



Département de Technologie chimique industrielle

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme
de Licence professionnelle en :
Génie chimique

Thème

**Détermination des teneurs du silicium et du manganèse dans
les aciers par différentes méthodes d'analyse**

Réalisé par :

M^{lle} MAMMERI Ouidjedene

Encadré par :

M^{me} HAMIDOUCHE Sabiha

M.C.B / Institut de Technologie. **Bouira**

M^{me} BERKOUS Dalila

Chef laboratoire MP/AS/ SIDER EL HADJAR. **Annaba**

Soutenu devant le jury :

Examinateur 1 : M^{me} DAIRI Nassima

M.A.A / Institut de Technologie. **Bouira**

Président : M^r OUNISSI Oussama

M.A.A / Institut de Technologie. **Bouira**

Remerciements

On remercie ***Dieu*** le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce rapport et m'a permis de surmonter les difficultés durant ce parcours universitaire.

J'adresse mes plus profonds remerciements à Mme ***MERZOUG Omnia*** et particulièrement un grand merci à Mme ***BERKOUS Dalila*** qui m'ont formé et accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience. Je remercie l'ensemble des employés, les chimistes et les techniciens du laboratoire central et SIDER El Hadjar pour les conseils et l'information qu'ils ont pu me prodiguer au cours de ce stage.

Je remercie Mme ***HAMIDOUCHE Sabiha*** de m'avoir fait l'honneur d'encadré ce travail. Pour sa toujours très grande disponibilité, pour tous ses précieux conseils et pour toutes les discussions qui ont permis d'enrichir ce travail.

J'adresse aussi mes vifs remerciements au membre de jury et au président d'avoir examiné et juger mon travail, pour l'attention et le temps qu'ils ont accordés à la lecture de ce rapport. Je remercie l'ensemble des enseignants et le personnel de l'institut de technologie.

Ensuite, puisque l'ambiance de ces trois années n'aurait pas été la même sans eux, je tiens à remercier plus particulièrement les personnes qui m'ont soutenu pendant ces trois années, et particulièrement au cours de ces derniers mois. Je remercie tous mes amies et collègues de la promotion 2022 de l'institut pour les bons moments qu'on a passé ensemble.

Dédicaces

Je dédie ce travail,

A celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation et de ses dévouements.

A ma chère mère

A celui qui s'est changé la nuit en jour pour m'assurer les bonnes conditions, un grand merci pour leur amour, leurs conseils ainsi que leur soutien qui m'a permis de réaliser les études que je voulais.

A mon cher père

A la meilleure, la plus merveilleuse et la plus aimante des sœurs au monde, à celle qui m'a aidé et partagé tellement de moments magiques ensemble.

A ma chère sœur Roumaïssa

A mes chers amis *Bouchra, Fatma, Ines, Fatima, Hanane, Soumaïa, Aïssa, Houssam, Naoufel, Habibet Radwane* pour leurs aides et supports dans les moments difficiles.

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Résumé

Introduction générale 1

Chapitre I : Partie théorique

I. Présentation de l'entreprise 2

I.1. Complexe sidérurgique El Hadjar 2

I.2. Historique 3

I.3. Unité de production 4

 I.3.1. Zone chaude 4

 I.3.2. Zone produits plats 4

 I.3.3. Zone produits longs 4

I.4. Produits du complexe d'El Hadjar 4

 I.4.1. Produits plats 4

 I.4.2. Produits longs : 7

I.5. Service sécurité 8

I.6. Organisme du complexe 9

II. Généralités sur les aciers et ses éléments d'alliage (Manganèse et Silicium) 10

II.1. Introduction 10

II.2. Aciers 11

 II.2.1. Définition de l'acier 11

 II.2.2. Fabrication de l'acier 12

 II.2.3. Différentes classifications de l'acier 15

 II.2.4. Propriétés de l'acier 16

 a) Résistance statique : 16

 b) Ductilité : 16

 c) Dureté : 16

 d) Ténacité ou résilience : 16

 e) Endurance : 16

II.3. Alliages (Manganèse et Silicium) 17

 II.3.1. Silicium 17

 II.3.1.1. Historique 17

 II.3.1.2. Propriétés physico-chimiques 17

II.3.1.3. Aspect économique.....	18
II.3.1.4. Effet du silicium sur les aciers.....	19
II.3.1.5. Rôle bénéfique du silicium	19
II.3.2. Manganèse.....	19
II.3.2.1. Historique	19
II.3.2.2. Propriétés physiques et chimiques.....	20
II.3.2.3. Effet du manganèse sur les aciers.....	20

Chapitre II : Partie expérimentale

I. Introduction	22
II. Analyse de l'acier par spectrométrie à émission optique.....	22
II.1. Principe	22
II.2. Matériels nécessaires.....	24
II.3 Mode opératoire	25
III. Dosage gravimétrique du silicium dans les aciers.....	26
III.1. La gravimétrie.....	26
III.2. Principe	27
III.3. Réactifs	27
III.4. Matériels	28
III.5. Mode opératoire	28

Chapitre III : Résultats et discussions

I. Introduction	34
II. Analyse spectrométrie à émission optique :	34
III. Résultats expérimentaux d'analyse gravimétrique du Si.....	35
III.1 Dosage gravimétrique du Si.....	35
IV. Résultats expérimentaux d'analyse volumétrique.....	36
IV.1 Dosage volumétrique du Mn	36
V. Traitement statistique des résultats obtenus	37
V.1 Introduction	37
V.2 Résultats de traitement statistique	39
V.2.1 Traitement statistique des résultats du Mn dans les deux échantillons.....	39
V.2.2 Traitement statistique des résultats du Si dans les deux échantillons.....	39
Conclusion	41

Références bibliographiques

Liste des figures

Chapitre I : Partie théorique

Figure I.1 : Complexe Sidérurgique d'El-Hadjar.....	2
Figure I.2 : Historique Sider El-Hadjar.....	3
Figure I.3 : Bobines laminées à chaud brutes ou décapées et tôles.....	5
Figure I.4 : Bobines laminées à chaud et tôles striées ou l'armée.	5
Figure I.5 : Bobines et tôles Skin Passées.....	5
Figure I.6 : Bobines Galvanisées.	6
Figure I.7 : Tôles Nervurées.....	6
Figure I.8 : Feuillard Galvanisé.....	6
Figure I.9 : Rond à Béton Nervuré.....	7
Figure I.10 : Tenue de sécurité.....	7
Figure I.11 :Différentes unités du complexe.....	8
Figure I.12 : Production mondiale d'acier.	9
Figure I.13 :Microstructure de l'acier.	10
Figure I.14 : Préparation du minerai.	11
Figure I.15 :Haut fourneau.....	11
Figure I.16 : Produit semi fini Brame.	12
Figure I.17 : Produit semi fini Billette.	12
Figure I.18 : Cycle de fabrication de l'acier jusqu'au produit final.....	13
Figure I.19 : Configuration électronique du Silicium.	15
Figure I.20 : Configuration électronique du manganèse.....	18
Figure I.21 : Résultats de microanalyse chimique MET-EDX mettant en évidence la présence de sulfures MnS dans l'alliage industriel. Analyse effectuée sur une réplique au carbone.	19
Figure I.22 : Observation MEB-FEG de la microstructure de l'alliage FeCMn revenu une heure à 600°C.	19

Chapitre II : Partie expérimentale

Figure II.1 : Echantillon 1 Billette (nuance ST37).....	20
Figure II.2 : Echantillon 2 Lingot (nuance 42L4).....	20
Figure II.3 :Excitation de l'atome.	21
Figure II.4 : Réseau de diffraction.	21

Figure II.5: Diffraction de la lumière.....	22
Figure II.6 : Appareil ARL3460 Spectrométrie à émission optique.....	22
Figure II.7 : Statif d'extraction.	23
Figure II.8 : Polissage de la surface d'échantillon.....	23
Figure II.9 : Echantillon à analyser sur le dispositif à étincelle du spectromètre.	24
Figure II.10 : Prise d'essai de l'échantillon (Acier).....	26
Figure II.11 : Formation de la silice (SiO ₂).....	27
Figure II.12 : Filtration.	27
Figure II.13 : Calcination.....	28
Figure II.14 : Phénomène d'attaque et oxydation du Mn (a) Formation des fumés (b) Disparition des fumés	30
Figure II.15 : Ajout de nitrate d'argent et persulfate d'ammonium.....	31
Figure II.16 : Solution titrée d'arsénite de sodium jusqu'à disparition de la coloration.....	31

Liste des tableaux

Chapitre I: Partie théorique

Tableau I.1: Propriétés physico-chimiques du silicium.	17
Tableau I.2 : Propriétés physico-chimiques du manganèse [12].	20

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.1 : Résultats d'analyse spectrométrique à émission optique de Si dans l'échantillon 1.	34
Tableau III.2 : Résultats d'analyse spectrométrique à émission optique de Si dans l'échantillon 2.	34
Tableau III.3 : Résultats d'analyse gravimétrique de Si dans l'échantillon 1.	35
Tableau III.4 : Résultats d'analyse gravimétrique de Si dans l'échantillon 2.	36
Tableau III.5 : Résultats d'analyse volumétrique de Mn dans l'échantillon 1.	37
Tableau III.6 : Résultats d'analyse volumétrique de Mn dans l'échantillon 2.	37
Tableau III.7 : Traitement statistique des résultats du Mn dans l'échantillon 01.	39
Tableau III.8 : Traitement statistique des résultats du Mn dans l'échantillon 02.	39
Tableau III.9 : Traitement statistique des résultats du Si dans l'échantillon 01.	39
Tableau III.10: Traitement statistique des résultats du Si dans l'échantillon 02.	40

Liste des abréviations

ACE : Aciérie Électrique

ACO : Aciérie à Oxygène

FG : Facteur gravimétrique

HF : Haut fourneaux

LAC : Laminoir à chaud

LAF : Laminoir à froid

LFR : Laminoir à fil et rond

MEB : Microscopie électronique à balayage

N : Normalité

PMA : secteur d'agglomération

SBS : Société Bônoise de Sidérurgie

SEO : Spectrométrie à émission optique

SNS : Société Nationale de Sidérurgie

TSS : Tuberiez sans soudure

TUS : Tuberiez spiral

Résumé :

La qualité de l'acier dans la sidérurgie est liée à la teneur des éléments métalliques existants dans sa composition chimique, le silicium et manganèse deux éléments importants qui jugent la qualité de l'acier fabriqué. Afin de déterminer ces teneurs, nous devons trouver la meilleure méthode d'analyse la plus efficace et la plus rapide qui fournira alors le meilleur résultat. Dans cette étude, nous avons utilisé deux types d'acier pour déterminer les teneurs en Mn et Si dans ces derniers, utilisant des méthodes d'analyse par voie spectrale (spectrométrie à émission optique) et voie humide (volumétrique et gravimétrique). Les résultats obtenus montrent la fiabilité de la méthode spectrale pour déterminer les teneurs en éléments chimiques tels que Mn et Si.

Les mots clés : Acier, Minerai, Manganèse, Silicium, Analyse physico-chimique.

Abstract:

The quality of steel in the iron and steel industry is related to the content of existing metal elements in its chemical composition, silicon and manganese two important elements that judge the quality of the steel produced. In order to determine these levels, we need to find the best and fastest method of analysis that will then provide the best result. In this study, two types of steel were used to determine Mn and Si levels in the latter, using spectral (optical emission spectrometry) and wet (volumetric and gravimetric) methods. The results obtained show the reliability of the spectral method for determining the levels of chemical elements such as Mn and Si.

Key words: Steel, Ore, Manganese, Silicon, Physico-chemical analysis.

ملخص

ترتبط جودة الصلب في صناعة الحديد والصلب بمحتوى العناصر المعدنية الموجودة في تركيبها الكيميائية، السيليكون والمنغنيز، عنصرين مهمين يحكمان جودة الصلب المنتج. من أجل تحديد هذه المستويات، نحتاج إلى إيجاد أفضل وأسرع طريقة للتحليل التي ستوفر بعد ذلك أفضل نتيجة. في الأخير، باستخدام الطرق الطيفية Si و Mn في هذا الدراسة، تم استخدام عينات فولاد لتحديد مستويات (مطافية الانبعاثات الضوئية) والطرق الرطبة (الحجمية وقياس الجاذبية). تظهر النتائج التي تم الحصول عليها موثوقية الطريقة الطيفية لتحديد مستويات العناصر الكيميائية مثل السيليكون والمنغنيز الكلمات المفتاحية: الصلب، الخام، المنغنيز، السيليكون، التحليل الفيزيائي والكيميائي.

Introduction générale

Introduction générale

La forte demande d'acier sur le marché national et international a entraîné un accroissement de la production du minerai de fer au niveau des deux uniques mines de fer (les mines de fer d'Ouenza et Boukhadra) en Algérie. En vue de répondre aux besoins du seul complexe sidérurgique du pays, en matière de production et de qualité.

Les produits sidérurgiques de base (fonte et acier) sont des produits élaborés à partir d'un minerai de fer dont la composition initiale en éléments chimiques peut conduire à la mise en œuvre d'un processus bien déterminé dans l'élaboration de ces matières de base .

Parmi les éléments chimiques présents à différents niveaux du processus de mise en œuvre de l'acier. Le manganèse et le silicium sont parmi les éléments les plus importants.

Dans le présent travail nous proposons de rechercher les quantités de silicium et de manganèse présentes dans différents échantillons (aciers) par différentes méthodes d'analyse et de faire une étude comparative de ces méthodes.

Ce travail a été effectué au laboratoire central d'analyse de l'entreprise nationale de sidérurgie E.N SIDER à EL HADJAR (ANNABA).

Le présent mémoire est constitué de deux grandes parties,

Nous avons présenté dans la première partie l'entreprise où j'ai fait mon stage suivi d'un chapitre de généralités sur les aciers et ces alliages.

La deuxième partie est consacrée à l'étude expérimentale, nous avons commencé de présenter les différentes méthodes et les techniques expérimentales utilisés, ces résultats obtenus.

Afin d'évaluer nos résultats expérimentaux, nous avons effectué un traitement statistique des résultats obtenus.

A la fin, on termine ce mémoire par une petite conclusion.

Chapitre I

Partie théorique

I. Présentation de l'entreprise

I.1.Complexe sidérurgique El Hadjar

Notre pays a des richesses sous terraines comme le pétrole, gaz et surtout les minerais de fer, ce qui a poussé le système colonial de profiter de ces richesse en créant la société Bônoise de sidérurgie (SBS) en 1959 [1].

Le complexe sidérurgique d'EL HADJAR est situé à l'est du pays dans la zone industrielle d'Annaba. Il est implanté à 15 Km au sud de la ville et occupe une superficie de 800ha :

- Trois cents (300) hectares occupés par les ateliers de production ;
- Trois cents (300) hectares réservés au stockage des matières premières et des produits sidérurgiques ;
- Deux cents (200) hectares affectés aux structures de services ;

Le complexe sidérurgique d'El-Hadjar représente un facteur économique pour le pays par la diversité de ses unités et ses installations de transformation. Il est constitué d'un ensemble d'ateliers ayant objectif la production de l'acier et sa transformation. [2]

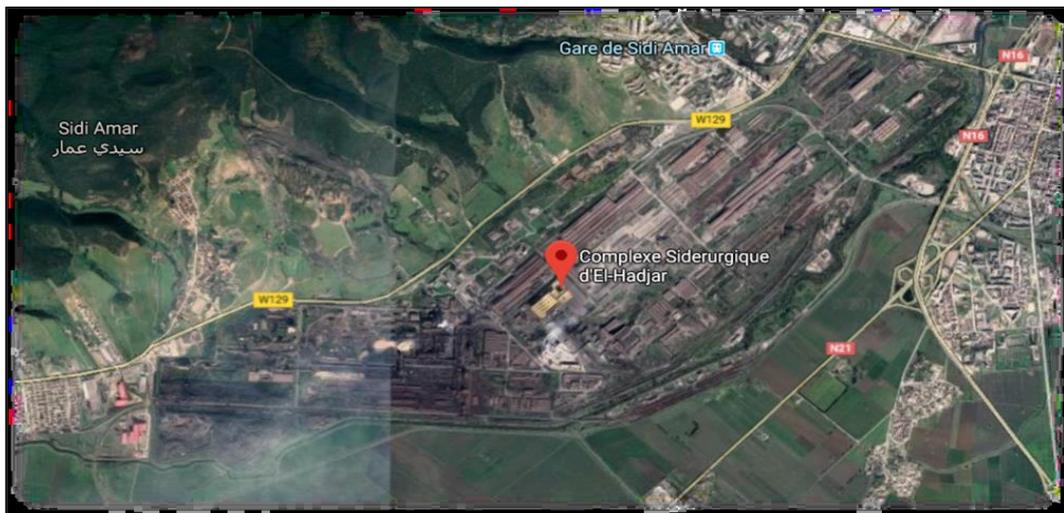


Figure I.1 : Complexe Sidérurgique d'El-Hadjar.

I.2. Historique

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

.1964 : création de SNS : Après l'indépendance, l'état algérien a crée, le 03 Septembre 1964, la Société Nationale de Sidérurgie (SNS) qui a été chargée de la construction du complexe sidérurgique d'El-Hadjar. 1969, première coulée : le complexe est entré en production après son inauguration le 19 juin 1969 par le Président de l'état Algérien Houari Boumediene.

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

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

.1999 : création de ALFASID : Un plan de redressement Interne du Groupe SIDER donne naissance à 25 entreprises industrielles autonomes dont ALFASID qui représenté le « cœur du métier » de la sidérurgie.

.ISPAT Annaba, le 18.10.2001 : Un contrat de partenariat entre SIDER et LNM donne naissance à ISPAT Annaba. LNM détient 70% du capital social et SIDER 30%. Cette nouvelle société regroupe les filiales de SIDER liées au métier de base de la sidérurgie qui sont : Alfasid, Almain, Gessit, Iman, Amm, Comersid, Alfatub, Cryosid, Coprosid et Fersid). Ispat Tébessa est créé à la même période. Elle est le résultat d'un partenariat entre LNM (70%) et FERPHOS (30%). Elle comprend les mines de fer d'Ouenza et de Boukhadra.

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

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

.Octobre 2013 : ArcelorMittal Algérie : La société change de dénomination après la signature d'un accord stratégique entre ArcelorMittal et Sider par lequel, la participation d'ArcelorMittal dans le capital de la société passe à 49% et celle de Sider à 51%.

.Août 2016 : SIDER EL HADJAR : La société devient Algérienne à 100% suite à la signature de l'accord de transfert de la totalité des actions détenues auparavant par le groupe ArcelorMittal vers le groupe public IMETAL [2].



Figure I.2 : Historique Sider El-Hadjar.

I.3. Unité de production

Est composée de plusieurs zones [2] :

I.3.1. Zone chaude

- Préparation matières et agglomération (PMA);
- Haut fourneau (HF) + Coulée pour fonte en gueuse;
- Aciérie à oxygène pour brames (ACO1);
- Aciérie à oxygène pour billettes (ACO2);
- Coulée en source pour lingots (ACE);

I.3.2. Zone produits plats

- Laminoir à chaud (LAC + ligne de cisailage);
- Laminoir à froid avec parachèvement et revêtement (LAF/RPA);

I.3.3. Zone produits longs

- Laminoir à rond à béton (LRB) ;

I.4. Produits du complexe d'El Hadjar

I.4.1. Produits plats

- **Bobines laminées** à chaud brutes ou décapées et tôles

Désignation du produit : produit laminé à chaud dans un processus de traitement thermomécanique, en acier d'usage général de construction.

Domaine d'application : aciers de construction, acier pour formage à froid, acier pour bouteilles à gaz, acier pour appareil à pression, acier pour tube [3].



Figure I.3 : Bobines laminées à chaud brutes ou décapées et tôles.

- **Bobines laminées à chaud et tôles striées ou l'armée**

Désignation du produit : produit laminé à chaud dans un processus de traitement thermomécanique, en acier d'usage général de construction.

Domaine d'application : aciers de construction [3].



Figure I.4 : Bobines laminées à chaud et tôles striées ou l'armée.

- **Bobines et tôles Skin Passées**

Désignation du produit : produit plats laminés à froid, en acier doux, dans un processus de décapage-écrouissage-recuit-base et skin passage.

Domaine d'application : pour formage à froid [3].



Figure I.5 : Bobines et tôles Skin Passées.

- **Bobines et tôles Galvanisées**

Désignation du produit : produit galvanisé par immersion à chaud.

Domaine d'application : pour formage à froid [3].



Figure I.6 : Bobines Galvanisées.

- **Tôles Nervurées TN 40**

Désignation du produit : produit galvanisé par immersion à chaud.

Domaine d'application : pour formage à froid.

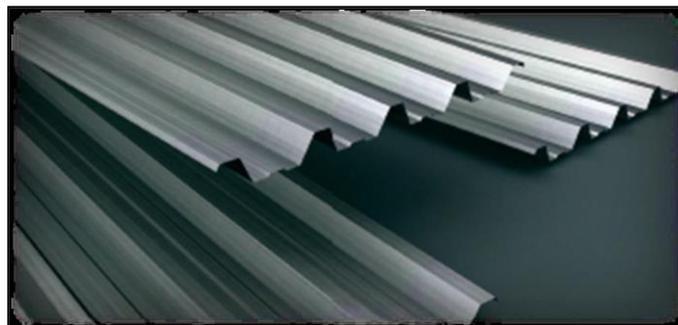


Figure I.7: Tôles Nervurées.

- **Feuillard Galvanisé**

Désignation du produit : produit galvanisé par immersion à chaud.

Domaine d'application : pour cerclage, électroménager, construction etc... [3].



Figure I.8 : Feuillard Galvanisé.

1.4.2. Produits longs :

- **Rond à Béton Nervuré Soudable**

Désignation du produit : produit laminé à chaud en acier d'usage général pour la construction haute adhérence.

Domaine d'application : barres nervurées en acier servant à renforcer les constructions ordinaires en béton et à constituer les armatures passives des constructions en béton précontraint [3].



Figure I.9 : Rond à Béton Nervuré.

I.5. Service sécurité

La sécurité est l'une des principales priorités du groupe Sider. En effet chaque stagiaire et chaque employé doivent assister à une présentation de l'entreprise basée sur la Sécurité : consignes à respecter, protections à utiliser (casque, chaussures, gants et règles de Circulation dans l'usine,...).

Le complexe utilise des standards universels de sécurité très exigeants qu'il impose à tous ces unités et services ainsi que ces sous-traitants, ces standards dictent des consignes à suivre méticuleusement car toutes erreurs peuvent s'avérer fatale [2].



Figure I.10 : Tenue de sécurité.

I.6. Organisme du complexe

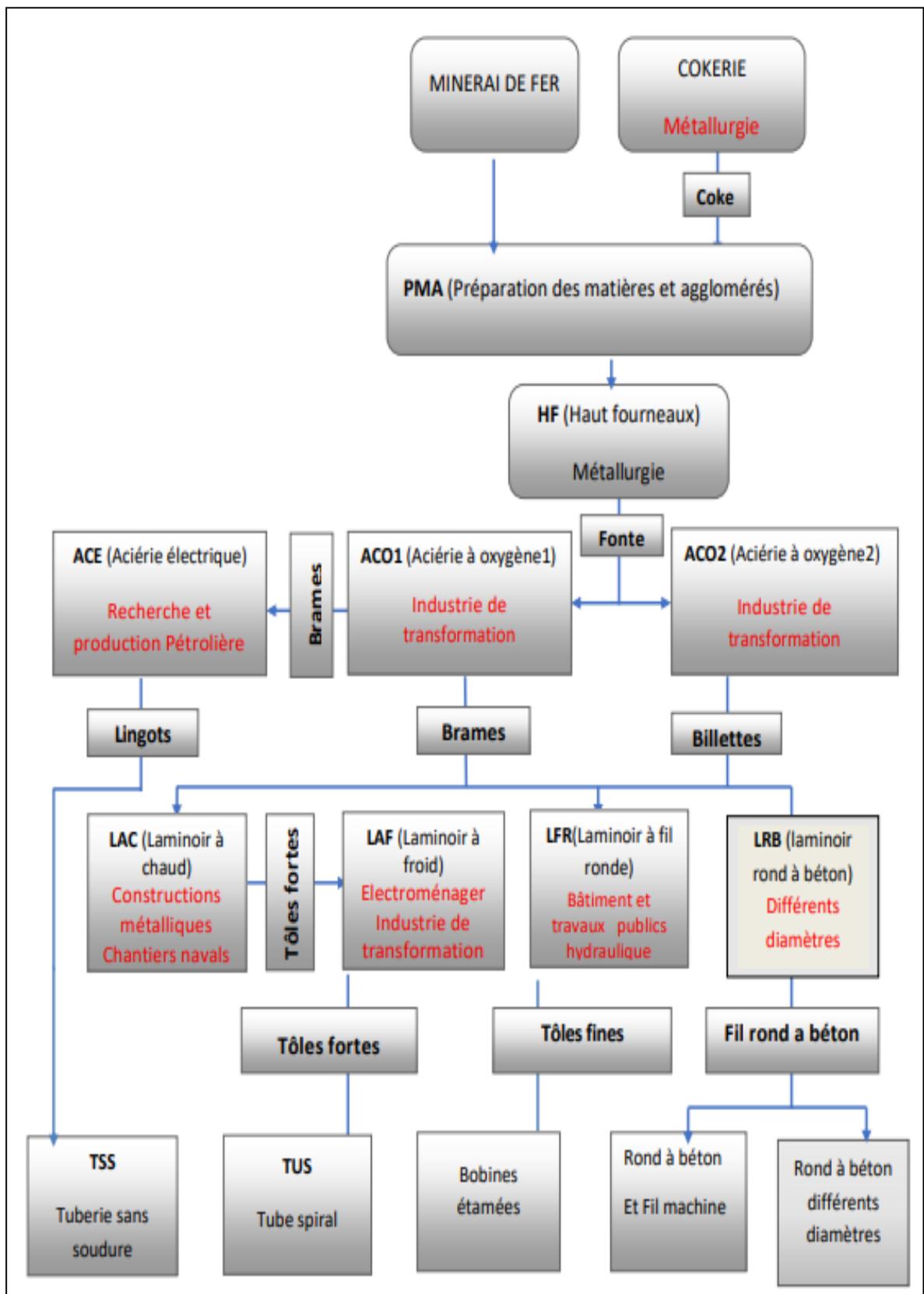


Figure I.11 : Différentes unités du complexe.

II. Généralités sur les aciers et ses éléments d'alliage (Manganèse et Silicium)

II.1. Introduction

Dans la plupart des pays industriels, le métal le plus utilisé est le fer et ses alliages (Fonte et acier), car leur importance technique est justifiée par les statistiques de la production.

Les prévisions de production des pays producteurs d'aciers et de fonte ne prévoient aucune baisse, il y a eu toujours une augmentation de production.

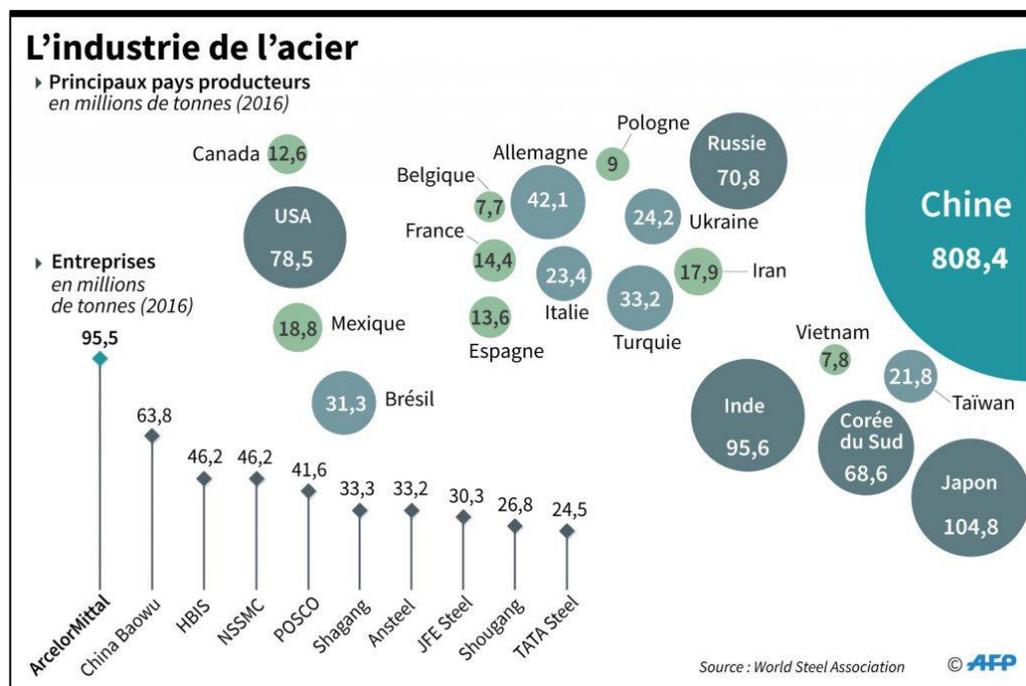


Figure I.12 : Production mondiale d'acier.

Les alliages sont produits dans le but d'améliorer les propriétés d'un métal ou même de lui conférer des propriétés inédites [4].

Les éléments d'alliages jouent un rôle prépondérant dans les différentes transformations de phases des aciers. L'étude de leur rôle, de leur influence et des conditions dans lesquelles elles surviennent constitue donc une étape incontournable dans la compréhension des différentes propriétés d'un alliage. Ces éléments influent sur les différentes propriétés [5].

II.2. Aciers

II.2.1. Définition de l'acier

L'acier est la matière fabriquée à partir de minerai de fer et de minerai de charbon. Il est défini comme un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est inférieure à 2 %.

Sa fabrication en grande quantité requiert la maîtrise à la fois de réactions chimiques complexes et de très grandes unités de production.

Selon la microstructure et la teneur en carbone, on distingue plusieurs types d'aciers

- Les aciers hypoeutectoïdes : (de 0,008 à 0,77 % de carbone) qui sont les plus mous.
- Les aciers eutectoïdes : (0,77 % de carbone).
- Les aciers hypereutectoïdes : (de 0,77 à 2,11 % de carbone) qui sont les plus durs [6].

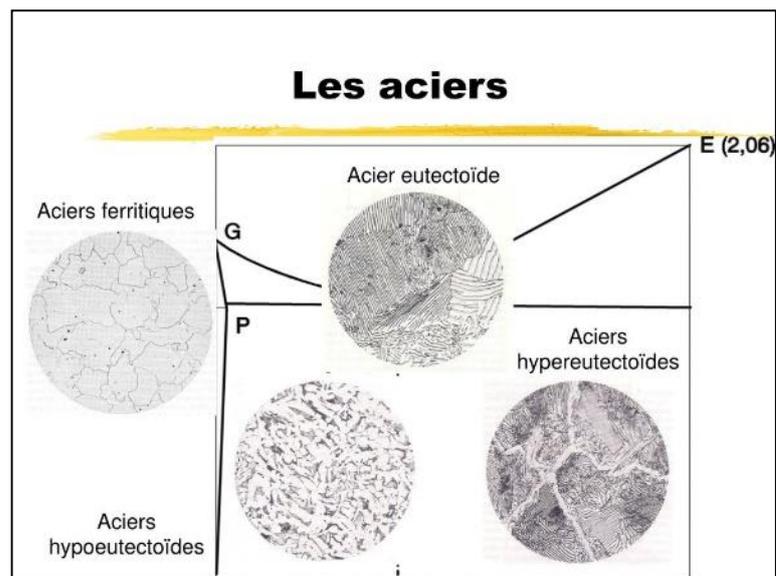


Figure I.13 : Microstructure de l'acier.

L'acier a de nombreuses applications dans l'industrie. Il est utilisé dans la construction navale, la construction automobile, le bâtiment, l'emballage et bien d'autres secteurs.

L'acier est facilement récupérable au milieu d'autres déchets au moyen d'un tri magnétique. Il est recyclable à l'infini. Le recyclage permet de faire des économies de minerai et d'énergie [6].

II.2.2. Fabrication de l'acier

A partir du minerai de fer fourni par les mines, dans l'unité de préparation mécanique des matières, le minerai subit un concassage, un broyage, un criblage et une mise sur tas pour une homogénéisation et alimentation des agglomérations [3].

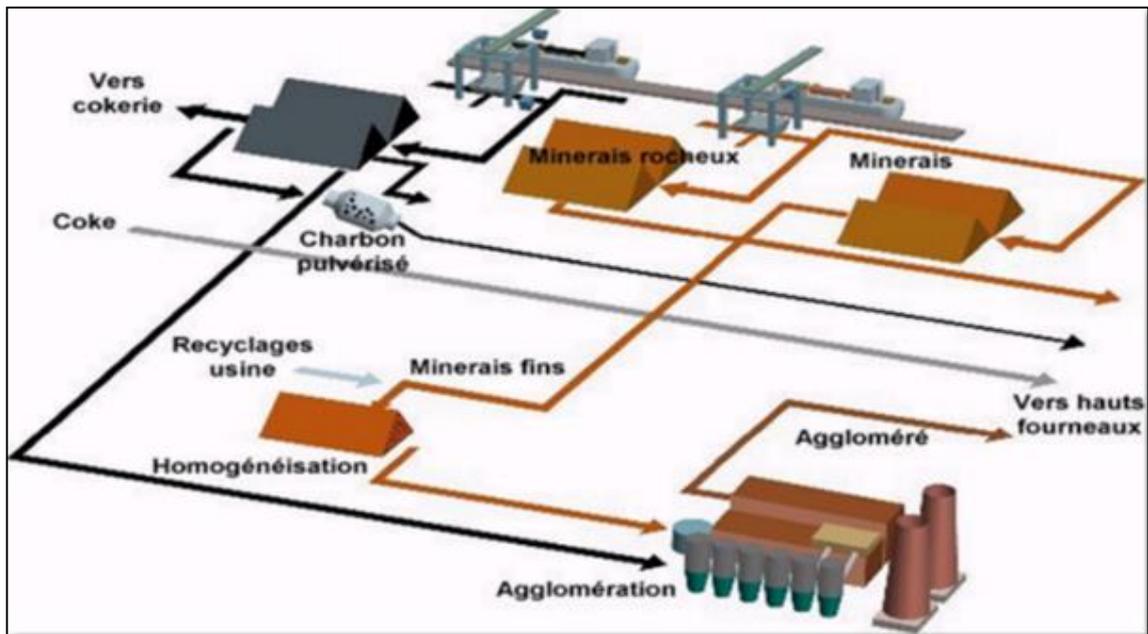


Figure I.14: Préparation du minerai.

Après additions de combustible fin, le mélange est humidifié avant de passer sous une hotte d'allumage pour subir une cuisson sur chaîne. Le produit obtenu est appelé aggloméré et sert à alimenter le haut fourneau pour produire de la fonte liquide [3].

La fonte est un fer liquide carburé contenant jusqu'à 5% de carbone associé au silicium, manganèse, phosphore et soufre.

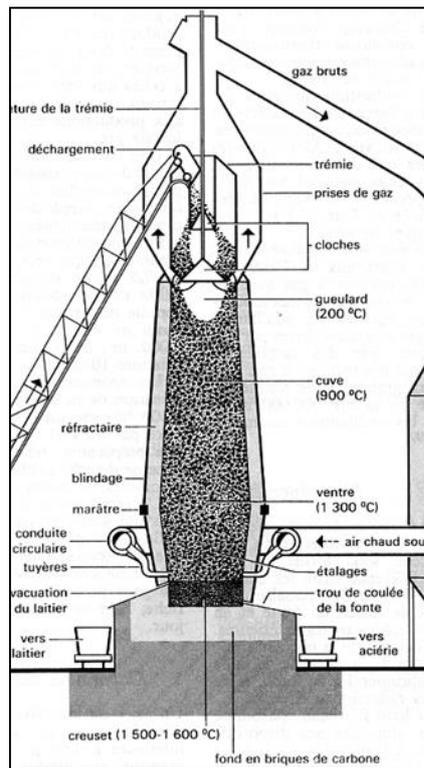


Figure I.15 : Haut fourneau.

La fonte liquide produite par le haut fourneau est destinée aux aciéries à oxygène n°1 (brames) et n°2 (billettes). Le laitier, produit dérivé, sert pour les cimenteries et les travaux publics.

L'aciérie à oxygène n°1 transforme la fonte liquide, provenant du haut fourneau, en acier à l'aide d'oxygène. L'acier liquide est solidifié sous forme de produit appelé brame qui est par la suite laminé en bobines au niveau du laminoir à froid pour obtenir des tôles fines et bobines Skin passées/ galvanisées, selon les nuances et propriétés demandées par le client [3].



Figure I.16: Produit semi fini Brame.

L'aciérie à oxygène n°2 transforme la fonte liquide, provenant du haut fourneau, en acier à l'aide d'oxygène. L'acier liquide est solidifié sous forme de produit appelé billette qui est laminée par la suite au niveau du laminoir rond à béton. Les produits obtenus répondent à des caractéristiques mécaniques conformes aux exigences nationales et internationales [3].



Figure I.17 : Produit semi fini Billette.

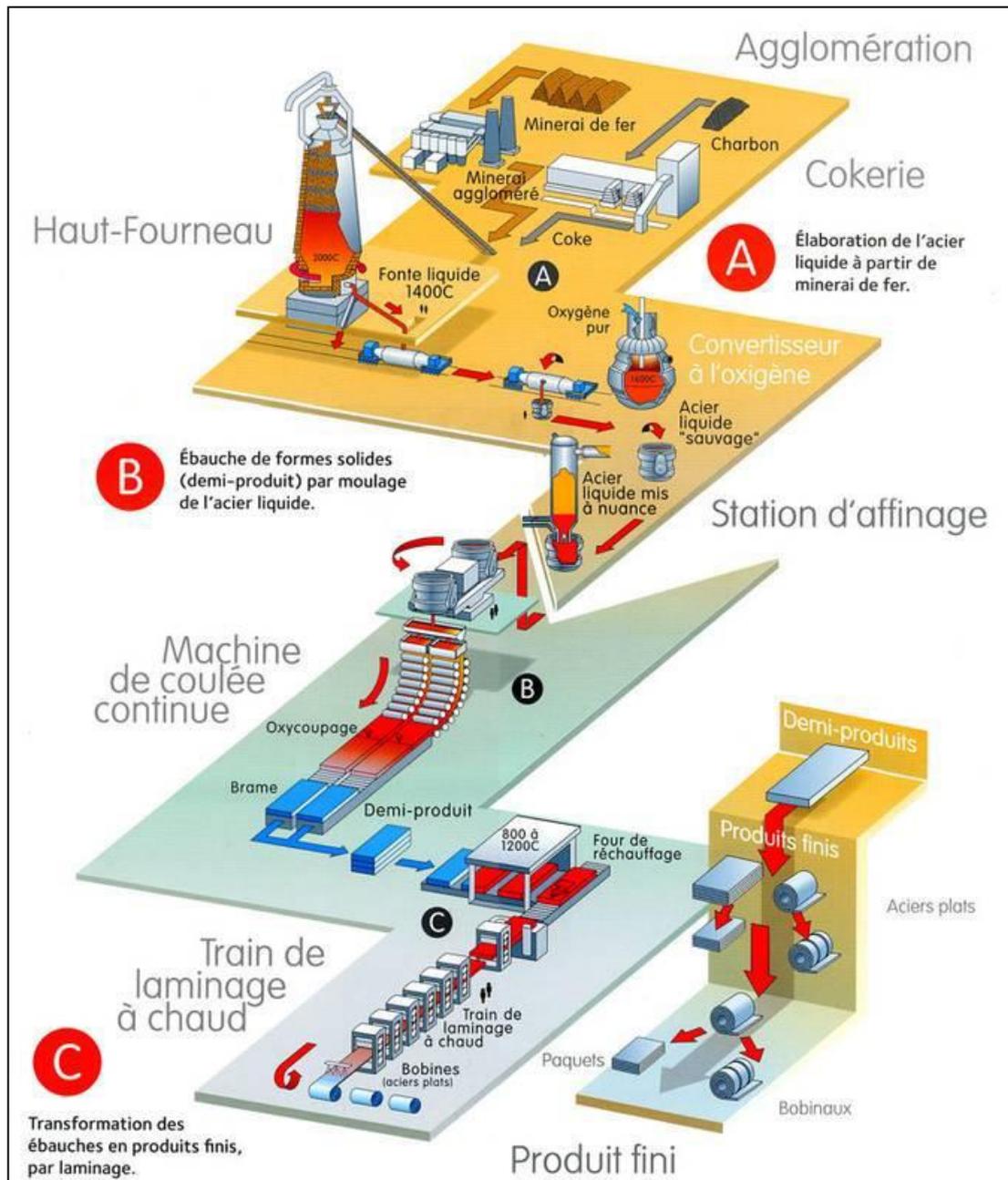


Figure I.18 : Cycle de fabrication de l'acier jusqu'au produit final.

II.2.3. Différentes classifications de l'acier

Chaque pays a son mode de désignation des aciers. Le schéma ci-contre indique la désignation européenne selon la norme EN10027. Cette norme distingue quatre catégories :

- les aciers non-alliés d'usage général (construction) ;
- les aciers non-alliés spéciaux, pour traitement thermique, malléables, soudables, forgeables... ;

- les aciers faiblement alliés, pour trempe et revenu ; les éléments d'alliage favorisent la trempabilité et permettent d'avoir des structures martensitiques ou bainitiques, donc des aciers à haute dureté, à haute limite élastique, pour les outils, les ressorts, les roulements... ;
- les aciers fortement alliés :
 - les aciers inoxydables ;
 - les aciers rapides, pour les outils à forte vitesse de coupe[7] ;

II.2.4. Propriétés de l'acier

Les propriétés d'un acier varient énormément en fonction de sa composition chimique et du traitement thermomécanique appliqué pendant le processus de fabrication. Ces deux caractéristiques déterminent sa microstructure et les traitements de surface interviennent également dans ses propriétés.

Les différentes caractéristiques mécaniques et propriétés d'emploi sont :

- a) **Résistance statique** : capacité à maintenir l'intégrité notamment en ce qui concerne les risques de rupture face aux sollicitations mécaniques. On examine dans certains cas les données en tenant compte de la température et/ou de la vitesse de déformation [8].
- b) **Ductilité** : la capacité à supporter une déformation. On suit, toujours à travers de l'essai de traction [8].
- c) **Dureté** : la mesure de la résistance à la déformation d'un matériau. Différents essais existent en fonction de la forme du pénétrateur et de la référence permettant d'estimer la facilité d'enfoncement comme le diamètre de l'empreinte d'une bille dans les essais Brinell [8].
- d) **Ténacité ou résilience** : capacité à résister à l'amorçage ou à la propagation de fissures. Elle est évaluée en particulier lors des essais de rupture en flexion par choc. Il s'agit on autres de caractériser l'acier par rapport à sa résistance à la rupture fragile. On peut évaluer également la rupture fragile par la valeur du facteur d'intensité de contrainte critique KIC. D'autres essais existent comme entre autres les essais Batelle ou Robertson [8].
- e) **Endurance** : résistance d'une pièce à des sollicitations répétées et d'une amplitude inférieure à la limite d'élasticité [8].

II.3. Alliages (Manganèse et Silicium)

II.3.1. Silicium

II.3.1.1. Historique

Le silicium a été isolé pour la première fois en 1823 par BERZELIUS chimiste suédois, et l'un des créateurs de la chimie moderne.

Le silicium est l'élément le plus répandu dans la nature après l'oxygène, il représente 25% en poids de la masse de la matière existante. On peut le trouver sous différentes formes telles que les silicates (argile, kaolin) ou dans le sable sous forme de silice.

La silice est le constituant de base de tous les verres, ces derniers sont connus en EGYPTE [9].

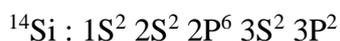
II.3.1.2. Propriétés physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques de Si sont :

Tableau I.1 : Propriétés physico-chimiques du silicium.

Silicium	Propriétés
Masse volumique	2,33 g / cm ³
Masse atomique	28,0855 g / mol
Température de fusion	1410°C
Température d'ébullition	2355°C
Symbole chimique	Si
Numéro atomique	14

Le silicium est semblable dans sa structure électronique à l'état excité qui est :



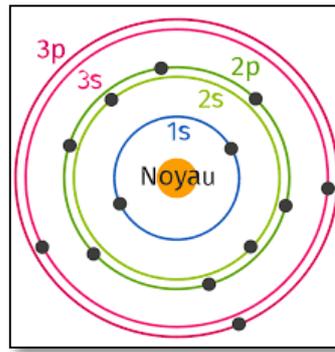


Figure I.19 : Configuration électronique du Silicium.

II.3.1.3. Aspect économique

- Le silicium "Si" constitue l'élément de base de tous les matériaux microélectroniques (semi-conducteurs, circuits intégrés).
- Il est utilisé aussi dans les biomatériaux et dans l'aérospatiale son usage est multiple ; le sable par exemple est utilisé comme matière première dans la fabrication du verre sous toutes ses formes.
- Il est utilisé comme matière de base dans les matériaux de construction. Les produits céramiques sont obtenus à partir de l'argile et du kaolin.
- Parmi les composés de la silice, les silicates sont utilisés aussi pour la fabrication des lessives et des nettoyants pour le ménage et pour l'industrie.
- Il sert aussi d'adhésif pour la fermeture des caisses en carton, pour le traitement des eaux industrielles.

Dans l'industrie sidérurgique, l'estimation de la qualité d'un minerai de fer est caractérisée par sa teneur en fer et par l'indice de basicité, déterminé par :

$$I = \frac{CaO}{SiO_2} \dots \dots \dots \quad (I. 1)$$

I : indice de basicité ;

CaO : chaux ;

SiO₂ : Silice.

Cet indice permet de distinguer la siliceux, calcaires. L'intérieur de la tour du haut fourneau est revêtu de briques réfractaires, ces dernières sont à base de silice [9].

II.3.1.4. Effet du silicium sur les aciers

La présence de silicium dans l'acier permet de retarder de manière considérable la perte de la dureté se produisant au cours du revenu, pour une gamme de température comprise entre 200°C et 350°C.

Son effet sur la précipitation se traduit par la stabilisation des carbures métastables Fe₅C₂ jusqu'à des températures de revenu de 400°C. La cémentite précipite alors pour des températures de revenu plus élevées qu'en absence de silicium [5].

Parmi tous les éléments d'alliage aux aciers, le silicium est le seul qui permet de conserver une dureté élevée pour les faibles températures de revenu [5].

II.3.1.5. Rôle bénéfique du silicium

Au cours de cette étude, l'influence du silicium comme élément d'alliage dans les aciers, a été fortement mise en évidence. Il est apparu deux effets majeurs du silicium en tant qu'élément d'addition :

- Il provoque le retard de l'adoucissement de la martensite au cours du revenu ;
- Il retarde la transformation des carbures en cémentite via la stabilisation des premiers carbures métastables ;

Ainsi, la présence d'un tel élément est bénéfique dans nos aciers, puisqu'il permet d'en améliorer la résistance au revenu.

Néanmoins, du point de vue technologique, la présence de silicium dans l'acier étudié s'est montrée être un paramètre bloquant pour son utilisation. En effet, au cours du processus de mise en forme de l'acier, un état d'oxydation dû à la transformation à chaud est observé en surface en présence de silicium. Ces oxydes sont extrêmement nocifs pour le procédé de mise en forme utilisé. La suite de notre étude sera alors consacrée à la recherche d'une nouvelle composition d'acier, qui pourrait garder les principaux avantages de la nuance industrielle, sans la présence gênante du silicium dans sa composition [5].

II.3.2. Manganèse

II.3.2.1. Historique

Le manganèse est le quatrième métal le plus utilisé dans le monde, il est essentiellement utilisé dans la fabrication de l'acier au carbone qu'il solidifie et désoxyde après la

transformation en alliage de manganèse. Il a été isolé pour la première fois par BERGMAN [9].

II.3.2.2. Propriétés physiques et chimiques

Les propriétés physico-chimique du Mn sont regroupées dans le tableau suivant:

Tableau I.2 : Propriétés physico-chimiques du manganèse [12].

Manganèse	Propriétés
Masse volumique	7,43 g/cm ³
Masse atomique	54,938 g/mol
Température de fusion	1247°C
Température d'ébullition	1962°C
Symbole chimique	Mn
Numéro atomique	30

Le manganèse dans sa structure électronique :

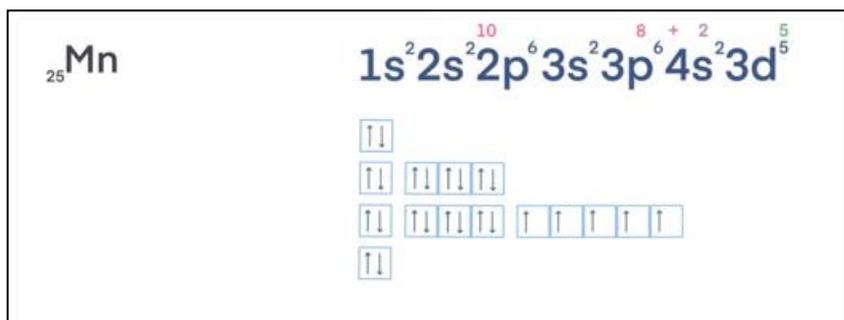


Figure I.20 : Configuration électronique du manganèse.

Composés du manganèse : Il existe un grand nombre d'oxydes. Monoxyde ou oxyde manganeux MnO est un solide vert peu fusible, à propriétés basiques auxquelles correspondent les sels manganeux (où le manganèse est bivalent) comme le chlorure MnCl₂ ou le sulfate MnSO₄ [9].

II.3.2.3. Effet du manganèse sur les aciers

Le manganèse est un élément d'ajout classique dans les aciers. Il est couramment employé pour son influence sur le comportement mécanique mais également pour ses capacités à piéger le soufre sous forme de sulfure de manganèse MnS. Le soufre est nocif puisqu'il fragilise les aciers par un mécanisme de ségrégation inter granulaire. Dans de rares

cas, nous avons observé des sulfures MnS dans la nuance industrielle, la taille des particules variant de 300 à 700 nm environ expose les résultats d'analyse chimique d'une de ces inclusions [5].

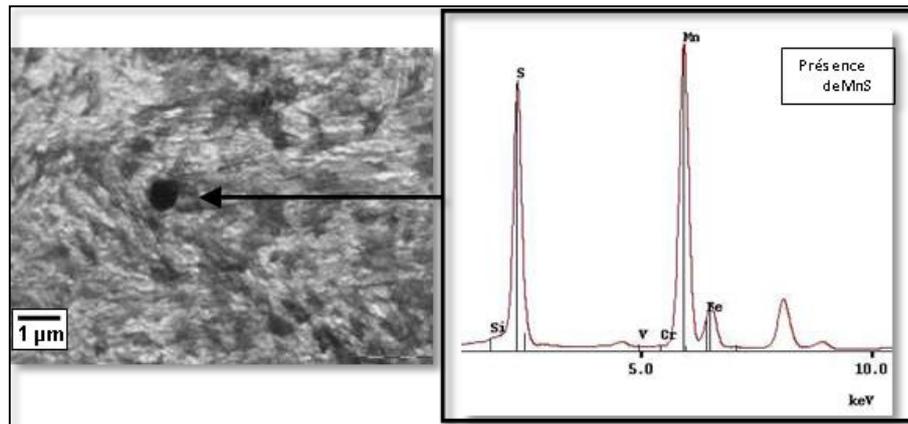


Figure I.21 : Résultats de microanalyse chimique MET-EDX mettant en évidence la présence de sulfures MnS dans l'alliage industriel.

Le manganèse est le seul élément gammagène de l'acier étudié. Ce rôle stabilisateur de la phase austénitique a été mis en évidence par l'abaissement de la température de transformation A_{r1} des nuances contenant du manganèse. Nous avons constaté que dans les conditions de revenu étudiées, Mn diffuse dans la cémentite si la température de revenu est supérieure à 400°C. Par ailleurs, nous avons pu établir que le procédé de sphéroïdisation de la cémentite est freiné en présence de Mn. En effet, la cémentite précipitant entre les lattes de martensite garde une forme allongée pour des températures de revenu aussi élevées que 600°C [5].

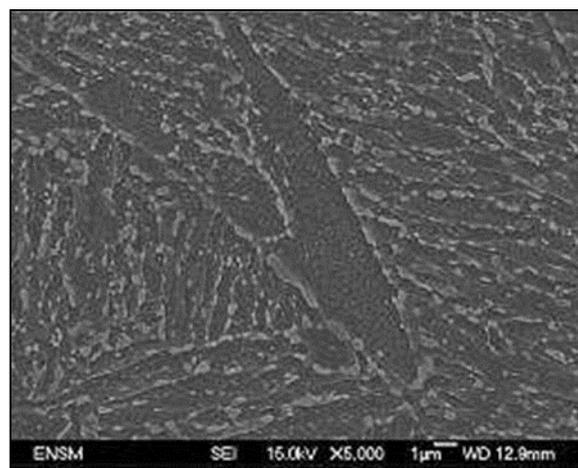


Figure I.22 : Observation MEB-FEG de la microstructure de l'alliage FeCMn revenu une heure à 600°C.

Chapitre II

Partie expérimentale

I. Introduction

Actuellement, on utilise très largement dans les usines et les instituts de recherche scientifique les méthodes d'analyse physico-chimiques ; elles permettent de déterminer les teneurs des composants généraux et celles des différentes impuretés. Ces méthodes sont souvent utilisées aussi dans le contrôle automatique industriel.

Dans ce chapitre, nous exposerons les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail ; Nous aborderons le principe de fonctionnement et le mode opératoire d'analyse spectrométrique à émission optique ainsi que les deux autres méthodes gravimétrique et volumétrique.

Afin de réaliser ce travail nous avons utilisé deux échantillons, ST37 et 42L4 se sont des produits semi fini :

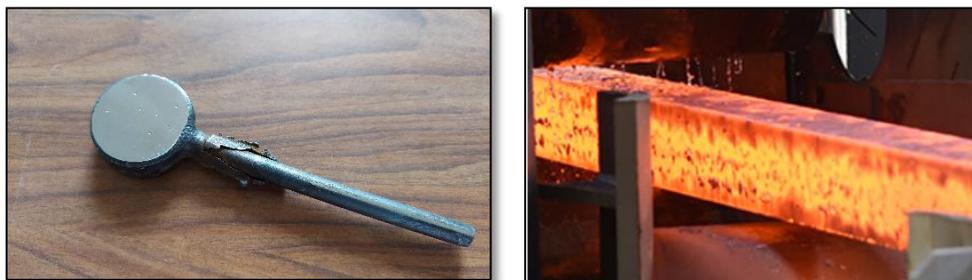


Figure II.1 : Échantillon 1 Billette (nuance ST37).

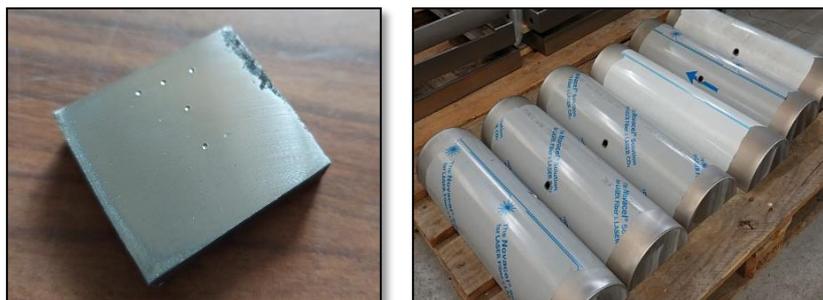


Figure II.2 : Échantillon 2 Lingot (nuance 42L4).

II. Analyse de l'acier par spectrométrie à émission optique

II.1. Principe

Sous l'action d'un apport d'énergie extérieur l'une des électrons situe sur la couche périphérique de l'atome peut être transporté sur une orbite extérieur a son orbite normale ;

l'atome se trouve alors d'un état excité ou il possède une énergie plus grande que celle qu'il avait dans son orbite normale. Mais cet effet d'état est instable et très rapidement l'électron perturbé revient sur son orbite normale ; soit directement soit en passant par un certain nombre d'orbite intermédiaire. Intermédiaire.

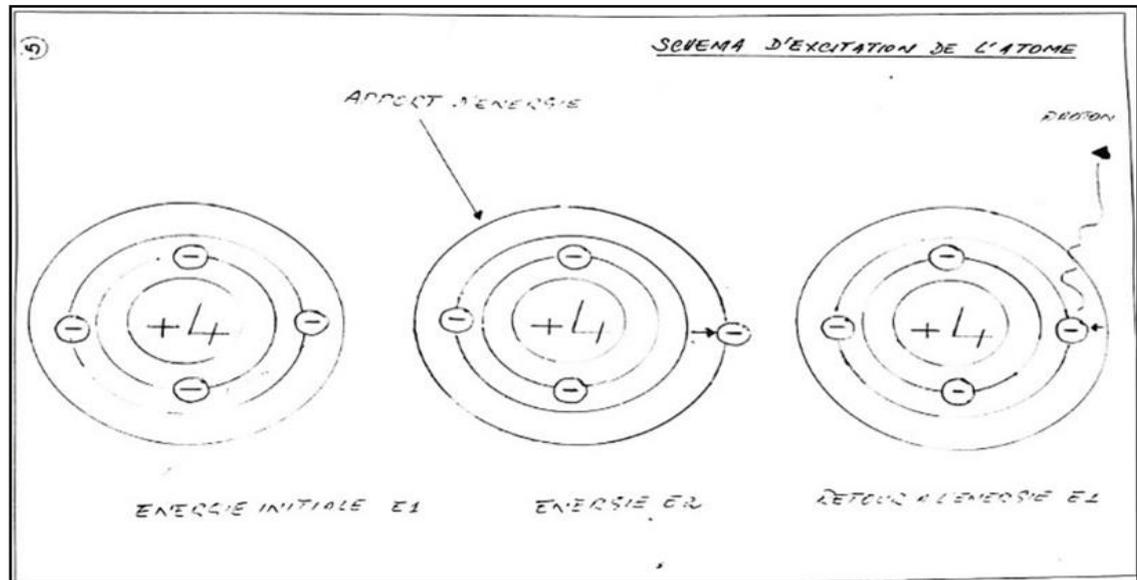


Figure II.3 : Excitation de l'atome.

Ce retour de l'électron vers une orbite plus proche du noyau s'accompagne de l'émission par l'atome de tout ou une partie de son énergie d'excitation sous forme de rayonnement. Cette énergie est dispersée soit par un prisme soit par un réseau de diffraction.

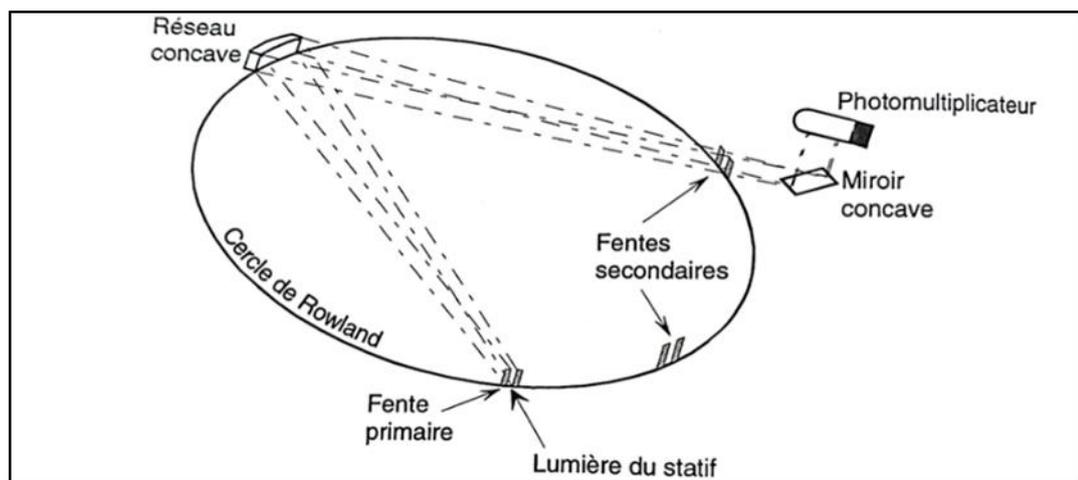


Figure II.4 : Réseau de diffraction.

Elle se transforme en un spectre lumineux de modèle déterminé par la structure des atomes excités. Les atomes possèdent une configuration électronique différente ; chaque

élément a donc un spectre distinct et caractéristique avec des lignes spectrales à différentes longueurs d'ondes. Chaque élément peut être identifié par ces lignes caractéristiques.

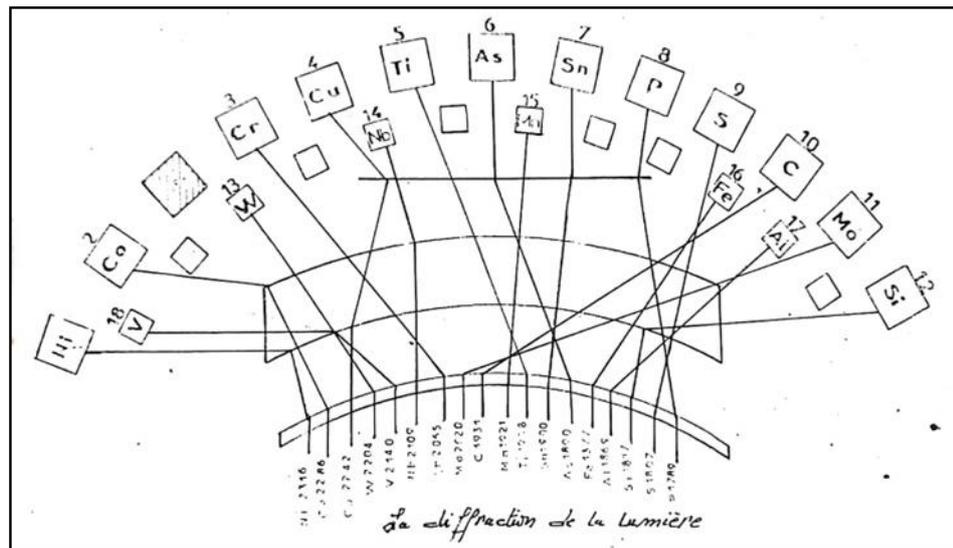


Figure II.5 : Diffraction de la lumière.

En analyse quantitative, l'intensité de la ligne est proportionnelle à la concentration de l'élément dans l'échantillon - l'intensité de rayonnement de la ligne est convertie en un courant électrique par des photos détecteurs appropriés. Le signal électrique de la sortie du détecteur est traité soit il apparaît sur un lecteur numérique soit il est converti en concentration par un ordinateur.

II.2. Matériels nécessaires

- Spectromètre à émission optique ;



Figure II.6 : Spectrométrie à émission optique type ARL3460.

- Enregistrement du programme : L'électrode est placée dans le statif d'excitation ;

- Mettre à la place de l'électrode dans le statif d'excitation un échantillon d'acier

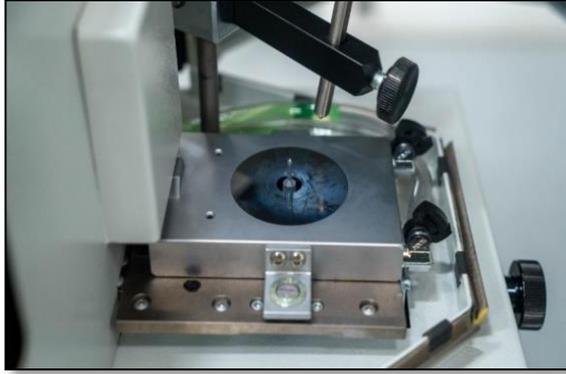


Figure II.7 : Statif d'excitation.

II.3 Mode opératoire

- La préparation de la surface des échantillons (analyser et standards) se font le plus souvent à l'aide de disque abrasifs ;
- L'échantillon est placé sur la surfaceuse à l'aide d'un aimant (porte échantillon) pour le polissage de la surface qui ne pas être touché avec les doigts après polissage à cause de la matière grasse qui se trouve dans la main ;



Figure II.8 : Polissage de la surface d'échantillon.

- La surface obtenue doit être parfaitement plane et dépourvue de défauts tels que soufflures, effervescents, fissures....) Car ces défauts sont des facteurs susceptibles de donner naissance à des défauts d'analyses ;
- La procédure d'analyse est simple, poser l'échantillon à analyser sur le dispositif à étincelle du spectromètre, et appuyer sur le bouton poussoir de marche. Alors, les valeurs trouvées pour l'échantillon sont automatiquement transmises à l'ordinateur.

Ce dernier, affiche, tous les éléments avec leurs teneurs sur écran puis sur imprimante ;



Figure II.9 : Échantillon à analyser sur le dispositif à étincelle du spectromètre.

III. Dosage gravimétrique du silicium dans les aciers

III.1. La gravimétrie

Les méthodes gravimétriques sont des méthodes quantitatives qui sont basées sur la détermination de la masse d'un composé pur auquel l'analyse est apparentée chimiquement. Deux méthodes sont utilisées : les méthodes par volatilisation ou les méthodes par précipitation [10].

La gravimétrie est l'illustration par excellence du Principe de Le Chatelier. Soit par volatilisation, soit par précipitation, on déplace l'équilibre vers les produits favorisant ainsi une réaction quantitative [10].

1 - Méthodes par volatilisation

Dans les méthodes par volatilisation, l'analyse ou ses produits de décomposition sont volatilisés à une température appropriée. Soit le produit volatil est recueilli et analysé, soit la perte de masse de l'échantillon est déterminée [10].

2 - Méthodes par précipitation

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

- Le réactif précipitant doit réagir idéalement de manière spécifique ou de manière sélective.
- Le précipité devrait être un produit :

3. Acide fluorhydrique (HF) ($\rho = 1.14 \text{ g / mL}$) ;

III.4. Matériels

Matériels du laboratoire résistant à l'action de l'acide fluorhydrique.

- Balance électrique ;
- Bécher en pyrex ;
- Verre de montre ;
- Plaque chauffante ;
- Pissette d'eau ;
- Entonnoir ;
- Fiole jaugée ;
- Creuset en platine ;

III.5. Mode opératoire

Préparation de la prise d'essai 1 g

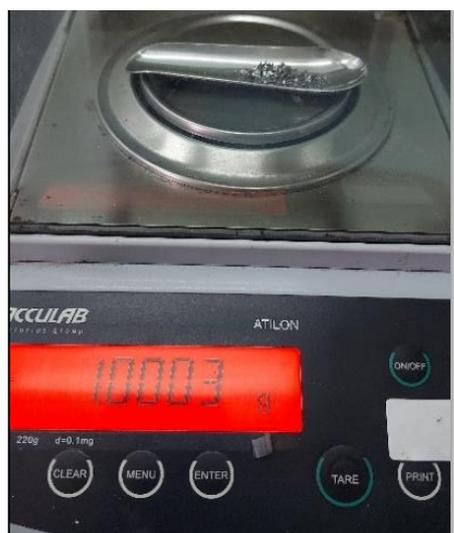


Figure II.10 : Prise d'essai de l'échantillon (Acier).

Attaque

- Introduire la prise d'essai dans un bécher en Pyrex, ajouter 20 mL d'acide chlorhydrique (HCl);

- Ajouter 20 mL d'acide perchlorique (HClO_4) et couvrir le bécher avec le verre de montre et chauffer doucement jusqu'à la fin de l'effervescence, il faut se décoller à la partie supérieure du bécher ;
- Chauffer fortement jusqu'à apparition des fumées perchlorique ;
- Maintenir 5 à 10 min ces fumées jusqu'à ce la goutte de condensation qui est au milieu du verre de montre soit incolore ;
- Retirer du chauffage et laisser refroidir. Rincer le verre de montre avec un jet de pissette ;
- Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (HCl) et 100 ml d'eau (H_2O), et chauffer à 70, 80 °C ;



Figure II.11 : Formation de la silice (SiO_2).

Filtration

- Filtrer sur filtre rapide sans cendre (filtre rouge), en rinçant le bécher avec l'acide chlorhydrique (HCl) dilué chaud ;
- En rassemblant la silice (SiO_2) à l'aide d'un agitateur muni d'un embout de caoutchouc, et laver le filtrat avec (HCl) dilué chaud jusqu'à élimination de toutes traces de fer (Fe) ;
- Terminer le lavage du bécher et du filtre avec l'eau chaude jusqu'à élimination de toutes traces d'acide ;



Figure II.12 : Filtration.

Calcination

- Introduire le filtre et son contenu dans un creuset en platine préalablement calciné et peser (P1).
- Sécher, incinérer puis calciner à 1000°C pendant 20min, laissé refroidir le creuset dans un dessiccateur puis le peser soit (P2).



Figure II.13 : Calcination.

Calcul

$$\% Si = \frac{(P2-P1)}{P.E} \times 100 \times 0,4673 \dots \dots \dots (II.2)$$

P2 : Poids creuset + précipité calcination (g) ;

P1 : Poids creuset vide (g) ;

P.E : Prise d'essai ;

F (Si/SiO₂) = 0,4673 Facteur de passage

III.4. Dosage volumétrique du manganèse dans les aciers

L'analyse volumétrique ou la titrimétrie est une méthode quantitative d'analyse qui est basée sur la mesure du volume. Elle est utilisée en chimie analytique afin de déterminer la concentration ou l'activité d'une espèce chimique en solution. Elle consiste à ajouter graduellement une solution de réactif titrant (avec une concentration volumique connue) afin de neutraliser l'espèce à déterminer (à titrer) dans la solution inconnue (appelée analyte) [11].

Pour déterminer la concentration d'analyte, on applique la loi de dilution :

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

N_1 : Normalité du réactif titrant ;

V_1 : Volume du réactif titrant ;

N_2 : Normalité d'analyte ;

V_2 : Volume d'analyte.

Principe :

Le manganèse (Mn) mis en solution est oxydé à l'état d'acide permanganique (HMnO_4) au moyen de persulfate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) en présence de nitrate d'argent (AgNO_3) comme catalyseur et d'acide phosphorique (H_3PO_4) comme stabilisateur.

Le dosage est effectué soit colorimétrie de l'ion permanganique soit par réduction de MnO_4 par une solution titrée d'arsénite de sodium (NaAsO_2).

Réactifs :

- Mélange acide ;
 1. 500 mL d'eau (H_2O) ; mL
 2. 275 mL d'acide nitrique (HNO_3) ($\rho = 1,33$) ;
 3. 125 ML d'acide sulfurique (H_2SO_4) ($\rho = 1,83$) ;
 4. 100 mL d'acide phosphorique (H_3PO_4) ($\rho = 1,70$) ;
- Solution de nitrate d'argent (AgNO_3) ;
- Persulfate d'ammonium ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) ;
- Solution titrée d'arsénite de sodium (NaAsO_2) ;

Peser 5,1 g de carbonate de sodium (Na_2CO_3), les dissoudre dans 100 mL d'eau chaude, ajouter 1,7 g d'anhydride arsénieux (As_2O_3). Faire bouillir jusqu'à dissolution, refroidir et compléter à 5 litres. Cette solution correspond à environ 0,1 mg de Mn/mL.

Mais le titre doit être établi avec une standard et vérifié une fois par semaine car la solution n'est pas très stable.

Soit T le titre en g de Mn/mL.

$$TS = \frac{Mn\% \times P.E}{V \times 100} \dots \dots \dots (II.3)$$

TS : Titre standard ;

V : Volume de la solution d'arsénite (mL) ;

P.E : Prise d'essai.

Dosage :

Prise d'essai 0,1 g pour les teneurs en Mn ($2\% < MnO < 2,58\%$) et les produits attaquables par le mélange acide.

Attaque et oxydation

Attaque directe

- Introduire la prise d'essai dans un erlenmeyer de 250 mL, ajouter 30 ml de mélange acide et chauffer jusqu'à dissolution complète. Ajouter 50 mL d'eau chaude;
- Introduire la prise d'essai dans un bicher de 250 mL, ajouter 5 mL d'acide perchlorique (HClO₄) et aller aux fumées blanches (pour chasser les chlores). Après refroidissement, reprendre par 50 mL d'eau chaude, chauffer pour faciliter la mise en solution des perchlorates. Ajouter 20 mL de mélange acide.



Figure II.14 : Phénomène d'attaque et oxydation du Mn (A) Formation des fumées
(B) Disparition des fumées.

- Ajouter 20 mL de nitrate d'argent, chauffer jusqu'à ébullition, ajouter alors environ 2 g de persulfate d'ammonium, agiter et faire bouillir une minute. Retirer de la plaque,

attendre 5 minutes puis refroidir et utiliser soit le dosage volumétrique, soit le dosage colorimétrique.



Figure II.15 : Ajout de nitrate d'argent et persulfate d'ammonium.

- Titrer la solution bien froide par la solution titrée d'arsénite de sodium jusqu'à disparition de la coloration violette et apparition d'une coloration jaune paille (dioxyde de manganèse colloïdal).



Figure II.16 : Solution titrée d'arsénite de sodium jusqu'à disparition de la coloration.

$$\% Mn = \frac{TS \times V \times 100}{P.E} \dots \dots \dots (II.4)$$

TS : titre de la solution d'arsénite ;

V : volume en ml utilisé pour le dosage (mL) ;

P.E : Prise d'essai (g) ;

% MnO = Mn x 1,29.

Chapitre III

Résultats et discussions

I. Introduction

Dans ce chapitre, nous avons présenté les résultats des expériences menées au cours de ce travail pour les trois méthodes utilisées spectrométrie à émission optique, gravimétrique et volumétrique ainsi leur interprétation.

II. Analyse spectrométrie à émission optique :

➤ **Échantillon 01** : Produit semi fini (ST37) Billette.

Tableau III.1 : Analyse spectrométrie à émission optique de Si dans l'échantillon 1.

Essais	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Moyenne X
Si (%)	0.24	0.23	0.25	0.23	0.23	0.23	0.22	0.23	0.22	0.22	0.23
Mn (%)	1.15	1.13	1.00	1.12	1.13	1.12	1.12	1.13	1.11	1.13	1.11

➤ **Échantillon 02** : Semi fini (42L4) Lingot.

Tableau III.2:Analyse spectrométrie à émission optique de Si dans l'échantillon 2.

Essais	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Moyenne X
Si (%)	0.28	0.26	0.28	0.27	0.28	0.27	0.27	0.27	0.26	0.26	0.27
Mn (%)	1.27	1.30	1.27	1.26	1.28	1.26	1.27	1.27	1.26	1.25	1.27

Vu que les résultats obtenus enregistrés dans les tableaux (IV.1 et IV.2), qui donnent les teneurs en Mn et Si dans les deux échantillons.

- ✓ **Pour l'échantillon ST37**, nous avons constaté que la teneur en Si (0, 23%) est dans les normes qui doivent respecter (0.1 ~ 0.40 %), par contre la teneur en Mn (1.11%) dépasse les valeurs fixées comme une norme (0.50~ 0.80 %) dans les fourchettes d'analyse.

- ✓ Dans l'échantillon 42L4, la teneur en Si (0.27%) est très proches de la norme (0.15~0.25 %), mais elle dépasse un peu la norme (0.90 ~1.1%) pour la teneur en Mn (1.27%).

III. Résultats expérimentaux de l'analyse gravimétrique du Si

III.1. Dosage gravimétrique du Si

Dans le dosage gravimétrique du silicium, on utilise la différence du poids de creuset plein et le creuset vide.

Le dosage du silicium dans les deux échantillons a conduit aux résultats expérimentaux qui sont présentés dans les tableaux (IV.3, IV.4)

➤ **Echantillon 01:**

Tableau III.3 : Analyse gravimétrique de Si dans l'échantillon 1.

Essais	Poids 1(g)	Poids 2 (g)	Si (%)
1	30.8066	30.8012	0.25
2	30.8069	30.8019	0.23
3	15.3360	15.3311	0.23
4	78.5010	78.4956	0.25
5	69.8410	69.8358	0.25
6	69.8460	69.8406	0.25
7	15.5898	15.5844	0.25
8	78.5011	78.4957	0.25
9	78.5060	78.5006	0.25
10	30.8070	30.8022	0.22
Moyenne X			0.24

➤ **Echantillon 02:****Tableau III.4 :** Analyse gravimétrique de Si dans l'échantillon 2.

Essais	Poids 1 (g)	Poids 2 (g)	Si (%)
1	69.8374	69.8314	0.28
2	69.8346	69.8286	0.28
3	78.4989	78.4930	0.27
4	78.5023	78.4960	0.29
5	78.4889	78.4829	0.28
6	69.8400	69.8339	0.28
7	15.8098	15.8038	0.28
8	15.4084	15.4024	0.28
9	30.1112	30.1052	0.28
10	30.1123	30.1062	0.28
Moyenne X			0.28

Ces résultats d'analyse gravimétrique montrent que, la teneur en Si (0.24%) dans le premier échantillon est dans les normes (0.1 ~0.40 %), par contre elle dépasse un peu les normes dans le deuxième.

IV. Résultats expérimentaux d'analyse volumétrique

IV.1. Dosage volumétrique du Mn

Dans toutes les mesures volumétriques qu'on a effectuées, on a utilisé une solution dont le titre (0,000128) cité pour les deux échantillons. Ils sont utilisés pour les calculs des résultats d'analyse de Mn.

Les résultats de Mn dans les deux échantillons trouvés par cette méthode sont regroupés dans les tableaux (IV.5et IV.6).

➤ **Echantillon 01 :****Tableau III.5 :** Analyse volumétrique de Mn dans l'échantillon 1.

Essais	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Moyenne X
V de la solution titrée (mL)	17.4	17.6	17.4	17.8	17.8	17.6	17.8	17.6	17.4	17.8	
Mn (%)	1.11	1.12	1.11	1.13	1.13	1.11	1.13	1.12	1.11	1.13	1.12

➤ **Echantillon 02 :****Tableau III.6 :** Analyse volumétrique de Mn dans l'échantillon 2.

Essais	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Moyenne X
Volume de la solution titrée (mL)	19.60	19.60	19.85	19.80	19.75	19.75	19.80	19.65	19.75	19.80	
Mn (%)	1.25	1.25	1.27	1.26	1.26	1.26	1.26	1.25	1.26	1.26	1.26

Les résultats obtenus par dosage volumétrique du Mn dans les deux échantillons sont 1.12% et 1.26%, ces deux teneurs sont inférieures à 2 [11], ces résultats montrent que notre échantillon c'est un acier de type non allié de qualité, qui permet d'améliorer la résistance en augmentant la pénétration de trempe et de réduire légèrement la plasticité de ce dernier.

V. Traitement statistique des résultats obtenus

V.1. Introduction

Les résultats expérimentaux sont affectés par des erreurs qu'il importe de déceler afin de les supprimer ou les réduire.

Pour diminuer l'influence des erreurs dues au hasard sur le résultat de l'analyse, on fait en général non pas un essai mais deux ou plusieurs dosages de l'élément recherché dans la substance considérée.

Ainsi le but de l'analyse est de trouver la valeur la plus probable de la quantité à déterminer et d'apprécier le degré de précision du résultat obtenu.

Les résultats sont répartis suivant une loi de probabilité définie par deux paramètres : la moyenne \bar{X} et l'écart type σ .

La moyenne arithmétique :

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n xi}{n} = \frac{x1+x2+x3+\dots+xi}{n} \dots \dots \dots \text{(III.1)}$$

L'écart type :

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X-xi)^2}{n}} \dots \dots \dots \text{(III.2)}$$

Le calcul des valeurs \bar{X} et σ permet de définir un intervalle de confiance dont les limites sont :

$$\bar{X} \pm t\alpha \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \dots \dots \dots \text{(III.3)}$$

Où :

$t\alpha$: est un coefficient donné par « la table de Student » pour le nombre de degré de liberté $\nu = n - 1$ avec n le nombre des essais effectués.

Pour une probabilité α que l'on choisit elle est généralement égale à 0.05, avec $t\alpha = 2.26$ pour dix (10) essais.

L'erreur pour cent est donnée par la formule :

$$S\% = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \dots \dots \dots \text{(III.4)}$$

Où $S = \pm t\alpha \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \dots \dots \dots \text{(III.5)}$

Cette expression qui caractérise par l'incertitude avec laquelle la moyenne expérimentale de \bar{X} permet de connaître la vraie moyenne X .

Cette incertitude, proportionnelle à σ , est donc d'autant plus grande que la dispersion des résultats analytique est plus élevée. Elle diminue lorsque le nombre n des résultats augmente.

V.2. Résultats du traitement statistique

V.2.1. Traitement statistique des résultats du Mn dans les deux échantillons

➤ Echantillon 01

Tableau III.7 : Traitement statistique des résultats du Mn dans l'échantillon 01.

Méthode utilisée	X	σ	S	M (\bar{X} -S)	S%
Spectrométrie à émission optique	0.230000	0.039496	0.028226	0.230000±0.039496	12.272173
Volumétrie	1.120000	0.008944	0.006392	1.120000±0.008944	0.570714

➤ Echantillon 02

Tableau III.8 : Traitement statistique des résultats du Mn dans l'échantillon 02.

Méthode utilisée	X	σ	S	M(\bar{X} S)	S%
Spectrométrie à émission optique	0.270000	0.013038	0.009317	0.270000±0.013038	3.450740
Volumétrie	1.260000	0.006324	0.004519	1.260000±0.006324	0.389568

V.2.2. Traitement statistique des résultats du Si dans les deux échantillons

➤ Echantillon 01

Tableau III.9 : Traitement statistique des résultats du Si dans l'échantillon 01.

Méthode utilisée	X	σ	S	M (\bar{X} S)	S%
Spectrométrie à émission optique	1.110000	0.008944	0.006392	1.110000±0.008944	0.575855
Gravimétrie	0.240000	0.011401	0.008148	0.240000±0.011401	3.395000

➤ Echantillon 02

Tableau III.10 : Traitement statistique des résultats du Si dans l'échantillon 02.

Méthode utilisée	\bar{X}	σ	S	$M(\bar{X} \pm S)$	S%
Spectrométrie à émission optique	1.270000	0.007745	0.005535	1.270000 \pm 0.007745	0.435826
Gravimétrie	0.280000	0.004472	0.003119	0.280000 \pm 0.004472	1.113928

Les tableaux : V.1 ,V.2 ,V.3 ,V.4 ,présentent les résultats de calcul d'erreur S % pour les trois méthodes d'analyse qu'on a utilisé pour la détermination des teneurs du Mn et Si.

Dans tous les tableaux, il suffit de comparer l'erreur « S » pour chaque méthode. Pour le dosage volumétrique du Mn, les résultats de « S » sont 0.57% et 12 % pour la Spectrométrie à émission optique, ce que montrent que la méthode volumétrique théoriquement est plus fiable que la méthode spectrométrique pour le dosage de Mn.

Par contre en pratique la méthode spectrométrique est plus rapide et moins coûteuse pour doser un élément chimique.

Pour le dosage du silicium, il convient de choisir les méthodes de spectrométrie à émission optique qui donne une valeur de « S » la plus faible (0.43%).

Conclusion

Conclusion

Pour connaître les teneurs des éléments (Mn, Si) avec précision on fait recours à des méthodes d'analyse chimiques. Le but de l'utilisation de plusieurs méthodes, permet de confirmer le même résultat et le rendre plus crédible et plus fiable.

La connaissance des teneurs du Mn et du Si avec une bonne précision est très importante surtout concernant l'influence de ces éléments sur certaines propriétés des aciers et des fontes.

- ❖ Les résultats d'analyse spectrométrique montrent que :
 - Pour l'échantillon ST37, nous avons constaté que la teneur en Si (0,23%) est dans les normes qui est de à (0.1 ~ 0.40 %), par contre la teneur en Mn (1.11%) dépasse les valeurs fixées comme une norme (0.50 ~ 0.80 %) dans les fourchettes d'analyse.
 - Dans l'échantillon 42L4, la teneur en Si (0.27%) est très proche de la norme (0.15~ 0.25 %), et elle dépasse un peu la norme (0.90 ~1.1%) pour la teneur en Mn (1.27%).
- ❖ Les résultats d'analyse gravimétrique montrent que, la teneur en Si (0.24%) dans le premier échantillon est dans les normes (0.1 ~ 0.40 %), par contre elle dépasse un peu les normes dans le deuxième.
- ❖ Les résultats obtenus par dosage volumétrique du Mn dans les deux échantillons sont 1.12% et 1.26 %, ces deux teneurs sont inférieures à 2 [11], ces résultats montrent que notre échantillon c'est un acier de type non allié de qualité, qui permet d'améliorer la résistance en augmentant la pénétration de trempe et de réduire légèrement la plasticité de ce dernier.

Les calculs de traitement statistique d'erreur S % pour les trois méthodes d'analyse qu'on a utilisé pour la détermination des teneurs du Mn et Si montrent que :

- Pour le dosage volumétrique du Mn, les résultats de « S » sont de 0.57% et de 12 % par Spectrométrie à émission optique, ce que montrent que la méthode volumétrique théoriquement est plus fiable que la méthode spectrométrique pour le dosage de Mn.
- Pour le dosage du silicium, il convient de choisir les méthodes de spectrométrie à émission optique qui donne une valeur de « S » la plus faible (0.43%).

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] : CHETKH WALID. « L'amélioration de production d'argon au niveau de l'unité de centrale à oxygène », mémoire de fin d'étude, Génie d'environnement .Université Badji Mokhtar Annaba,2008.
- [2] :Sider el hadjar, présentation Sider el hadjar, Annaba, 2018.
- [3] : BENGACEMI Ilyes El houari. «Laminage à chaud », Génie mécanique. Mémoire de fin d'étude. Université Badji Mokhtar Annaba, 2018.
- [4] : www.FUTURA.Science.com
- [5] : Muriel Hantcherli. « Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés. ». Thèse de Doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2010. Français.
- [6] : Bureau international du Travail (BIT), « Évolution récente dans l'industrie du fer et de l'acier », Rapport I (Genève). 1992.
- [7] : www.Dictionnaire.sensagent.leParisien.Fr
- [8]: BEAULIEU, PICARD, TREMBLAY, MASSICOTTE, GRONDIN, « Calcul des charpentes d'acier tome I, cisc-icca Institut canadien de la construction en acier », 794-796, 2003.
- [9] : CHEROUALI HAYET. «Étude comparative des différentes méthodes d'analyse du manganèse et silicium dans les aciers et les fontes», Génie chimique, mémoire de fin d'étude. Université Badji Mokhtar Annaba, 1993.
- [10] :D. A.Skoog, F.J.Holler, Chimie analytique, Bruxelles : De Boeck Université, 1997.
- [11] : N. Sedira « Étude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes », Mémoire de Magister, Université de Souk-Ahras (2013).
- [12] : Miquel G. « les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé » Rapport office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques. Rapport Sénat n ° 261 : 360 ; 2001.

