteint était de 32,5% avec une récupération du fer de 82,1%. Les auteurs ont suggéré que la réduction assistée par

micro-ondes pourrait être un processus de pré-réduction prometteur qui pourrait être suivi par la suite d'une fusion et d'un traitement de déphosphoration supplémentaire.

SONG et al., [36] ont exposé comment le traitement par micro-ondes d'un minerai de fer oolithique chinois a produit une grande quantité de fractures intergranulaires sous la fréquence et le potentiel appropriés. Après traitement aux micro-ondes, le minerai de fer oolithique a été broyé et a montré une amélioration de 20 à 30% de la libération d'hématite à partir des minéraux de la gangue du fait que l'hématite a répondu au chauffage par micro-ondes mais pas la gangue de quartz.

LEI et al., [37] ont utilisé des micro-ondes pour désoxyder le minerai d'hématite oolithique de Ningxiang en forme des boulettes mixées avec le coke avant la séparation magnétique du fer métallique produit à haute température (1000-1250°C). La réduction la plus élevée à 95,42% Fe s'est produite après maintien de la température à 1250°C pendant 10 min. Les boulettes métalliques ont été refroidies à température ambiante, broyées à -75 µm suivies d'une séparation magnétique à 0,04 T. Le produit magnétique contient 92,89% Fe à un taux de récupération de 85,28% et contenant 0,24% P à partir d'une valeur d'alimentation de 43,5% Fe et 0,85% P.

3.2.5.1.3 Réduction basée sur le gaz

Un essai de valorisation du minerai de fer oolithique de Gara Djebilet par le procédé SNS-KAISER a été réalisé par SIDER en 1986. Le minerai de fer traité (concassé et tamisé) et mélangé avec de la chaux est transformé en fer-éponge dans une four à cuve alimenté en continu et sous l'influence des gaz H₂ et CO à une température proche de 1000°C. Le gaz réducteur est obtenu par craquage du gaz naturel à la vapeur en présence d'un catalyseur selon la réaction : $\text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O} = 3\text{H}_2 + \text{CO}$. Le fer-éponge résultant alimente en continu un four à gaz. Ce four fonctionne comme un BF avec évacuation cyclique des scories et du métal. Le métal ainsi obtenu peut ensuite être traité dans un four à arcs électrique pour la fabrication de l'acier [11].

TANG et al., [38] ont proposé une nouvelle procédure de séparation à base du gaz suivi d'une séparation par fusion de pré-réduit pour éliminer le phosphore du minerai de fer contient 1,25% P et 50% de Fe. La réduction par les gaz a été réalisée à l'aide d'un réacteur à lit fixe. Un échantillon de minerai pesant 80 g avec une granulométrie moyenne de 2 mm a été réduit à l'aide de CO ou de H₂ à une température de 1073 K pendant 5 heures. 50 g de l'échantillon réduit avec 3% de CaO comme additif ont ensuite été soumis à une séparation par fusion dans un four électrique à une température de 1873 K sous atmosphère d'Ar. Les résultats de toutes les expériences de réduction par les gaz ont montré que les taux de métallisation du fer étaient d'environ 65% et que les composés de phosphore dans le minerai restaient inchangés. Les résultats des expériences de séparation par fusion ont montré que la teneur en P dans les échantillons de métal est de 0,33% (échantillon de métal du produit de réduction avec H₂) et de 0,27% (échantillon de métal du produit de réduction avec CO).

GAO et al., [39] ont utilisé un four rotatif à l'échelle du laboratoire pour réduire les minerais riches en phosphore de différentes tailles en réduisant le gaz à des températures inférieures au point de fusion (700 à 900°C). Pour les minerais de fer ultrafins riches en phosphore, le taux de métallisation peut atteindre 83,91 à 97,32%, mais seulement 33,24 à 40,22% pour des poudres de taille 0,13 à 0,15 mm. Les particules réduites ont conservé leurs tailles d'origine, sans la présence de phénomène de frittage. Par conséquent, deux types de produits ont été facilement obtenus par la séparation magnétique : le produit métallique avec 91,42% Fe et 0,19% P, et le produit de gangue avec 13,77 % en poids de Fe et 2,32 % en poids de P.

3.2.5.1.4 Réduction directe par le charbon

WEISSBERGER et al., [40] ont traité de fins concentrés d'oolite et les ont mélangés avec du coke et de la bentonite avant d'être agglomérer en boulettes vertes d'environ 10 mm puis de les placer dans des creusets. Une couche de réducteur (charbon fin ou coke) recouvrait les boulettes avant de les chauffer dans un four électrique et de les laisser refroidir à température ambiante à l'intérieur du four. Les boulettes réduites ont été broyées et pulvérisées, suivies d'autres étapes de DLIMS. Le mélange de charbon et de minerai dans les boulettes a donné des résultats inférieurs par rapport au cas où les boulettes et les réducteurs étaient séparés, suggérant que le réducteur actif était le CO. L'efficacité de la récupération du fer du minerai de Ramim par DR repose sur la ségrégation et la croissance des noyaux métalliques. La ségrégation du fer métallique produit avec divers charbons à 1275°C a permis une séparation magnétique efficace et donc des produits de fer de haute qualité, avec des teneurs et des récupérations atteignant plus de 90%.

WEISSBERGER et al., [41] ont utilisé un liant de bentonite et du charbon anthracite comme réducteur pour réduire les boulettes provenant des oolites de Ramim à différentes températures. Deux mécanismes de ségrégation ont été identifiés : au-dessous de 1050°C, grossissement des particules et au-dessus de 1050°C, provoquant la formation d'un fer liquide riche en phosphore. Les granulés réduits à 1100°C ont été broyés à plus de 44 µm et la séparation magnétique humide à basse intensité a donné un concentré contenant 88% Fe à un taux de récupération de 90%.

JIE et al., [42] ont constaté que le traitement d'un minerai de fer oolithique de la province du Hubei en Chine par des procédés gravimétrique, magnétiques, ou de flottation diminuait la teneur en phosphore, mais pas de manière appropriée pour la fabrication de l'acier. Le grillage du minerai avec du charbon suivi d'un concassage, d'un broyage, d'une séparation magnétique, et d'une flottation inversée a donné un résultat acceptable avec un dosage de 62% Fe, un taux de récupération de 70%, et un dosage de 0,2% P. Les conditions optimales pour la grillage étaient un temps de réduction de 45 minutes, une température de 700°C et un rapport minerai/charbon de 20:1 en poids.

HUANG et al., [43] ont étudié la RD sur des minerais de fer oolithiques riches en phosphore de Chine en utilisant des gaz de pyrolyse de la biomasse pour métalliser le fer suivi par une séparation magnétique humide à basse intensité. Les paramètres de réduction optimaux étaient de 1100°C de température de grillage, un rapport minerai de fer/biomasse de 1/0,6 et 55 min de temps de réduction. L'utilisation de 15% Na_2CO_3 a été utile au processus de réduction. Une séparation magnétique ultérieure à une intensité de champ de 0,075 T de -10 m de matériau grillé et broyé a donné un produit avec 0,28% de P (initialement 0,99%) et 89% de Fe à une récupération de fer de 83%.

HAN et al., [44] ont utilisé du charbon pulvérisé comme réducteur pour griller un minerai de fer oolithique riche en phosphore à des températures comprises entre 1000 et 1280°C. Le fer métallique généré a été récupéré par WLIMS à une intensité du champ de 0,2 T. La récupération optimale du fer était de 95,1% à un taux de dephosphorisation de 94,0% qui s'est produit avec l'ajout de 8% de CaO et de 3% de Na_2CO_3 à une température de 1250°C.

XU et al., [45] ont utilisé du lignite et plusieurs réactifs de dephosphorisation contenant des sels de sodium pour diminuer le dosage de P d'un minerai d'hématite riche en phosphore de la province du Hubei occidental en Chine. Le minerai brut contenait 0,83% P et 43,65% Fe. Le mélange a été broyé à 100% à moins de 2 mm, grillé à 1000°C pendant 60 min suivi de deux étapes subséquentes de broyage par voie humide et de séparation magnétique. Dans la première étape, le minerai grillé a été broyé à 67,05% passant 74 μm et dans la deuxième étape, il a été rebroyé à 97,15% passant 25 μm . L'intensité du champ magnétique était de 0,11 T. Le matériau magnétique titrait 90,23% Fe et 0,06% P à une récupération de fer de 87%.

ZIMMELS et al., [46] ont affirmé qu'un espacement plus petit des couches concentrique et une porosité plus élevée améliorent l'aptitude des oolites à la DR ainsi que la croissance de la phase métallique.

ZHAO et al., [47] ont étudié le processus de croissance des trichites de fer et le mécanisme de l'influence de CaO sur la morphologie de précipitation du fer métallique aux interfaces gaz-solide lors de la réduction des oxydes de fer sous atmosphère de CO.

LI et al., [48] ont étudié le DR du minerai de fer oolithique de la province chinoise de Xuanhua avec 30% de charbon anthracite à 1200°C pendant 60 min suivi d'un broyage humide du produit grillé à 96% moins de 45 μm et finalement concentré à une intensité de champ magnétique de 0,14 T. Cela a donné un matériau magnétique titrant 92,53% de Fe à une récupération de fer de 90,78%.

SUN et al., [49, 50] ont extrait le fer d'un minerai de fer oolithique de Chine par une réduction direct par le charbon (CBDR) à 1250°C en utilisant 10% de CaO. Après broyage à 80% passant 74 μm , et séparation magnétique à 0,09 T, un concentré titrant 89,63% de Fe à une récupération de fer de 96,21% a été acquis.

YU et al., [51, 52] ont étudié l'effet des types de charbon et de la taille des particules de minerai d'hématite oolithique sur la résistance et la réduction des briquettes composites minerai-charbon.

BASUMALLICK [53] a étudié l'influence du CaO et du Na₂CO₃ comme additif sur la réduction des boulettes mixtes d'hématite-lignite réduites à 900, 950 et 1000°C sous débit constant d'azote gazeux. Il a été constaté que sous l'atmosphère de N₂, la quantité de charbon, la température de réduction, et la quantité de Na₂CO₃ influencent considérablement le degré de réduction.

YU et al., [54] ont étudié l'effet de l'ajout d'hydroxyde de calcium et/ou de carbonate de sodium au mélange de réduction pour réduire la teneur en P d'un minerai de fer oolithique à haute teneur en phosphore (0,83% P) de Chine. Le grillage a été effectuée à 1200°C en utilisant du charbon comme réducteur. La séparation magnétique subséquente en deux étapes à 0,11 T a donné un produit titrant 93,28% de Fe et 0,07% de P à une récupération de fer de 92,3%.

RAO et al., [55] ont étudié le comportement de distribution du P au cours de la réduction carbothermique d'un minerai d'hématite oolithique riche en phosphore en l'absence ou en présence de Na₂SO₄. La teneur en P de la phase de fer métallique dans la boulette a diminué de manière significative. Avec le dosage de Na₂SO₄ variant de 0% à 20%, la teneur massique moyenne en phosphore dans les grains de fer métallique a diminué de 0,877% à 0,02%. La matière grillée est ensuite récupérée par séparation magnétique.

LI et al., [56] ont considéré les effets de l'ajout de sulfate de sodium et de borax lors du CBDR d'un minerai d'hématite oolithique de la province chinoise du Hunan titrant 48,96% de Fe et 1,61% de P. Le minerai a été broyé à 65% à moins de 74 µm, mélangé avec les sels de sodium, mises en boulettes de 12-16 mm de diamètre, réduits au charbon à 1050°C, broyés à 97% passant 74 µm et un matériau magnétique récupéré à l'aide d'une séparation magnétique à 0,1 T. Dans des conditions optimales, un concentré magnétique contenant 92,7% Fe et 0,09% P à une récupération de fer de 92,5% ont été acquis lorsque le mélange contenait 7,5% de Na₂SO₄ et 1,5% borax.

ZHU et al., [57] ont utilisé la réduction de briquettes fabriquées à partir de minerai d'hématite oolithique titrant 41,5% Fe, de charbon, et de Na₂SO₄ à 1350°C. Les briquettes réduites ont été broyées à 95,74% passant à 74 µm et séparées magnétiquement à 0,1 T à travers un DT. Cela a donné une fine poudre de fer métallique pré-réduit contenant 91,12% de Fe et 0,25% de P avec une récupération globale de fer de 90,08%, qui pourrait être utilisée comme charge pour la fabrication de l'acier.

YU et al., [58] ont discuté de l'efficacité du Na₂SO₄ pour le grillage du minerai d'hématite oolithique riche en phosphore. Il a rapporté que FeS était généré et intimement mélangé avec du fer métallique dans la briquette réduite.

Matériels et Méthodes

1 Introduction

La réduction directe (DR) avant la fusion au Four à arcs électrique (EAF) est une procédure alternative à la route standard BF-BOF [59]. Il s'est avéré satisfaisant pour la récupération du fer à partir de minerais de fer difficiles à traiter en les convertissant sous forme de fines, boulettes, aggloméré par frittage ou sur grille, et grumeleux en DRI à l'aide de matériaux carbonneux comme le graphite, le coke, le charbon, le charbon de bois, la biomasse, et le plastique comme réducteurs à des températures de réduction inférieures au point de fusion du fer lui-même [60]. Tout au long de cette étude, le minerai de fer oolithique riche en phosphore du gisement de Gara Djebilet a subi le processus de CBDR suivi de WLIMS. Au départ, les caractérisations minéralogiques, chimiques, et morphologiques du minerai brut ont été étudiées ; les études ont été réalisées en utilisant la microscopie optique, la microscopie par cathodoluminescence, la diffraction des rayons X (DRX), et la fluorescence des rayons X (FRX). L'objectif était de soutenir la sélection du procédé d'enrichissement susmentionné pour récupérer le fer métallique et éliminer le phosphore.

2 Matériels

Les échantillons de roche ferreuse oolithique à haute teneur en phosphore ont été collectés au niveau du site de Gara Djebilet dans la région de Tindouf en Algérie. Du charbon bitumineux provenant de la région de Béchar en Algérie a été utilisé comme réducteur pour les besoins des différents tests. La poudre d'oxyde de calcium (CaO), utilisée comme fondant, et l'additif de sulfate de sodium (Na_2SO_4) étaient de qualité réactive analytique (AR) et leur granulométrie est inférieure à $74 \mu\text{m}$.

2.1 Échantillons de minerai de fer oolithique

Les échantillons de minerai de fer oolithique prélevés sur le site de Gara Djebilet sont conservés au Laboratoire de Recherche Génie Minier de l'Ecole Nationale Polytechnique ; ils sont regroupés par lots selon le site d'où ils ont été prélevés. Les mesures dimensionnelles directes de taille des échantillons (sous forme des roches de taille moyenne) sont effectuées par des méthodes apparentées réservées aux fragments macroscopiques à l'aide d'un pied à coulisse en termes de d_{max} et/ou de d_{min} comme indiqué en Figure 32.

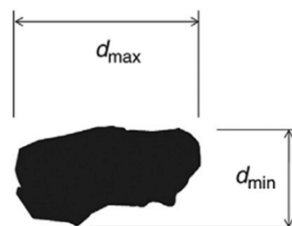


Figure 32 : Caractérisation de la taille de l'échantillon

La taille des échantillons varie entre 50 mm et 160 mm (Figure 33). La surface des échantillons étant contaminée, il est donc nécessaire d'éliminer ces surfaces. La meilleure méthode consiste à casser l'échantillon en cubes de quelques centimètres cubes (cm^3) avec un marteau. Les seules contaminations sont dues aux quelques impacts du marteau qui sont ponctuels et négligeables. On choisit alors parmi les morceaux obtenus ceux du cœur de l'échantillon, les cassures fraîches ayant un aspect le plus souvent différent des surfaces de l'échantillon initial. Les échantillons sélectionnés ont ensuite été concassés et broyés à 80% passant $74 \mu\text{m}$ à l'aide d'un broyeur planétaire (Retsch PM100) et soumis à des analyses minéralogiques et chimiques. La composition minéralogique des échantillons représentatifs prélevés sur chacun des gisements de Garas est réalisée par la diffraction des rayons X (DRX), à l'aide d'un diffractomètre à rayons X de haute résolution PANalytical X'Pert Pro avec une radiation $\text{Cu K}\alpha$ (45 kv, 40 mA) à un angle de diffraction de balayage de $1,2^\circ \cdot \text{min}^{-1}$ et un pas de $0,02^\circ$ (2θ) de 5° à 120° (2θ). Les diffractogrammes des poudres des échantillons sélectionnés sont présentés dans la Figure 34. La composition chimique des échantillons ainsi que celle homogénéisée est répertoriée dans le Tableau 21.



Figure 33 : Echantillon de minerai de fer oolithique de Gara Djebilet
Source : Laboratoire de recherche Génie Minier (ENP)

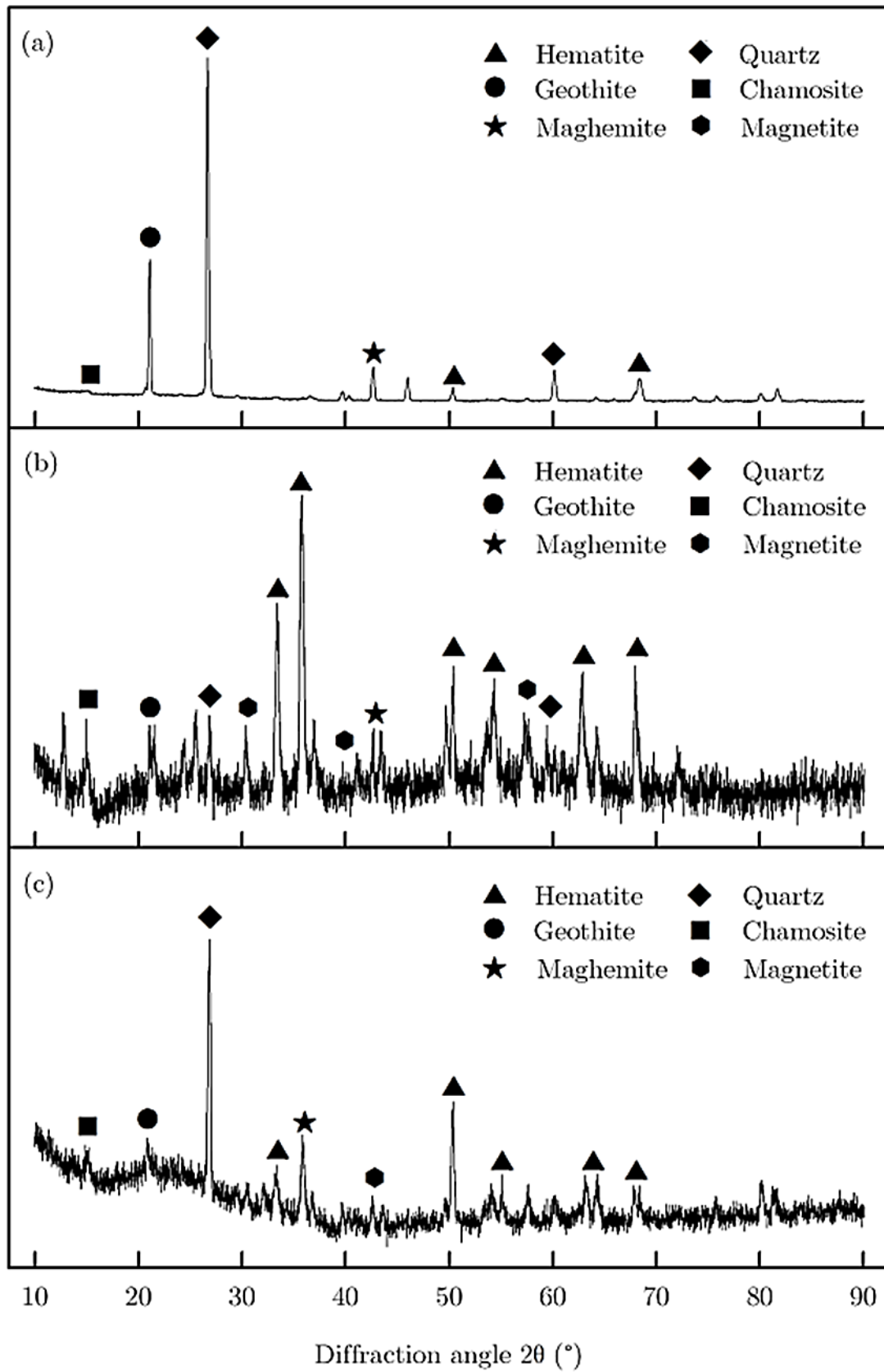


Figure 34 : Diffractogramme d'échantillons de fer provenant de Gara East (a), Gara Centre (b) et Gara Ouest (c)

Les résultats indiquent que la teneur totale en fer TFe atteint 53,20% et existe sous forme d'hématite, de magnétite, de goethite, et de maghémite. Cependant, le dosage du phosphore s'élève à 0,80% et s'est produit sous forme de fluorapatite. Le SiO₂ existe sous forme de quartz et l'Al₂O₃ se distribue dans la chamosite.

Tableau 21 : Composition chimique de l'échantillon de minerai de fer brut (%)

	TFe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	FeO	MnO	MgO	CaO	TiO ₂	P ₂ O ₅	LOI
Gara Ouest	57.3	5.7	3.9	65.8	14.5	0.3	0.1	1.5	0.1	1.9	6.1
Gara Centre	58.5	4.7	4.5	60.1	21.2	0.2	0.3	1.4	0.1	1.8	5.7
Gara Est	47.7	12.3	6.1	62.2	5.4	0.2	0.5	2.7	0.1	1.8	8.5
Echantillon homogénéisé	53.2	7.2	5.9	63.1	11.5	0.2	0.3	2.3	0.1	1.8	7.6

La figure 35 présente des photomicrographies du minerai brut observées en microscopie optique (Nikon Eclipse LV100POL, Japon) et en microscopie cathodoluminescence (CITEL MK5-2 CLM, Royaume-Uni). Il est clair que la texture oolithique unique est générée par des ooides de forme ovale (c'est-à-dire allant de sphères à des corps elliptiques de 150 µm à 800 µm). Les faciès non détritiques (FOND) des minerais magnétiques (Figure 35a) et non magnétiques (Figure 35b) correspondent à des ooides dispersés dans une matrice pauvre en quartz. Dans la figure 35a, les ooides sont intégrés ensemble dans un cortex d'ooides ; le premier ooide, composé d'un noyau de magnétite (gris rose) et de sidérite (gris foncé) finement disséminés, est entouré d'une couche externe de maghémite (gris opale clair); le second ooide est un cortex alterné de magnétite et de maghémite entourant un noyau chamositique (gris foncé). La matrice est principalement chamositique et goethitique (fibres gris verdâtre) avec des plaques de sidérite. La figure 35b montre des ooides générés d'une alternance de couches ferrifères et de de gangue répartis concentriquement autour d'un noyau hématitique (couches gris bleu clair). Dans le faciès cimenté (FOC) des minerais non magnétiques (Figure 35c), les spastoliths et les ooides à noyau chamositique et à couches alternées chamositique-hématitique sont liés ensemble par une matrice hématitique (gris clair) et une structure de remplissage des pores chamositique bien développés avec de la sidérite. L'apatite se présente sous forme de cristaux prismatiques et sous forme d'une structure intercalée avec l'hématite, à la fois dans les ooids et dans la matrice. L'apatite de la matrice présente une luminescence vert clair, tandis que l'apatite détritique dans les grains et les couches d'oolite présente une émission vert jaunâtre (figure 35d). La pyrite (crème clair) et la chalcoppyrite (jaune) sont très rares et se trouvent dans les déjections du minerai (figure 35e). Les grains détritiques de quartz ne sont présents que dans le faciès détritique (FOD) et se développent sous forme de grains allotriomorphe de différentes tailles (figure 35f), les ooides goethitique sont dispersés dans la matrice riche en quartz du minerai non magnétique.

Les principales caractéristiques physiques et mécaniques des échantillons de minerai brut sont présentées dans le Tableau 22.

Tableau 22 : Caractéristiques physiques et mécaniques du minerai brut

Humidité (%)	Densité	Porosité (%)	L'indice de Bond (kWh/t)
0,004	3,250	21,5	11,3

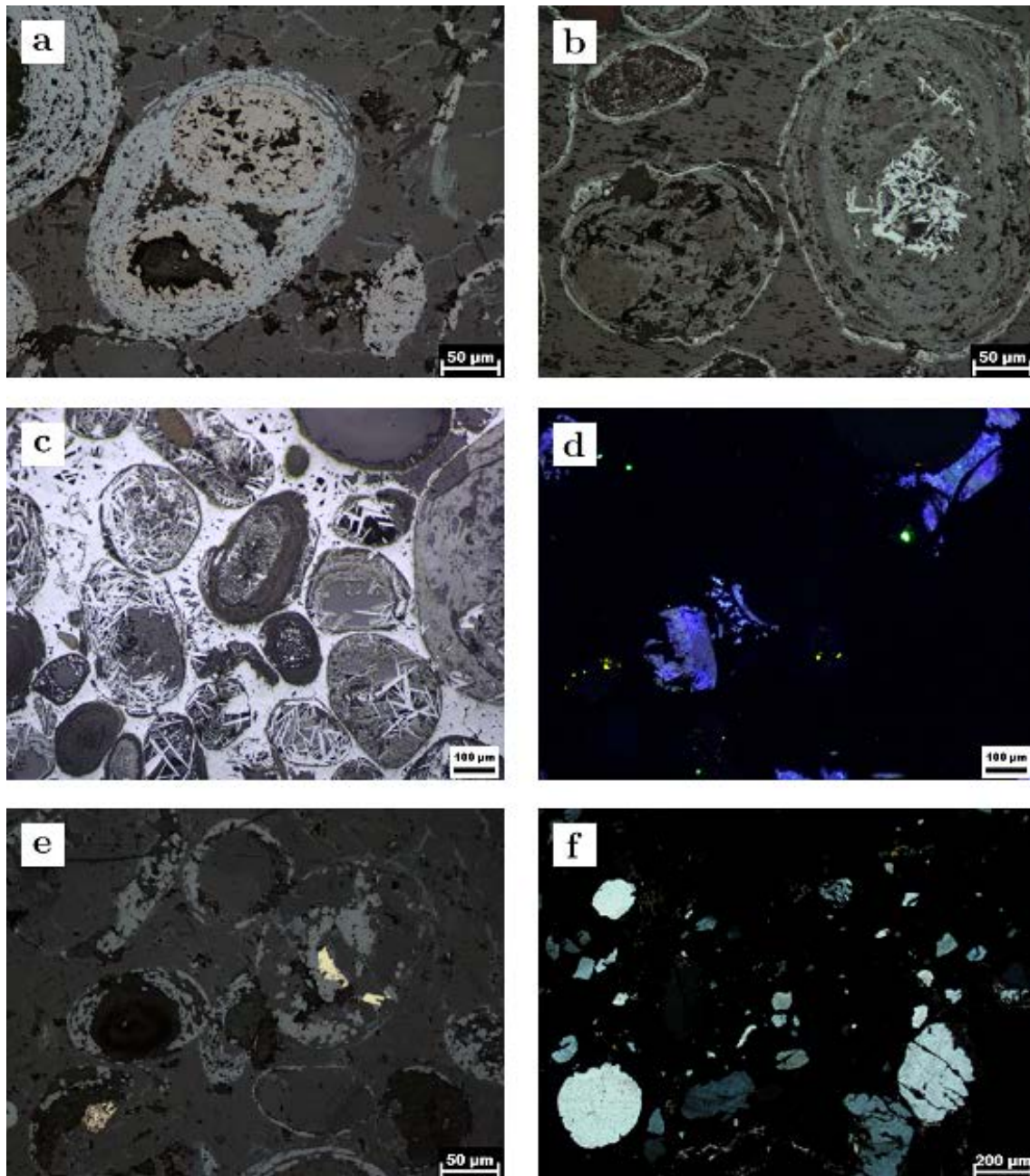


Figure 35 : Photomicrographies d'échantillons de minerai de fer oolithique

2.2 Échantillons de charbon

Les échantillons de charbon bitumineux (Figure 36) font partie de la formation de charbon paralyse au sein des sédiments Permocarbone du bassin de Béchar-Abadla (sud-ouest d'Alger), sur la marge nord de la Plate-forme Saharienne (Figure 37a). La sédimentation est fluvio-lacustre et contient une macroflore d'âge Westphalien C et D (Figure 37b) [61]. Les composants du charbon ont été analysés sur une base séchée à l'air et les résultats d'analyse approximatifs sont répertoriés dans le Tableau 23.

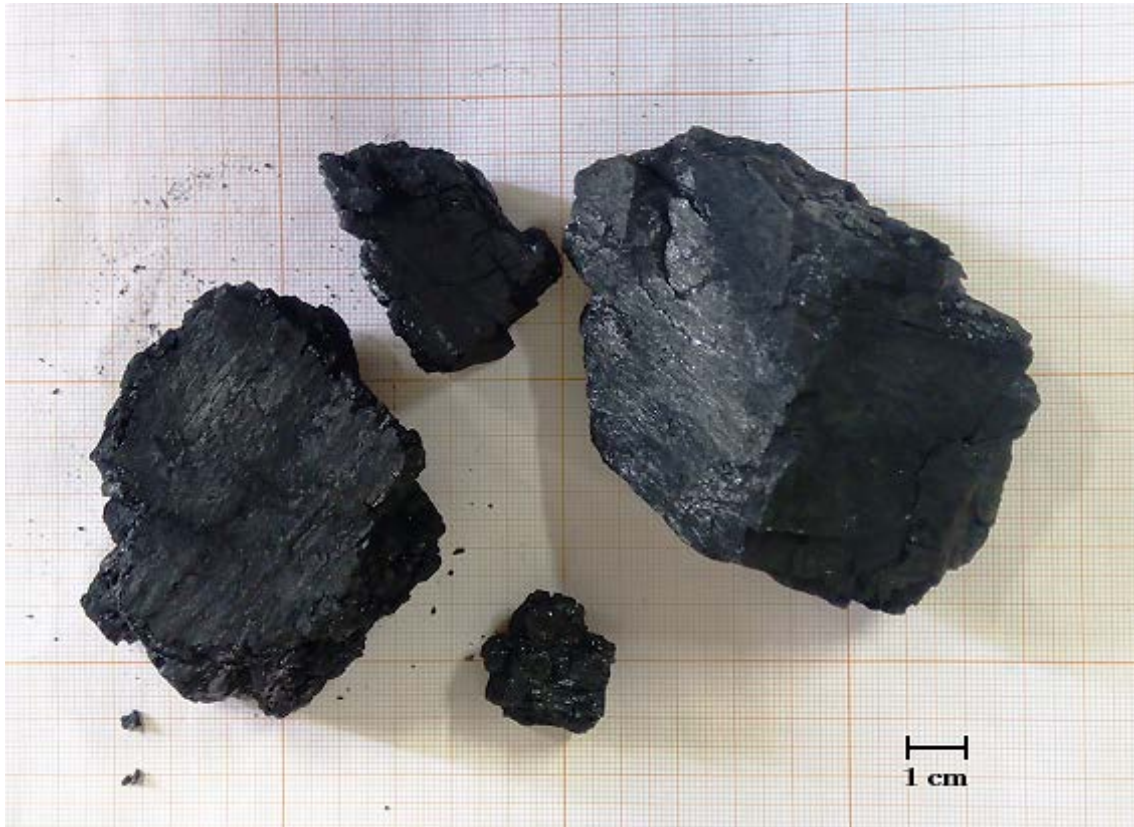


Figure 36 : Échantillon de charbon bitumineux
Source : Laboratoire de recherche Génie Minier (ENP)

Tableau 23 : Résultats d'analyses approximatifs du charbon (%)

TC	FC _d	V _d	A _d	M _{ad}	S
69.06	49.54	45.28	6.18	14.95	0.66

Remarque : TC—carbone total ; FC_d—carbone fixe; V_d—matière volatile ; A_d—cendre; M_{ad}—humidité

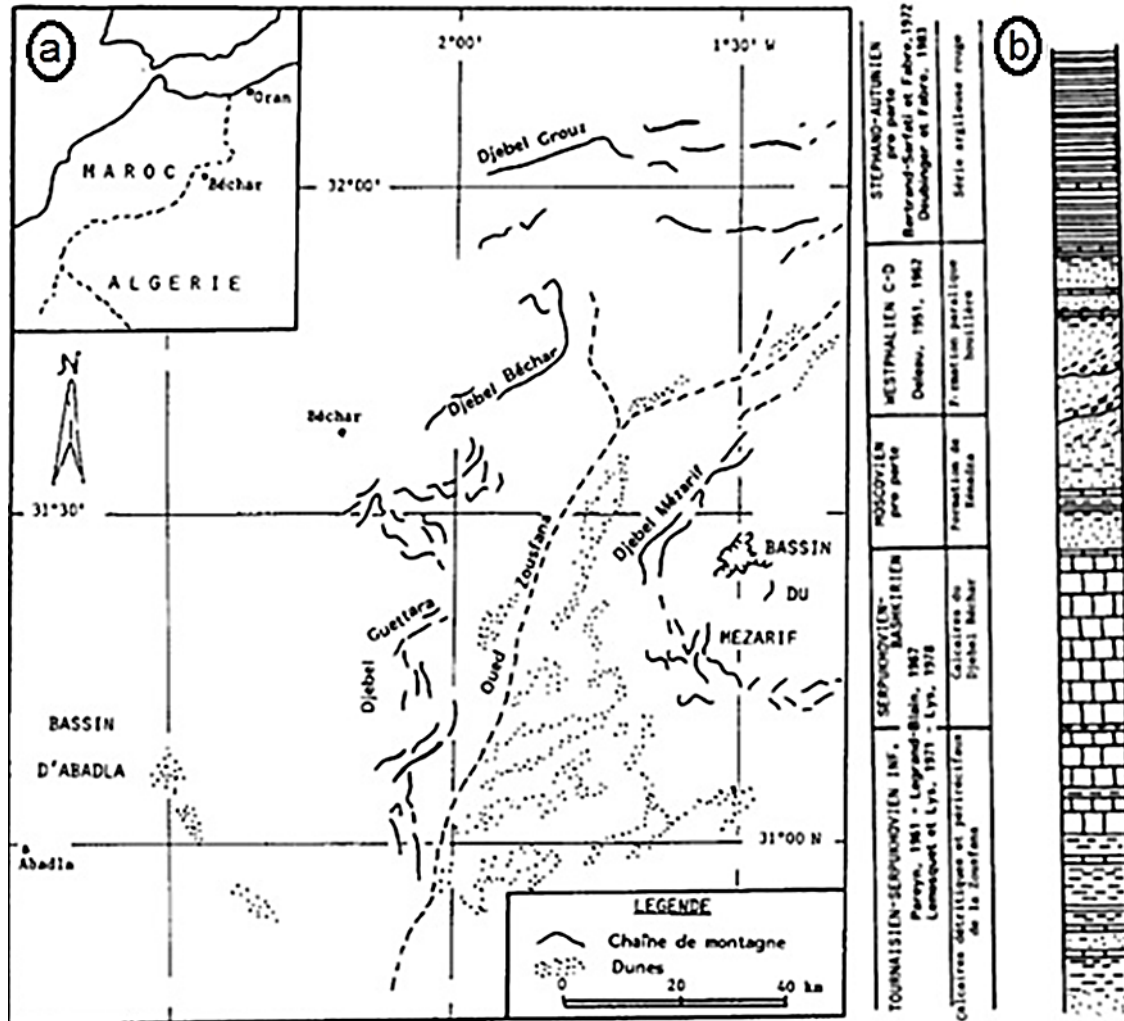


Figure 37 : Localisation du bassin de Béchar-Abadla (a) et la lithostratigraphie Permocarbone (b)

Source: L. Stanislas et al. Palynologie des formations houillères du bassin de Béchar-Abadla (SW Oranais, Algérie)

3 Méthode et équipements

Le schéma du Protocole expérimental comprend la préparation mécanique, la pelletisation, la réduction, le broyage, et la séparation magnétique humide à faible intensité (Figure 38). Trois groupes d'expériences ont été entreprises dans le but d'étudier les effets de la température de réduction, du temps de réduction, et du dosage du sulfate de sodium sur les résultats du procédé.

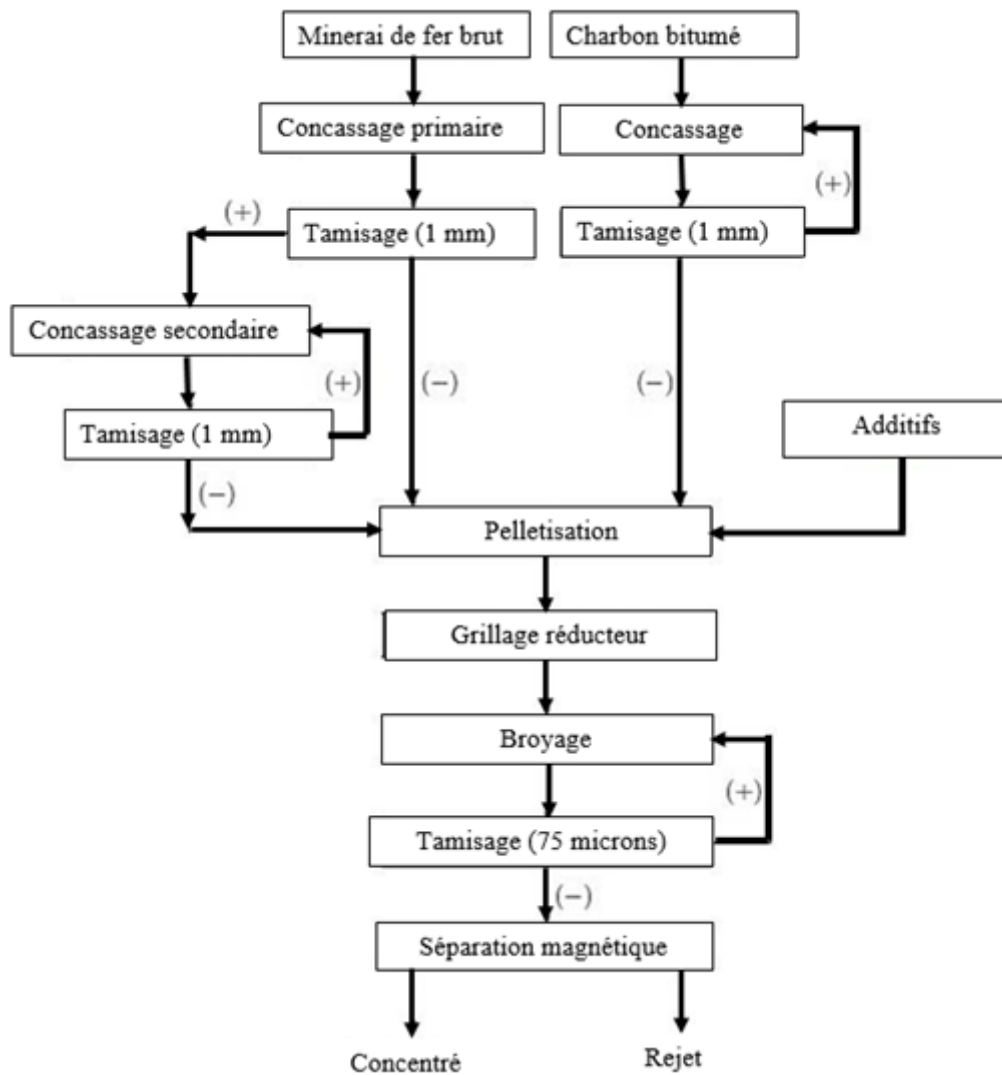


Figure 38 : Schéma de processus expérimental

3.1 La fragmentation du minerai de fer oolithique

Avant utilisation, le minerai brut est concassé et tamisé à 100% passant 1 mm à travers deux niveaux de concassage à l'aide d'un concasseur à mâchoires à simple effet Blake (Dragon Machinery Ltd., Royaume-Uni) et d'un concasseur à cône de laboratoire (Denver Equipment England, Royaume-Uni). Les dispositifs sont présentés respectivement sur la Figure 39a et la Figure 39b. Le test d'analyse par tamisage des produits de broyage est effectué à l'aide d'une tamiseuse agitatrice (Retsch Digital AS200, Allemagne) pendant 40 min, en utilisant 8 tamis de sorte que les ouvertures des tamis consécutifs soient en relation constante les unes avec les autres (Figure 40). Le rapport des largeurs d'ouverture des tamis voisins est choisi égal à 2. La plage des tamis d'essai doit être choisie de telle sorte que pas plus de 5% de l'échantillon soit retenu sur le tamis le plus grossier, ou passé à travers le tamis le plus fin [62].

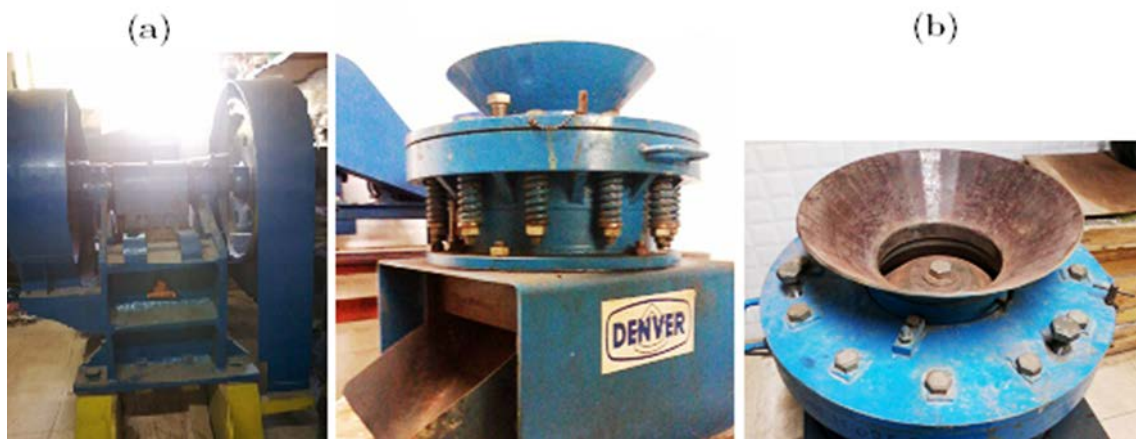


Figure 39 : Le concasseur à mâchoires Black (a) et le concasseur à cône de laboratoire (b) utilisés lors de la fragmentation du minerai brut (Source : Laboratoire de Recherche Génie Minier de l'ENP)



Figure 40 : Tamiseuse agitatrice Retsch Digital AS200

3.1.1 Concassage primaire

Le concassage primaire des échantillons de minerai oolithique est effectué à l'aide d'un concasseur à mâchoires semi-industriel Blake à simple volet (Dragon Machinery Ltd., Royaume-Uni). Les principales caractéristiques techniques et géométriques du concasseur sont résumées dans le Tableau 24 et le Tableau 25 respectivement.

Tableau 24 : Principales caractéristiques techniques du concasseur à mâchoires

Dimension maximale admise (mm)	Rapport de réduction	Capacité maximale (t/h)	Puissance du moteur (kW)
200	4:1	5	15

Tableau 25 : Principales caractéristiques géométriques du concasseur à mâchoires

Ouverture (mm)	ro (mm)	rs (mm)	Excentricité ro – rs (mm)	L (mm)	l (mm)	θ (°)
230	10	5	5	540	560	23

ro—réglage ouvert; rs—réglage serré ; L—hauteur de mâchoire fixe ; l—hauteur de la mâchoire mobile

Le produit de concassage primaire d'une masse de 666 g (Figure 41a) a fait l'objet d'une analyse granulométrique et les résultats sont résumés dans le Tableau 26.

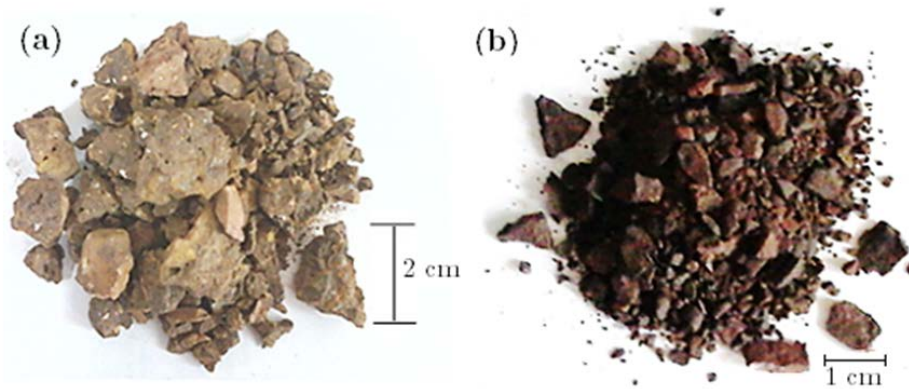


Figure 41 : Produit de concassage primaire (a) et de concassage secondaire (b)

La Figure 42 montre graphiquement les résultats du test d'analyse granulométrique tabulés dans le Tableau 26. La courbe granulométrique nous indique que le produit de concassage primaire est bien étalé mais il n'est pas bien gradué.

Tableau 26 : Résultats du tamisage du produit de concassage primaire

Fraction granulométrique (mm)	Masse retenue (g)	% retenu	% cumulatif retenu	% cumulatif passant
+10	32	4,80	4,80	95,20
-10 +8	120	18,02	22,82	77,18
-8 +4	200	30,03	52,85	47,15
-4 +2	110	16,52	69,37	30,63
-2 +1	60	9,01	78,38	21,62
-1 +0,5	32	4,80	83,18	16,82
-0.5 +0,25	30	4,50	87,69	12,31
-0.25 +0,125	32	4,80	92,49	7,51
-0.125 +0,00	50	7,51	100	0,00
	666	100		

Où, pour une fraction granulométrique (P) :

$$\% \text{retenu (P)} = 100 \times (\text{masse retenue (P)} / \text{totale des masses retenues})$$

$$\% \text{cumulatif retenu (P)} = \% \text{cumulatif retenu (P - 1)} + \% \text{retenu (P)}$$

$$\% \text{cumulatif passant (P)} = 100 - \% \text{cumulatif retenu (P)}$$

Les quantités utiles (facteurs granulométriques) qui peuvent être extraites d'une telle courbe sont celles décrites dans le Tableau 27.

Tableau 27 : Valeurs des facteurs de taille pour le produit de concassage primaire

d_{80}	d_{60}	d_{30}	d_{10}
8 mm	5 mm	2 mm	0.2 mm

La forme de la courbe de distribution granulométrique permet de préciser le degré d'étalement de la granulométrie ou encore son uniformité, cette uniformité est exprimée par le coefficient de HAZEN et le coefficient de courbure. Le coefficient d'uniformité de HAZEN s'exprime par la formule suivante :

$$C_u = d_{60}/d_{10}$$

$C_u < 2$ la granulométrie est uniforme (ou serrée)

$C_u > 2$ la granulométrie est étalée (ou variée)

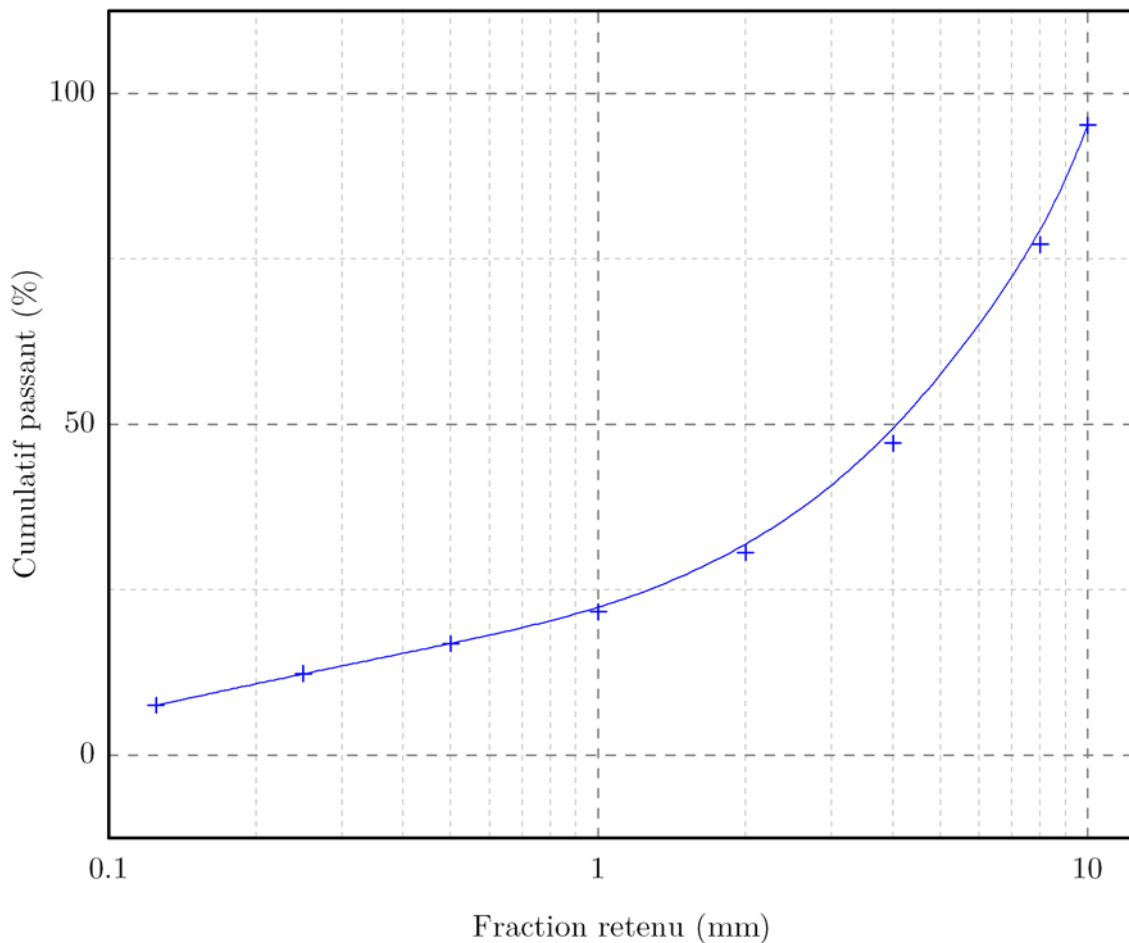


Figure 42 : Tracé de la courbe d'analyse granulométrique du produit de concassage primaire

Le coefficient de courbure est décrit comme :

$$C_c = (d_{30})^2 / d_{10} \times d_{60}$$

Le produit est bien gradué si : $1 < C_c < 3$

Le résultat du calcul est présenté dans le Tableau 28.

Tableau 28 : Coefficients de HAZEN pour le produit de concassage primaire

C_u	C_c
25	4

Le produit du concassage primaire est caractérisé par une distribution granulométrique étalée mais pas bien graduée.

3.1.2 Concassage secondaire

Le concassage secondaire du produit de concassage primaire est effectué à l'aide d'un concasseur à cône de laboratoire (Denver Equipment, Royaume-Uni). Les principales caractéristiques techniques et géométriques du concasseur conique sont résumées respectivement dans le Tableau 29 et le Tableau 30.

Tableau 29 : Principales caractéristiques techniques du concasseur à cône

Dimension maximale admise (mm)	Rapport de réduction	Capacité maximale (t/h)	Puissance du moteur (kW)
40	8:1	2	5.5

Les principales caractéristiques géométriques du concasseur à cône sont données dans le tableau suivant.

Tableau 30 : Principales caractéristiques géométriques du concasseur à cône

Ouverture d'admission (mm)	dimension du manteau (mm)	Ouverture de décharge (mm)
120	400	5

Le produit de concassage secondaire (Figure 41b) a été soumis à un test d'analyse granulométrique et les résultats sont résumés dans le Tableau 31. La Figure 43 montre graphiquement les résultats du test d'analyse granulométrique tabulés précédemment. La courbe granulométrique cumulée nous indique que le produit de concassage primaire est bien étalé et bien gradué. Les quantités utiles (facteurs de taille) qui peuvent être déterminées à partir de cette courbe sont comme résumés dans le Tableau 32.

Tableau 31 : Résultats du tamisage du produit de concassage secondaire

Size fraction (mm)	Mass retained (g)	% retained	Cum. % retained	Cum. % passing
+1,0	25	4,78	4,78	95,2
-1,0 +0,8	28	5,4	10,1	89,9
-0,8 +0,5	70	13,4	23,5	76,5
-0,5 +0,315	82	15,7	39,2	60,8
-0,315 +0,250	75	14,34	53,5	46,5
-0,250 +0,160	140	26,77	80,3	19,7
-0,160 +0,125	67	12,81	93,1	6,88
-0,125 +0,063	26	4,97	98,1	1,91
-0,063 +0,000	10	1,91	100	0,00
	523	100		

Le produit du concassage secondaire se caractérise par une distribution granulométrique étalée et bien graduée.

Tableau 32 : Valeurs des facteurs de taille pour le produit de concassage secondaire

d_{80}	d_{60}	d_{30}	d_{10}
0.6 mm	0.3 mm	0.2 mm	0.1 mm

Le résultat du calcul des coefficients précités est présenté dans le Tableau 33.

Tableau 33 : Coefficients de HAZEN pour le produit de concassage secondaire

C_u	C_c
3	1.33

3.2 La fragmentation du charbon

Les échantillons du charbon ont été concassés à l'aide d'un concasseur à mâchoires Black à simple volet (ERSEL Heavy Machinery Industry and Trade Inc., Turquie) présenté en Figure 44. Le test d'analyse granulométrique des produits de concassage est réalisé à l'aide d'une tamiseuse utilisant 8 tamis pendant 40 min (Retsch Digital AS200, Allemagne). Les principales caractéristiques techniques et géométriques du concasseur sont résumées dans le Tableau 34 et le Tableau 35 respectivement.

Tableau 34 : Principales caractéristiques techniques du concasseur ERSEL

Dimension maximale admise (mm)	Rapport de réduction	Capacité maximale (t/h)	Puissance du moteur (kW)
200	4:1	3	15

Tableau 35 : Principales caractéristiques géométriques du concasseur ERSEL

Ouverture (mm)	ro (mm)	rs (mm)	Excentricité ro – rs (mm)	L (mm)	l (mm)	θ (°)
250	30	15	15	500	551	25

ro—réglage ouvert; rs—réglage serré ; L—hauteur de mâchoire fixe ; l—hauteur de la mâchoire mobile

Le produit du concassage est soumis à une analyse granulométrique et les résultats sont résumés dans le Tableau 36.

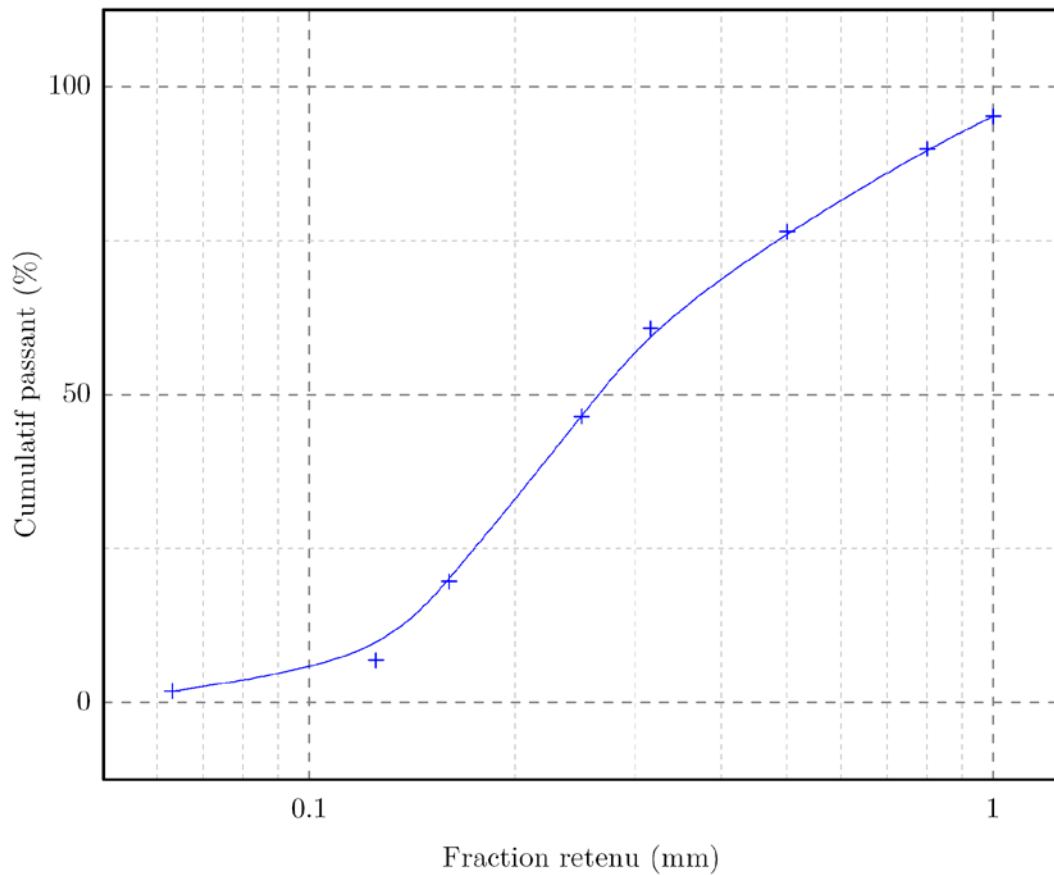


Figure 43 : Tracé de la courbe d'analyse granulométrique du produit de concassage secondaire



Figure 44 : Le concasseur à mâchoires utilisé pour le concassage du charbon

La Figure 45 montre le tracé de la courbe granulométrique du test d'analyse par tamisage tabulée précédemment.

Tableau 36 : Résultats du tamisage des produits de concassage du charbon

Size fraction (mm)	Mass retained (g)	% retained	Cum. % retained	Cum. % passing
+1	50	14,71	14,71	85,3
-1 +0,8	20	5,88	20,59	79,4
-0,8 +0,5	49	14,4	35,0	65,0
-0,5 +0,315	39	11,5	46,5	53,5
-0,315 +0,250	27	7,90	54,4	45,6
-0,250 +0,160	85	25,0	79,4	20,6
-0,160 +0,125	43	12,6	92,1	7,90
-0,125 +0,063	15	4,40	96,5	3,53
-0,063 +0,000	12	3,53	100	0,00
	340	100		

Les quantités utiles (facteurs granulométrique) qui peuvent être déterminées à partir de cette courbe sont présentées dans le Tableau 37 et le Tableau 38, respectivement.

Tableau 37 : Valeurs des facteurs de taille pour le produit de concassage du charbon

d_{80}	d_{60}	d_{30}	d_{10}
0.8 mm	0.4 mm	0.175 mm	0.145 mm

Le résultat du calcul des coefficients précités est présenté dans le tableau suivant :

Tableau 38 : Coefficients de courbure HAZEN pour le charbon concassé

C_u	C_c
2.75	0.53

Le produit du concassage du charbon est caractérisé par une distribution granulométrique étalée mais pas bien graduée.

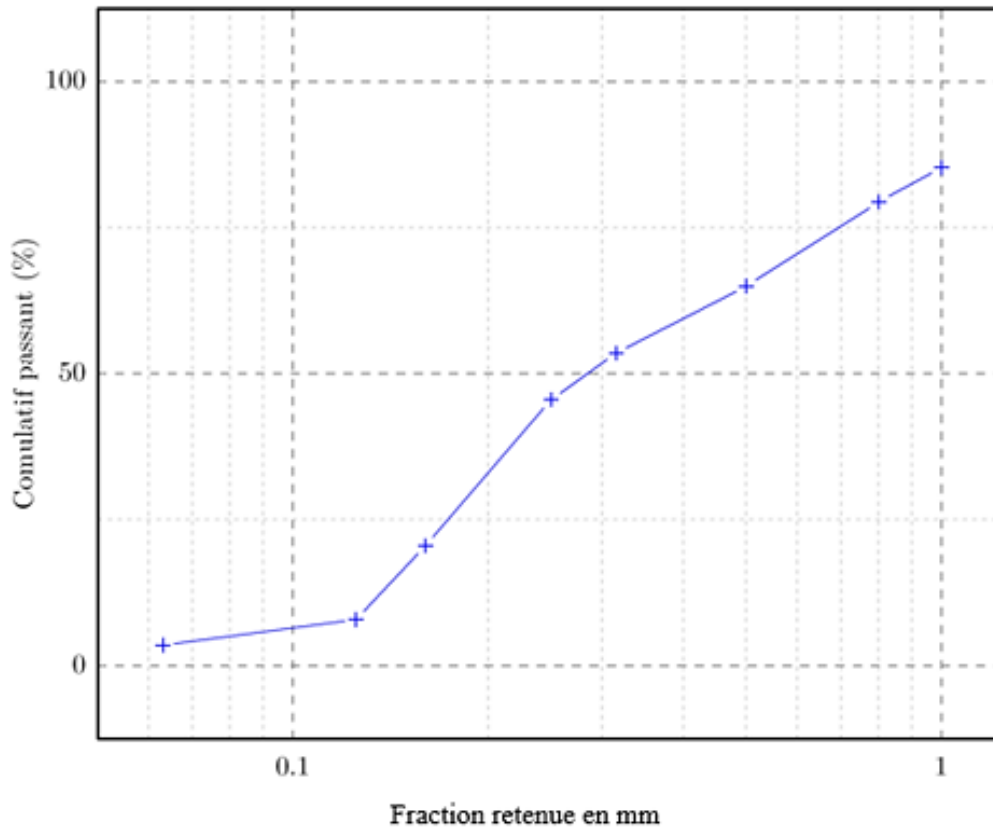


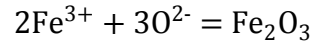
Figure 45 : Courbe granulométrique du charbon concassé

3.3 Pelletisation

La poudre de minerai de fer oolithique de taille inférieure à 1 mm, produit de fragmentation, a été mélangée intimement avec la poudre de charbon de taille inférieure à 1 mm et avec la poudre de la chaux (CaO) selon des proportions spécifiques en agitant rigoureusement pendant 30 min. La quantité du charbon dans le mélange a été déterminée sur la base d'un rapport molaire C/O de 2 (c'est-à-dire que le rapport molaire du carbone fixe dans le charbon à l'oxygène réductible dans les oxydes de fer était de 2). La chaux (CaO) a été ajoutée pour atteindre la basicité binaire prédéterminée de 1 (c'est-à-dire que le rapport massique de CaO à SiO₂ était de 1). Chaque essai nécessite 20 g d'échantillon de minerai de fer, 15 g de charbon, et 1 g de CaO. Une quantité appropriée d'eau (12%) a été ajoutée aux mélanges préparés et ensuite pressée en boulettes cylindriques d'un diamètre de 30 mm et d'une épaisseur de 10 mm à l'aide d'une presse hydraulique sous 16 MPa. Les boulettes ont été ensuite séchées dans une étuve de séchage sous vide à 105°C pendant 4 heures.

On s'est efforcé d'estimer la quantité stœchiométrique de carbone pour réduire tout l'oxygène dans l'oxyde de fer en partant de l'hypothèse que le taux de gazéification du carbone est équivalent au taux de réduction des oxydes de fer par le gaz carbonique CO, c'est-à-dire le rapport molaire du carbone en oxygène pour achever la réduction des

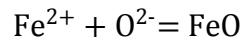
oxydes de fer est l'unité. D'après la composition chimique de l'hématite (Fe_2O_3) et de la wustite (FeO) du Tableau 20, l'oxygène dans les oxydes de fer peut être estimé à 21,51% en poids des minéraux ferreux, comme suit :



Alors

$$\% \text{O in } \text{Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{Fe}_2\text{O}_3|_{\text{minerai}} \times \frac{3\text{MW}_\text{O}}{\text{MW}_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}$$

Et que



Alors

$$\% \text{O in } \text{FeO} = \% \text{FeO}|_{\text{minerai}} \times \frac{\text{MW}_\text{O}}{\text{MW}_{\text{FeO}}}$$

Puisque $\text{MW}_\text{O} = 16$ g/mol, et que $\text{MW}_{\text{Fe}} = 56$ g/mol, alors $\text{MW}_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = 160$ g/mol, et $\text{MW}_{\text{FeO}} = 72$ g/mol. donc

$$\begin{aligned} \% \text{O in } \text{Fe}_2\text{O}_3 &= 63.17 \times \frac{3 \times 16}{160} = 18.95\% \\ \% \text{O in } \text{FeO} &= 11.55 \times \frac{16}{72} = 2.56\% \end{aligned}$$

$$\% \text{O en oxydes de fer} = \% \text{O en } \text{Fe}_2\text{O}_3 + \% \text{O en } \text{FeO} = 18.95 + 2.56 = 21.51\%$$

C'est pour ça, 0.1882 g de carbone est nécessaire pour réduire le 0.2151 g de l'oxygène présent dans 1 g du minerai de fer comme suit:

$$m_\text{C} = m_\text{O} \times \frac{\text{MW}_\text{C}}{\text{MW}_\text{O}} = 0.2151 \times \frac{14}{16} = 0.1882 \text{ g}$$

Puisque le grade du carbone fixe dans le charbon est 49.54% (Table 21), et 0.1882 g de charbon est nécessaire pour la réduction de 1 g de minerai, alors la quantité du charbon nécessaire pour la réduction de 1 g de minerai est :

$$m_{\text{coal}} = \frac{m_\text{C}}{\text{FC}_\text{d}} = \frac{0.1882}{0.4954} = 0.3798 \text{ g}$$

C'est pour ça, 15 g du charbon est nécessaire pour la réduction de 20 g de minerai de fer à un rapport molaire C/O de 2.

Nous avons estimé la quantité de CaO nécessaire pour atteindre la basicité binaire de 1 (i.e. rapport massique de CaO à SiO₂ est 1). Puisque les grades de SiO₂ et CaO dans le minerai brut sont 7.19% et 2.36% respectivement, alors les quantités de SiO₂ et CaO dans 20 g de minerai sont comme suit

$$m_{\text{SiO}_2} = 20 \times \frac{7.19}{100} = 1.438 \text{ g}$$

$$m_{\text{CaO/ore}} = 20 \times \frac{2.36}{100} = 0.472 \text{ g}$$

La quantité de CaO nécessaire pour atteindre l'indice de basicité binaire de 1 est

$$m_{\text{CaO}} = m_{\text{SiO}_2} - m_{\text{CaO/minerai}} = 1.438 - 0.472 = 0.966 \text{ g}$$

3.4 Réduction par grillage

Les essais de réduction ont été réalisés dans un four électrique à haute température (MoS-B 170/8 Protherm Furnace, Turquie) dont la température de fonctionnement peut atteindre jusqu'à 1700°C (Figure 46a).

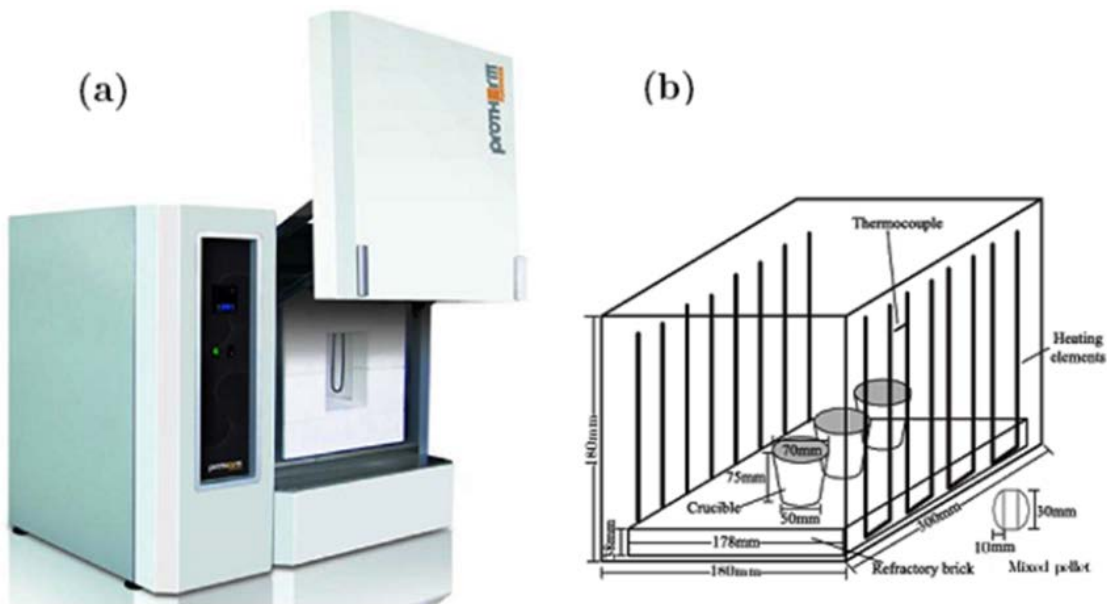


Figure 46 : Four à haute température Protherm MoS-B 170/8 (a) et schéma des creusets et des boulettes utilisés dans les expériences (b)

Le Tableau 39 présente les spécifications techniques du four à moufle.

Tableau 39 : Principales caractéristiques techniques du four

Température maximale (°C)	Température de fonctionnement continue (°C)	Puissance approximative (kW)	Phase	Alimentation (V)
1700	1650	7.2	3	400

Les spécifications géométriques sont reportées dans le Tableau 40.

Tableau 40 : Principales caractéristiques géométriques du four

Dimensions internes H·W·D (cm)	Volume interne (L)	Dimensions externes H·W·D (cm)
18·18·25	8.1	70·92·52

Tout d'abord, les boulettes cylindrique ont été chargées dans des creusets en graphite résistant à la chaleur, et une couche de charbon (environ 1 mm d'épaisseur et masse de 2g) a été étalée sur la surface supérieure des boulettes pour créer une atmosphère réductrice dans les creusets. Ensuite, les mélanges ont été réduits, dans les conditions expérimentales désignées, dans le four qui avait déjà été chauffé aux différentes températures de réduction souhaitées. Pendant ce temps, les gaz de purge n'ont pas été utilisés pendant la réduction et les expériences ont été menées dans des conditions atmosphériques (Figure 46b). Après réduction, les creusets chargés ont été retirés du four et refroidis à température ambiante dans un environnement isolé à l'air.

3.5 Le broyage des boulettes

Une fois les mélanges dans les creusets refroidis, une partie des boulettes réduites a été polie pour les analyses avec SEM-EDS, et le reste a été broyé à 80% passant (d_{80} passant) à 74 μm à l'aide d'un broyeur à disques vibrants (HO-1000 Ünal Engineering and Machinery Industry, Turquie) pour une durée de broyage de 5 min (Figure 47). Les principales caractéristiques techniques du broyeur et les caractéristiques géométriques de la jarre de broyage sont indiquées dans le Tableau 41 et le Tableau 42 respectivement.

Tableau 41 : Principales caractéristiques techniques du broyeur

Taille de chargement (mm)	Finesse finale (mm)	Puissance du moteur (kW)	Phase	Alimentation (V)
<15	<0.038	1.5	3	380

Les caractéristiques géométriques de la jarre de broyage sont indiquées dans le tableau suivant (Tableau 42).

Tableau 42 : Caractéristiques géométriques du bol de broyage

Capacité (cm^3)	Quantité d'alimentation (ml)	Nombre d'anneaux
250	35 – 150	2

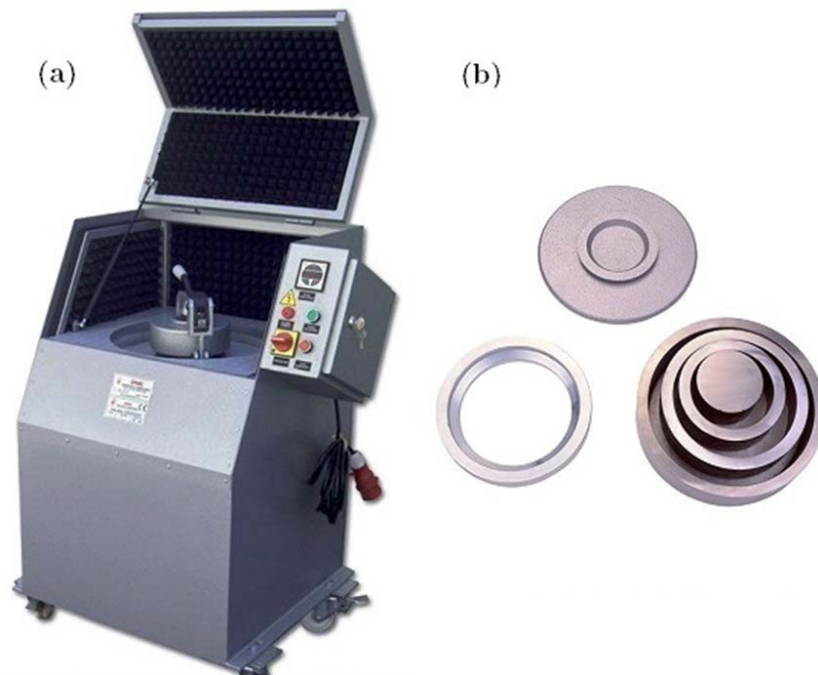


Figure 47 : Le broyeur à disques vibrants (a) et le bol de broyage (b)

3.6 Séparation magnétique humide à faible intensité

Un échantillon aléatoire pesant 20 g déduit de chacun des produits broyés et mis en pulpe à 20% en poids de solides (20 g de poudre d'échantillon mélangée à 100 ml d'eau distillée) est divisé en fractions de concentré et de rejet à l'aide d'un tube magnétique de Davis (KHD Humboldt Wedag International AG GmbH, Allemagne). Le dispositif utilisé est présenté à la Figure 48.



Figure 48 : Le tube magnétique de Davis utilisé pour le processus de concentration

Les principales caractéristiques géométriques et techniques du tube Davis utilisé lors des expériences sont rapportées dans le Tableau 43.

Tableau 43 : Principales caractéristiques géométriques et techniques du tube Davis

Diamètre du tube (mm)	Longueur du tube (mm)	Distance entre les pôles (mm)	Puissance d'entraînement (kW)	Alimentation (V)
28	400	45	0.1	230

Les variables de fonctionnement sont l'intensité du champ magnétique qui est fixée à 0,14 T (110 kA·m⁻¹), le débit d'eau de lavage qui est fixé à 2,3 L·min⁻¹, et la durée de d'agitation qui est fixée à 5 minutes. Les variables de conception sont la pente du tube de verre qui est fixée à 45° par rapport à l'horizontale, et les cycles d'agitation qui sont fixés à 65 cycles par minute. Une bobine électromagnétique de chaque côté du tube génère le champ magnétique. L'intensité du champ magnétique dans la zone de séparation peut être modifiée [63]. Le tube de Davis (DT) est un appareil de laboratoire conçu pour séparer de petits échantillons de minerais magnétiques en fractions fortement magnétiques et faiblement magnétiques. Il est devenu un équipement de laboratoire standard utilisé pour l'évaluation de la séparabilité des minerais magnétiques par des séparateurs magnétiques de faible intensité [64]. Après la séparation, les matériaux magnétiques ont été filtrés et séchés dans une étuve de séchage sous vide à 105°C ± 5°C pendant 24 heures. Les indices d'évaluation des résultats des tests ont été évalués par le degré de métallisation du fer (η) et le taux de récupération du fer (ε) de la poudre DRI. Le degré de métallisation du fer est calculé par la formule suivante :

$$\eta = 100 \times \frac{\delta_{Fe}}{\alpha_{Fe}} \quad (\%)$$

δ_{Fe} est la teneur en fer métallique du matériel réduit (%)

α_{Fe} est la teneur en fer total du matériel réduit (%)

Le taux de récupération du fer (ε) de la séparation magnétique est calculé selon la formule suivante :

$$\varepsilon = \frac{100 \times m_4 \times \beta_{Fe}}{m_3 \times \alpha_{Fe}} \quad (\%)$$

m_3 , m_4 sont les masses sèches des matériaux d'alimentation et du concentré (g)

β_{Fe} est le teneur en fer total du matériel concentré (%)

La teneur en phosphore et la teneur en fer des matériaux réduits et magnétiques ont été dosées à l'aide d'un spectromètre à fluorescence X (FRX) (Rigaku – ZSX Primus II XRF) comme le montre la figure 49a. Les phases minéralogiques présentes dans les produits réduits et magnétiques (dans des conditions de réduction sélectionnées) ont été

identifiées par la diffraction des rayons X (DRX), en utilisant un diffractomètre à rayons X de haute résolution PANalytical X'Pert Pro avec une radiation $\text{Cu K}\alpha$ (45 kv , 40 mA) à un angle de balayage de $1,2^\circ \cdot \text{min}^{-1}$ et un pas de $0,02^\circ$ (2θ) de 5° à 120° (2θ) (Figure 49b). La morphologie et la microstructure d'échantillons réduits, montés dans de la résine, puis polis et pulvérisés au carbone ont été observés à l'aide d'un microscope électronique à balayage équipé d'un spectre de dispersion d'énergie des rayons X (SEM-EDS, JEOL JSM-5410, Japon) comme indiqué dans la Figure 49c. Des micrographies ont été prises et des analyses EDS ponctuelles ont été utilisées pour identifier les compositions locales.

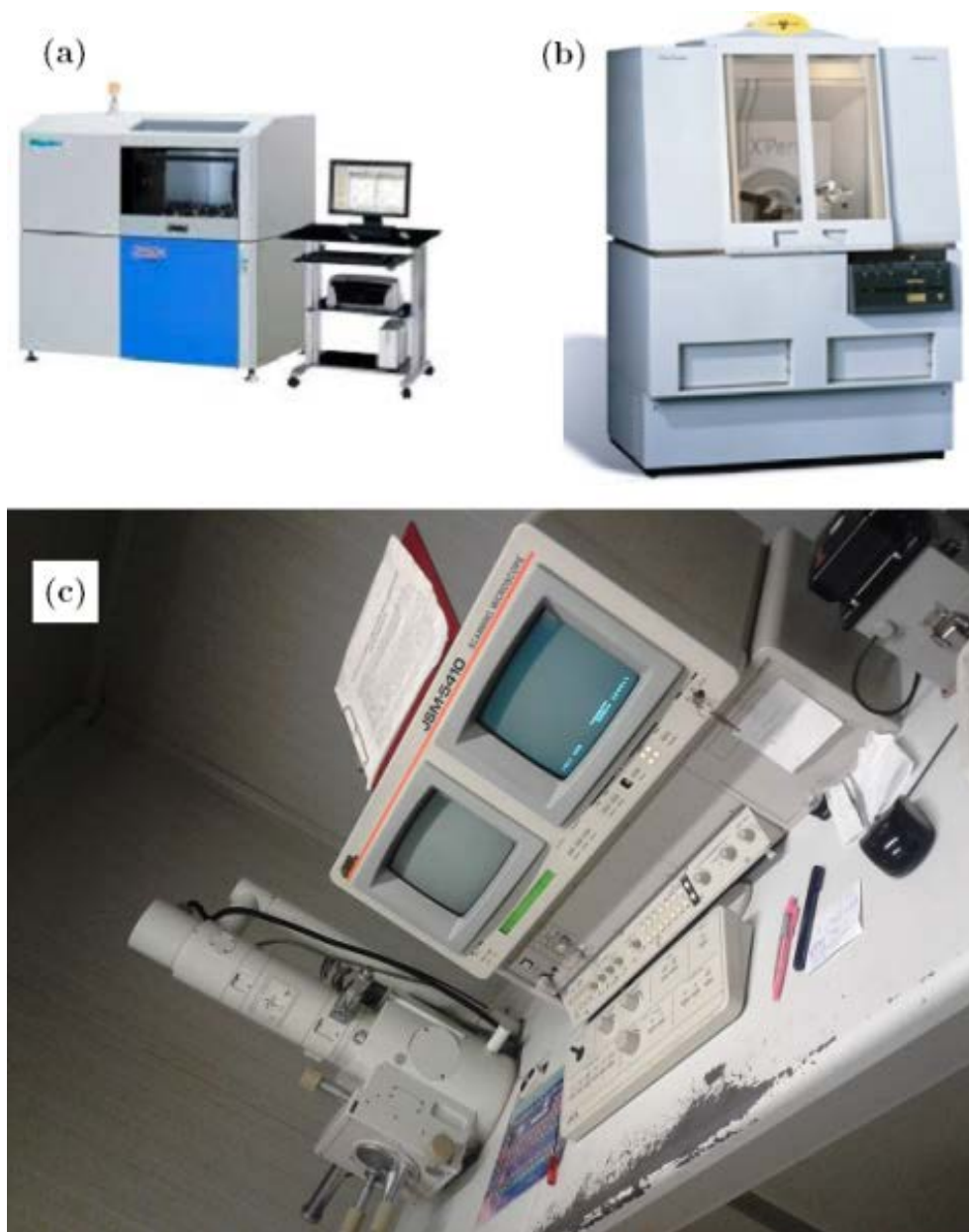


Figure 49 : Dispositif de spectromètre de fluorescence X (a), diffractomètre de poudre de rayons X (b) et microscope électronique à balayage SEM-EDS (c)

Résultats et Discussions

1 Introduction

L'effet des additifs pendant la réduction directe par le charbon sur la réduction des oxydes de fer, la croissance des grains de fer métalliques, et le comportement du phosphore ont été étudiés. Les indices d'évaluation des expériences à facteur unique ont été rapportés et discutés. La thermodynamique, les changements de phase des oxydes de fer pendant la réduction, et les caractéristiques de distribution du phosphore dans la phase métallique et la scorie ont également été étudiées.

2 Considération thermodynamique

La réduction directe des oxydes de fer du minerai de fer oolithique riche en phosphore est un processus extrêmement complexe. En effet, d'après le diagramme d'Ellingham présenté sur la figure 50, les lignes de réactions $4/5P + O_2 = 2/5P_2O_5$ et $3/2Fe + O_2 = 1/2Fe_3O_4$ sont proches l'une de l'autre. Par conséquent, P est presque réduit pendant le processus d'enrichissement en fer et se transfère dans le métal chaud [49]. On sait que la réduction de l'hématite procède par étapes dans la séquence $Fe_2O_3 \rightarrow Fe_3O_4 \rightarrow FeO \rightarrow Fe$ lorsque la température de réduction dépasse 843 K [50], et les températures les plus basses, à pression atmosphérique, auxquelles la réduction par carbone fixe de Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , et FeO auront lieu, sont respectivement 928, 993, et 995 K (Figure 50).

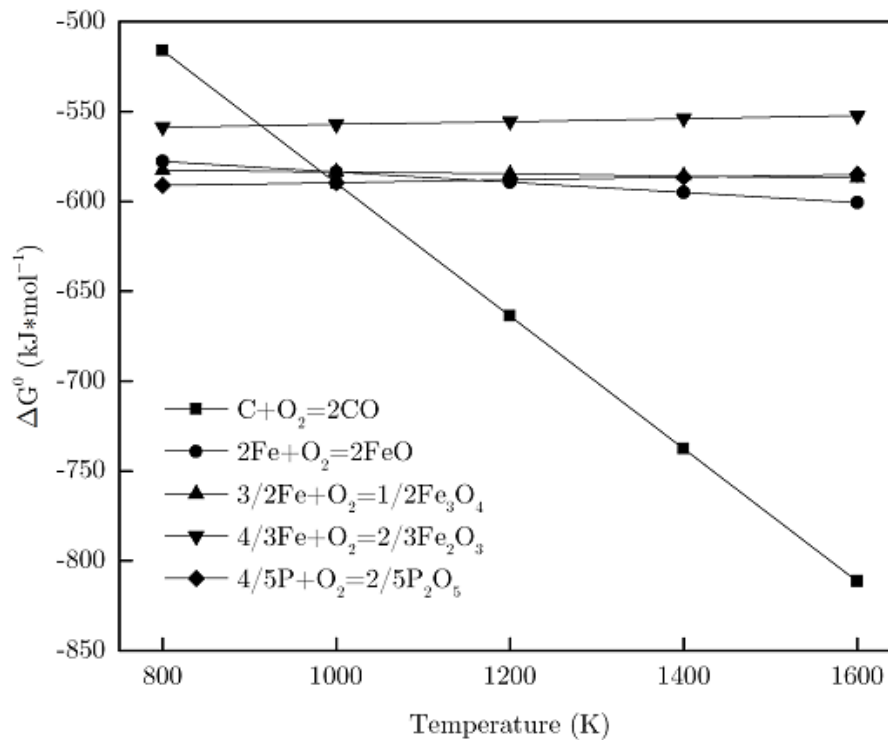
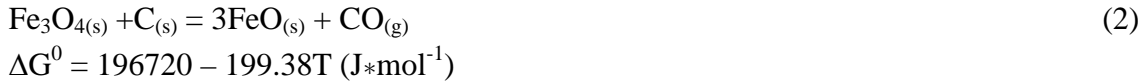


Figure 50 : Corrélations entre la variation d'enthalpie de réaction et la température

Tout au long de cette étude, la température de réduction est supérieure à 1273,15°K (1000°C) ; pour cette raison, les réactions de réduction les plus probables des minéraux de fer en fer métallique (Fe) et leurs résultats thermodynamiques calculés de l'énergie de Gibbs standard (ΔG^0) sont indiqués comme suit :



Lorsque le réducteur utilisé est du charbon bitumineux, les réactions en phase solide à l'interface entre le charbon et les grains de minerai étaient directes. La réduction des oxydes de fer dans ce système s'effectue par des phases gazeuses telles CO plutôt que C. Par conséquent, lors de la réduction, les réactions (1)-(3) sont directes, accompagnées de la réaction de carburation (4), tandis que les réactions (5)-(7) sont indirects et accompagnés par la réaction de Boudouard (8) [50]. Cependant, en présence de SiO_2 et d' Al_2O_3 , la formation de matériaux à bas point de fusion comme la fayalite et l'hercynite, toute au long de la formation de wustite, empêchent sa réduction plus profonde en Fe en augmentant la température de réduction de 995 K à 1037 K [35]. Il a été largement reconnu que l'activité de réaction de réduction de FeO en fer métallique pouvait être améliorée en présence d'oxydes basiques tels que la chaux (CaO), en libérant la wustite piégée dans la phase fayalite en raison de l'effet oxyde alcalin ($2\text{CaO} + 2\text{FeO}\cdot\text{SiO}_2 = 2\text{FeO} + 2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$). Cependant, une quantité excessive de CaO améliore le point de fusion et la viscosité du laitier et ainsi la croissance et l'agrégation des particules de fer métallique sont entravées pendant la procédure de réduction [53].

Les calculs thermodynamiques montrent que la réduction carbothermique de la fluorapatite est une réaction endothermique qui nécessite une température très élevée supérieure à 1600 K. Cependant, la présence de composants acides impliquant la silice et l'alumine favorise la réduction précoce de la fluorapatite en fournissant une force motrice thermodynamique et modifier les phénomènes de fusion [54]. En revanche, la réduction de la fluorapatite devient difficile en présence de Na_2SO_4 , en raison de la consommation de SiO_2 et Al_2O_3 par Na_2SO_4 avant leur réaction avec les minéraux contenant du P au cours du processus de réduction [55].

3 Expériences à facteur unique

3.1 Effet de la température de réduction

L'effet de la température de réduction sur les tests est présenté à la Figure 51 et les résultats sont résumés dans les Tableaux 44 et 45 respectivement. Les boulettes préparées ont été frittées à des valeurs de température de 1000, 1100, 1200 et 1300°C respectivement. Alors que la période de réduction a été fixée à 30 min et aucun Na_2SO_4 n'a été ajouté aux mélanges. Les données révèlent que, lorsque la température de réduction variait de 1000°C à 1300°C, η et β_{Fe} augmentaient fortement de 74,52% à 92,36% et de 73,23% à 84,81% respectivement. De plus, ε présentait une amélioration significative de 86,35% à 94,36%. Ceci est dû au fait que l'augmentation de la température de réduction améliore le processus de réduction des oxydes de fer, détruit la structure oolithique et favorise la croissance des grains de fer [57]. Cependant, il y a eu une augmentation spectaculaire de β_{P} dans toute la plage de températures de réduction testées jusqu'à un pic de 1,23% à 1300°C. Cette augmentation pourrait être attribuée à la réduction de la fluorapatite par le carbone pour générer du phosphore gazeux (P_2) qui, en raison de sa forte réactivité, se dissout dans le fer métallique plutôt que d'émettre dans l'atmosphère.

Tableau 44 : L'effet de la température sur les expériences CBDR-WLIMS

Température (°C)	m_1 (g)	m_2 (g)	δ_{Fe} (wt%)	α_{Fe} (wt%)	α_{P} (wt%)
1000	38.5	27.09	40.07	53.77	0.69
1100	38.5	26.50	46.00	56.71	0.69
1200	38.5	25.30	51.65	59.34	0.71
1300	38.5	24.10	57.32	62.05	0.74

Tableau 45 : L'effet de la température sur les expériences de séparation magnétique

Température (°C)	m_3 (g)	m_4 (g)	m_5 (g)	Yield (%)	β_{Fe} (wt%)	β_{P} (wt%)
1000	20	12.68	7.32	63.40	73.23	0.21
1100	20	12.84	7.16	64.20	77.12	0.45
1200	20	13.53	6.47	67.65	80.17	1.06
1300	20	13.81	6.19	69.05	84.81	1.23

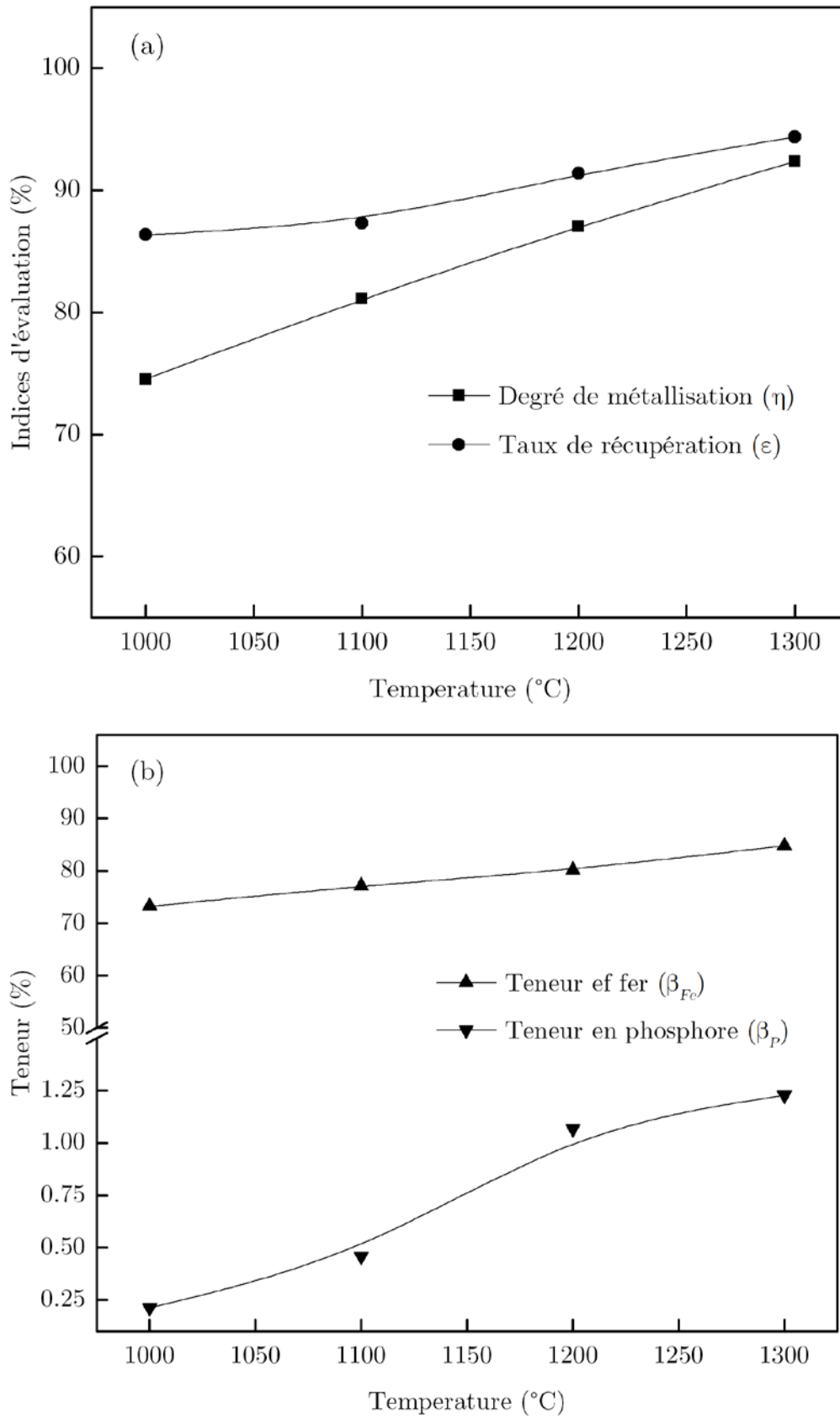


Figure 51 : Effet de la température de réduction sur les indices d'évaluation du procédé (a) et sur les teneurs en fer et en phosphore du matériau magnétique (b)

3.2 Effet du temps de réduction

Pour étudier l'effet du temps de réduction sur les indices d'évaluation de la réduction et de la séparation magnétique (Figure 52a), ainsi que sur les teneurs en fer et en phosphore des matériaux magnétiques (Figure 52b), une série d'essais a été réalisée à durées de réduction de 15, 30, 45, et 60 min. Les Tableaux 46 et 47 reprennent les résultats des expériences. La température de réduction a été fixée à 1250°C et les expériences ont été menées en l'absence de Na₂SO₄. Le graphique indique qu'il y a eu une augmentation marquée dans le taux de récupération (ϵ) et dans la teneur de fer (β_{Fe}) des matériaux magnétique jusqu'à un pic de 96,21% et 88,88%, respectivement à 30 min, mais a ensuite chuté de manière significative au cours des périodes suivantes à environ 92% et 81%, respectivement. De même, le degré de métallisation (η) a fortement baissé lorsque les périodes de réduction dépassent 30 min de 94,1% à 87,17%. En effet, un allongement supplémentaire du temps de réduction peut conduire à un affaiblissement de l'atmosphère réductrice du fait de l'épuisement rapide de l'agent réducteur à cette température élevée. Ainsi, le Fer généré serait soumis à une réoxydation, ce qui peut réduire le degré de métallisation (η) et le taux de récupération (ϵ) [57]. De plus, une augmentation supplémentaire du temps de réduction entraîne une augmentation spectaculaire de P, et après le temps de réduction maximal de 60 min, la teneur en P atteint 1,43%. Cela est dû au fait qu'une plus grande quantité de fluorapatite dans le minerai brut est réduite en P, qui migre dans la phase métallique au fur et à mesure que le temps de réduction est prolongé.

Tableau 46 : L'effet des périodes de temps sur les expériences CBDR-WLIMS

Time (min)	m ₁ (g)	m ₂ (g)	δ_{Fe} (wt%)	α_{Fe} (wt%)	α_{P} (wt%)
15	38.5	25.20	59.98	63.96	0.71
30	38.5	25.15	63.22	67.15	0.71
45	38.5	25.01	58.96	64.60	0.72
60	38.5	24.88	53.86	61.78	0.72

Tableau 47 : L'effet des périodes de temps sur les essais de séparation magnétique

Time (min)	m ₃ (g)	m ₄ (g)	m ₅ (g)	Yield (%)	β_{Fe} (wt%)	β_{P} (wt%)
15	20	14.20	5.80	71.00	85.50	0.844
30	20	14.54	5.46	72.70	88.88	1.192
45	20	14.36	5.64	71.80	84.37	1.374
60	20	14.13	5.87	70.65	80.23	1.435

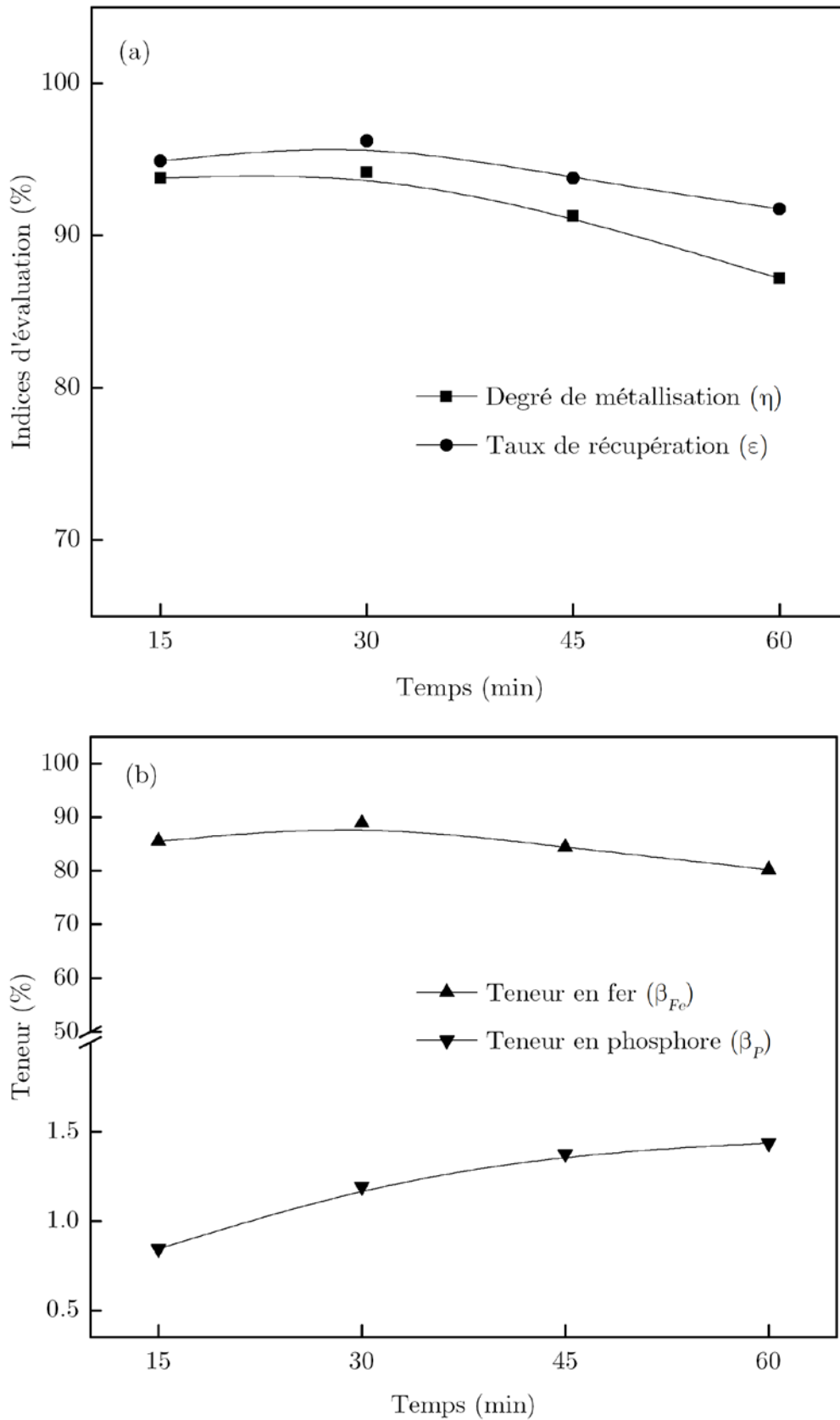


Figure 52 : Effet du temps de réduction sur les indices d'évaluation du procédé (a) et sur les teneurs en fer et en phosphore du matériau magnétique (b)

3.3 Effet de la dose de sulfate de sodium

Afin d'étudier l'effet du Na_2SO_4 sur les indices d'évaluation du procédé, les mélanges préparés ont été soigneusement mélangés avec une quantité appropriée d'eau (12% en poids) en présence de plusieurs quantités de Na_2SO_4 (2,5%, 5%, 7,5 %, et 10%). Ensuite, les mélanges ont été transformés en boulettes cylindrique et frittées à 1250°C pendant 30 min, après avoir été séchés dans une étuve de séchage sous vide à 105°C pendant 4 heures. Les résultats sont présentés sur la figure 53. Les résultats des expériences sont rapportés sur les Tableaux 48 et Tableau 49 respectivement. Les données indiquent que, à la fois le degré de métallisation (η) et le taux de récupération (ε) ont d'abord fortement augmenté de 95,72% et 95,11% à 98,35% et 97,72%, respectivement; alors que la dose de Na_2SO_4 variait de 2,5% à 5%, puis a décliné légèrement lorsque la dose de Na_2SO_4 a encore augmenté jusqu'à 10%. Pendant ce temps, une augmentation marquée est observée dans la teneur totale en fer (β_{Fe}) pour atteindre un pic de 96% à 5% de Na_2SO_4 . Cependant, une augmentation supplémentaire du dosage de Na_2SO_4 entraîne une légère diminution de β_{Fe} pour atteindre 90,04%. En effet, en raison de l'augmentation du dosage du sulfate de sodium, plus de FeS serait généré lors du processus de réduction conduisant à une baisse de β_{P} [57]. À l'inverse, l'augmentation du dosage de Na_2SO_4 de 2,5% à 5% entraîne une forte diminution de β_{P} de 0,18% à 0,16%. Cependant, une légère augmentation est observée lorsque le dosage de Na_2SO_4 est au-delà de 5%. Cela démontre que l'ajout approprié de Na_2SO_4 intensifie la séparation Fe-P pendant le CBDR du minerai de fer oolithique riche en phosphore.

Tableau 48 : L'effet du dosage du sulfate de sodium sur le CBDR-WLIMS

Na_2SO_4 dosage (wt%)	m_1 (g)	m_2 (g)	δ_{Fe} (wt%)	α_{Fe} (wt%)	α_{P} (wt%)
2.5	39.0	26.13	71.19	74.37	0.71
5.0	39.5	26.20	76.03	77.31	0.71
7.5	40.0	26.35	73.20	75.18	0.71
10	40.5	26.55	70.94	74.48	0.71

Tableau 49 : L'effet du dosage du sulfate de sodium sur la séparation magnétique

Na_2SO_4 dosage (wt%)	m_3 (g)	m_4 (g)	m_5 (g)	Yield (%)	β_{Fe} (wt%)	β_{P} (wt%)
2.5	20	15.11	4.89	75.55	93.64	0.180
5.0	20	15.74	4.26	78.70	96.00	0.163
7.5	20	15.62	4.38	78.10	93.17	0.165
10	20	15.53	4.47	77.65	90.04	0.170

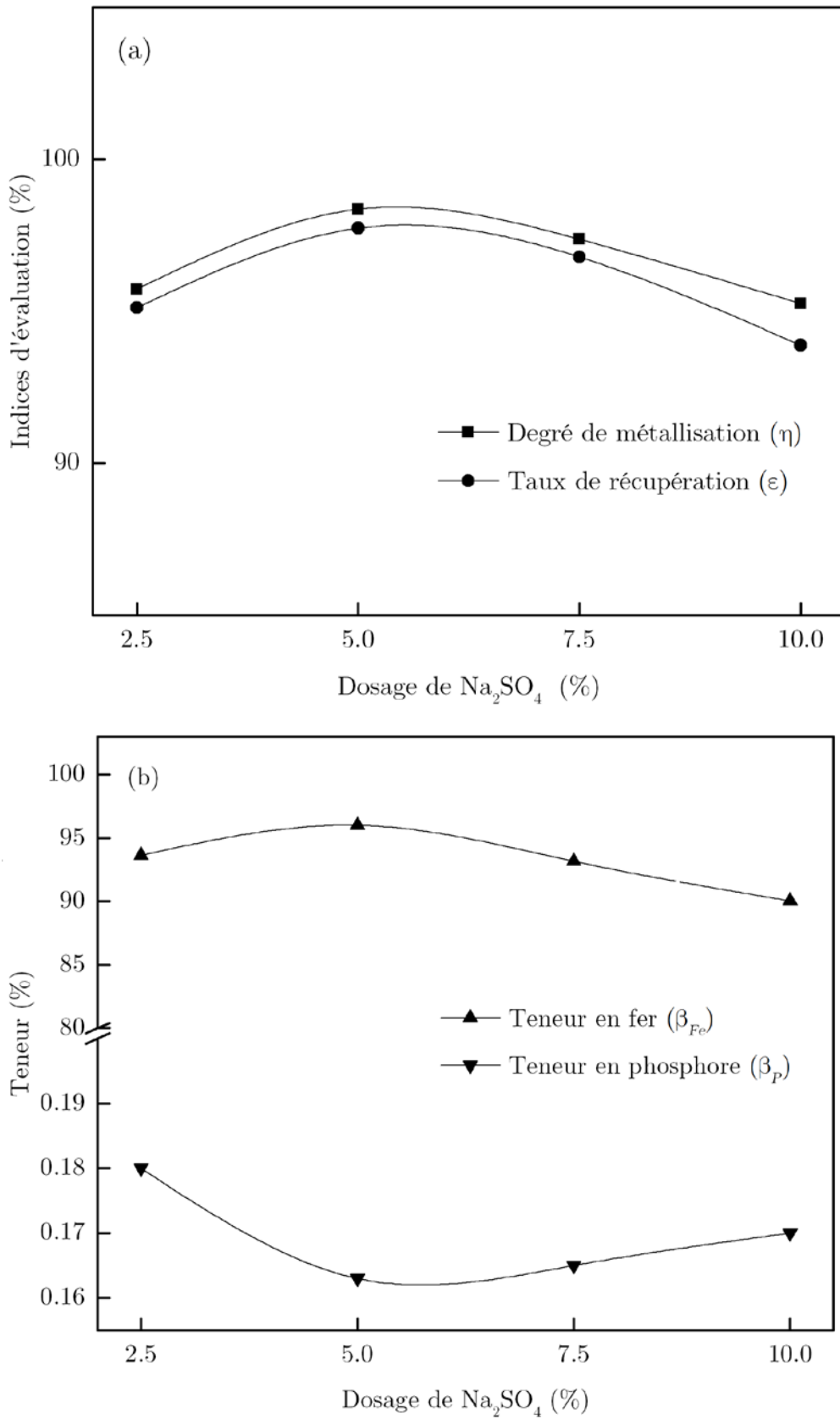


Figure 53 : Effet du dosage du sulfate de sodium sur les indices d'évaluation du procédé (a) et sur les teneurs en fer et phosphore du matériau magnétique (b)

4 Caractérisation des boulettes réduits

Certaines techniques qualitatives et quantitatives telles que la microscopie optique, la DRX, et la SEM-EDS ont été utilisées pour caractériser le processus de réduction.

4.1 Composition de phase des boulettes réduits

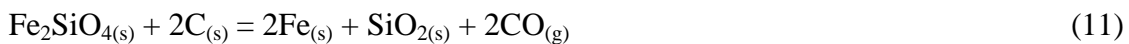
Des échantillons réduits sélectionnés ont été soumis à des analyses minéralogiques, et leurs diffractogrammes sont illustré à la Figure 54. Les résultats révèlent que les pics associés à Fe_2O_3 ont complètement disparu en raison de sa réduction en Fe progressivement dans la séquence de $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$ à travers un réducteur résultant de la gazéification du carbone fixe, selon la réaction de Boudouard (8). En l'absence de Na_2SO_4 , les diffractions du SiO_2 sont devenues moins intenses, et celles de la chamosite s'estompent. Les pics associés à l'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) sont apparus après le processus de réduction, et sont devenus plus intenses avec l'augmentation de la température (Figure 54c); ceci est attribué au fait qu'une réaction entre $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$, SiO_2 , CaO , et la chamosite a eu lieu pendant le processus de réduction. De plus, le fer apparaissait le plus souvent sous forme métallique qui est récupéré par WLIMS après sa libération par broyage [50]. Cependant, des pics de diffraction associés à des produits intermédiaires tels que la wustite (FeO) et des minéraux de fer mineurs tels que la fayalite (Fe_2SiO_4) et l'hercynite (FeAl_2O_4) sont apparus dans le schéma DRX des échantillons réduits, suggérant que certains FeO participent à la réaction avec SiO_2 et la chamosite pendant le processus de réduction (8-10), malgré la consommation d'une certaine quantité de ces minéraux à l'avance par CaO (7). Par conséquent, le degré de métallisation du fer est relativement faible et la séparation Fe-P n'est pas satisfaite. Ces minéraux de fer mineurs sont transformés en matériaux non magnétiques ce qui peut réduire le taux de récupération de la séparation magnétique. Les réactions en l'absence de Na_2SO_4 peuvent être définies comme suit [55, 65, 66] :



$$\Delta G^0 = -36200 + 21.09T \text{ (J}\cdot\text{mol}^{-1}\text{)}$$



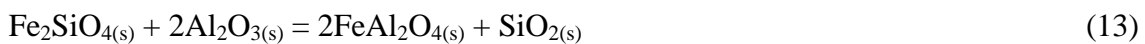
$$\Delta G^0 = -49371 + 22.71T \text{ (J}\cdot\text{mol}^{-1}\text{)}$$



$$\Delta G^0 = 354140 - 341.59T \text{ (J}\cdot\text{mol}^{-1}\text{)}$$



$$\Delta G^0 = 137500 - 125T \text{ (J}\cdot\text{mol}^{-1}\text{)}$$



$$\Delta G^0 = -62542 + 24.33T \text{ (J}\cdot\text{mol}^{-1}\text{)}$$

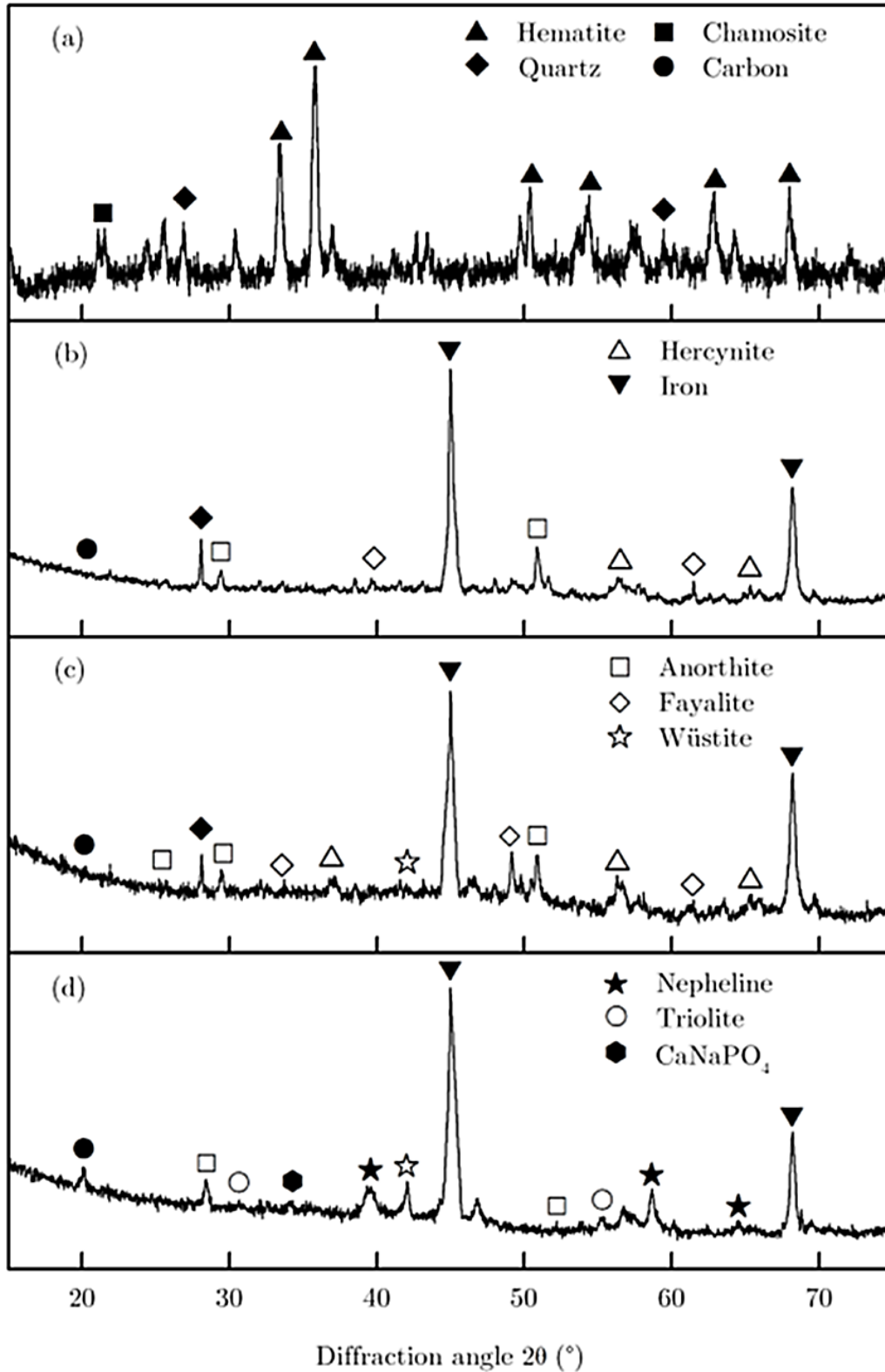
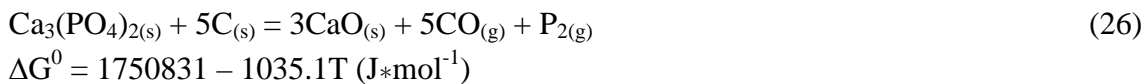
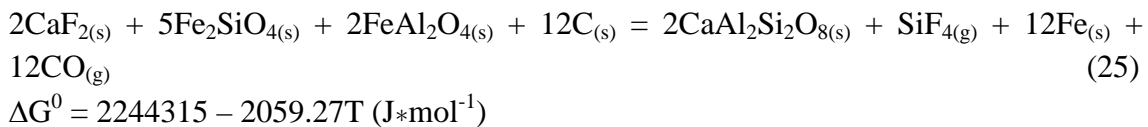
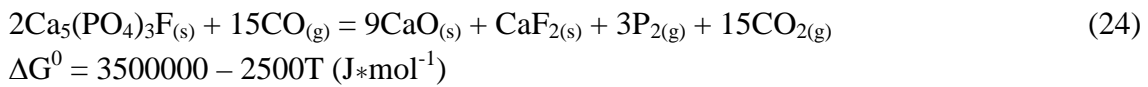
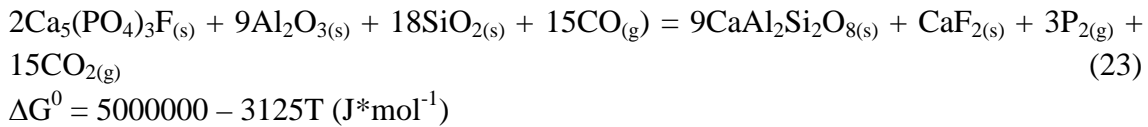
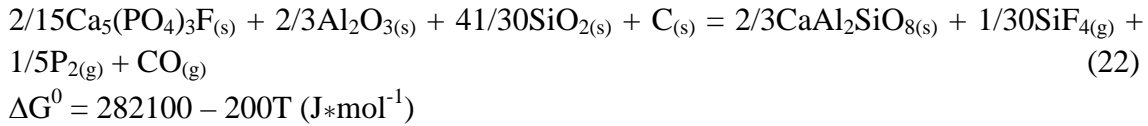
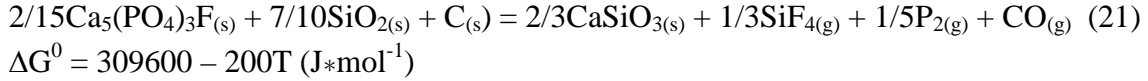
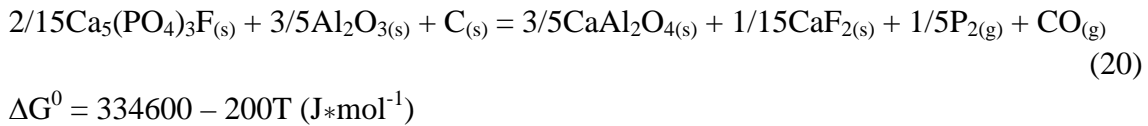
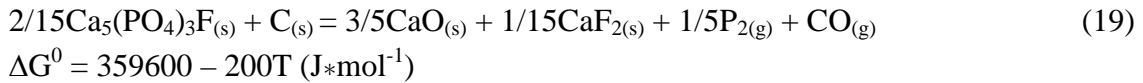
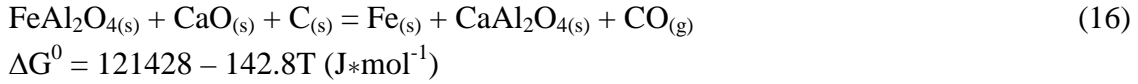
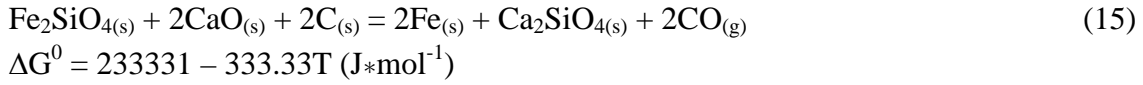
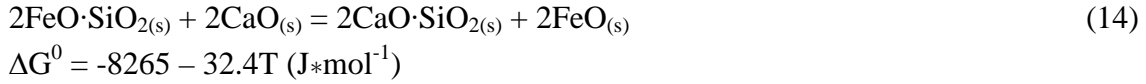
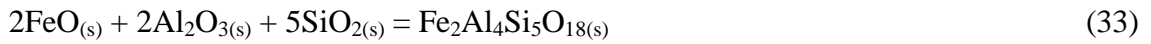
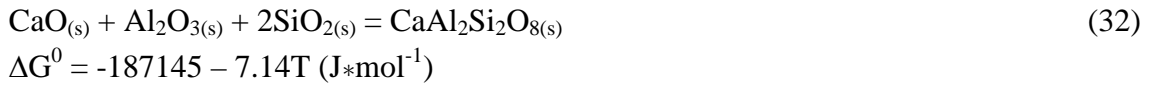
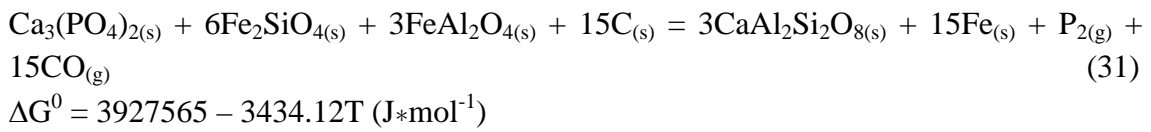
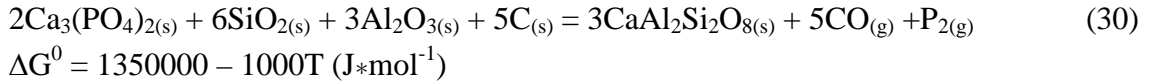
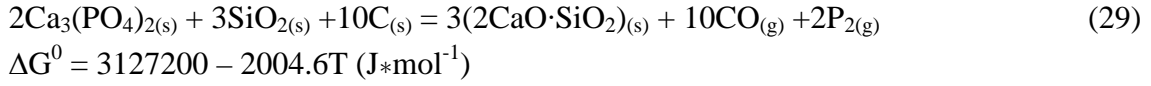
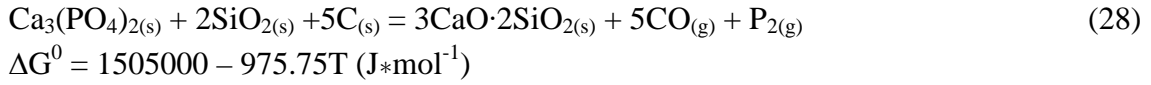
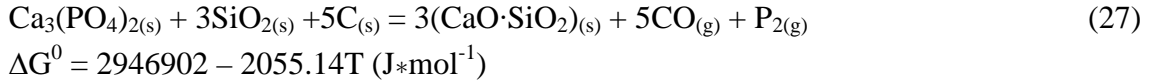


Figure 54 : Diffractogrammes du minerai brut (a), boulette réduite en l'absence de Na_2SO_4 à 1200°C pendant 30 min (b), boulette réduite en l'absence de Na_2SO_4 à 1250°C pendant 60 min (c) et boulette réduite en présence de 10% de Na_2SO_4 à 1250°C pendant 30 min (d)





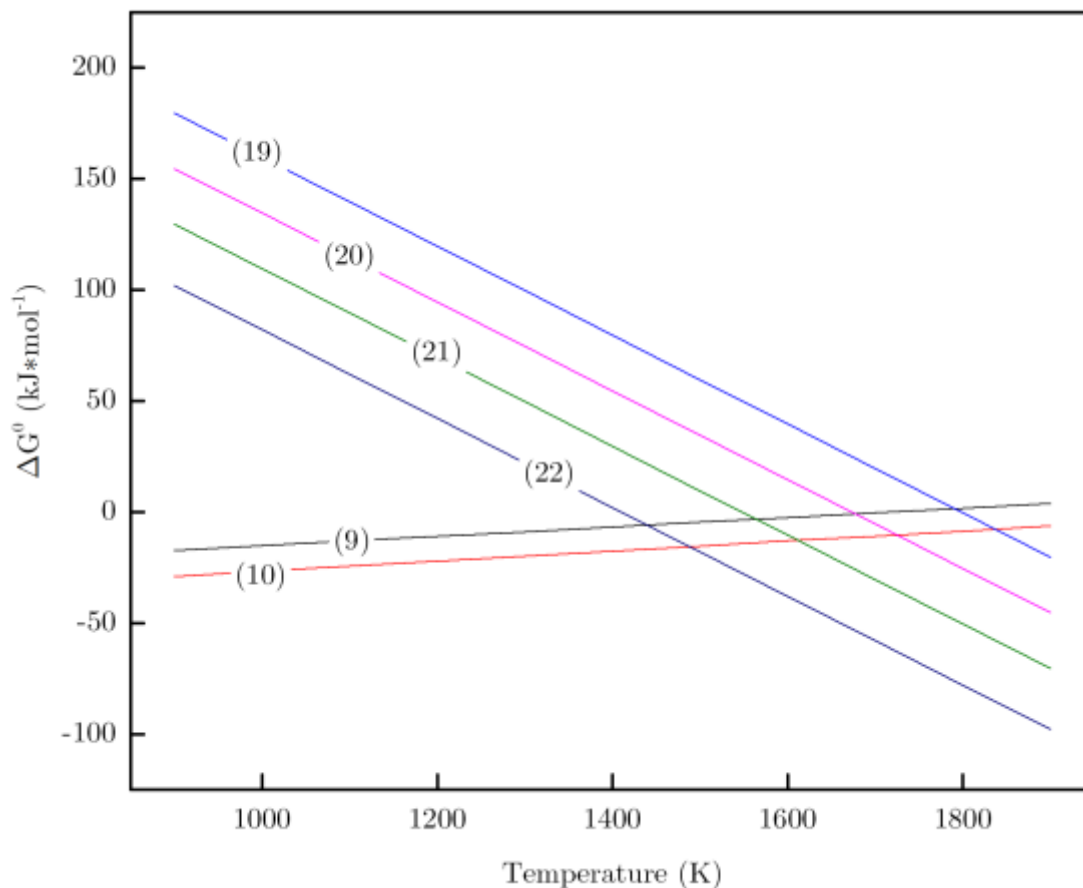
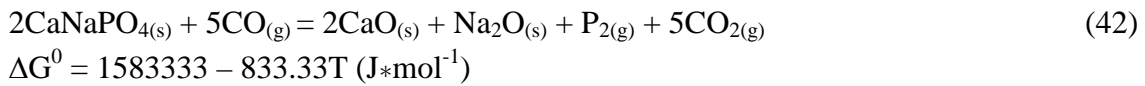
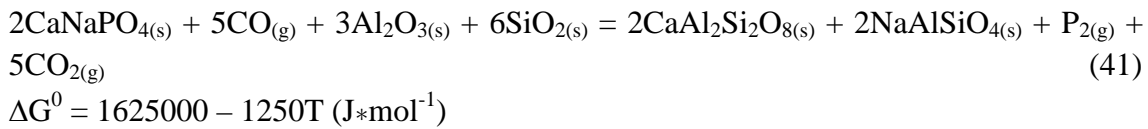
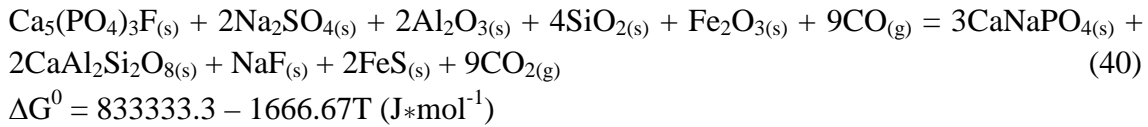
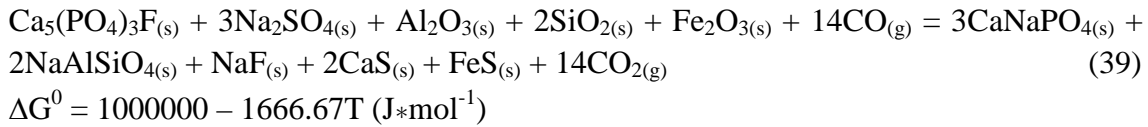
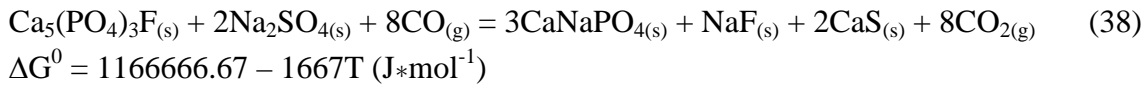
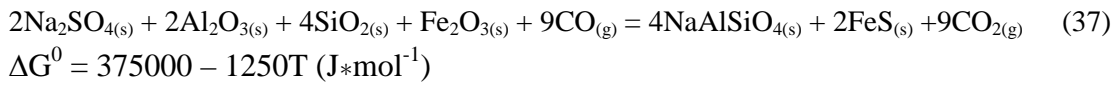
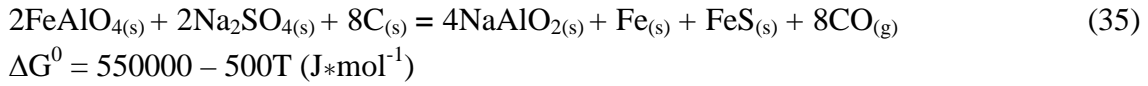
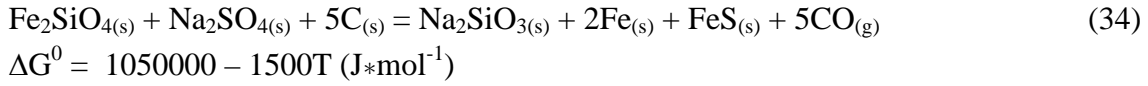


Figure 55 : Relations des réactions DR en l'absence de Na_2SO_4

Concernant la réduction de la présence de Na_2SO_4 (Figure 54d), le diagramme DRX montre de nouveaux pics de diffraction attribués à la néphéline (NaAlSiO_4), l'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{SiO}_8$), et le CaNaPO_4 . De plus, aucun pic associé au quartz (SiO_2) et à la chamosite n'est trouvé dans la poudre réduite, suggérant qu'une réaction entre $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$, SiO_2 , Al_2O_3 et Na_2SO_4 a eu lieu pendant le processus de réduction. Au-dessus de 800 K, la formation de néphéline (NaAlSiO_4) est en avance sur celle d'anorthite et de CaNaPO_4 , puisque Na_2SO_4 réagit plus facilement avec SiO_2 et Al_2O_3 qu'avec la fluorapatite $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$, ce qui empêche sa réduction. Pendant ce temps, le CaNaPO_4 généré par la réduction de certains fluorapatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$) est plus stable en l'absence de SiO_2 et Al_2O_3 , déjà consommé par CaO et Na_2SO_4 , malgré que la température de réduction soit supérieure à 1313 K (1040°C) [55]. De plus, le sulfate de sodium avait réagi avec le SiO_2 et Al_2O_3 , pour former de la néphéline (NaAlSiO_4) et de l'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{SiO}_8$), de préférence à la wustite (FeO), conduisant à une intensification de l'activité de réaction réductrice de FeO et, par conséquent, le degré de métallisation est évidemment amélioré. Bien que la plupart du fer dans la poudre réduite existe sous forme de fer métallique, mais certains minéraux de fer non magnétiques sont également présents dans la poudre réduite comme la wustite (FeO), ainsi qu'une petite quantité de troilite (FeS), ce qui est très peu probable se transformer en Fe ou FeO dans l'atmosphère réductrice de CO , car FeS pourrait également être formé à partir de FeO

[55]. De plus, la fluorapatite non réduite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$) se transforme en résidus avec des matériaux non magnétiques. Par conséquent, la récupération de la séparation magnétique et la séparation Fe-P sont évidemment améliorées. Les réactions les plus probables en présence de Na_2SO_4 peuvent être décrites comme suit [55, 56] :



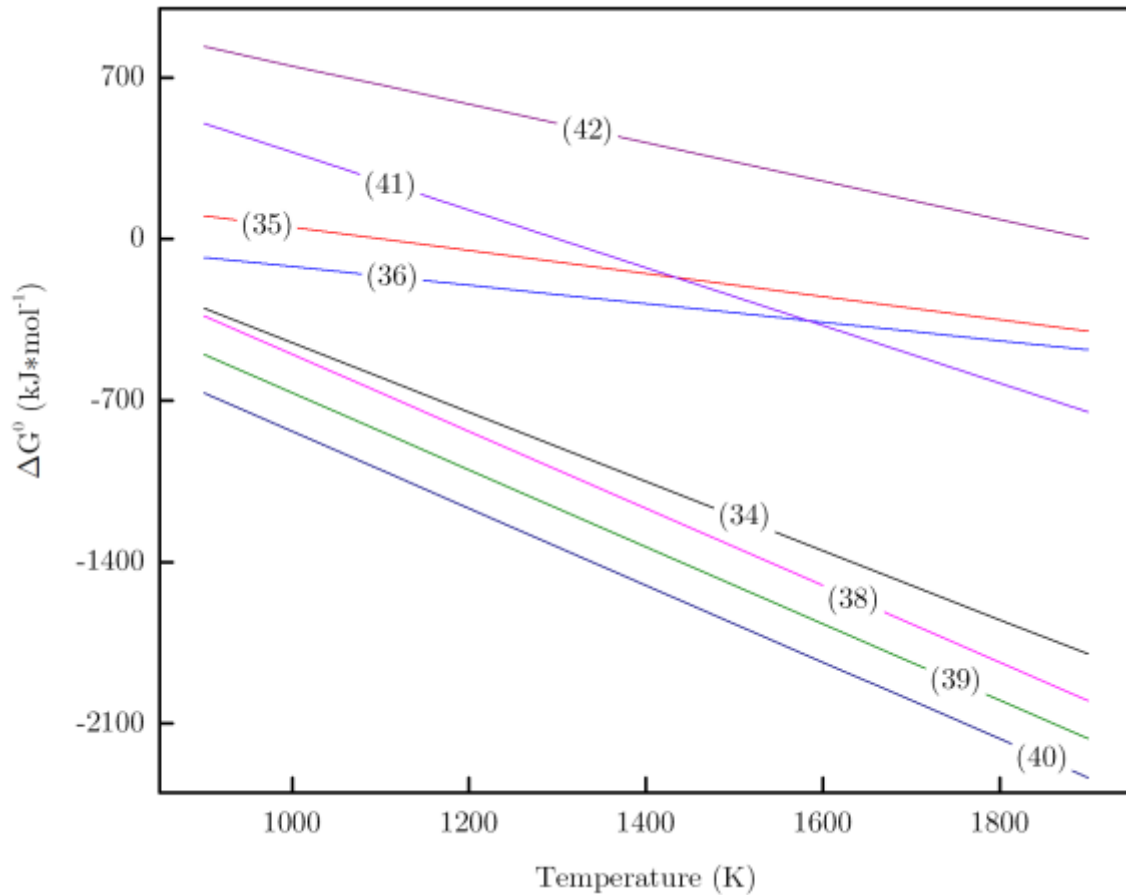


Figure 56 : Relations des réactions DR en présence de sulfate de sodium

4.2 Caractéristiques de la microstructure des boulettes réduites

La microstructure des boulettes réduites à 1250°C pendant 30 min, en l'absence et en présence du Na_2SO_4 (7,5%), a été étudiée au microscope optique à lumière réfléchie (Nikon Eclipse LV100POL), et le résultat est montré dans Figure 58. Après la réduction, les oxydes de fer ont été réduits en espèces de fer métalliques qui se sont rassemblées de sorte que la texture oolithique a été complètement détruite. La plupart des grains de fer métalliques (en blanc) sont connectés, présentant une microstructure en forme de filet, et quelques petites particules de scorie (gris foncé) sont enveloppées dans le maillage. Il est à noter que la décrépitation et la fusion se sont produites à la périphérie du minerai en raison de la perte d'eau de composition et de la génération de matériaux à bas point de fusion tels que la fayalite et l'hercynite. Ce phénomène conduit à l'apparition de fissures et de pores dans la périphérie épaisse du minerai, ce qui a fourni plus de possibilités de contact physique entre les matériaux nouveau-nés et le charbon [60]. En l'absence de Na_2SO_4 (Figure 57a), les particules de fer métallique n'étaient pas complètement combinées entre elles et sont toujours étroitement liées aux minéraux de la gangue. De plus, leur taille n'est que d'environ 45 μm .

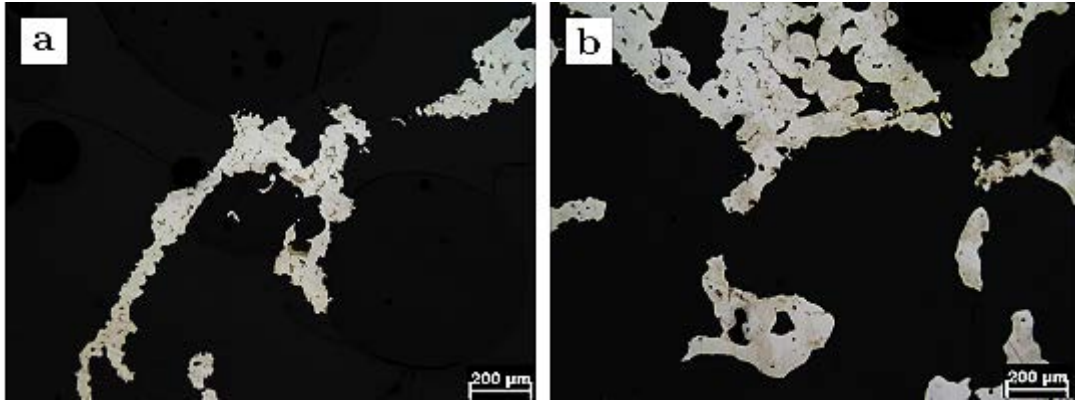


Figure 57 : Microphotographies des boulettes réduites à 1250°C pendant 30 min en l'absence de sulfate de sodium (a) et en présence de 7,5% de Na_2SO_4 (b)

Par conséquent, la séparation de la phase métallique de celle de la scorie n'est pas satisfaisante, car le broyage et la séparation magnétique sont incapables de séparer les particules de la scorie des particules de fer métallique. Cependant, en ajoutant du sulfate de sodium (Figure 57b), les grains de fer métallique sont agrégés et se développent de manière significative dans des tailles généralement supérieures à 75 μm . De plus, la phase métallique était séparée de la phase scorie avec des limites claires, ce qui améliore la libération de Fe de la matrice de la scorie et ainsi, un concentré à haute teneur en fer est obtenu après le broyage et la séparation magnétique. Dans un environnement d'atmosphère fortement réductrice, le processus de réduction directe de l'hématite oolithique et la croissance des grains de fer peuvent être divisés en 3 étapes : réaction chimique, nucléation, et croissance cristalline.

- (1) *Étape de la réaction chimique.* — Cette étape est caractérisée par une réaction d'interface solide-solide entre les minéraux ferrifères se répartissant à la surface du minerai de fer et le carbone solide. Grâce au contact et à la réaction mutuels, de minuscules particules de Fe (ou FeO) se forment. Ces particules deviendront le noyau de la croissance cristalline.
- (2) *Stade de nucléation.* — la nucléation des particules de fer métallique s'est formée. Cette étape est caractérisée par une réaction d'interface solide-gaz. Le carbone solide réagit progressivement avec les minéraux pour former du CO, de sorte que les matériaux à l'intérieur du creuset se trouvent dans une atmosphère fortement réductrice. Lorsque les minéraux de fer à la surface du minerai étaient presque réduits et parce que le CO était plus facile à traverser la surface solide que le C, les minéraux de fer situés à l'intérieur des grains minéraux sont encore réduits en Fe par le CO absorbé à la surface des grains minéraux via le transfert de masse. Par diffusion à longue distance, ces atomes de Fe prolifèrent à la surface de Fe ou FeO produit dans la première étape puis se réunissent progressivement et forment des amas atomiques sur la matrice. Cela est dû au fait que la barrière énergétique de surface de la nucléation a été réduite en raison de la distribution hétérogène du fer métallique qui est apparue le plus tôt à la surface du minerai, car la distribution des

minéraux de fer dans le minerai n'était pas homogène. Par conséquent, une grande quantité d'atomes de Fe se forme à ce stade (Figure 58a).

- (3) *Stade de croissance cristalline.* — Cette étape est caractérisée par la réunion et la croissance des particules de Fe. Deux forces motrices sont responsables de cette transition. Premièrement, sur la base de l'équation d'OSTWALD, les plus petites particules ont une concentration plus élevée de soluté. Par conséquent, le gradient de concentration existait entre des particules de tailles différentes. La deuxième force motrice est le principe de l'énergie libre minimale. En général, une plus grande taille de grain a tendance à diminuer l'énergie libre de surface et à augmenter le rayon de courbure dans un système de fusion. Ce type de mécanisme inhérent détermine que le soluté (Fe) diffuse des particules minuscules aux particules plus grosses. En conséquence, les petits granules de fer se sont réduits et ont disparu, tandis que les grosses particules se sont réunies et ont grandi comme présenté dans la Figure 58b.

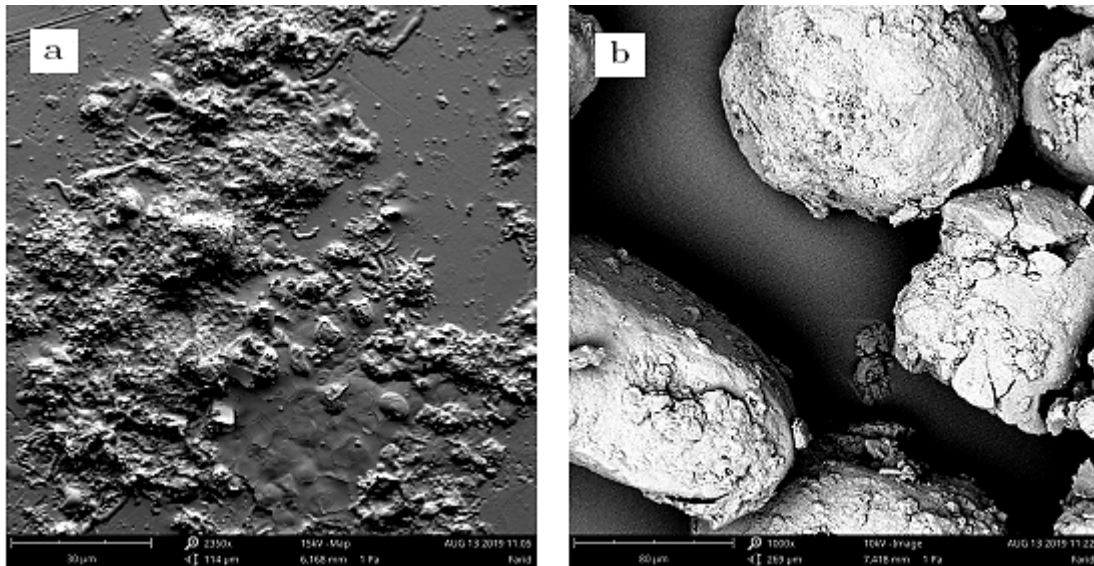


Figure 58 : Stades de croissance des grains de fer métallique

Un échantillon produit sans ajout de sulfate de sodium (réduit à 1250°C pendant 60 min) a été étudié par analyse SEM-EDS (SEM-EDS, JEOL JSM-5410, Japon). L'image SEM et les résultats des mesures EDS à différents points des phases métalliques et de scorie de l'échantillon sélectionné sont présentés à la Figure 59. Les résultats de l'analyse ponctuelle montrent que Si, Ca, Al, O sont les éléments prédominants du point 1 de la phase matrice de scories grises et il peut s'agir de $(\text{Mg, Fe})\text{SiO}_4$ et d'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{SiO}_8$). Pendant ce temps, la teneur en Fe était supérieure à 13%, ce qui suggère que de nombreuses cristallites de fer ultrafines n'avaient pas augmentées et étaient encore étroitement associées aux minéraux de la scorie. En outre, la teneur en P du point 2 atteignait 2,03%, ce qui indique que la majeure partie de la fluorapatite dans le mélange a été réduite et que le phosphore nouveau-né s'est fondu dans les grains Fe pour générer du fer phosphoreux Fe_xP . Cela est dû au fait que, dans ces conditions de

grillage, plus de FeO réagira avec les minéraux de la gangue pour former des matériaux à bas point de fusion en raison de la faible atmosphère réductrice fournie [51]. Étant donné que la présence de phase liquide dans le procédé de réduction directe favorise la diffusion des minéraux phosphorés vers les particules de carbone, le taux de réduction de la fluorapatite est amélioré et donc plus de P élémentaire fondu en fer métallique [52]. Comme les méthodes de séparation physique sont incapables d'éliminer le P élémentaire dans le fer métallique, le DRI à haute teneur en phosphore est obtenu par la séparation magnétique à basse intensité.

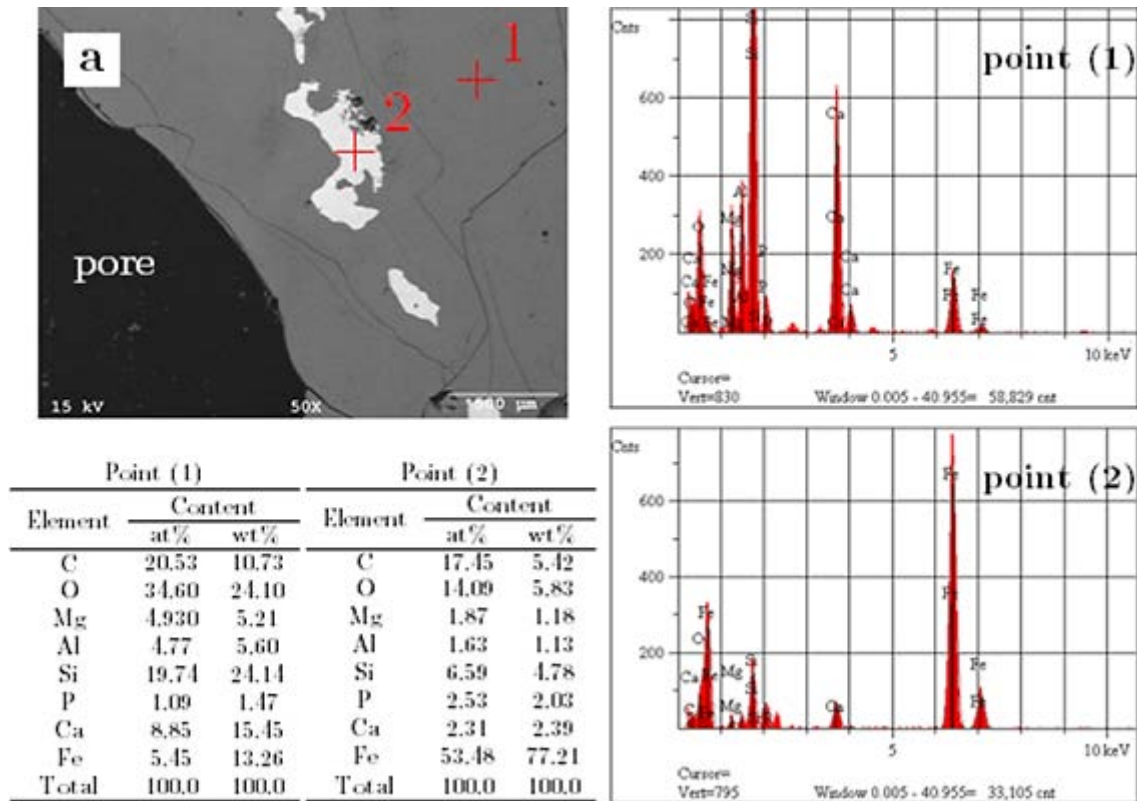


Figure 59 : Image SEM d'une boulette réduite à 1250°C pendant 60 min en l'absence de Na_2SO_4 avec spectres EDS et données d'analyse des points 1 et 2

L'échantillon produit sous des paramètres de réduction optimaux (réduit à 1250°C pendant 30 min avec 5% de Na_2SO_4) a été étudié par analyse SEM-EDS (SEM-EDS, JEOL JSM-7610FPlus, Japon). L'image SEM et les résultats des mesures EDS à différents points des phases métalliques et de scorie sont présentés dans la figure 60. La figure rapporte que Si, Ca, Na, Al, O, P sont les éléments prédominants du point 1 de la phase de la scorie grise et il peut s'agir d'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{SiO}_8$), de néphéline (NaAlSiO_4), de CaNaPO_4 et de la partie non réduite de fluorapatite. Pendant ce temps, il a été trouvé une petite quantité de Fe, ce qui suggère que les grains de fer et les minéraux de la gangue étaient moins imbriqués.

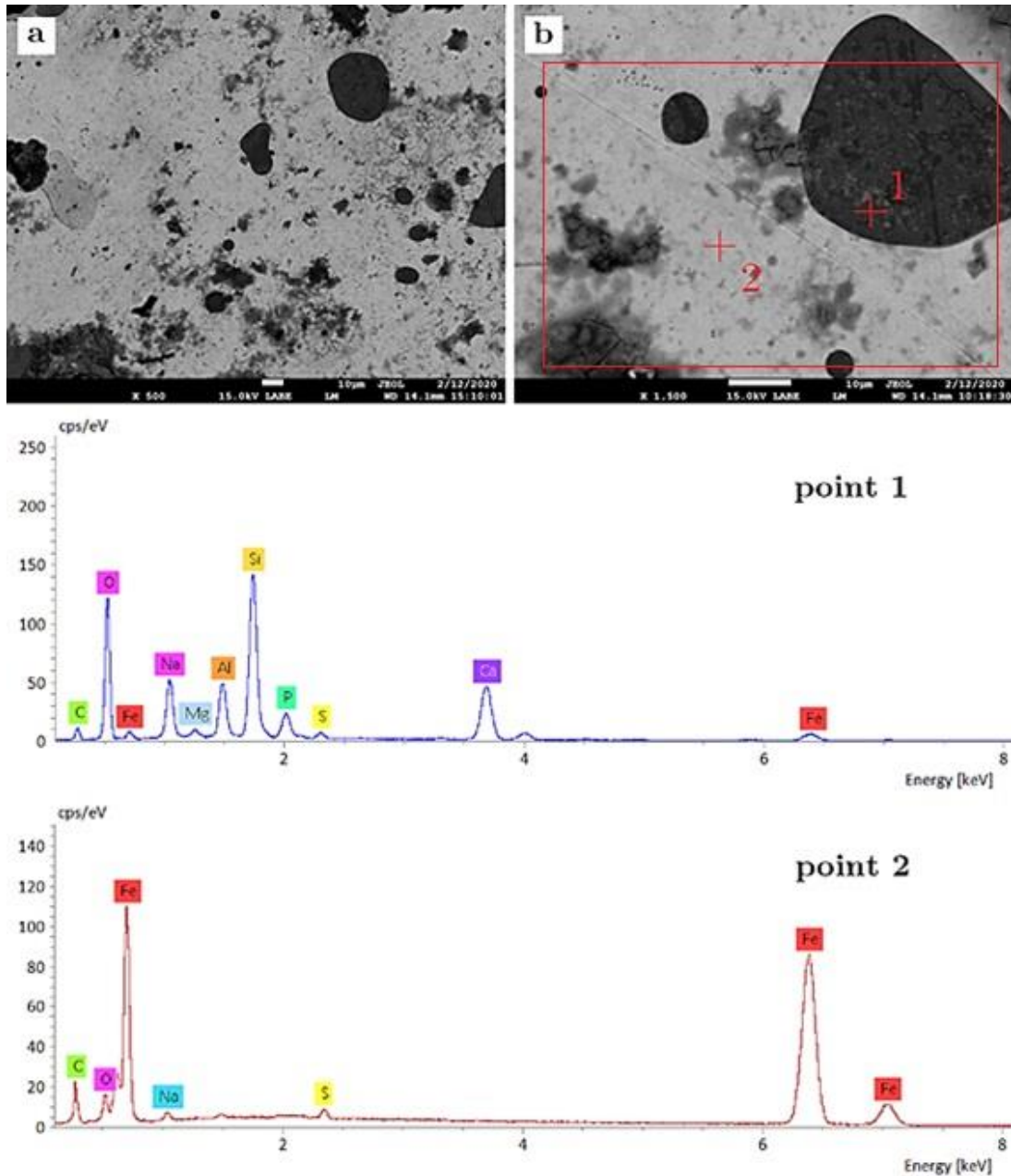


Figure 60 : Image SEM et analyses EDS d'un échantillon réduit à 1250°C pendant 30 min avec l'ajout de 5% de Na_2SO_4

Par conséquent, il est facile d'obtenir une séparation nette du fer de la scorie par les procédés ultérieurs du broyage et de la séparation magnétique. Le résultat de l'analyse ponctuelle du point 2 montre que le phosphore n'a pas été identifié dans la phase métallique blanche brillante. Ceci est dû au fait que l'ajout de Na_2SO_4 entrave la réduction de la fluorapatite par la génération de phase liquide qui accélère la réaction entre SiO_2 , Al_2O_3 , CaO et d'autres composants dans le minerai brut. Cependant, il a été trouvé une petite quantité de S dans la phase de fer métallique et il pourrait s'agir de troïlite (FeS), qui réagit avec le fer pendant le processus de réduction pour générer un système eutectique Fe-FeS à bas point de fusion. La formation de la phase liquide Fe-

FeS facilite le transfert de masse des ions métalliques et accélère l'agrégation des grains de fer métallique [57, 58]. La Figure 61 présente la cartographie EDS pour l'analyse élémentaire de surface dans la zone observée de la figure 60b. On observe que Fe est distribué avec précision dans les positions des grains de fer métalliques et ne chevauche pas avec P, à l'exception des particules proches des régions riches en phosphore et qui se sont avérées contenir une petite quantité de P. En outre, les régions de distribution de Si, Al, O, et Ca n'ont pas été trouvés là où Fe existait. Pendant ce temps, une petite quantité de P chevauchait avec Ca, O, et Na sous la forme de CaNaPO_4 , et le reste était enrichi dans la matrice Si-Al-Ca sous forme de fluorapatite. En résumé, la présence de Na_2SO_4 crée non seulement des conditions favorables à la libération du fer métallique des scories mais interdit également la réduction de la fluorapatite. Dans des conditions optimales, le P est resté sous forme de fluorapatite dans la scorie et peut être éliminé par broyage et séparation magnétique humide à basse intensité.

4.3 Distribution du phosphore dans la microstructure du DRI

Afin d'étudier la distribution du phosphore dans le DRI, le concentré magnétique de l'échantillon réduit à 1250°C pendant 30 min en l'absence de sulfate de sodium a été étudié par SEM-EDS (FEI Quanta 250 ESEM, Pays-Bas). La Figure 62a a montré que P crée une distribution réticulaire dans le DRI, et sa teneur est élevée là où C se distribue de manière intensive (Tableau 50). Une fois la réduction atteinte, le phosphore pourrait se produire dans différents états, en fonction du rapport de réduction de la fluorapatite. La partie non réduite de phosphore se présente sous forme de phosphate de calcium. Alors que le P_2 de l'apatite réduite sera soit émis dans l'atmosphère, soit piégé dans le fer métallique [67]. Des études antérieures ont révélé que lorsque le degré de métallisation (η) dépassait 30%, la quasi-totalité du P est contenue dans le fer réduit, car l'émission de P_2 est souvent maintenue constante à 13%. En l'absence de Na_2SO_4 , le rapport de distribution du P dans la phase métallique a augmenté de façon spectaculaire de 25% à environ 150% avec l'augmentation de la température de réduction de 1000°C à 1300°C . La réduction carbothermique de $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ nécessite une température extrêmement élevée, mais elle devient facile en présence d' Al_2O_3 et SiO_2 .

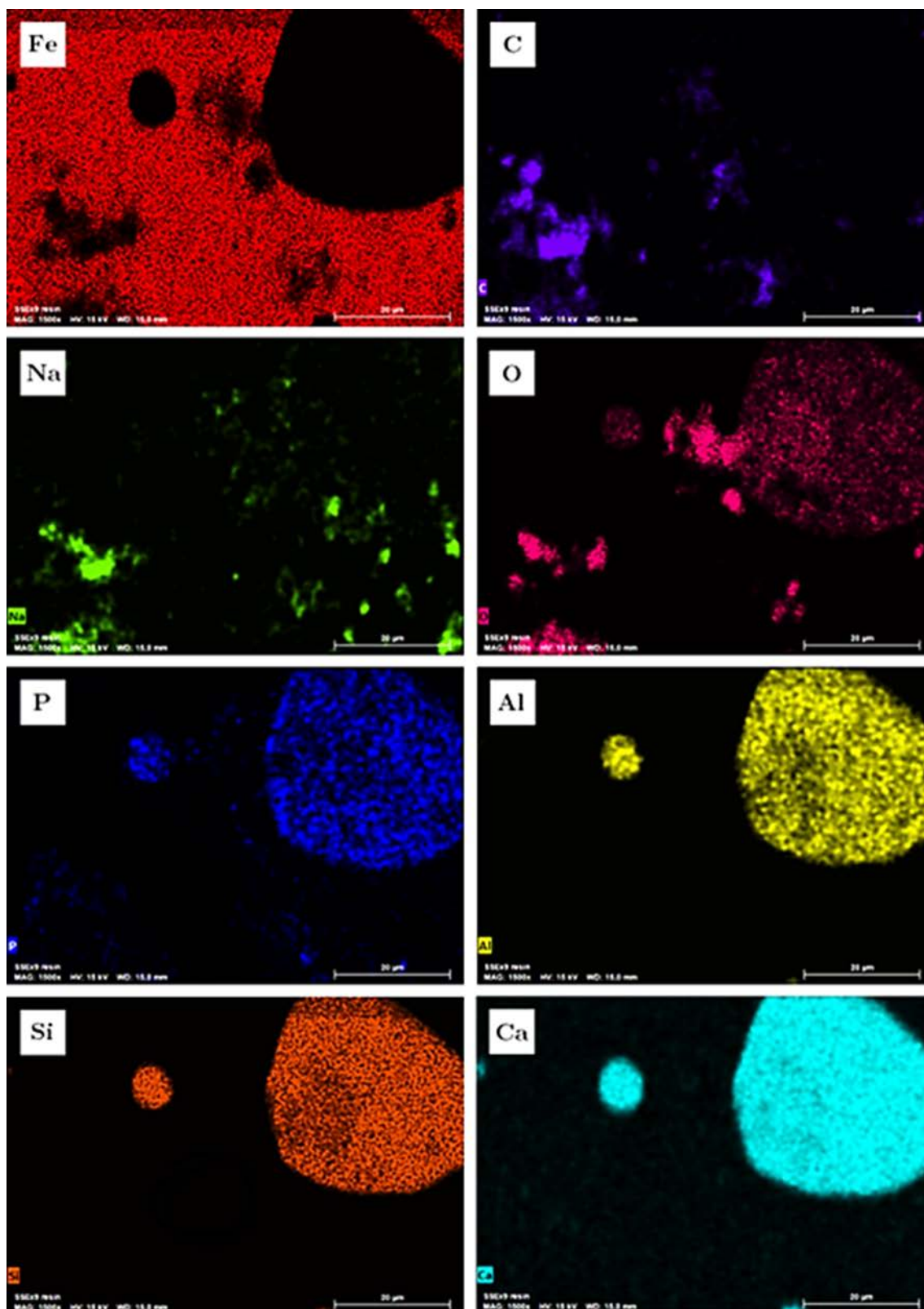


Figure 61 : Cartographies élémentaires EDS d'un échantillon réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% de Na_2SO_4

Les calculs thermodynamiques nous informent que $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ peut être réduit en P_2 par réduction carbothermique à 1200°C en l'absence de SiO_2 et Al_2O_3 . En effet, d'après la figure 56, les valeurs de ΔG^0 des équations (20) à (22) sont inférieures à celle de l'équation (19). Par conséquent, la silice et l'alumine servent à améliorer la réduction de la fluorapatite, fournissant une force motrice thermodynamique. Cependant, les premières études se sont principalement concentrées sur l'effet du SiO_2 plutôt que sur celui de Al_2O_3 , bien que leur effet sur le processus de réduction doive être pris en compte ensemble [67].

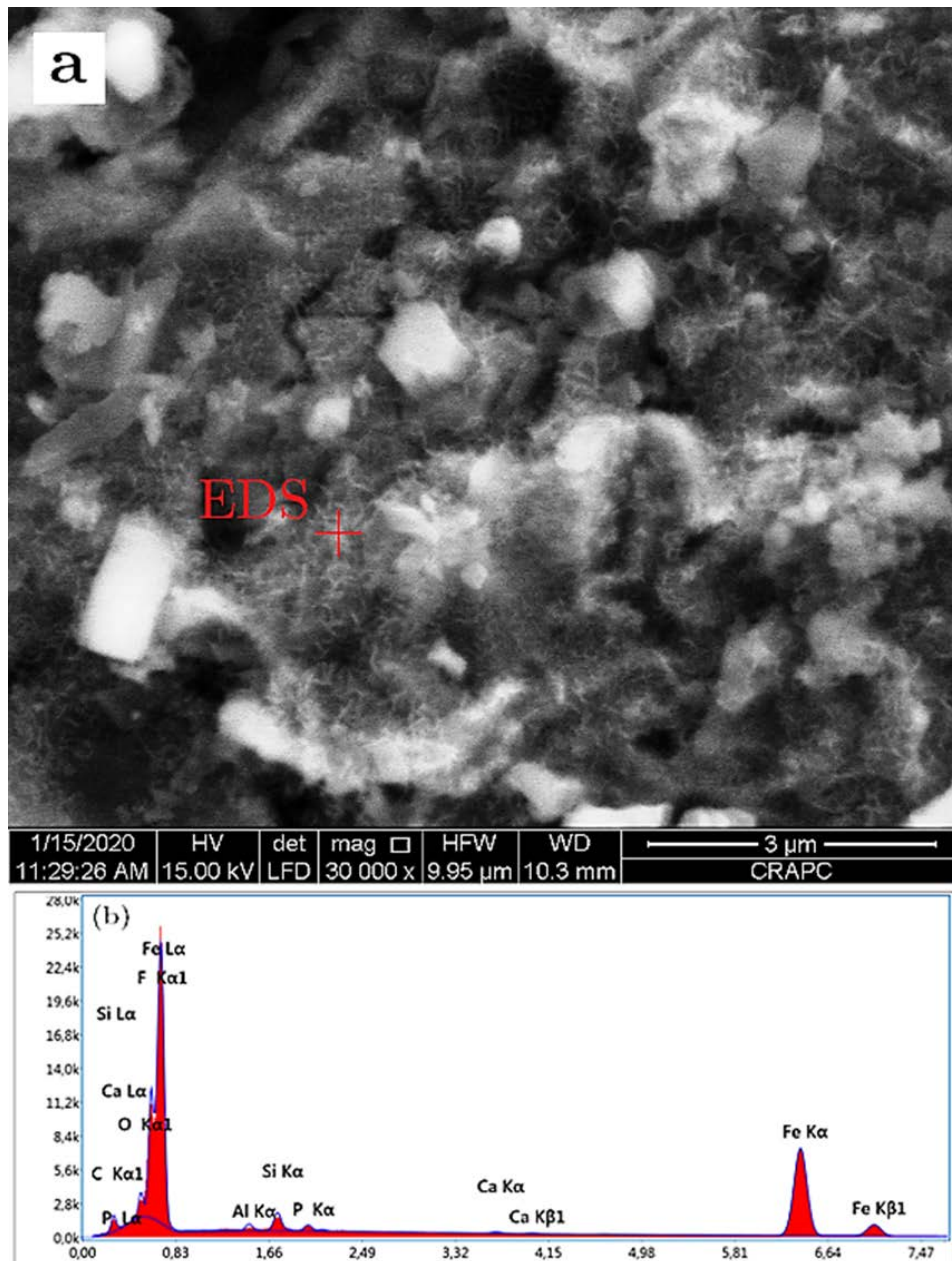


Figure 62 : La distribution réticulaire du phosphore observée dans le concentré magnétique de l'échantillon réduit à 1250°C pendant 30 min en l'absence du sulfate de sodium (a) et le résultat de la mesure EDS au point choisi (b)

Tableau 50 : Analyses quantitative des données du point sélectionné à partir du matériau magnétique de la boulette réduit à 1250°C pendant 30 min en l'absence de Na₂SO₄

Element	% mass	% atomic	Total intensity	% Error	K ratio
C K	3.92	11.88	115.64	22.66	0.014
O K	2.78	7.92	234.95	16.37	0.021
F K	0.92	2.20	102.83	0.90	0.008
Al K	0.65	1.10	42.25	10.40	0.004
Si K	1.59	2.58	122.51	6.68	0.012
P K	1.18	1.71	74.93	14.02	0.010
Ca K	0.33	0.38	12.76	21.54	0.003
Fe K	88.62	72.22	1045.29	3.55	0.859

Le processus de réduction directe implique de nombreuses étapes, tels que la réduction des oxydes de fer, la déphosphoration du Ca₅(PO₄)₃F, la carburation et l'absorption de P du DRI. La Figure 63 schématise l'évolution de la réduction directe selon les résultats de cette étude.

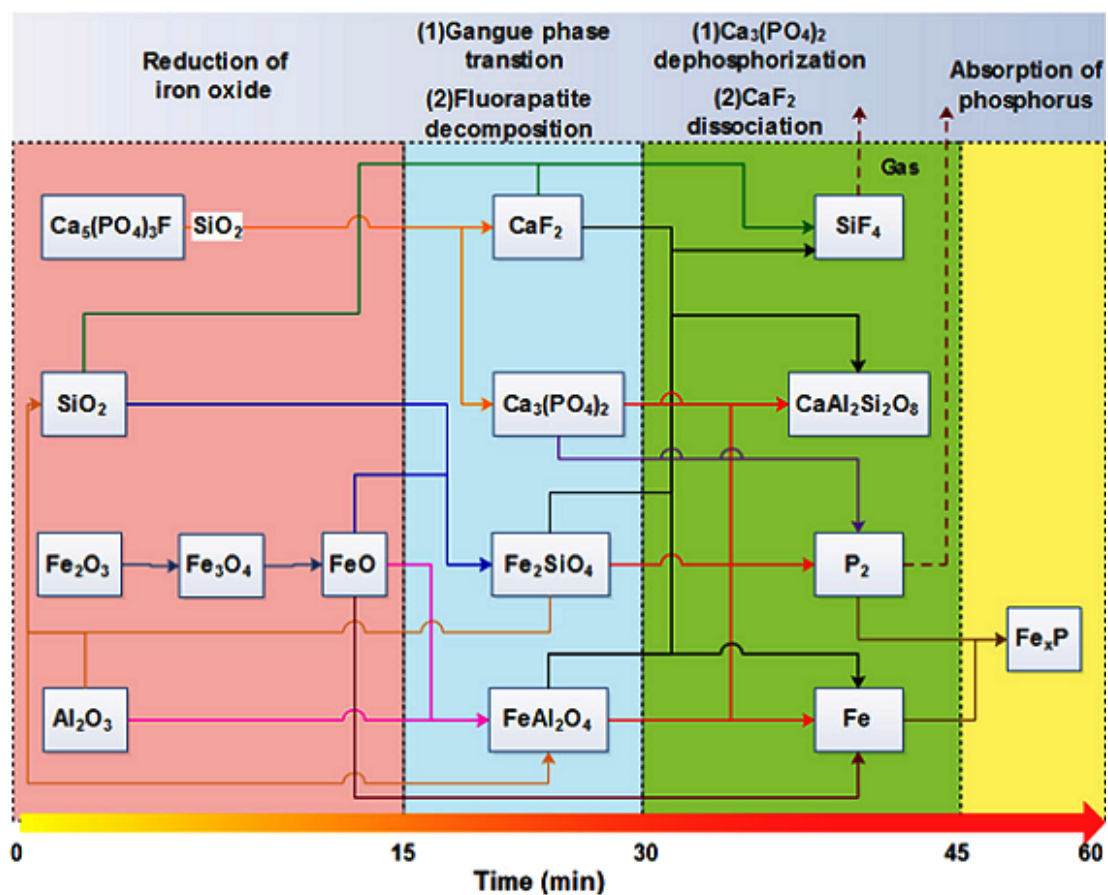


Figure 63 : Diagramme schématisé de l'évolution des minéraux au cours du processus de réduction directe du minerai de fer oolithique riche en phosphore

Source: C. Cheng et al., Phosphorus migration during direct reduction of coal composite high-phosphorus iron ore pellets

Au début, les oxydes de fer étaient réduits dans les boulettes mélangées pour former le FeO. Ensuite, une petite quantité de FeAl_2O_4 s'est formée pour la première fois. Après cela, FeO et SiO_2 ont produit une grande quantité de Fe_2SiO_4 , qui a réagi avec SiO_2 pour former un mélange eutectique à bas point de fusion de FeSiO_3 fondu à 1200°C . Ensuite, l' Al_2O_3 n'ayant pas réagi a contacté le Fe_2SiO_4 pour former SiO_2 et FeAl_2O_4 . Le SiO_2 a continué à réagir pour générer la scorie stable Fe-Si-Al. Au début de la réduction, seule une petite quantité de FeO a été réduite en Fe du fait que la plus grande partie de Fe^{2+} était fixée dans la scorie. De plus, la fluorapatite ne s'est pas décomposée et seule une partie de la fluorapatite a diffusé dans la phase gangue [66]. Cependant, en présence d'une quantité importante de Fe_2SiO_4 et FeAl_2O_4 , les conditions cinétiques de transfert de masse de la phase gangue impliquant SiO_2 , Al_2O_3 et la fluorapatite se sont considérablement améliorées, accélérant davantage la transition de phase gangue et la décomposition de la fluorapatite. La fluorapatite qui a diffusé dans la scorie Fe-Si-Al s'est décomposée en $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ et CaF_2 qui ont rapidement réagi avec Fe_2SiO_4 et FeAl_2O_4 dans la scorie. La décomposition de la fluorapatite s'est produite comme suit:



Du fait que SiO_2 était la principale phase de gangue dans le minerai, la présence de SiO_2 a amélioré la réaction de CaF_2 en CaO et SiF_4 ; pendant ce temps, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ réduit directement en CaO et P_2 . CaO a réagi avec la scorie Fe-Si-Al pour former $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, tandis que SiF_4 et P_2 se sont déchargés des boulettes sous forme de gaz. Au fur et à mesure que le temps de réduction s'allongeait, une partie de la fayalite et de l'hercynite est réduite pour générer du Fe, tandis que la fluorapatite a disparu en même temps. Pendant ce temps, les grains de fer métallique réduits se sont réunies et ont continué à grandir, créant de petites billes de fer. De plus, à mesure que l'interface du fer et de la scorie augmentait, la phase fer métallique se séparait de la phase scorie. A la fin de la réduction, la fluorapatite a complètement disparu et a produit une nouvelle phase dans la scorie déterminé comme étant de l'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). Le ΔG^0 des réactions (25) et (31) était inférieur à 0 ($\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$) à 1523 K (1250°C), permettant les deux réactions. Par rapport aux réactions (25) et (31), par mole de $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ il faudrait une plus grande quantité de composants de scorie et de carbone que par mole de CaF_2 pour former $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, ce qui a entraîné l'épuisement du CaF_2 dans la scorie. Enfin, Ca s'est transféré dans $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$, tandis que le phosphore a été absorbé par la phase de fer pour produire Fe_xP [66]. La carburation se produisait pendant la formation du DRI. La carburation s'est produite à la surface et s'est ensuite développée vers l'intérieur dans la phase de fer avec le temps. L'impact de la carburation indirecte peut être ignoré, compte tenu de l'effet majeur de la carburation directe. La carburation directe s'est déroulée comme suit :



En raison du faible taux d'absorption du P dans la phase Fe, la majeure partie du P s'est séparée des boulettes sous forme de gaz P_2 . Cependant, le taux d'absorption dans la phase métallique est devenu plus élevé lorsque le fer en fusion a été généré, de sorte que le gaz P_2 a été absorbé par le fer liquide dès qu'il a été produit pour former du fer phosphoré Fe_xP . L'absorption du phosphore du DRI s'est produite comme suit :



L'affinité de P_2 et Fe est intimement associée à la texture particulière du minerai de fer oolithique. Le minerai brut se compose de plusieurs couches concentriques et les couches d'oxydes de fer sont jointes à des couches de gangue. Par conséquent, avant la réduction de la fluorapatite, le fer métallique frais formé pendant la réduction envelopperait la couche de fluorapatite non réduite. Une fois la fluorapatite réduite, le gaz P_2 pénètre facilement dans le DRI, déjà enveloppé dans une surface de $Ca_3(PO_4)_2$ [67]. Sur la base du diagramme de phase binaire Fe-P (figure 64), le phosphore retenu se présentera sous la forme d'une solution solide de Fe et αFe ou de phosphures Fe_3P , Fe_2P et FeP en fonction de la teneur en P. De plus, des mélanges eutectiques d'espèces intermétalliques de $\alpha Fe-Fe_3P$ (point de fusion de $1048^\circ C$) et Fe_2P-FeP (point de fusion de $1262^\circ C$) se développeront avec l'augmentation du phosphore joint [67]. Les résultats des mesures SEM-EDS de la Figure 63 montrent que C et P avaient une distribution similaire dans la phase DRI et que la teneur en P augmentait avec celle de C. La teneur élevée en phosphore a démontré que P a une solubilité élevée dans le fer liquide.

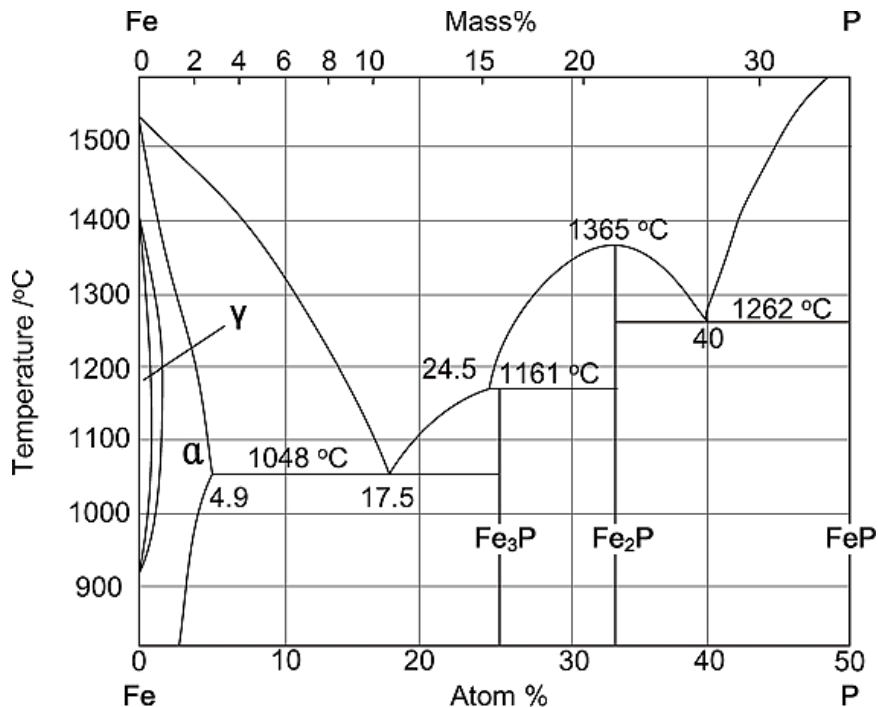


Figure 64 : Diagramme de phase binaire Fe-P

Source: G.H. Li et al., Distribution characteristics of phosphorus in the metallic iron during solid-state reductive roasting of oolitic hematite ore

A 1250°C et après réduction pendant 60 min, le DRI à haute teneur en P était situé dans la zone liquide du diagramme de phase d'équilibre Fe-C avec un dosage en C de 5,42% (Figure 59); Le DRI à faible teneur en P était situé dans la zone d'austénite avec une teneur en C inférieure à 2% (Figure 65). Evidemment, la migration du P est liée à la carburation dans la phase Fe, et la fusion hétérogène de la phase métallique a conduit à la distribution réticulaire du P (Figure 62). A une température ambiante, le phosphore est présent principalement dans la basse lédéburite et rarement dans la perlite ou la cémentite formée par le refroidissement de l'austénite. A travers cette étude, le processus de migration dynamique du phosphore est résumé. Comme le montre la Figure 65, la quantité de carburation du point 1 à 6 sur le diagramme de phases Fe-C est divisée en cinq phases. La procédure des transformations de la microstructure et de la migration du P dans le DRI est schématiquement exposée sur la figure 66 [68].

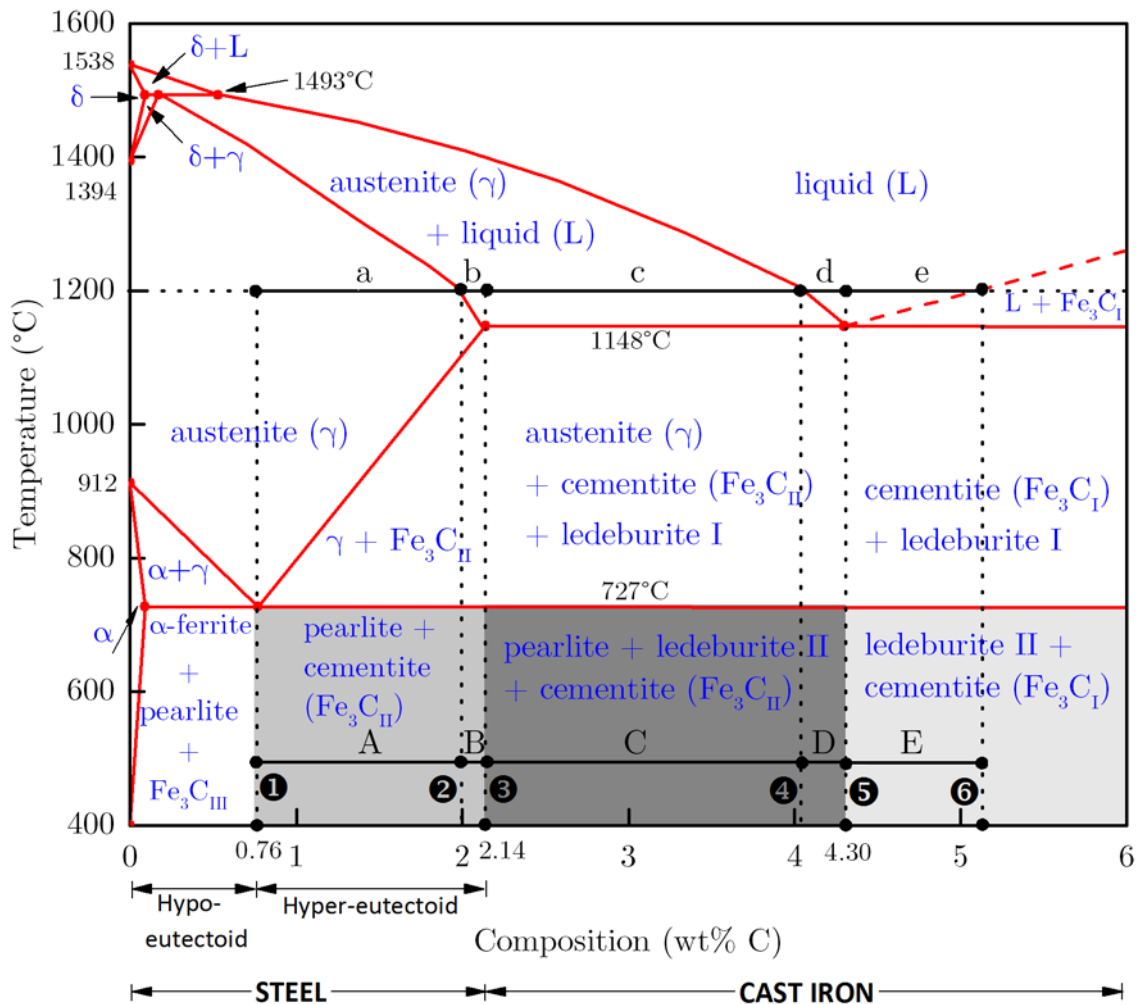


Figure 65 : Diagramme d'équilibre des phases Fe-C

Source: C. Cheng et al., Dynamic migration process and mechanism of phosphorus permeating into metallic iron with carburizing in coal-based direct reduction

- (1) Une carburation comprise entre le point 1 et le point 2 a conduit à la formation d'austénite en DRI à 1250°C (étape a). La plus grande partie du P réduit déchargé de la pastille sous forme de gaz P₂ en raison de son insolubilité dans la structure interne plus dense de l'austénite. Au fur et à mesure que la température diminuait par refroidissement (étape A), une petite quantité de cémentite (Fe₃C_{II}) a été précipitée dans l'austénite. Lorsque la température est tombée à 727°C, les grains austénitiques dans la perlite et la cémentite ont persisté. Par conséquent, la teneur en P du DRI était faible et sa distribution était dispersée.
- (2) Avec le temps de réaction allongé, la carburation se situe dans la plage du point 2 au point 3. À haute température (étape b), C pénètre dans le DRI le long des joints de grains d'austénite, entraînant une teneur en carbone des joints de grains d'austénite à atteindre le point 3. Pendant ce temps, l'absorption de P dans le DRI était difficile en raison de la formation de quelques quantités de fer liquide sur les joints de grains d'austénite. Au fur et à mesure que la température diminuait à 727°C (étape B), la fonte liquide diminuait progressivement jusqu'à ce qu'elle disparaisse, et la zone de distribution du phosphore était continuellement comprimée. La cémentite (Fe₃C_{II}) a précipité facilement en raison de la grande quantité de carburation sur les joints de grains austénite, tandis qu'une carburation interne supplémentaire a provoqué la formation de perlite. Dans la microstructure du DRI, la teneur en P est restée très faible et n'est pas visiblement distribuée.
- (3) L'allongement supplémentaire du temps de réduction a entraîné la poursuite du processus de carburation entre le point 3 et le point 4 à 1250°C, ce qui a amélioré la fusion du joint de grain austénitique. Au cours de l'étape c, les processus de carburation et de fusion se sont améliorés. La fonte liquide en fusion a amélioré les conditions cinétiques de carburation. En effet, la fonte liquide en fusion enroulée autour de l'austénite est entrée en contact avec l'interface austénite, entraînant une augmentation de la teneur en carbone des joints d'austénite. Une fois que la teneur en carbone a atteint le point 4, les joints d'austénite ont continué à fondre jusqu'à former une distribution réticulaire connectée. En raison de la forte diffusion du phosphore dans la fonte liquide chaude, une quantité importante de phosphore a été absorbée par la fonte liquide tandis que la quantité de phosphore dans l'austénite était bien moindre. Cette répartition inégale du phosphore et du carbone a entraîné la fusion hétérogène du phosphore dans toute la phase de fer. Lors du refroidissement à 1148°C (étape C), le rapport de fer liquide dans la phase de fer métallique a diminué régulièrement, tandis que la proportion d'austénite a constamment augmenté. Pendant ce temps, l'aire de distribution du phosphore a diminué, tandis que sa concentration en fer liquide a augmenté, ce qui a aggravé la ségrégation du phosphore. Lorsque la température est descendue en dessous de 1148°C, le fer fondu a subi une transformation eutectique pour former un précipité de lédéburite à haute température (lédéburite I) et de cémentite (Fe₃C_{II}) sur les joints de grains d'austénite. Une baisse supplémentaire de la température à 727°C a entraîné la transformation eutectoïde de l'austénite en perlite, tandis que la

lédéburite à haute température s'est transformée en lédéburite à basse température (lédéburite II). Ainsi, à température ambiante, il y avait une forte concentration de phosphore dans la lédéburite II, qui est formée par le refroidissement du fer liquide. De plus, comme le fer liquide était enveloppé d'austénite, le phosphore présentait une distribution réticulaire.

- (4) Parallèlement à la poursuite de la carburation, la composition du carbone se situait dans la gamme du point 4 au point 5. Au cours de l'étape d (à 1250°C), le DRI a complètement fondu, ce qui a accéléré les processus de carburation et de phosphore migration. À ce stade, le phosphore était réparti uniformément dans le fer liquide. Dans l'étape de refroidissement D, une petite quantité d'austénite est apparue dans le fer en fusion. Lorsque la température était inférieure à 1148°C, l'austénite se transformait en perlite et cémentite (Fe_3C_{II}), et la fonte liquide se transformait en lédéburite I. À température ambiante, la teneur en phosphore était élevée dans la microstructure du fer métallique. La perlite et la cémentite sont formées à partir de l'austénite précipitée pendant le processus de refroidissement, de sorte que leur teneur en P était inférieure à la teneur en P de la lédéburite II.
- (5) Enfin, lorsque la carburation se situe entre les points 5 et 6, les deux teneurs en fer et en phosphore augmentent régulièrement dans la fonte liquide (L) à 1250 °C (étape e). Au cours du processus de refroidissement (étape E), la cémentite (Fe_3C_I) est initialement précipitée, tandis que la teneur en P dans la fonte liquide continue d'augmenter jusqu'au point de précipitation de la lédéburite à basse température (lédéburite II). Par conséquent, à température ambiante, la teneur en P de la lédéburite II est beaucoup plus élevée que celle de la cémentite (Fe_3C_I)

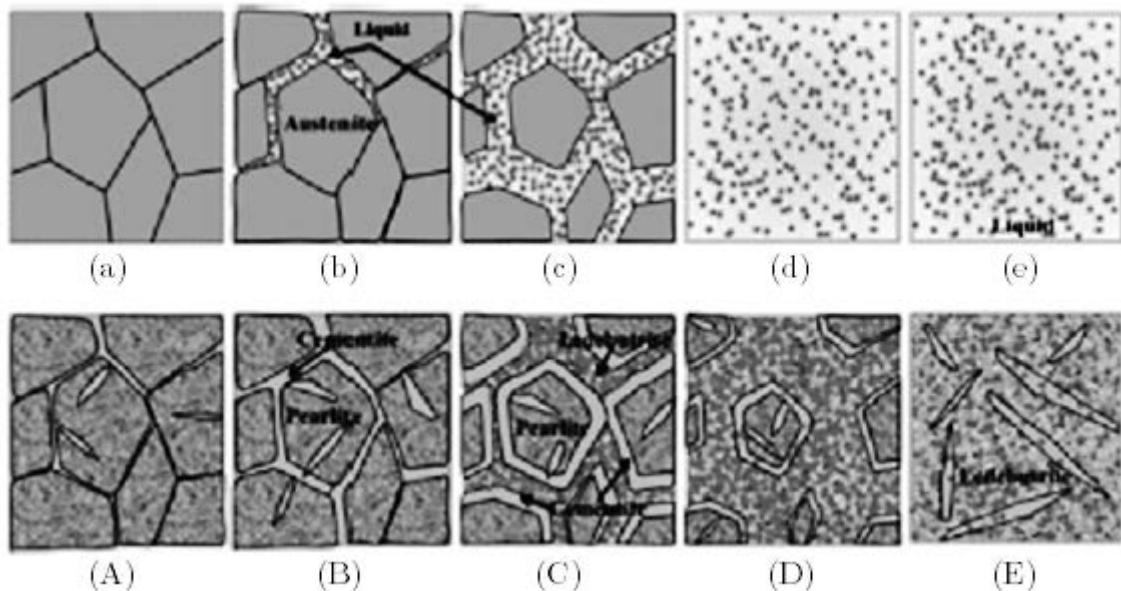


Figure 66 : Schéma du comportement de la distribution du phosphore dans DRI

Source: C. Cheng et al., Dynamic migration process and mechanism of phosphorus permeating into metallic iron with carburizing in coal-based direct reduction

5 Caractérisation des concentrés magnétiques

Le matériau magnétique obtenu à partir de la réduction sous des paramètres de réduction optimaux (réduit à 1250°C pendant 30 min avec l'ajout de 5% Na₂SO₄) suivi par la suite de broyage et de la séparation magnétique humide à basse intensité, a été étudié à l'aide de la diffraction des rayons X (DRX) et SEM-EDS (Environmental FEI Quanta 250 SEM, Pays-Bas). Selon le diffractogramme présenté à la Figure 67, le fer métallique (Fe) est la principale phase cristalline détectée dans le produit magnétique, suggérant qu'un produit DRI presque monophasé pourrait être récupéré dans des conditions de réduction optimisées. L'image SEM du DRI acquise à partir de l'échantillon sélectionné est illustrée à la Figure 68. On peut voir que le concentré magnétique était principalement constitué de grains de fer métallique (en blanc) qui occupaient presque toute l'image du matériau magnétique. De plus, la forme des espèces de fer métallique dans le concentré devient légèrement irrégulière et leurs surfaces deviennent grossières en raison du broyage.

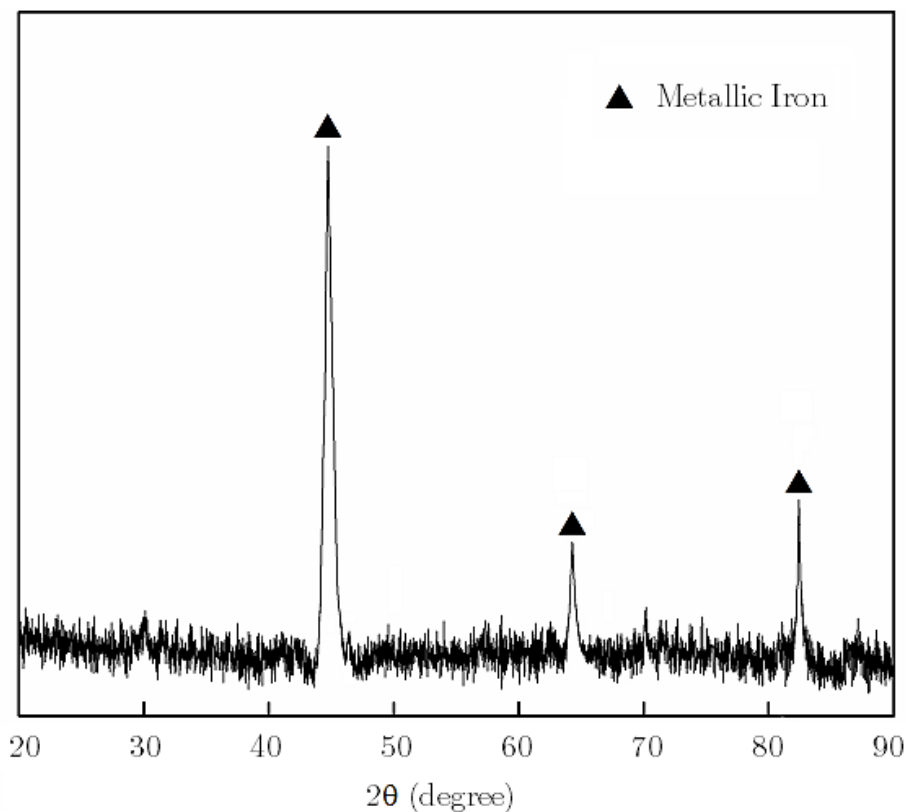


Figure 67 : Diffractogramme du concentré magnétique réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% de Na₂SO₄

Cependant, il existe encore quelques quantités d'impuretés avec des tailles de particules fines, telles que (Mg, Fe)₂SiO₂, FeS et FeAl₂O₄ à la surface de certaines particules de fer métallique (Tableau 51). En effet, les fines particules, produites par broyage, génèrent le

phénomène de réunion magnétique qui conduit à la séparation de certaines impuretés avec les particules de fer au concentré [72].

Tableau 51 : Résultats d'analyse quantitative du point sélectionné à partir du concentré de la boulette réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% de Na₂SO₄

Element	% mass	% atomic	Total intensity	% Error	K ratio
C K	1.94	8.10	54.96	10.00	0.0071
O K	1.42	4.25	114.88	8.82	0.0093
Al K	0.30	0.56	22.41	25.85	0.0014
Si K	0.55	0.84	40.18	15.95	0.0028
P K	0.16	0.25	9.99	13.96	0.0018
S K	0.18	0.28	14.15	1.56	0.0060
Fe K	95.44	85.72	1083.01	3.55	0.9398

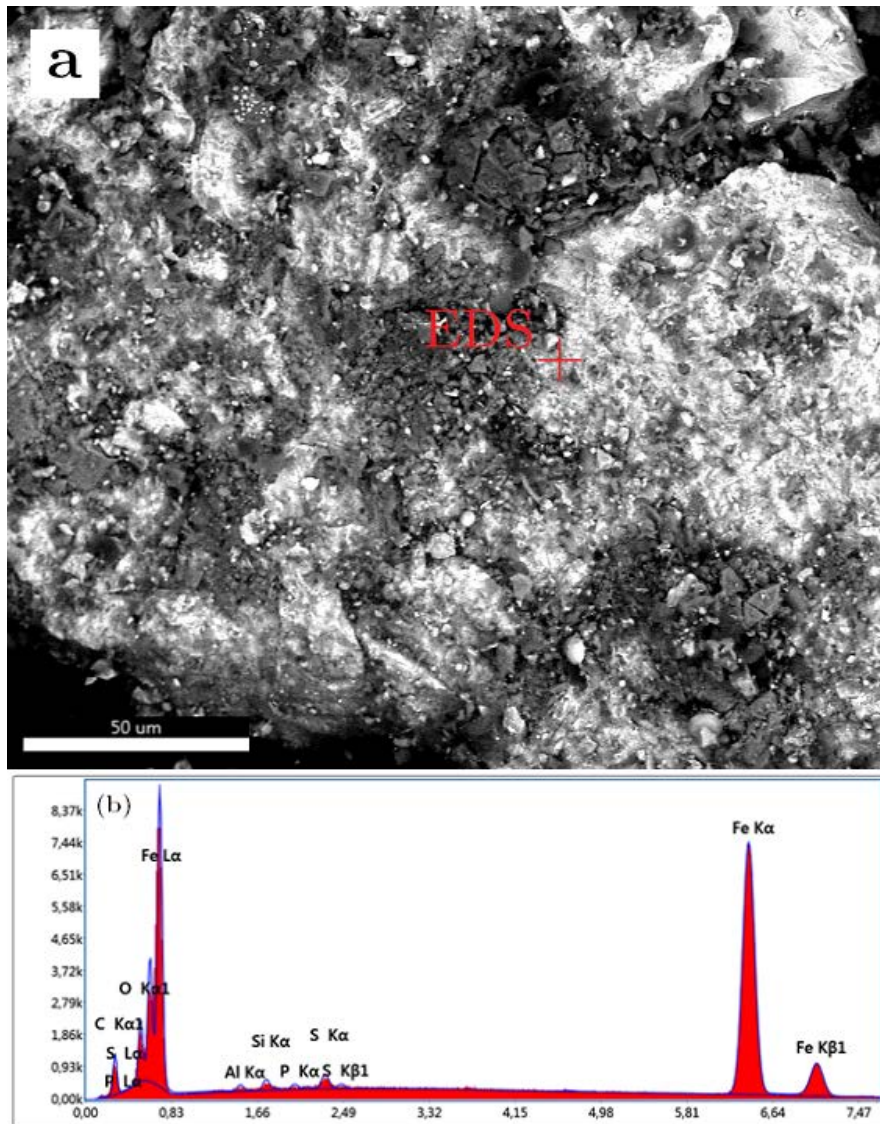


Figure 68 : Microphotographie d'un concentré magnétique réduit à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% Na₂SO₄

Conclusion Générale

Conclusion générale

Tout au long de cette étude, une réduction directe par le charbon (CBDR) suivie d'une séparation magnétique humide à basse intensité (WLIMS) a été réalisée pour étudier les effets de la température, du temps, et des dosages de Na_2SO_4 sur le degré de métallisation, le taux de récupération du fer, et la distribution du phosphore dans les boulettes mixtes de minerai de fer-charbon-CaO provenant du minerai de fer oolithique riche en phosphore de Gara Djebilet.

Les caractérisations morphologique, minéralogique, et chimique du minerai brut ont été réalisées pour soutenir la sélection de la voie de traitement susmentionnée. Les études de microstructure utilisant la microscopie du minerai ont montré que la texture concentrique et stratifiée unique est générée par des ooïdes avec des grains d'oxydes de fer finement disséminés et qui sont intimement associés aux minéraux de la gangue. La caractérisation des échantillons en minéralogie indique que le phosphore se présente principalement sous forme d'inclusions de phosphate de calcium dans l'oolite de minerai de fer en couches, ce qui entraîne une mauvaise valorisation du fer et de l'élimination du phosphore par le processus standard d'enrichissement du minerai. L'analyse chimique du minerai utilisé comme matière première pour produire la poudre de fer métallique indique que le minerai brut titrait 41,50% TFe, 0,8% P, 17,04% Al_2O_3 et 4,68% SiO_2 .

De la présente recherche, les conclusions suivantes peuvent être tirées :

- Au cours du processus de réduction sans aucun additif, l'échantillon de minerai a été réduit aux phases de métal et de scorie. Les minéraux ferrifères dans le minerai ont été réduits en fer métallique qui a formé des particules sphériques incrustées dans la matrice de scories. Pendant ce temps, en raison de la présence de silice et d'alumine dans les boulettes mélangées qui fournissent une force de traînée thermodynamique et améliorent les phénomènes de fusion, la fluorapatite dans le minerai brut est réduite en P par le carbone, avec une petite quantité de P volatilisé dans la phase gazeuse, et la plupart du P réduit enrichi dans le métal résultant en une teneur élevée en phosphore du DRI. L'apatite non réduite et un peu de P réduit qui n'a pas migré dans la phase métallique ont été retenus dans la phase de scorie. Une température de frittage plus élevée peut améliorer la taille des grains du fer métallique et obtenir une meilleure teneur en TFe de concentré magnétique. Le temps de frittage a des effets prononcés sur la récupération du fer dans le concentré magnétique. Par conséquent, un temps de frittage plus long et une température de frittage plus élevée ont entraîné un meilleur taux de métallisation des minéraux contenant du fer. Cependant, un temps de frittage supérieur à 30 min et une température supérieure à 1200°C peuvent entraîner d'importants problèmes de fusion. La teneur en phosphore du DRI a atteint 2,5% à 1250°C et après 60 min de réduction. Lorsque cette poudre de fer riche en

phosphore est raffinée par un duplex de fabrication d'acier, un acier à faible teneur en phosphore et un laitier de sidérurgie contenant plus de 10 % de P_2O_5 seront obtenus. Ce laitier peut être utilisé comme engrais ou comme ressource en phosphore.

- Pendant le processus de réduction avec l'ajout de sulfate de sodium, CaO et Na_2SO_4 peuvent participer préférentiellement aux réactions avec SiO_2 et Al_2O_3 , réprimant la réduction de la fluorapatite. Pendant ce temps, des études morphologiques et microstructurales ont révélé que le sulfate de sodium est adapté pour favoriser l'agrégation et la croissance de grains de fer métalliques principalement supérieurs à 75 μm , ce qui améliore les conditions de récupération du fer et intensifie la séparation Fe-P. En effet, un DRI titrant 95% Fe et 0,16% P a été acquis lorsque les boulettes mélangées sont réduites à 1250°C pendant 30 min en présence de 5% Na_2SO_4 . Cependant, le sulfate de sodium a également augmenté la teneur en S des produits DRI. L'ajout excessif de sulfate de sodium a provoqué la formation de FeS, qui était intimement lié aux grains de fer métalliques difficiles à éliminer complètement par séparation magnétique. Le FeS résiduel dans le DRI a été oxydé en matériau contenant du Fe-S-O pendant le processus de traitement du minerai et était encore associé au fer métallique. Bien que la teneur en S du DRI puisse être réduite dans une certaine mesure en augmentant le temps de frittage ainsi qu'en améliorant la température de frittage, son niveau est encore élevé pour la fabrication de l'acier. Par conséquent, il est fortement recommandé de combiner les processus de désulfuration et de déphosphoration dans la prochaine phase de fusion dans l'EAF.
- L'observation par SEM-EDS de la boulette réduite à 1250°C pendant 60 min a révélé que le carbone et le phosphore ont la même distribution dans le DRI. Le processus de migration du phosphore est lié à la carburation dans le DRI. Les éléments phosphorés sont principalement distribués dans la basse lédéburite, et sont rarement distribués dans la perlite et la cémentite. En plus de la cémentation, le joint de grain d'austénite fond et absorbe des quantités importantes de phosphore. Cependant, l'austénite interne reste solide et le processus d'entrée du phosphore dans l'austénite est bloqué. Parallèlement à la réduction, l'austénite a complètement fondu et le processus de carburation, de migration, et d'absorption du phosphore sont produit rapidement à ce stade. Par conséquent, la méthode de déphosphoration la plus adéquate est d'empêcher la fusion du DRI. Dans le processus de réduction carbothermique, une faible teneur en phosphore DRI peut être obtenue en abaissant la température de réduction et en diminuant le rapport molaire de l'agent réducteur ; de cette façon, la teneur en carbone du fer métallique se situe dans la région de l'austénite, empêchant le fer métallique de fondre et inhibant l'absorption du phosphore.

Références

- [1] L. Lu, Iron ore: mineralogy, processing and environmental sustainability, Woodhead Publishing, 2015.
- [2] USGS, Global iron ore production data, Mining Engineering 69 (2017) 20-23.
- [3] NMIC, Mineral commodity summaries (2015), U.S. Geological Survey (USGS), 84-85.
- [4] P. Cavaliere, Clean ironmaking and steelmaking processes, Springer, 2019.
- [5] Y. Sun, et al., Size distribution behavior of metallic iron particles in coal-based reduction products of an oolitic iron ore, Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review 36 (2015) 249-257.
- [6] L. Luo, et al., Process mineralogy and characteristic associations of iron and phosphorus-based minerals on oolitic hematite, Journal of Central South University 24 (2017) 1959-1967.
- [7] K. Quast, A review on the characterisation and processing of oolitic iron ores, Minerals Engineering 126 (2018) 89-100.
- [8] G. Mathron, Le gisement de fer de Gara Djebilet (1955), Bureau de recherches minières de l'Algérie (BRMA), 52-66.
- [9] S. Guerrak, Geology of the Early Devonian oolitic iron ore of the Gara Djebilet Field, Saharan Platform, Algeria, Ore Geology Reviews 3 (1988) 333-358.
- [10] S. Guerrak, Paleozoic oolitic ironstones of the Algerian Sahara: a review, Journal of African Earth Sciences 6 (1987) 1-8.
- [11] S. Badjoudj, Caractérisation physico-chimique et traitement du minerai de fer du gisement de Gara Djebilet - Tindouf, Université Badji Mokhtar Annaba, 2018.
- [12] A.A. Manieh, Oolite liberation of oolitic iron ore, Wadi Fatima, Saudi Arabia, International Journal of Mineral Processing 13 (1984) 187-192.
- [13] M.C. Fuerstenau, et al., Principles of mineral processing, Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. (SME), 2003.
- [14] A. Gupta, et al., Mineral processing design and operations. An introduction, Elsevier, 2016.
- [15] J. Drzymała, et al., Mineral processing: foundations of theory and practice of minerallurgy, University of Technology, 2007.
- [16] A.A.S. Seifelnassr, et al., Effective processing of low-grade iron ore through gravity and magnetic separation techniques, Physicochemical Problems of Mineral Processing 48 (2012) 567-578.
- [17] J. Svoboda, Magnetic techniques for the treatment of materials, Springer, 2010.
- [18] S. Dey, et al., Mineralogy and textural impact on beneficiation of goethitic ore, International Journal of Mining Science and Technology 27 (2017) 445-450.
- [19] M.M. Sadawy, in: J. Hwang, et al. (Eds.), Characterization of Minerals, Metals, and Materials (2013), Wiley Online Library, 355-362.
- [20] T.S. Qiu, et al., Effect of particle fineness on the finely disseminated iron ore for beneficiation, AIP POWDERS AND GRAINS 2013: Proceedings of the 7th International Conference on Micromechanics of Granular Media 1542 (2013) 1294-1295.
- [21] J. Hanna, et al., in: J. Hanna, et al. (Eds.), Advances in fine particles processing: Proceedings of the International Symposium on Advances in Fine Particles Processing (1990), Springer, 413-425.

- [22] Z.Q. Rao, et al., Improved flotation of oolitic hematite ore based on a novel cationic collector, *Advanced Materials Research* 712 (2013) 743-747.
- [23] G.G.O.O. Uwadiae, Selective oil agglomeration of Agbaja iron ore, *Mining, Metallurgy & Exploration* 7 (1990) 132-135.
- [24] C.O. Nebo, et al., A study of the flocculation of pure goethite, quartz, and kaolinite and the selective flocculation of Agbaja iron ore. Part III. Selective flocculation of Agbaja iron ore, *Journal of Dispersion Science and Technology* 17 (1996) 23-32.
- [25] E.J. Pryor, *Mineral processing*, Springer, 1965.
- [26] Y. Jin, et al., Removal of phosphorus from iron ores by chemical leaching, *Journal of Central South University* 13 (2006) 673-677.
- [27] H.H. Wang, et al., Dephosphorization of high phosphorus oolitic hematite by acid leaching and the leaching kinetics, *Hydrometallurgy* 171 (2017) 61-68.
- [28] T. Jiang, et al., Study on beneficiation and dephosphorization of refractory oolitic hematite ore, *Proceedings of XXIV International Mineral Processing Congress 2* (2008) 1755-1760.
- [29] J. Yu, et al., Dephosphorization treatment of high phosphorus oolitic iron ore by hydrometallurgical process and leaching kinetics, *ISIJ International* 53 (2013) 2056-2064.
- [30] Y. Yu, et al., Magnetizing roasting mechanism and effective ore dressing process for oolitic hematite ore, *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.* 26 (2011) 176-181.
- [31] G.G.O.O. Uwadiae, et al., Effect of temperature on magnetizing reduction of Agbaja iron ore, *Metallurgical Transactions B* 19 (1988) 731-735.
- [32] G.G.O.O. Uwadiae, Upgrading Nigerian iron ores, *Mining, Metallurgy & Exploration* 6 (1989) 117-123.
- [33] M. Omran, et al., Improvement of phosphorus removal from iron ore using combined microwave pretreatment and ultrasonic treatment, *Separation and Purification Technology* 156 (2015) 724-737.
- [34] H. Tang, et al., Effect of microwave treatment upon processing oolitic high phosphorus iron ore for phosphorus removal, *Metallurgical and Materials Transactions B* 45 (2014) 1683-1694.
- [35] J. Yin, et al., Dephosphorization of iron ore bearing high phosphorus by carbothermic reduction assisted with microwave and magnetic separation, *ISIJ International* 52 (2012) 1579-1584.
- [36] S. Song, et al., Formation of micro-fractures on an oolitic iron ore under microwave treatment and its effect on selective fragmentation, *Powder Technology* 243 (2013) 155-160.
- [37] Y. Lei, et al., Microwave carbothermic reduction of oolitic hematite, *ISIJ International* 57 (2017) 791-794.
- [38] H. Tang, et al., Phosphorus removal of high phosphorus iron ore by gas-based reduction and melt separation, *Journal of Iron and Steel Research, International* 17 (2010) 1-6.
- [39] J. Gao, et al., Separation of P phase and Fe phase in high phosphorus oolitic iron ore by ultrafine grinding and gaseous reduction in a rotary furnace, *Metallurgical and Materials Transactions B* 46 (2015) 2180-2189.
- [40] S. Weissberger, et al., Studies on concentration and direct reduction of the Ramim iron ore, *International Journal of Mineral Processing* 11 (1983) 115-130.

- [41] S. Weissberger, et al., Mechanism of growth of metallic phase in direct reduction of iron bearing oolites, *Metallurgical Transactions B* 17 (1986) 433-442.
- [42] W. Jie, et al., Development of technologies for high phosphorus oolitic hematite utilization, *steel research international* 82 (2011) 494-500.
- [43] D. Huang, et al., Direct reduction of high-phosphorus oolitic hematite ore based on biomass pyrolysis, *Journal of Iron and Steel Research, International* 23 (2016) 874-883.
- [44] H. Han, et al., Recovery of metallic iron from high phosphorus oolitic hematite by carbothermic reduction and magnetic separation, *Ironmaking & Steelmaking* 42 (2015) 542-547.
- [45] C. Xu, et al., Mechanism of phosphorus removal in beneficiation of high phosphorous oolitic hematite by direct reduction roasting with dephosphorization agent, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 22 (2012) 2806-2812.
- [46] Y. Zimmels, et al., Effect of oolite structure on direct reduction of oolitic iron ores, *International Journal of Mineral Processing* 24 (1988) 55-71.
- [47] Z. Zhao, et al., Effects of CaO on precipitation morphology of metallic iron in reduction of iron oxides under CO atmosphere, *Journal of Iron and Steel Research, International* 20 (2013) 16-24.
- [48] K. Li, et al., Iron extraction from oolitic iron ore by a deep reduction process, *Journal Iron and Steel Research, International* 18 (2011) 9-13.
- [49] Y. Sun, et al., Distribution behavior of phosphorus in the coal-based reduction of high-phosphorus-content oolitic iron ore, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials* 21 (2014) 331-338.
- [50] Y. Sun, et al., Recovery of iron from high phosphorus oolitic iron ore using coal-based reduction followed by magnetic separation, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials* 20 (2013) 411-419.
- [51] W. Yu, et al., Effect of coal type on the reduction and magnetic separation of a high-phosphorus oolitic hematite ore, *ISIJ International* 55 (2015) 536-543.
- [52] W. Yu, et al., Effects of particle sizes of iron ore and coal on the strength and reduction of high phosphorus oolitic hematite-coal composite briquettes, *ISIJ International* 54 (2014) 56-62.
- [53] A. Basumallick, Influence of CaO and Na₂CO₃ as additive on the reduction of hematite-lignite mixed pellets, *ISIJ International* 35 (1995) 1050-1053.
- [54] W. Yu, et al., The function of Ca(OH)₂ and Na₂CO₃ as additive on the reduction of high-phosphorus oolitic hematite-coal mixed pellets, *ISIJ International* 53 (2013) 427-433.
- [55] M. Rao, et al., Behavior of phosphorus during the carbothermic reduction of phosphorus-rich oolitic hematite ore in the presence of Na₂SO₄, *International Journal of Mineral Processing* 143 (2015) 72-79.
- [56] G. Li, et al., Effects of sodium salts on reduction roasting and Fe-P separation of high-phosphorus oolitic hematite ore, *International Journal of Mineral Processing* 124 (2013) 26-34.
- [57] D. Zhu, et al., Synchronous upgrading iron and phosphorus removal from high phosphorus oolitic hematite ore by high temperature flash reduction, *Metals* 6 (2016) 1-17.
- [58] W. Yu, et al., Can sodium sulfate be used as an additive for the reduction roasting of high-phosphorus oolitic hematite ore?, *International Journal of Mineral Processing* 133 (2014) 119-122.

- [59] H. Hamadeh, et al., Detailed modeling of the direct reduction of iron ore in a shaft furnace, *Materials* 11 (2018) 1865-1871.
- [60] J. Kou, et al., Coal-based direct reduction and magnetic separation of lump hematite ore, *Minerals & Metallurgical Processing* 31 (2014) 150-161.
- [61] L. Stanislas, et al., Palynologie des formations houillères du bassin de Béchar-Abadla (SW Oranais, Algérie), *Journal of African Earth Sciences* 6 (1987) 133-140.
- [62] B.A. Wills, *Mineral processing technology*, Pergamon, 1988.
- [63] *Mineral processing plant design, practice, and control: Proceedings, Society for Mining, Metallurgy, and Exploration (SME)*, 2002.
- [64] V. Murariu, et al., The applicability of Davis tube tests to ore separation by drum magnetic separators, *Physical Separation in Science and Engineering* 12 (2003) 1-11.
- [65] J. Cha, et al., Distribution behavior of phosphorus and metallization of iron oxide in carbothermic reduction of high-phosphorus iron ore, *Metallurgical and Materials Transactions B* 46 (2015) 2165-2179.
- [66] C. Cheng, et al., Phosphorus migration during direct reduction of coal composite high-phosphorus iron ore pellets, *Metallurgical and Materials Transactions B* 47 (2016) 154-163.
- [67] G. Li, et al., Distribution characteristics of phosphorus in the metallic iron during solid-state reductive roasting of oolitic hematite ore, *ISIJ International* 55 (2015) 2304-2309.
- [68] C. Cheng, et al., Dynamic migration process and mechanism of phosphorus permeating into metallic iron with carburizing in coal-based direct reduction, *ISIJ International* 55 (2015) 2576-2581.