

## Elaboration de poudre de fer par réduction de la calamine avec du monoxyde de carbone

Omar Benchiheub<sup>1</sup>, Said Méchachti<sup>1</sup>, Salim Serrai<sup>1</sup>, Mohamed Gamel Khalifa<sup>2</sup>, Mohamed Hocine Shalabi<sup>2</sup>

<sup>1)</sup> *Laboratoire de Fonderie, Département de métallurgie et génie des matériaux, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000, Algérie.*

<sup>2)</sup> *Tabbin Institute for Metallurgical Studies, TIMS, 109 Helwan, 11421 Cairo, Egypte.*

Accepté le 28/07/2010

### ملخص

هذا العمل يتضمن دراسة الشروط الملائمة لاختزال قشور الدرفلة، الناتجة على سطح الصلب أثناء تسخينه، بواسطة غاز اختزال (أول أكسيد الكربون) لأجل إنتاج مسحوق الحديد الذي له الخصائص المطلوبة في تعدين المساحيق. عملية الاختزال جرت عند درجات حرارة مختلفة (750-1050 درجة مئوية) خلال فترات من الزمن تتراوح ما بين 40 إلى 180 دقيقة في جو من CO نقي. تم تحليل مسحوق الحديد المنتج بواسطة التحليل الكيميائي، الأشعة السينية، الفحص المجهرى و المجهر الإلكتروني بالمسح (MEB). كل هذه الطرق المستعملة أكدت وجود الحديد، الغرافيت و كبريد الحديد (Fe<sub>3</sub>C) كنواتج التفاعلات. إن محتوى الحد الأقصى من الحديد الإجمالي في مسحوق الحديد وصل إلى 98,40 % عند اختزال قشور الدرفلة عند 1050 درجة و 180 دقيقة. في الأخير تم إجراء على مسحوق الحديد عملية تخمير اختزالي بالهيدروجين و الذي سمح بتخفيض نسبة الكربون و الأكسجين في المسحوق إلى قيم مقبولة.

*الكلمات المفتاحية: رسكلة؛ قشور الدرفلة؛ اختزال؛ أكسيد الكربون؛ مسحوق الحديد.*

### Résumé

Le présent travail se rapporte à l'étude des conditions de réduction de la calamine, co-produit sidérurgique formé au cours du laminage à chaud des aciers, par un gaz réducteur afin d'élaborer une poudre de fer ayant les caractéristiques exigées par la métallurgie de poudres. L'opération de réduction a été menée à différentes températures (750-1050°C) pendant des temps variant entre 40 et 180 mn dans une atmosphère de CO pur. La poudre de fer produite a été caractérisée par analyse chimique, diffraction des rayons X, microscopie optique et microscopie électronique à balayage. Ces méthodes d'investigation confirment la présence du fer, graphite et carbure de fer (Fe<sub>3</sub>C) comme produits de réactions. La teneur maximale en fer total atteinte dans les poudres de fer (98.40 %) est obtenue par réduction de la calamine à 1050°C pendant 180 mn. Un recuit réducteur sous hydrogène permet de diminuer les teneurs en carbone et oxygène de poudres de fer réduites jusqu'à des valeurs admissibles.

**Mots-clés:** recyclage ; calamine ; réduction ; monoxyde de carbone ; poudre de fer.

### Abstract

This work refers to the study conditions of mill scale reduction, by-product iron and steel formed during the hot rolling of steels, with a reducing gas (carbon monoxide) in order to produce iron powder having characteristics required by powder metallurgy. The operation of reduction was led to various temperatures (750-1050°C) during variable times between 40 and 180 min in an atmosphere of pure CO. The iron powder produced is characterized by chemical analysis, x-rays diffraction, optical microscopy and scanning electron microscopy. These methods of investigation confirm the presence of iron, graphite and carbide of iron (Fe<sub>3</sub>C) as the products of reactions. The maximum iron content (98.40% Fe) in the iron powder was obtained by reduction of mill scale at 1050°C for 180 min. A reduction annealing under hydrogen makes it possible to decrease carbon and oxygen content of the reduced iron powder up to acceptable values.

**Keywords:** recycling; mill scale; reduction; carbon monoxide; iron powder.

### 1. INTRODUCTION

Les co-produits sidérurgiques, tels que poussières et calamines, très riches en fer (~ 72% Fe), sont produits actuellement en grande quantité et représentent un potentiel de presque 5 Mt dans le monde

[1]. Généralement ces co-produits 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 pré-réduits sous forme de pellets destinés à

Auteur correspondant: omarbenchiheub @yahoo.fr (Omar Benchiheub)

la refusion dans une aciérie électrique. L'objectif est de recycler en sous produits les poussières d'aciéries et d'autres déchets métalliques riches en fer. En dehors de la sidérurgie, le recyclage d'une partie de ces co-produits est déjà pris en charge par la métallurgie des poudres où la valorisation économique est la plus favorable.

Au cours des vingt dernières années la métallurgie de poudres a présenté une expansion continue sous tous ses aspects et dans toutes ses applications à l'industrie. La métallurgie de poudres regroupe un ensemble de procédés de mise en forme ayant pour dénominateur commun une matière première sous forme pulvérulente. La poudre de fer réduite est la matière de base la plus utilisée dans l'industrie de la métallurgie de poudres. Le processus de réduction direct est communément utilisé par plusieurs compagnies (tels que Höganäs en Suède, Kawasaki au Japon et Pyron aux USA) pour obtenir le fer métallique en poudre.

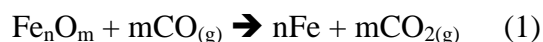
La compagnie Höganäs utilise le minerai magnétite (titrant 71.5% Fe) et un mélange pulvérulent de coke et de calcaire. La réduction est assurée par le gaz CO à 1250°C [2].

Le procédé Kawasaki iron powder utilise la calamine comme matière première et aussi CO comme gaz réducteur pour élaborer des poudres de fer [3]. Un autre procédé plus connu qui fabrique les poudres de fer à partir de la calamine et utilisant l'hydrogène comme réducteur est le procédé Pyron. La calamine subit d'abord une opération d'oxydation à 980°C pour faire passer les oxydes à Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cette opération est dite critique par la compagnie Pyron pour la qualité des produits réduits [4].

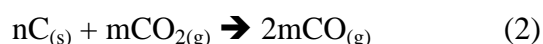
Les trois procédés utilisent le même principe pour la production des poudres de fer par réaction d'oxydes de fer (calamine, minerai magnétite ou hématite) et gaz réducteurs (CO/H<sub>2</sub>) sous haute températures (> 1000°C).

La réduction des oxydes de fer a fait l'objet d'une somme considérable de travaux de recherche [5-9]. Les essais ont été réalisés en utilisant comme agents de réduction le carbone solide et les gaz réducteurs (CO et/ou H<sub>2</sub>).

Lorsque la réduction est faite par le carbone solide ou le gaz CO le processus final de réduction s'écrit toujours :

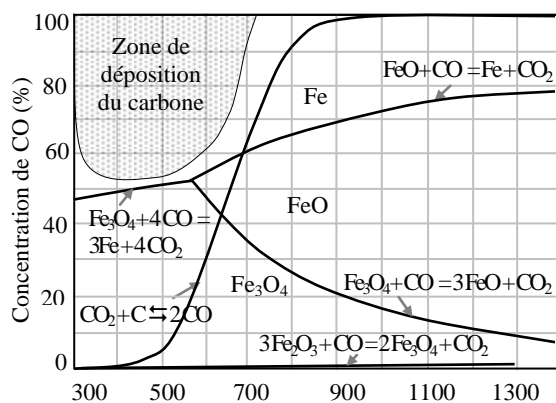


Le CO nécessaire étant fourni directement ou par la réaction de Boudouard :



La réaction de Boudouard, en régénérant le gaz réducteur CO, permet de garder le rapport P<sub>CO</sub>/P<sub>CO<sub>2</sub></sub> toujours élevé et par conséquent le processus de réduction suivant la réaction (1) sera constamment maintenu.

Dans le cas où la réduction se produit par circulation de gaz sur ou à travers un lit de particules d'oxydes de fer (fixe ou mobile) le gaz CO<sub>2</sub> formé par la réaction (1) sera entraîné par le courant gazeux, ce qui permet d'atteindre la réaction quasi-complète d'un lit de particules d'oxydes [10]. Cependant et en plus des étapes de réduction jusqu'au fer métallique (Fe), la désinté-gration du monoxyde de carbone par la réaction inverse de Boudouard (2) et la carburation du fer peuvent se produire simultanément. L'analyse thermodynamique indique que dans les conditions de basses températures (moins que 900 °C), de concentrations élevées de CO et en présence du fer métallique, qui joue le rôle de catalyseur, la déposition du carbone pourra avoir lieu [11]. La figure 1 montre la zone de déposition du carbone et les équilibres entre le fer, ses oxydes et la réaction de Boudouard. L'augmentation de la température et de la concentration de CO conduit à une meilleure réduction des particules d'oxydes sans carburation du fer.



**Figure 1.** Equilibres du fer, de ses oxydes et de la réaction de Boudouard [11]

D'autres paramètres peuvent influencer énormément sur la cinétique de réduction des oxydes de fer. La vitesse de réduction des oxydes de fer dépend de plusieurs facteurs qui peuvent varier d'un processus à un autre, en particulier la granulométrie, la porosité et la surface spécifique, la minéralogie ( $Fe_2O_3$  et  $Fe_3O_4$  ne sont pas réduits de la même façon), la pression, le débit du gaz, les constituants de la gangue ; tels que la silice, l'alumine et les silicates qui peuvent modifier les équilibres [12]. Le but de ce travail est d'étudier :

- (1) les conditions optimales de réduction de la calamine permettant d'obtenir une poudre de fer de pureté acceptable pour être utilisée dans l'industrie de la métallurgie des poudres.
- (2) le phénomène de dépôt du carbone lors de la réduction des oxydes de fer par CO pur.

## 2. PARTIE EXPERIMENTALE

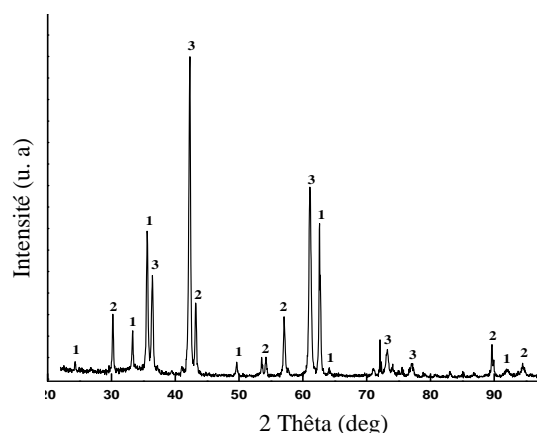
### 2.1 Matériaux utilisés

La calamine récupérée du laminoir à chaud, rigoureusement sélectionnée, subit un broyage et une classification granulométrique. Les particules de calamine de chaque classe granulométrique, utilisées dans cette étude, sont chauffées jusqu'à 400°C pour dégager l'humidité et les huiles. L'analyse

chimique de la calamine est donnée dans le Tableau 1. L'analyse par diffraction de rayons-X (Fig. 1) a permis de mettre en évidence la présence de phases hématite ( $Fe_2O_3$ ), magnétite ( $Fe_3O_4$ ) et wustite ( $FeO$ ). La calamine est oxydée à 1000°C pour faire passer au maximum les oxydes inférieurs en  $Fe_2O_3$ .

**Tableau 1.** Composition chimique en % en poids de la calamine.

Composants	Fe <sub>total</sub>	FeO	CaO	SiO <sub>2</sub>	MnO
Calamine	72.13	56.70	0.42	0.14	0.37



**Figure 2.** Diagramme DRX d'échantillon de calamine. 1-  $Fe_2O_3$ , 2-  $Fe_3O_4$ , 3-  $FeO$

### 2.2 Procédure de réduction

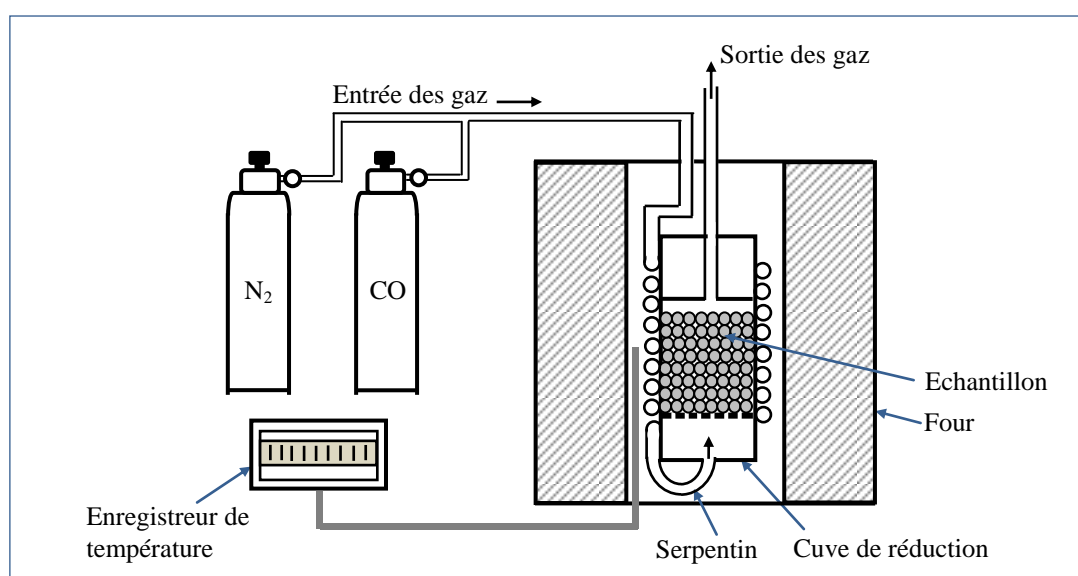
Les essais de réduction ont été réalisés au centre de recherche appliquée en sidérurgie et métallurgie (URASM), Annaba. L'appareil de réduction ainsi que la méthode suivie pour réaliser ces essais sont décrits dans plusieurs travaux [13,14]. Dans cette méthode (Fig. 3), où la réduction se fait en lit fixe, l'échantillon est placé dans une cuve de réduction verticale qui est introduite dans un four électrique maintenu à une température fixée qui peut aller jusqu'à 1600°C. Tant que l'échantillon n'a pas atteint la température d'essai, on le maintient sous azote pour éviter toute oxydation. Lorsque la température s'est stabilisée, on fait passer un débit déterminé de gaz réducteur pendant un temps fixé. Des essais

préliminaires ont été réalisés à 1000°C pour fixer le débit optimal. Sur la base de ces résultats un débit de 1000 l/h de gaz CO a été utilisé durant toute la campagne d'essais de réduction. Les essais sont effectués en deux étapes :

(1) Etudier l'effet de la granulométrie, du rapport CO/N<sub>2</sub> et de l'oxydation de la calamine sur sa réductibilité.

(2) Etendre l'étude en opérant à des températures variant entre 750 et 1050°C et différents temps de réduction (40-180 mn) sous une atmosphère de CO pur.

L'évolution du taux de réduction est calculée sur la base des données obtenues par analyse chimique. L'identification des phases minéralogiques des poudres de fer réduites a été faite à l'aide de microscopie optique en lumière réfléchie, analyse par diffraction de rayons-X et analyse par microscopie électronique à balayage. La quantité totale de carbone déposée dans les échantillons réduits est obtenue par analyseur de carbone suivant la norme ISO 437 [15]. La teneur en oxygène résiduelle est aussi mesurée par la méthode décrite dans l'ISO 4491-2 [16].



**Figure 3.** Schéma expérimental de réduction en lit fixe [13]

### 3. RESULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1 Effet des différents paramètres sur le taux de réduction

Des essais préliminaires ont été réalisés pour étudier l'effet du taux de CO dans le mélange (CO/N<sub>2</sub>), de la granulométrie et de l'oxydation de la calamine sur l'évolution de la réductibilité à température constante 1000°C et temps de réduction 60 min. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.

L'échantillon de calamine réduit dans les conditions de l'essai n°1 a une faible teneur en fer total (78.85%) et un bas taux de réduction (34.48%). En diminuant la

granulométrie jusqu'à 6.3-10 mm et en gardant le même rapport CO/N<sub>2</sub> ces deux indices évoluent dans le même sens (80.30 et 41.80%). Pour la même classe granulométrique (6.3 - 10 mm), l'augmentation du rapport CO/N<sub>2</sub> de 40 à 100 % (correspondant à CO pur), les autres paramètres restent invariables, on constate une nette amélioration de la réductibilité (41.80 à 68.06 %) et de la teneur en fer total (80.30 à 88.59 %). La teneur en fer métallique (Fe<sup>0</sup>) évolue de la

même manière que celle du fer total tandis que celle de  $\text{Fe}^{2+}$  diminue. Ceci est en conformité avec le processus de réduction des oxydes de fer qui va de l'oxyde supérieur  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  au fer métallique ( $\text{Fe}^0$ ) en passant par  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  et  $\text{FeO}$ . L'essai n°5 montre l'effet de l'oxydation préalable de la calamine sur sa réductibilité, en maintenant les autres paramètres constants. La calamine a subi une opération d'oxydation à 1000 °C pendant 3h. La réductibilité ainsi que la teneur en fer total de la poudre de fer réduite augmente, respectivement, jusqu'à 86.21% et 92.96%. Le fer métallique évolue de la même manière (53.53 à 75.66 %). Dans l'essai n°6 où nous avons utilisé

un échantillon de granulométrie 2 - 3.15 mm, les autres paramètres sont identiques à l'essai n°5, on enregistre une élévation du taux de réduction (90.78 %) et de la teneur en fer total (94.74 %).

Le résultat le plus important qu'on peut tirer de ces essais est la forte influence du taux de CO dans le mélange ( $\text{CO}/\text{N}_2$ ), de l'effet d'oxydation de la calamine ainsi que de la granulométrie sur le taux de réduction de la calamine et la teneur en fer total de la poudre de fer réduite. La quantité en fer total atteint sa valeur maximale (94.74 %) lorsqu'on réduit la calamine oxydée de granulométrie 2 - 3.15 mm avec du CO pur à 1000 °C pendant 60 mn.

**Tableau 2.** Taux de réduction et composition chimique de poudre de fer réduite à 1000°C et 60 mn en fonction du rapport  $\text{CO}/\text{N}_2$ , de la granulométrie et de l'oxydation de calamine

Essais N°	Granul. mm	Gaz ( $\text{CO}/\text{N}_2$ )	Débit l/h	Taux de Réduction %	Analyses chimiques, %			
					$\text{Fe}_{\text{total}}$	$\text{Fe}^{2+}$	$\text{Fe}^0$	$\text{Fe}^{3+}$
01	10-16	40/60	1000	34.48	78.85	54.32	18.04	6.49
02	6.3-10	40/60	1000	41.80	80.30	51.10	24.63	4.57
03	6.3-10	60/40	1000	49.38	85.68	48.38	33.60	3.60
04	6.3-10	100	1000	68.06	88.59	34.93	53.53	0.13
05*	6.3-10	100	1000	86.21	92.96	17.18	75.66	0.12
06*	2-3.15	100	1000	90.78	94.74	12.10	82.54	0.10

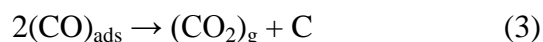
\* Calamine oxydée à 1000°C pendant 3h. ( $\text{Fe}_{\text{total}} = 71.12\%$ ,  $\text{Fe}^{2+} = 14.0\%$ )

### 3.2 Effet de la température et du temps de réduction

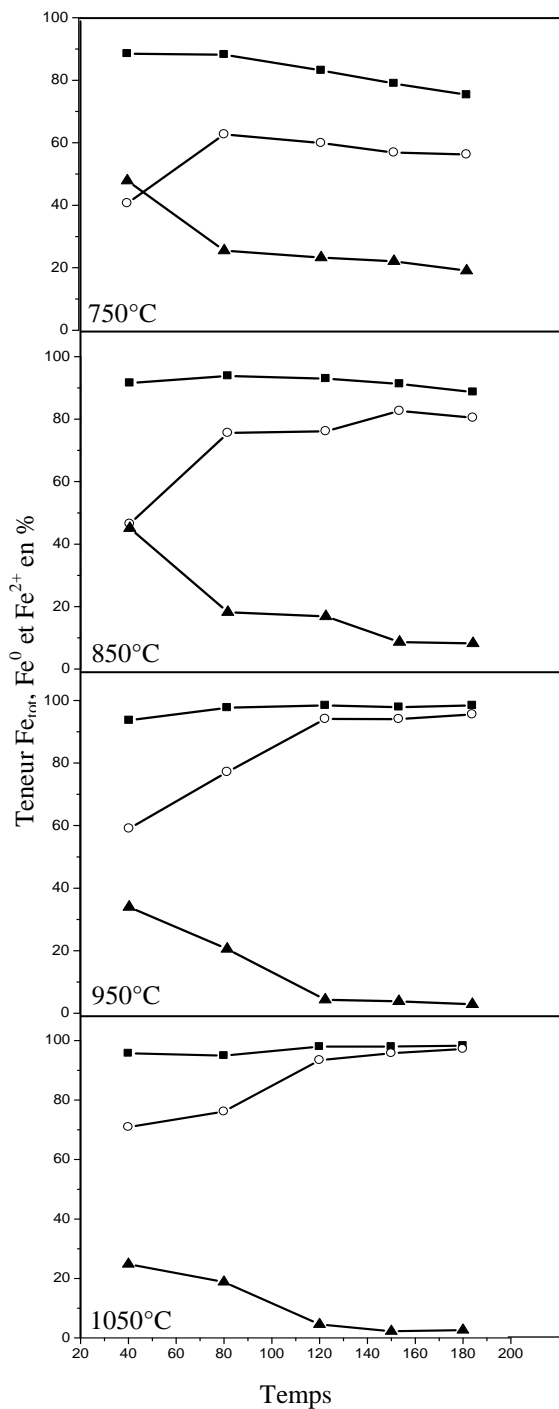
Une autre série d'essais a été réalisée en faisant varier la température (750 à 1050°C) et le temps de réduction (40 à 180 mn). La calamine de granulométrie 2-3.15 mm subit, pendant 9h, une opération d'oxydation à 1000°C. Le gaz réducteur utilisé est du CO pur.

Les résultats des essais de réduction sont présentés dans la figure 4. Concernant les essais de réduction à 750 °C, on constate que suivant l'augmentation du temps de réduction, la teneur en fer total de la poudre de fer réduite diminue. Elle varie de 88.5 à 75.3% pour des temps de réduction qui varient, respectivement, de 40 à 180 mn. Dans le même intervalle de temps, la teneur en fer métallique ( $\text{Fe}^0$ ) augmente (40.6 à 56.9 %) et celle de  $\text{Fe}^{2+}$

diminue (47.8 à 19%). La diminution de la teneur en fer total peut être expliquée de la manière suivante : lors de la réduction des oxydes de fer par le monoxyde de carbone pur en wustite ( $\text{FeO}$ ) et fer métallique ( $\text{Fe}^0$ ) il se produit en parallèle la dismutation du monoxyde de carbone suivant la réaction inverse de Boudouard [11] :

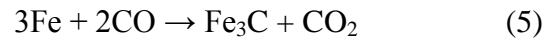


et comme conséquence la déposition du carbone et sa réaction avec le fer métallique et la wustite pour former la cémentite  $\text{Fe}_3\text{C}$ .



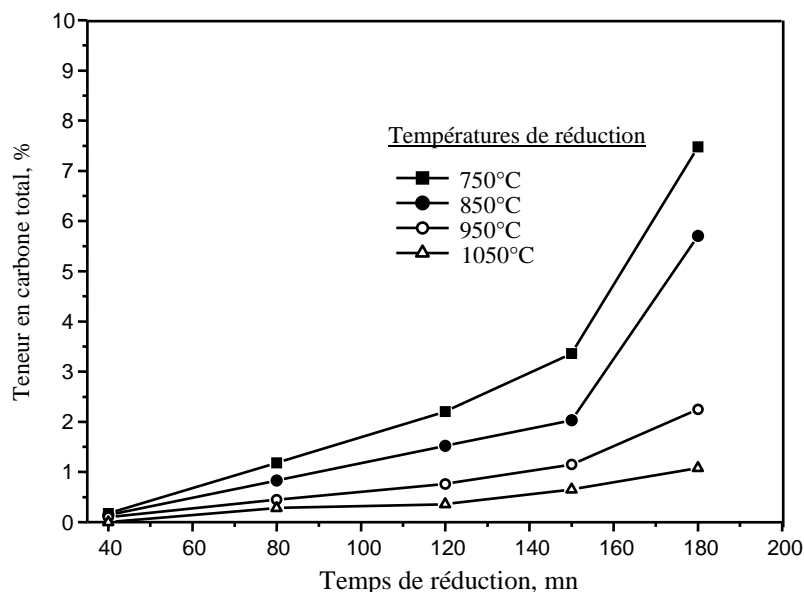
**Figure 4.** Variation des teneurs en  $\blacksquare$   $Fe_{tot}$   $\circ$   $Fe^0$  et  $\blacktriangle$   $Fe^{2+}$  à différents temps et températures de réduction

La carburation des grains de fer réduits ou de wustite peut avoir lieu selon les réactions suivantes [8] :



Le monoxyde de carbone, adsorbé (réaction 3) à la surface des grains de fer métallique, se dismute plus facilement que lorsqu'il est seul. Le fer métallique joue le rôle de catalyseur [17]. Ainsi, comme on peut le voir de la figure 2 à 750°C, plus le temps de réduction augmente la teneur en fer métallique ( $Fe^0$ ) augmente aussi et par conséquent la vitesse de déposition du carbone due à la réaction (3) devient plus élevée.

La quantité en carbone des poudres de fer réduites augmente avec l'augmentation du temps de réduction et de ce fait la teneur en fer total diminue. La teneur en carbone total des poudres de fer réduites à différents temps et températures de réduction est présentée dans la figure 5. Elle montre que lorsque la température diminue et que le temps de réduction augmente, la teneur en carbone des poudres de fer réduites augmente aussi. 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 °C et 1050 °C, on note déjà une nette amélioration de la teneur en fer total et fer métallique lorsque le temps de réduction augmente. A 180 mn la teneur en fer total et fer métallique augmente, respectivement, jusqu'à 98.30 et 95.50 % à 950 °C et 98.40 et 97.20 % à 1050 °C. Concernant la déposition du carbone, on peut dire qu'elle est négligeable à partir de 1050 °C.



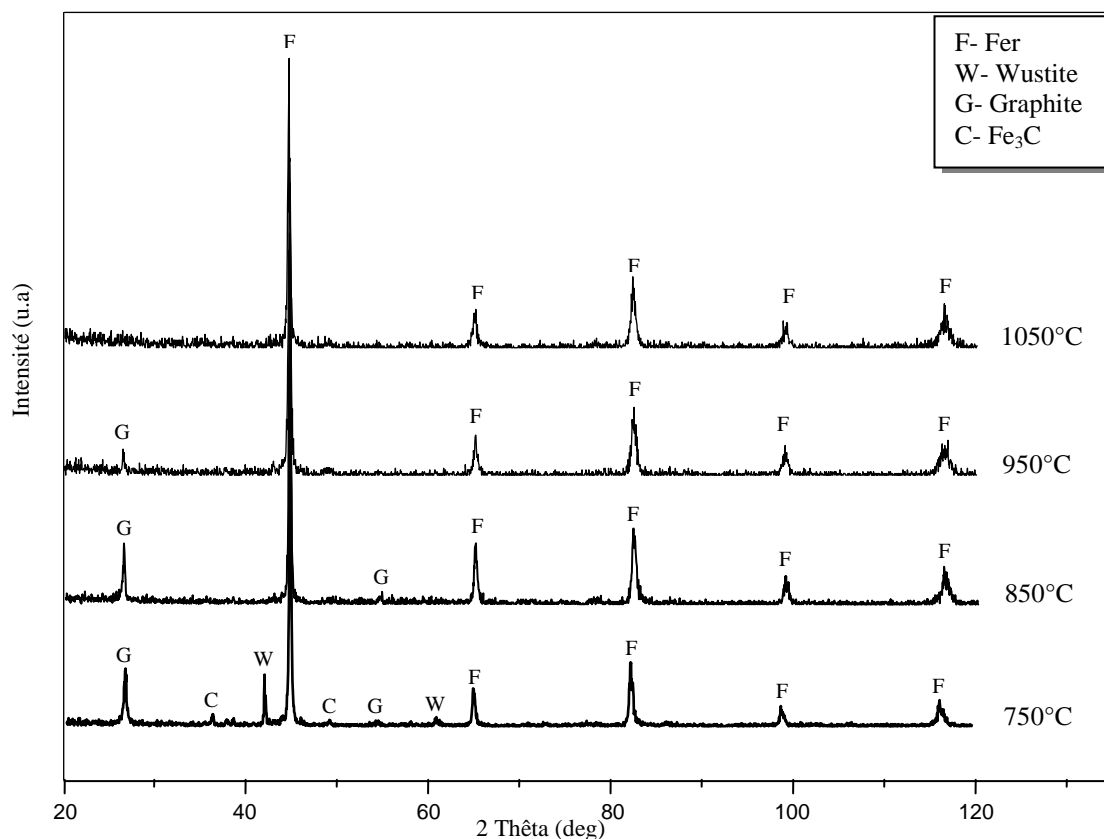
**Figure 5.** Evolution de la teneur en carbone total de poudres de fer réduites en fonction de la température et du temps de réduction

Dans la figure 6 sont présentés les diagrammes de diffraction de rayons X des différentes phases formées dans les poudres de fer réduites à différentes températures et temps de réduction 180 mn. L'analyse de ces diagrammes montre la présence, à 750 °C, du graphite, cémentite ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ), fer et de la wustite. A 850 °C et 950 °C on rencontre le graphite et le fer et à 1050 °C seule la phase du fer est présente dans la poudre de fer réduite.

L'examen au microscope, en lumière réfléchie, de sections polies d'échantillons réduits à différents temps et températures nous a permis de visualiser les phases formées au cours de réduction. La figure 7 montre les microstructures d'échantillons partiellement réduits à 750, 850, 950 et 1050 °C et à temps de réduction 40 mn. Lorsque le temps de réduction est insuffisant, les particules d'oxydes de fer, exposées au gaz réducteur, subissent une réduction frontale et laissent subsister un cœur d'oxydes (magnétite ou wustite) dans une enveloppe de fer métallique. A temps de réduction 180 mn, on trouve encore dans les échantillons réduits à des températures plus faibles (750 °C et 850

°C) des grains de wustite non réduits à l'intérieur de particules de poudre de fer comme est montré dans les figures 8(a) et 8(b) cependant, pour les échantillons réduits à 950°C et 1050°C, les oxydes de fer sont transformés totalement en fer métallique. Les figures 8(c) et 8(d) montrent, respectivement, la microstructure d'échantillons complètement réduits en fer métallique à 950 et 1050 °C et temps de réduction 180 mn.

Les observations microscopiques faites sur les échantillons réduits sont confirmées par les résultats obtenus par diffraction des rayons X. L'examen au M.E.B. d'échantillons réduits à 1050°C et 180 mn montre la morphologie des particules de poudre de fer réduite (Fig. 9). 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. La morphologie des particules de poudre de fer réduite montrée dans les figures 9(a) et 9(b) est la forme typique de particules de poudre de fer obtenue par réduction avec du monoxyde de carbone [18, 19].



**Figure 6.** Diagramme de diffraction des rayons X de poudre de fer réduite à différentes températures et 180 mn

Les résultats présentés dans les figures 4, 5, 6, 7 et 8 montrent bien que la meilleure réduction des poudres de fer est obtenue à 1050 °C et 180 mn. Les résultats d’analyses chimiques de ces poudres sont présentés dans le tableau 3. Pour diminuer la teneur en carbone et en oxygène, la poudre de fer subit un recuit réducteur à l’hydrogène à 850 °C pendant 1h. Le recuit de réduction diminue considérablement la teneur en carbone et en oxygène, élimine l’écrouissage des particules et améliore la compressibilité des poudres lors de leur utilisation dans l’industrie de la métallurgie des poudres [17, 20, 21]. Après traitement, les teneurs en carbone et en oxygène des poudres de

fer réduites sont abaissées respectivement, jusqu’à 0.23 et 0.28 %.

#### 4. CONCLUSION

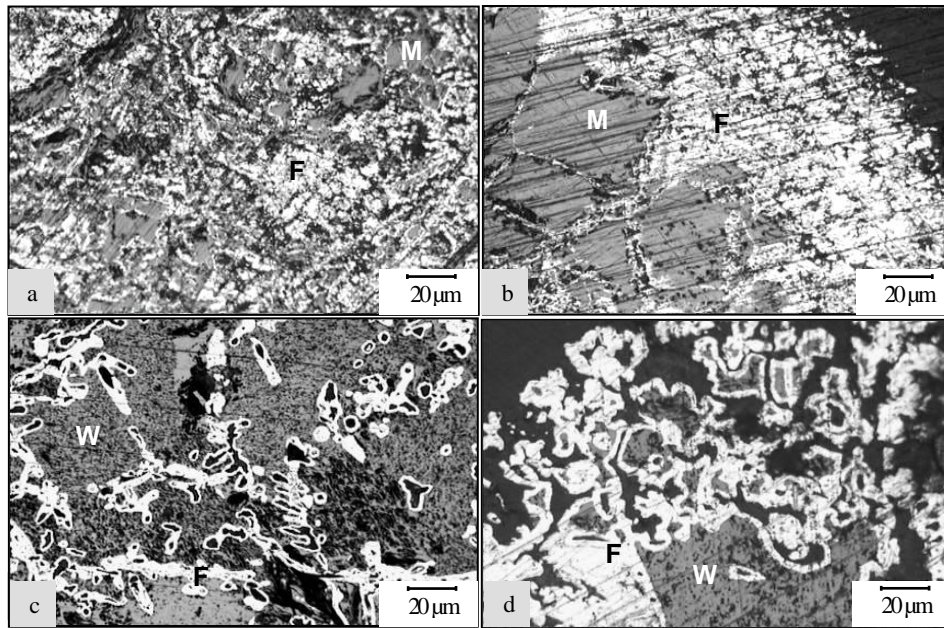
Les résultats présentés et discutés dans cette étude peuvent être résumés dans les points suivants :

(1) Différents paramètres de réduction de la calamine avec du monoxyde de carbone ont été étudiés pour obtenir les meilleures conditions d’élaboration d’une poudre de fer ayant des propriétés physico-chimiques exigées par la métallurgie des poudres.

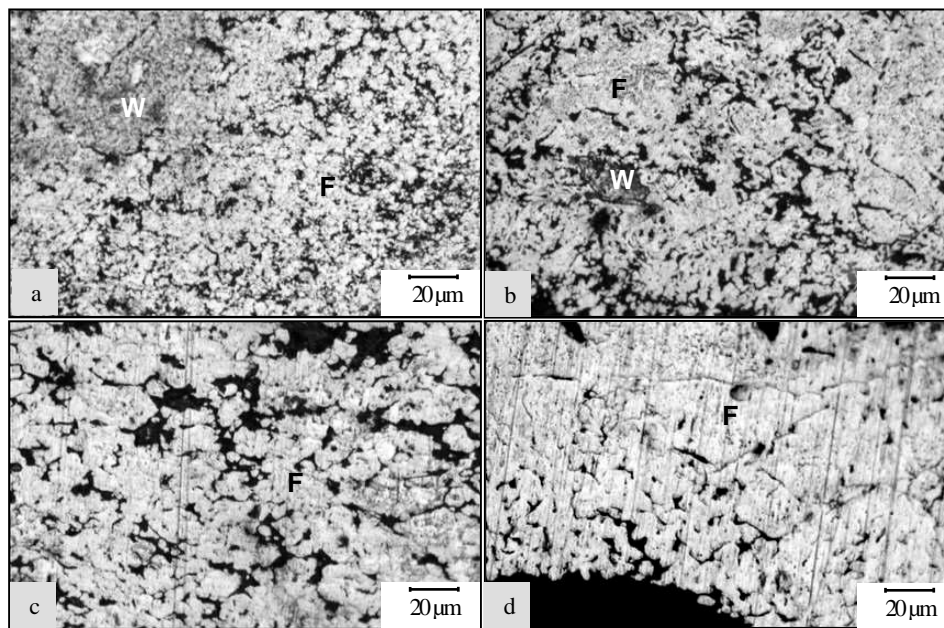
**Tableau 3.** Analyse chimique (en %) de poudre de fer réduite à 1050 °C et 180 mn

Eléments	Fe <sub>t</sub>	Fe <sup>0</sup>	C	Si	Mn	P	S	O
% massique	98.40	97.20	1.08	0.028	0.32	0.039	0.01	0.49

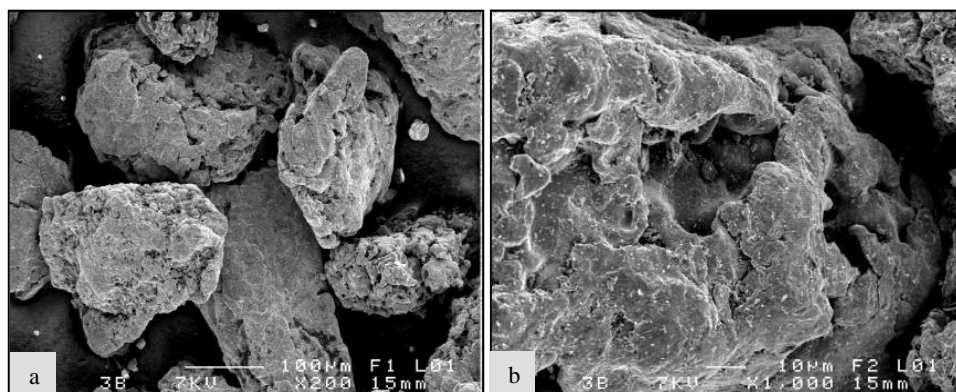




**Figure 7.** Microstructures de poudre de fer réduite (x220) pendant 40 mn et à: (a) 750 °C, (b) 850 °C, (c) 950 °C et (d) 1050 °C. M : magnétite, W : wustite, F : fer



**Figure 8.** Microstructures de poudre de fer réduite (x220) pendant 180 mn et à: (a) 750 °C, (b) 850 °C, (c) 950 °C et (d) 1050 °C. W : wustite F : fer



**Figure 9.** Image M.E.B. Morphologie de particules de poudre de fer réduite pendant 180 mn et à 1050 °C. (a) x 200, (b) x 1000

(2) La meilleure réduction a été obtenue à 1050 °C et 180 mn. Ceci est confirmé par les analyses chimiques et les diagrammes de diffraction des rayons X.

(3) Les teneurs en fer total et fer métallique atteintes dans la poudre de fer réduite sont, respectivement, de l'ordre de 98.4 et 97.2 %.

(4) Le recuit réducteur par l'hydrogène à 850 °C permet de diminuer la teneur en carbone et en oxygène dans la poudre de fer jusqu'à des valeurs admissibles.

(5) Les poudres de fer élaborées par le processus de réduction de la calamine peuvent être utilisées dans l'industrie de la métallurgie des poudres.

**Remerciements :** Nous tenons à exprimer nos sincères gratitude à l'unité de recherche appliquée en sidérurgie et métallurgie (URASM, Annaba) ainsi qu'à l'unité carbure de l'entreprise des réalisations industrielles (ERIS, Batna) pour leur aide dans la réalisation des essais et des analyses chimiques.

## Références

- [1] Y. Bienvenu et S. Rodrigues, *Fabrication des poudres métalliques à partir de déchets pulvérulents*, ENSMP, Centre des matériaux, CNRS UMR 7633, France, 2007.
- [2] D. Bouvard, *Métallurgie des poudres*, Paris, Hermès Science Publications, 2002.
- [3] Uenosono et al, *Method for producing sponge iron, and reduced iron powder and method for production thereof*, United States Patent, 2003.
- [4] Pyron, *expands across the powder range*, MPR, 1995.
- [5] A. Pineau, N. Kanariand et I. Gaballah, *Kinetics of reduction of iron oxides by H<sub>2</sub>, Part I: low temperature reduction of hematite* *Thermochimica Acta*, Vol. 447, 2006, p. 89-10
- [6] A. Pineau, N. Kanariand et I. Gaballah, *Kinetics of reduction of iron oxides by H<sub>2</sub>, Part II : Low temperature reduction of magnetite* *Thermochimica Acta*, Vol. 456, 2007, p. 75-88.
- [7] H.K. Kohl et B. Marincek, *Cinétique de la réduction des oxydes de fer par le graphite*, *Archiv Fur das Eisen*, Vol. 36, Issue 12, 1965, p. 851-859.
- [8] A.A. El-Geasy et M.I. Nasr, *Influence of original Structure on the Kinetics and Mechanisms of Carbon Monoxide Reduction of Hematite compacts*, *ISIJ International*, Vol. 30, 1990, p. 417-425.
- [9] M.I. Martín, F.A. López, M.E. Rabanal et J.M. Torralba, *Obtainment of Sponge Iron by Reduction of a Steel Making By-Product*, 1st Spanish National Conference on Advances in Materials Recycling and Eco-energy, Madrid, 2009, p. 12-13
- [10] J. Philiber et A. Vignes, *Métallurgie du minerai au matériau*, Dunod, 2002.
- [11] K. Mondal, H. Lorethova, E. Hippo et T. Wittowski, *Reduction of iron oxide in carbon monoxide atmosphere, reaction controlled Kinetics*, *Fuel Processing Technology*, Vol. 86, 2004, p. 33-47.
- [12] L. Coudurier, D.W. Hopkins et I. Wilkomirsky, *Fundamentals of Metallurgical Processes*, Pergamon press, 1978.
- [13] *Mesure de la réductibilité des minerais de fer par la méthode*, C.R.M. Liège, 1980.
- [14] B. Berg, J. Hankart et A. Poos, *Réductibilité des agglomérés*, *Revue universelle des mines*, 9<sup>ème</sup> Série, T.XVII, n°3, 1962, p. 284-287.
- [15] Normes ISO 4491-2, *Metallic Powders, Determination of Oxygen*

*Content by Reduction Method*, Second Edition, 1997.

[16] Normes ISO 437, *Determination of Total Carbon Content*, Combustion gravimetric Method, First Edition, 1982.

[17] V.B. Akiminko, V.Y. Boulanov et V.V. Roukine, *Poudres de fer : Technologie, Composition, Structure, Propriétés et Economie*, Moscou, 1982.

[18] Z. Aslanoglu, *Direct reduction of mechanically activated specular iron oxides*, Mineral Processing and Extractive Metallurgy (Trans. Inst. Min. Metall. C), Vol. 114, 2005.

[19] B. Hu, *Roles of Iron Metal Powders in Semi-Metallic Friction Materials*, North American Höganäs, USA, The 7<sup>th</sup> International Technical Exchange & Products Exhibition on Friction Materials, June 16-18, 2005, Wuhan, China.

[20] *Method for producing sponge iron, and reduced iron powder and method for production thereof*, US Patent issued on July 19, 2005.

[21] Streicher et al., *Process for reducing oxides contained in iron powder without substantial decarburization thereof*, United States Patent, Aug. 10, 1993.