

Development of iron powder by reducing rolling mill scale

(Elaboration des poudres de fer par réduction des battitures de laminage)

S. Mechachti, O. Benchiheub, S. Serrai, A. Hadji

Université Badji-Mokhtar. Faculté des sciences de l'ingénieur. Département de métallurgie et génie des matériaux.
Laboratoire de fonderie, Annaba BP 12, Algeria

Received in 19 Oct 2010, Revised 15 Nov 2010, Accepted 20 Nov 2010.

*Corresponding author, E-mail: Saidmechachti@yahoo.fr

Abstract

The objective of this work is to recycling the waste metal in lamination for Mittal-Arcelor complex rich in iron. Outside in the steel industry, the retraining of a part of these co-produces is already taken in charge by the powders metallurgy where the economic valorisation is the most favourable. Crust-over, co-produce that is the subject of our studies, is a thick layer of oxides, more or less fissured. It is constituted of three layers: ferric oxide Fe_2O_3 , magnetic oxide Fe_3O_4 and ferrous oxide FeO . The spectral analysis of the crust used called LAC gave a content made of iron average of 72 % while for the silica the content is 0.14 %. The operation of reduction is achieved in a pilot installation of reduction in bed stationary (Annaba URASM-CSC). The reducer gas using is the carbon monoxide. We varied several parameters such as: particle size, CO/N₂ ratio, temperature and time to get the best conditions of reduction. The characterisations of the product have been achieved by X fluorescence, X-rays diffraction, optic microscopy and scanning electronic microscopy.

Key words: réduction, valorisation, crust, iron oxides, iron powder, carbon monoxide.

Résumé

L'objectif de ce travail est de recycler en sous produits les déchets métalliques de laminage de complexe Mittal-Arcelor riches en fer. En dehors de la sidérurgie, le recyclage d'une partie de ces coproduits est déjà pris en charge par la métallurgie des poudres où la valorisation économique est la plus favorable. La croûte, coproduit qui fait l'objet de notre étude, est une épaisse couche d'oxydes, plus ou moins fissurée. Elle est constituée de trois couches : oxyde ferrique Fe_2O_3 , oxyde magnétique Fe_3O_4 et oxyde ferreux FeO . L'analyse spectrale de la croûte utilisée appelée LAC a donnée une teneur en fer moyenne de 72 % la teneur en silice est de 0.14 %. La croûte a été chauffée jusqu'à 400 °C pour dégager les huiles et oxydée à 1000 °C pour faire passer les oxydes à Fe_2O_3 . L'opération de réduction est réalisée dans une installation pilote de réduction en lit fixe (URASM-CSC). Le gaz réducteur utilisé est du monoxyde de carbone. Nous avons fait varier plusieurs paramètres tels que granulométrie, rapport CO/N₂, température et temps pour obtenir les meilleures conditions de réduction. Les caractérisations du produit ont été réalisées par fluorescence X, diffraction des rayons X, microscopie optique et microscopie électronique à balayage.

Mots clés: réduction, valorisation, croûte, oxydes de fer, poudre de fer, monoxyde de carbone.

1. Introduction

Les co-produits sidérurgiques, tels que déchets et croûtes, très riches en fer (~ 72 % Fe), sont produits actuellement en grande quantité et représentent un potentiel de presque 4 Mt dans le monde ou 7 à 8 fois plus que le volume de poudre de fer produit actuellement. Généralement, les co-produits sidérurgiques sont recyclés par les procédés métallurgiques tels que le haut fourneau ou réacteur de réduction directe qui utilise du charbon comme agent réducteur pour produire des prés réduits sous forme de boulettes.

2. Méthodes expérimentales :

Une analyse minéralogique au microscope optique (Fig. 1) et par diffraction des rayons X (Fig.2) de croûtes ou calamine LAC a permis de mettre en évidence la présence de phases : hématite (Fe_2O_3), magnétite (Fe_3O_4) et wustite (FeO).

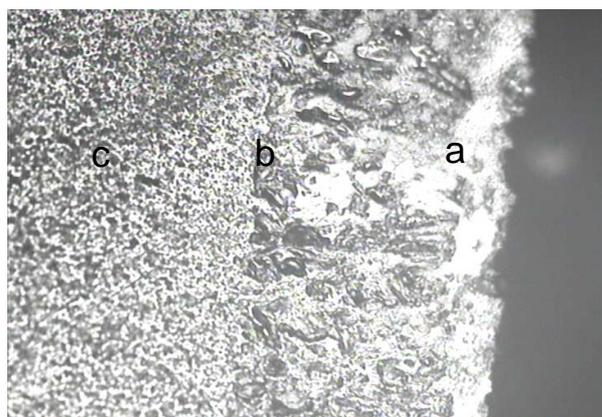


Fig. 1 : Micrographie d'une croûte de laminage à l'état brut (a) Hématite (b) Magnétite Wustite.

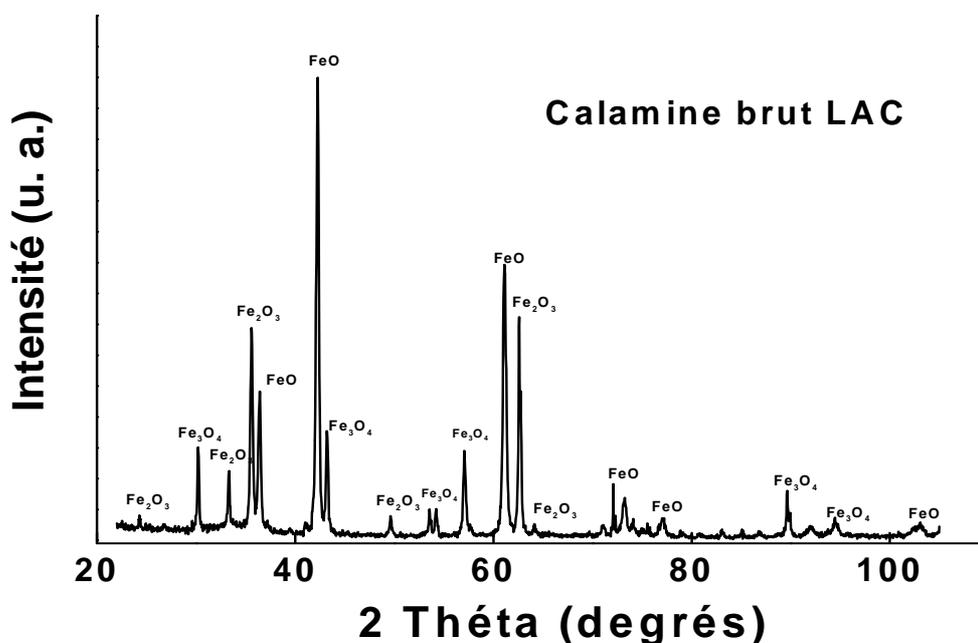


Fig. 2 : Diagramme de diffraction des rayons X ($\lambda = 1,5418$) d'échantillon de calamine LAC à l'état brut.

2.1. Essais de réduction

Le but de ces essais de réduction est de rechercher les conditions optimales qui permettent une réduction totale de la calamine (mélange d'oxydes de fer) en fer, pour obtenir à la fin une poudre de fer réduite qui peut être appliquée en métallurgie des poudres.

Pour cela plusieurs paramètres tels que l'effet de la température, du temps, de l'agent réducteur, de la granulométrie, du débit du gaz et du degré d'oxydation de la calamine ont été étudiés.

2.2. Essais de réduction de la calamine

Pour mieux comprendre l'effet de la température et du temps sur la réductibilité de la calamine et la composition chimique de la poudre de fer réduite nous avons réalisé des essais de réduction à des températures variants entre 750 et 1050 °C pendant 40, 80, 120, 150 et 180 mn.

Les paramètres ; poids de l'échantillon 200g, granulométrie 2-3.15mm, débit du gaz 1000l/h et agent réducteur CO pur. Les résultats des essais de réduction de la calamine LAC sont résumés sur les figures 3, 4, 5 et 6.

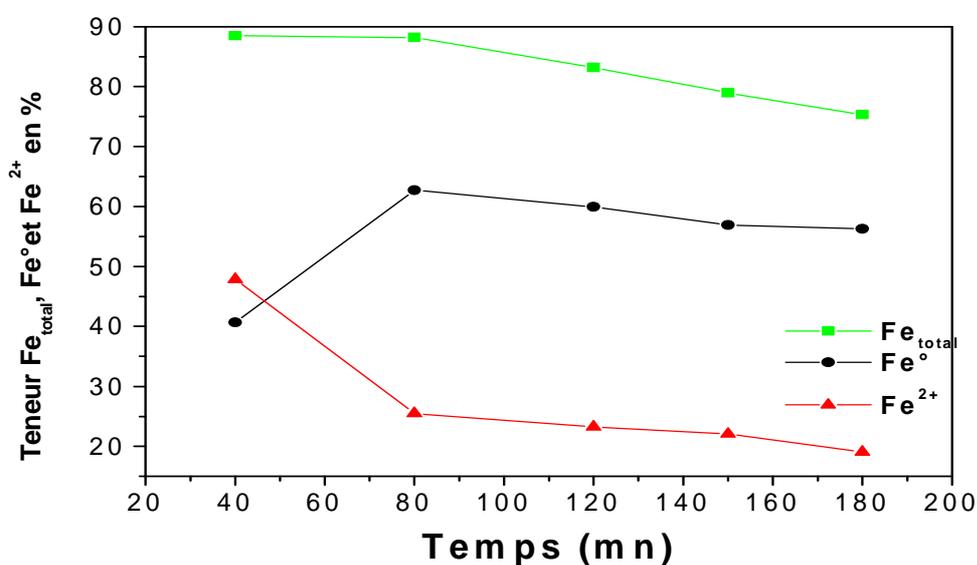


Fig. 3 Variation de teneurs en Fe_{total}, Fe[°] et Fe²⁺ en fonction du temps à une température de 750 °C

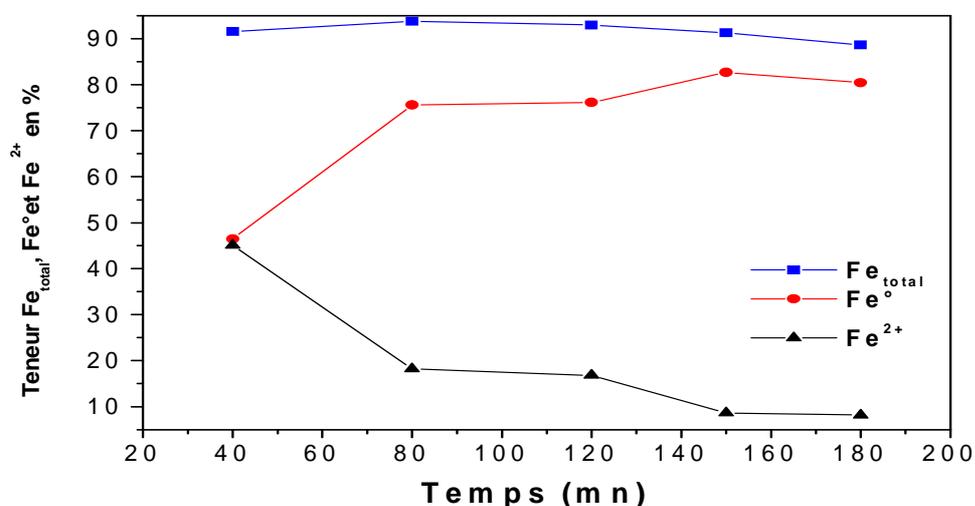


Fig. 4 Variation de teneurs en Fe_{total}, Fe[°] et Fe²⁺ en fonction du temps à une température de 850 °C

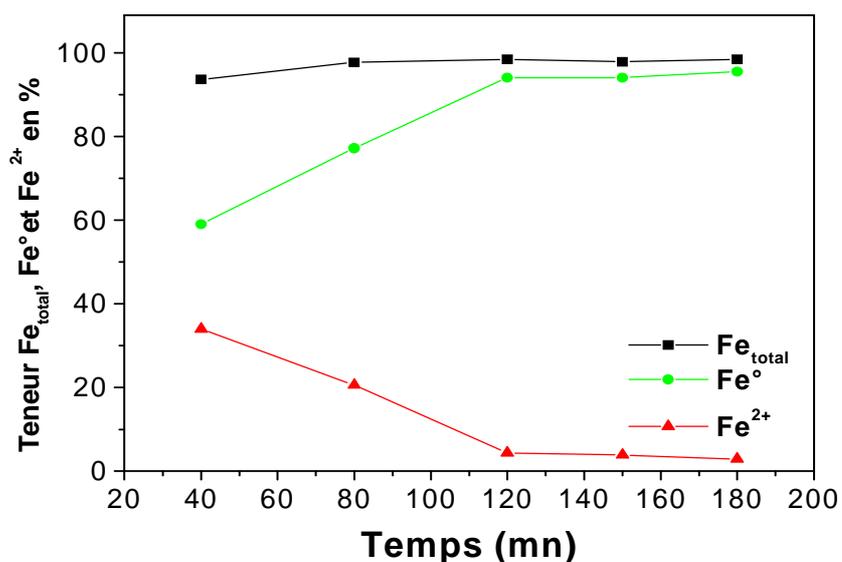


Fig. 5 Variation de teneurs en Fe_{total}, Fe[°] et Fe⁺⁺ en fonction du temps à une température de 950 °C.

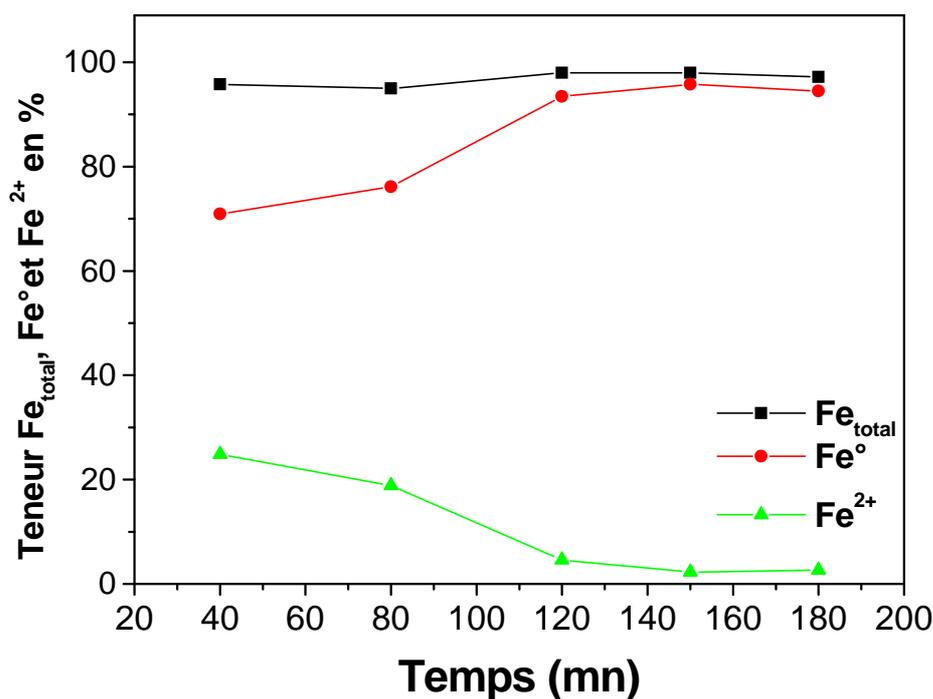


Fig. 6 Variation de teneurs en Fe_{total}, Fe[°] et Fe⁺⁺ en fonction du temps à une température de 1050 °C.

3. Interprétation des résultats

Concernant les essais de réduction à 750 °C on constate qu'avec l'augmentation du temps de réduction la teneur en fer total de la poudre de fer réduite diminue.

Les mêmes constatations sont faites pour les essais de réduction réalisés à 850 °C. Cependant, l'ordre de grandeur concernant la diminution de la teneur en fer total n'est pas le même que celui des essais à 750

°C. En conséquence, la déposition du carbone sera moins prononcée à 850 °C pour les différents temps de réduction.

Pour les essais de réduction réalisés à 950 et 1050 °C, on remarque déjà une nette amélioration de la teneur en fer total avec l'augmentation du temps de réduction. De même la teneur de fer métallique (Fe^0) augmente aussi. Concernant la déposition du carbone, on peut dire qu'elle est négligeable à 950 °C ou inexistante à 1050 °C.

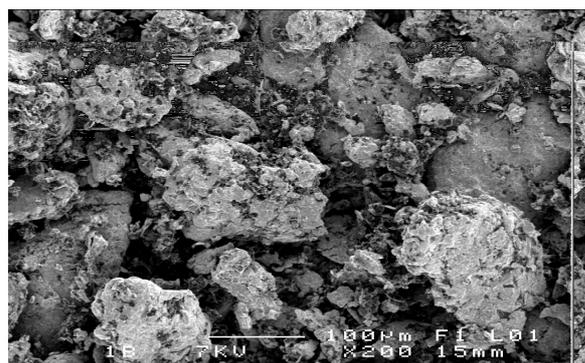
3.1. Analyse chimique totale des poudres de fer réduite

L'analyse chimique totale des deux types de poudres de fer réduit à 950 et 1050 °C et à temps de réduction 180 mn. L'analyse montre une teneur en carbone encore plus élevée (1.14 et 1.08 %), une teneur en silicium admissible (0.097 et 0.028 %) et une teneur en manganèse acceptable (0.30 et 0.32 %). La teneur en fer total de la poudre de fer réduite varie entre 98.44 et 97.16 %. Cette poudre de fer réduite est obtenue par réduction de la calamine LAC qui est caractérisée par une teneur faible en silice. La présence d'une teneur élevée (plus que 0.5 %) dans la calamine brut fait diminuer considérablement la compressibilité des poudres de fer [1].

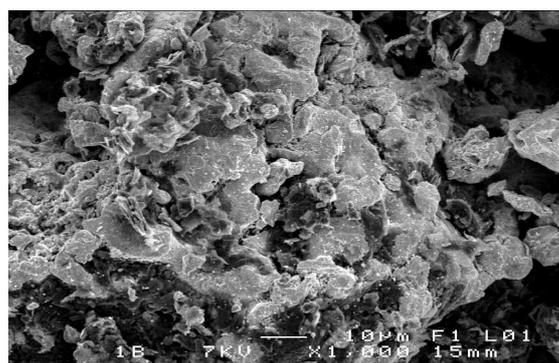
3.2. Observation microscopique :

L'examen au M.E.B. des échantillons réduits à 950 et 1050 °C et temps de réduction 180 mn montre la morphologie des particules de poudre de fer réduite (figure 7).

Les poudres de fer sont composées d'amas ou d'agglomérats de cristaux spongieux. La forme irrégulière des surfaces et porosité de particules sont visibles [2, 3]. La morphologie des particules de poudre de fer réduite à 1050 °C et 180 mn montrée a une forme typique de particules de poudre de fer obtenue par réduction avec du monoxyde de carbone [4, 5, 6, 7].



(a)



(b)

Fig 7. Image M.E.B. Morphologie de particules de poudre de fer réduite à 950 °C et 180 mn. (a) x 200, (b) x 1000

4. Conclusion

L'analyse spectrale montre une teneur en fer total moyenne de 72 % et des faibles teneurs en CaO , Al_2O_3 et MnO . Concernant la silice elle est de 0.14 % pour LAC. La calamine a été chauffée jusqu'à 400°C pour dégager les huiles et oxydée à 1000 °C pour faire passer les oxydes à Fe_2O_3 .

L'opération de réduction a été réalisée dans une installation pilote de réduction en lit fixe, le gaz réducteur utilisé est du monoxyde de carbone. Nous avons fait varier plusieurs paramètres tels que granulométrie, rapport CO/N_2 , température et temps de réduction pour obtenir les meilleures conditions de réduction. La teneur en fer total atteinte dans la poudre de fer réduite est de 98.44 %, la teneur en carbone est légèrement élevée (1.14 %), tandis que celle du Si et Mn sont dans les normes. L'analyse au M.E.B. montre la morphologie typique de particule de poudre de fer réduite avec du monoxyde de carbone pur.

La meilleure réduction a été obtenue à des températures 950 – 1050 °C et pour des temps de réduction variants entre 150 – 180 mn.

Références

1. La lettre de l'Agence Rhône – Alpes pour la maîtrise des Matériaux ; Numéro spécial : « Métallurgie des poudres », N° 8 – Octobre / Décembre 2003.
2. Powder metallurgy, materials, processes and applications, European Powder Metallurgy Association (EPMA), 2000.
3. V. R. Khodakovskii et A. F. Zhorniyak. Estimate of the supply of mill scale for the manufacture of iron powders, Translated from *poroshkovaya metallurgiya*, 6 (1965) 87.
4. Bienvenu, Y., Rodrigues, S. fabrication de poudres métalliques provenant de déchets pulvérulents, ENSMP, Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, France (2007).
5. Bouvard, D. Métallurgie des poudres, Paris, Hermès Science Publications, (2002).
6. Pineau, A., Kanariand, N., Gaballah, I. Cinétique de la réduction des oxydes de fer par H₂, Partie II: à basse température Réduction de la magnétite, *Acta Thermochimica*, 456 (2007) 75.
7. El-Geasy, A.A., Nasr, M.I. Influence de la structure originale sur les cinétiques et mécanismes de monoxyde de carbone. Réduction des Compacts hématites. *ISIJ International*, 30 (1990) 417.

(2010) <http://www.jmaterenvirosci.com>