

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 05.08.93.

30 Priorité : 05.08.92 US 924957.

43 Date de la mise à disposition du public de la demande : 11.02.94 Bulletin 94/06.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Ce dernier n'a pas été établi à la date de publication de la demande.

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71 Demandeur(s) : INTEVEP (S.A.) — VE.

72 Inventeur(s) : Ramirez de Agudelo Maria Magdalena, Seaton Carlos et Specht Maria Isabel.

73 Titulaire(s) :

74 Mandataire : Cabinet Claude Rodhain.

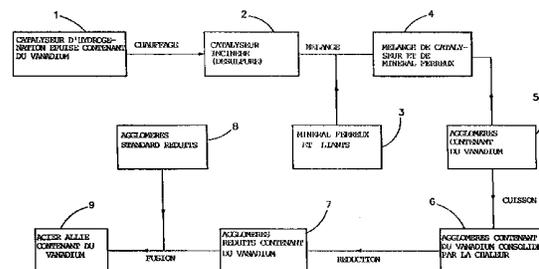
54 Procédé pour la production d'un aggloméré contenant du vanadium, aggloméré conforme à celui obtenu et procédé d'utilisation de cet aggloméré pour la fabrication d'aciers alliés.

57 L'invention concerne un procédé pour la production d'un aggloméré contenant du vanadium, l'aggloméré ainsi obtenu et l'utilisation de cet aggloméré pour la fabrication d'aciers alliés.

Le problème à résoudre consiste à créer un procédé économique et favorable à l'environnement.

Le procédé est caractérisé en ce qu'on incinère (2) en présence d'un oxydant un catalyseur d'hydrogénation épuisé à base de fer contenant du vanadium pour réduire sa teneur en soufre à 2% ou moins, on broie le produit, on le mélange (3 à 5) avec un minéral ferreux et un liant puis on le consolide par la chaleur (6).

L'invention est applicable à la fabrication des aciers alliés contenant du vanadium.



FR 2 694 573 - A1



Procédé pour la production d'un aggloméré contenant du vanadium, aggloméré conforme à celui obtenu et procédé d'utilisation de cet aggloméré pour la fabrication d'aciers alliés

5

La présente invention a pour objet un procédé pour la production d'un aggloméré contenant du vanadium destiné, notamment, à la production d'aciers alliés contenant du vanadium, par exemple pour les opérations de fabrication d'aciers.

10

De façon plus précise, l'acier allié contenant du vanadium est obtenu en utilisant un catalyseur d'hydrogénation épuisé à base de fer en tant que source de vanadium pour cet acier allié contenant du vanadium.

15

Une opération importante de l'industrie de fabrication de l'acier consiste dans l'addition de divers éléments chimiques au bain de métal en fusion pour obtenir des propriétés mécaniques améliorées, la résistance à la corrosion et la réactivité ainsi que diverses autres propriétés souhaitées de l'acier allié résultant.

20

Ces divers éléments chimiques sont normalement ajoutés à l'acier en fusion sous forme d'un alliage de fer parce que le point de fusion de l'alliage de fer est inférieur au point de fusion du métal pur.

25

L'un des éléments fréquemment utilisés dans la fabrication de l'acier est le vanadium. Le vanadium est normalement incorporé dans l'acier en tant qu'agent de résistance. On ajoute alors le vanadium au bain d'acier en fusion sous forme de ferrovanadium.

30

Un procédé courant pour obtenir du ferrovanadium comporte les étapes de réduction d'oxyde de vanadium par de l'aluminium ou du silicium en présence de fer dans un four électrique. De façon plus

35

précise, un tel procédé peut comprendre la réduction de fines de pentoxyde de vanadium par des ferrailles ou des oxydes de fer et de la poudre d'aluminium, ces produits étant mélangés avec un oxyde basique tel que
5 l'oxyde de calcium et chauffés jusqu'à la calcination.

Le brevet U.S. n° 4 165 234 de Kostyanoi et associés divulgue un procédé pour produire des alliages de ferrovanadium. Kostyanoi enseigne un procédé dans lequel on part de scories de ferrovanadium, on fait
10 fondre ces scories, on les réduit avec un produit composé de ferrosilicium et d'aluminium, on élimine les scories du mélange réduit, on purge le bain en fusion restant avec de l'oxygène pour obtenir dans le bain, en tant que scories, un produit composé de 35% de
15 pentoxyde de vanadium. On réduit ensuite le pentoxyde de vanadium à 35% pour obtenir du ferrovanadium.

Le document DD-256685-A divulgue un procédé d'extraction dans lequel une solution d'un sel de vanadium contenant du fer est traitée en lessivant un
20 catalyseur épuisé pour fournir un matériau initial (vanadium pur) pour la production de ferrovanadium.

On a divulgué divers autres procédés pour obtenir de l'acier contenant du vanadium, ces procédés présentant des avantages tels qu'un degré accru
25 d'assimilation du vanadium, une qualité plus élevée du métal, une réduction du temps nécessaire pour effectuer les opérations, des matériaux de départ économiques, une productivité accrue du four à sole et des matériaux de départ de pureté élevée avec de faibles teneurs en
30 éléments résiduels.

Par exemple, le brevet US n° 4 526 613 divulgue un procédé pour produire des alliages contenant du vanadium, dans lequel le matériau de
départ est du trioxyde de vanadium pur, ce qui fait
35 qu'on a moins d'impuretés dans le produit final. D'autres procédés semblables à ceux qui ont été

indiqués plus haut sont divulgués dans les brevets suivants: SU 1194905-A, SU 1235968-A, SU 1407961 et SU 1097682.

5 Ce qui précède montre qu'on peut obtenir des avantages importants en se procurant des matériaux de départ obtenus de façon économique. En conséquence, le procédé suivant la présente invention divulgue l'utilisation, en tant que matériau de départ, d'un catalyseur épuisé à base de fer, ce catalyseur ayant
10 été utilisé, par exemple, dans un processus d'hydrogénation pour des charges élevées en hydrocarbures. Ces catalyseurs épuisés ont normalement, par suite de l'hydrogénation, des teneurs élevées en vanadium ainsi que, ce qui est moins souhaitable, des
15 teneurs notables en soufre et en coke.

En conséquence, le but principal de la présente invention est de fournir un aggloméré contenant du vanadium et pouvant être utilisé dans la fabrication d'aciers alliés.

20 Un autre but de la présente invention est de créer un procédé de fabrication d'un tel aggloméré à partir d'un catalyseur d'hydrogénation épuisé.

Un autre but de la présente invention est de créer un procédé permettant de traiter l'aggloméré ainsi obtenu pour obtenir un acier allié contenant du
25 vanadium.

Un autre but de la présente invention consiste à créer une application utile du catalyseur épuisé mentionné précédemment en évitant les solutions
30 d'élimination des déchets onéreuses au point de vue économique et défavorables à l'environnement.

A cet effet, l'invention concerne un procédé pour la production d'un aggloméré contenant du vanadium, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes
35 dans lesquelles: on approvisionne un catalyseur d'hydrogénation épuisé à base de fer contenant du

vanadium, on incinère ce catalyseur épuisé en présence d'un oxydant jusqu'à ce que la teneur en soufre du catalyseur soit réduite à 2% ou moins en poids environ, on broie le catalyseur épuisé suivant un calibre des particules convenant pour l'utilisation désirée, on mélange le catalyseur épuisé avec un minéral ferreux et un liant pour former un aggloméré contenant du vanadium, et on consolide par la chaleur l'aggloméré contenant du vanadium.

Quand on les analyse par microscopie électronique analytique (MEA), les composés de vanadium contenus dans un tel aggloméré contenant du vanadium présentent une structure correspondant à une solution solide d'oxyde ferrique et de pentoxyde de vanadium ayant une composition chimique générale représentée par $x\text{Fe}_2\text{O}_3y\text{V}_2\text{O}_5$. Cette structure est mise en évidence par micrographie des particules, par cliché de diffraction électronique et par analyse chimique, comme cela est décrit plus complètement ci-dessous.

Pendant le déroulement du procédé, le broyage du catalyseur épuisé doit être poursuivi jusqu'à ce qu'on obtienne un matériau en particules convenant pour l'utilisation finale désirée. Le matériau en particules est ensuite aggloméré avec un liant sous forme, par exemple, de boulettes, de briquettes ou de blocs agglomérés permettant de régler aisément la quantité de vanadium devant être ajoutée à l'acier final produit.

Le catalyseur épuisé type destiné au procédé proposé a, de préférence, une teneur en fer, exprimée en oxyde de fer, de 20 à 99% en poids et une teneur en vanadium, exprimée en pentoxyde de vanadium, de 0,2 à 10% en poids. Le catalyseur épuisé a le plus souvent, une teneur élevée en soufre, ce qui n'est pas très souhaitable. Pour cette raison, ce catalyseur est incinéré et oxydé pour réduire la teneur en soufre à des niveaux acceptables, à savoir 2% en poids ou moins

et, de façon préférable au maximum, à 1% en poids ou moins.

L'aggloméré contenant du vanadium peut ensuite, conformément à l'invention, être traité de façon complémentaire pour obtenir des aciers alliés contenant du vanadium, suivant un procédé comprenant les étapes de: réduction de l'aggloméré contenant du vanadium pour obtenir un aggloméré réduit contenant du vanadium, de mélange de l'aggloméré réduit contenant du vanadium avec un aggloméré de fer réduit standard pour obtenir un aggloméré réduit mélangé, et de fusion de l'aggloméré réduit mélangé dans des conditions réductrices pour obtenir un acier allié contenant du vanadium.

L'étape ci-dessus de mélange de l'aggloméré réduit contenant du vanadium avec un aggloméré de fer réduit standard peut, de préférence, être effectuée avec un rapport pondéral de l'aggloméré de vanadium à l'aggloméré de fer de 1:10 à 1:0.

Suivant un mode de réalisation, l'aggloméré comporte une solution solide d'oxyde ferrique et de pentoxyde de vanadium dont la composition chimique (pourcentages en poids) est la suivante:

	Fe	40 à 70
25	V	0,01 à 10
	Ni	0,01 à 2
	Mg	0,01 à 3
	Ca	0,01 à 5
	Si	0,01 à 5
30	Al	0,01 à 5
	S	≤ 2.

On a ainsi décrit un procédé pour produire des matériaux de départ intéressants au point de vue économique pour la production d'aciers alliés contenant du vanadium qui peuvent être ensuite utilisés avantageusement dans de nombreux procédés connus de

fabrication d'aciers. En outre, on trouve alors une utilisation pour les catalyseurs d'hydrogénation épuisés à base de fer pour lesquels il faudrait autrement effectuer une élimination en tant que déchets qui serait onéreuse et peu favorable à l'environnement.

L'invention est décrite plus en détail ci-après en se référant aux dessins annexés, dans lesquels:

- la figure 1 est un schéma fonctionnel représentant les diverses étapes du procédé suivant l'invention;

- la figure 2 est une micrographie d'une particule de catalyseur;

- la figure 3 est un graphique représentant l'analyse chimique de la particule suivant la figure 2;

- la figure 4 est un cliché de diffraction électronique de la particule suivant la figure 2, ce cliché montrant un composé de vanadium dans l'aggloméré contenant du vanadium obtenu suivant l'invention.

Conformément à la figure 1, le procédé pour la production d'aciers alliés contenant du vanadium comporte les étapes: d'approvisionnement d'un catalyseur d'hydrogénation épuisé à base de fer contenant du vanadium 1, d'incinération du catalyseur épuisé en présence d'un oxydant jusqu'à ce que la teneur en soufre soit réduite à des niveaux acceptables, de préférence 2% ou moins et mieux encore à 1% ou moins 2, de broyage du catalyseur épuisé suivant une dimension souhaitée des particules, de mélange du catalyseur épuisé avec un minéral ferreux et un liant pour former un aggloméré contenant du vanadium 3 à 5 et de consolidation par la chaleur de l'aggloméré contenant du vanadium 6.

L'aggloméré consolidé par la chaleur ainsi obtenu contient des composés de vanadium sous une forme bien décrite en tant que solution solide d'oxyde

ferrique et de pentoxyde de vanadium. Une particule d'un tel aggloméré consolidé par la chaleur est représentée sur la figure 2, cette particule ayant la composition représentée sur la figure 3. Dans cet aggloméré, le vanadium reste dans une matrice commune avec le fer. Cet aggloméré présente une composition chimique représentée d'une façon générale par $x\text{Fe}_2\text{O}_3y\text{V}_2\text{O}_5$, ce qui peut être mis en évidence par le cliché de diffraction électronique représenté sur la figure 4.

En se référant encore à la figure 1, on voit que l'aggloméré consolidé par la chaleur contenant du vanadium peut être traité ensuite, pour obtenir des aciers alliés contenant du vanadium, par un procédé comportant les étapes: de réduction de l'aggloméré contenant du vanadium 7, de mélange de l'aggloméré réduit contenant du vanadium avec un aggloméré de fer réduit standard 8 et de fusion du mélange dans des conditions réductrices pour obtenir un acier allié contenant du vanadium 9.

Comme mentionné précédemment, le catalyseur épuisé est, de préférence, un catalyseur ayant été utilisé dans un procédé d'hydrogénation pour le traitement de produits à base d'hydrocarbures lourds, ce catalyseur épuisé ayant une teneur en fer, sous forme d'oxyde ferrique, comprise dans la gamme de 20 à 99% en poids ainsi qu'une teneur en vanadium accumulé, exprimée en pentoxyde de vanadium, de 0,2 à 10% en poids. En ce qui concerne les valeurs supérieures de la gamme des teneurs en vanadium, il serait naturellement souhaitable d'avoir des valeurs plus élevées, mais il n'est pas raisonnable de s'attendre à de telles valeurs.

Suivant un mode de réalisation préférentiel de l'invention, on incinère le catalyseur épuisé à base de fer contenant du vanadium à une température de 400 à

1200°C et, de façon tout à fait préférentielle, à une température de 700 à 1000°C, en présence d'un oxydant pouvant être choisi dans un groupe constitué de l'air, de l'oxygène ou de mélanges d'air et d'oxygène, pour
5 désulfurer le catalyseur épuisé jusqu'à ce qu'on atteigne un niveau de soufre de 2% ou moins. Il est encore préférable que la désulfuration soit poursuivie jusqu'à un niveau de soufre de 1% ou moins.

On broie ensuite le catalyseur épuisé
10 incinéré jusqu'à une dimension des particules convenant pour l'agglomération. On doit alors choisir la dimension des particules en fonction de la forme préférée de l'aggloméré final. De telles formes peuvent comprendre, par exemple, des boulettes, des briquettes
15 ou des blocs agglomérés.

Suivant le mode de réalisation préférentiel, on mélange ensuite le catalyseur épuisé broyé en particules avec un minéral ferreux brut choisi pour obtenir un mélange ayant une teneur en catalyseur
20 épuisé inférieure ou égale à 75%, de préférence inférieure ou égale à 50%. On peut cependant encore traiter 100% de catalyseur épuisé sans addition de minéral ferreux brut. Le minéral ferreux mélangé au catalyseur épuisé et au liant peut être tout minéral
25 ferreux disponible pouvant normalement être utilisé dans l'industrie sidérurgique. Le liant peut être judicieusement choisi, par exemple, parmi l'hydroxyde de calcium, la bentonite et la chaux.

On agglomère ensuite le mélange suivant la
30 forme désirée et on le soumet à des techniques standard de consolidation par la chaleur. C'est en particulier à ce stade qu'on a constaté que le vanadium restait dans la matrice de fer, comme cela a été mentionné précédemment et comme représenté sur la figure 4.

35 Pour préparer un acier allié contenant du vanadium, on réduit ensuite l'aggloméré consolidé par

la chaleur pour obtenir un aggloméré réduit contenant du vanadium. On effectue, de préférence, la réduction en présence d'hydrogène et de monoxyde de carbone dans des conditions réductrices standard. On mélange ensuite

5 l'aggloméré réduit contenant du vanadium avec un aggloméré de fer réduit standard suivant un rapport de l'aggloméré de vanadium à l'aggloméré de fer de 1:10 à 1:0. Ce rapport doit être choisi en fonction de la composition désirée pour l'acier allié au vanadium

10 final. On fait ensuite fondre le mélange d'aggloméré de vanadium et d'aggloméré de fer, de préférence à une température comprise dans la gamme de 1500 à 1700°C et dans des conditions réductrices pour le bain, pour obtenir un acier allié contenant du vanadium. Il est

15 important de maintenir les conditions réductrices pendant le processus de fusion car la teneur en vanadium du produit final diminue notablement dans des conditions oxydantes. Par conséquent, on conduit la fusion en atmosphère réductrice et on maintient le bain

20 lui-même dans un environnement réducteur. Cette importance est mise en évidence dans la suite par la comparaison des résultats de l'exemple 1 et de l'exemple 2.

La mise en pratique de cette façon de

25 procéder a montré que l'on pouvait ainsi préparer des aciers alliés contenant approximativement 60% du vanadium introduit au début du processus par le catalyseur épuisé. Par conséquent, il est clair que la présente invention procure une utilisation

30 économiquement avantageuse et souhaitable pour les catalyseurs d'hydrogénation épuisés et qu'elle procure aussi une source de vanadium avantageuse au point de vue économique pour les applications dans les procédés de fabrication d'aciers.

35 Le procédé suivant l'invention est en outre illustré par les exemples ci-après.

Exemple 1:

Cet exemple montre le transfert de vanadium provenant du catalyseur épuisé mentionné précédemment à un acier allié contenant du vanadium utilisé, comme décrit précédemment, dans l'industrie sidérurgique.

Pour les besoins de cet exemple, le catalyseur d'hydrogénation épuisé est un minéral ferreux naturel ayant été utilisé en tant que catalyseur dans l'hydrogénation des huiles lourdes et ayant la composition chimique indiquée ci-dessous dans le tableau I.

TABLEAU I

Fe (% en poids)	44,5
S (% en poids)	21,3
C (% en poids)	30,6
V (ppm)	9968
Ni (ppm)	1984
Si (ppm)	4797
Al (ppm)	8142

Le minéral ferreux brut utilisé était une hématite provenant de Cerro Bolivar, Etat de Bolivar au sud du Venezuela.

Le catalyseur épuisé et le minéral ferreux ont été broyés sous forme de matériau en particules convenant pour la mise en boulettes et ont été ensuite mélangés pour obtenir un mélange à 50% de chaque composant. Ce mélange en particules a ensuite été mis en boulettes et calciné. Les boulettes consolidées par la chaleur obtenues ont ensuite été réduites par des techniques de réduction standard. Les boulettes réduites contenant du vanadium suivant une teneur en vanadium de 0,22% en poids ont été mélangées avec des boulettes standard réduites contenant du fer suivant un rapport des boulettes au vanadium aux boulettes standard de 1:5. Du carbone a été introduit en quantité suffisante pour garantir un bain en fusion réducteur.

Ce mélange a ensuite été introduit dans un four à induction de 75 kilowatts et la fusion a été effectuée à 1600°C. La composition chimique de l'alliage obtenu a été déterminée à partir d'échantillons prélevés après 0,10 et 25 minutes de traitement du bain en fusion. Ces compositions sont indiquées ci-dessous dans le tableau II (pourcentages en poids).

TABLEAU II

t (min)	0	10	25
C	3,81	4,14	4,32
S	0,026	0,025	0,023
Ni	0,094	0,093	0,093
V	0,024	0,027	0,033

Comme on peut le voir à partir du tableau II, la récupération du vanadium croît avec le temps. Les pourcentages de récupération du vanadium suivant ce procédé sont de l'ordre de 60%.

Exemple 2:

Cet exemple montre les effets défavorables résultant de l'établissement de conditions oxydantes pendant le processus de fusion finale. Comme indiqué précédemment, les conditions régnant pendant ce processus de fusion doivent être réductrices. Pour les besoins de cet exemple, on a utilisé la même façon de procéder que dans l'exemple 1, mais on a ajouté de l'oxyde de fer pour créer des conditions oxydantes. Les compositions chimiques résultantes, déterminées à 0,10 et 20 minutes, sont indiquées ci-dessous dans le tableau III (pourcentages en poids).

TABLEAU III

t (min)	0	10	25
C	1,46	0,029	0,009
S	0,025	0,024	0,024
Ni	0,096	0,10	0,091
V	0,017	0,011	0,009

Comme on peut le voir en examinant le tableau ci-dessus, des conditions oxydantes régnant pendant l'étape de fusion ont pour conséquence une récupération du vanadium qui décroît avec le temps. En outre, dans des conditions oxydantes, la récupération est réduite de 60% dans l'exemple 1 à 16% seulement. On peut donc en déduire l'importance des conditions réductrices pendant l'étape de fusion.

REVENDEICATIONS

1. Procédé pour la production d'un aggloméré contenant du vanadium, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes dans lesquelles: on approvisionne un catalyseur d'hydrogénation épuisé à base de fer contenant du vanadium (1), on incinère (2) ce catalyseur épuisé en présence d'un oxydant jusqu'à ce que la teneur en soufre du catalyseur soit réduite à 2% ou moins en poids environ, on broie le catalyseur épuisé suivant un calibre des particules convenant pour l'utilisation désirée, on mélange (3 à 5) le catalyseur épuisé avec un minéral ferreux et un liant pour former un aggloméré contenant du vanadium, et on consolide par la chaleur (6) l'aggloméré contenant du vanadium.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on approvisionne un catalyseur épuisé ayant une teneur en fer de 20 à 99% en poids environ exprimée en Fe_3O_3 .

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on approvisionne un catalyseur épuisé ayant une teneur en vanadium de 0,2 à 10% en poids environ exprimée en V_2O_5 .

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on approvisionne un catalyseur épuisé ayant une teneur en vanadium de 0,5 à 5% en poids environ exprimée en V_2O_5 .

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on mélange le catalyseur épuisé avec le minéral ferreux suivant un pourcentage en poids de catalyseur épuisé allant jusqu'à 50% environ.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on choisit le liant dans un groupe constitué de l'hydroxyde de calcium, de la bentonite et de la chaux.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on incinère le catalyseur épuisé et on oxyde ce catalyseur épuisé jusqu'à ce que ledit catalyseur épuisé ait une teneur en soufre de 1% ou moins en poids environ.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on incinère le catalyseur épuisé à une température de 400 à 1200°C environ.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on incinère le catalyseur épuisé à une température de 700 à 1000°C environ.

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on choisit l'oxydant dans un groupe constitué de l'oxygène et des mélanges d'air et d'oxygène.

11. Aggloméré contenant du vanadium utilisé pour la fabrication d'aciers alliés, conforme à celui obtenu à l'aide d'un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10.

12. Aggloméré selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'il présente une matrice d'oxyde de fer de structure déformée avec du vanadium à l'intérieur de la matrice sous forme de solution solide d'oxyde ferrique et de pentoxyde de vanadium dont la composition chimique (pourcentages en poids) est la suivante:

Fe	40 à 70
V	0,01 à 10
Ni	0,01 à 2
Mg	0,01 à 3
Ca	0,01 à 5
Si	0,01 à 5
Al	0,01 à 5
S	< 2.

13. Aggloméré selon la revendication 11, caractérisé en ce qu'il comporte une solution solide

d'oxyde ferrique et de pentoxyde de vanadium dont la composition chimique (pourcentages en poids) est la suivante:

	Fe	40 à 70
5	V	0,01 à 10
	Ni	0,01 à 2
	Mg	0,01 à 3
	Ca	0,01 à 5
	Si	0,01 à 5
10	Al	0,01 à 5
	S	< 2.

14. Procédé d'utilisation d'un aggloméré selon l'une quelconque des revendications 11 à 13 pour la production d'un acier allié contenant du vanadium à partir d'un tel aggloméré, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes dans lesquelles: on réduit l'aggloméré contenant du vanadium consolidé par la chaleur pour obtenir un aggloméré réduit contenant du vanadium (7), on mélange (8) l'aggloméré réduit contenant du vanadium avec un aggloméré de fer réduit standard pour obtenir un aggloméré réduit mélangé, et on fait fondre l'aggloméré réduit mélangé dans des conditions réductrices pour obtenir un acier allié contenant du vanadium (19).

25 15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce qu'on mélange l'aggloméré réduit contenant du vanadium avec un aggloméré de fer réduit standard suivant une proportion de l'aggloméré de vanadium à l'aggloméré de fer de 1:10 à 1:0 en poids environ.

30 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 14 et 15, caractérisé en ce qu'on fait fondre l'aggloméré réduit mélangé dans des conditions réductrices à une température de 1500 à 1700°C environ.

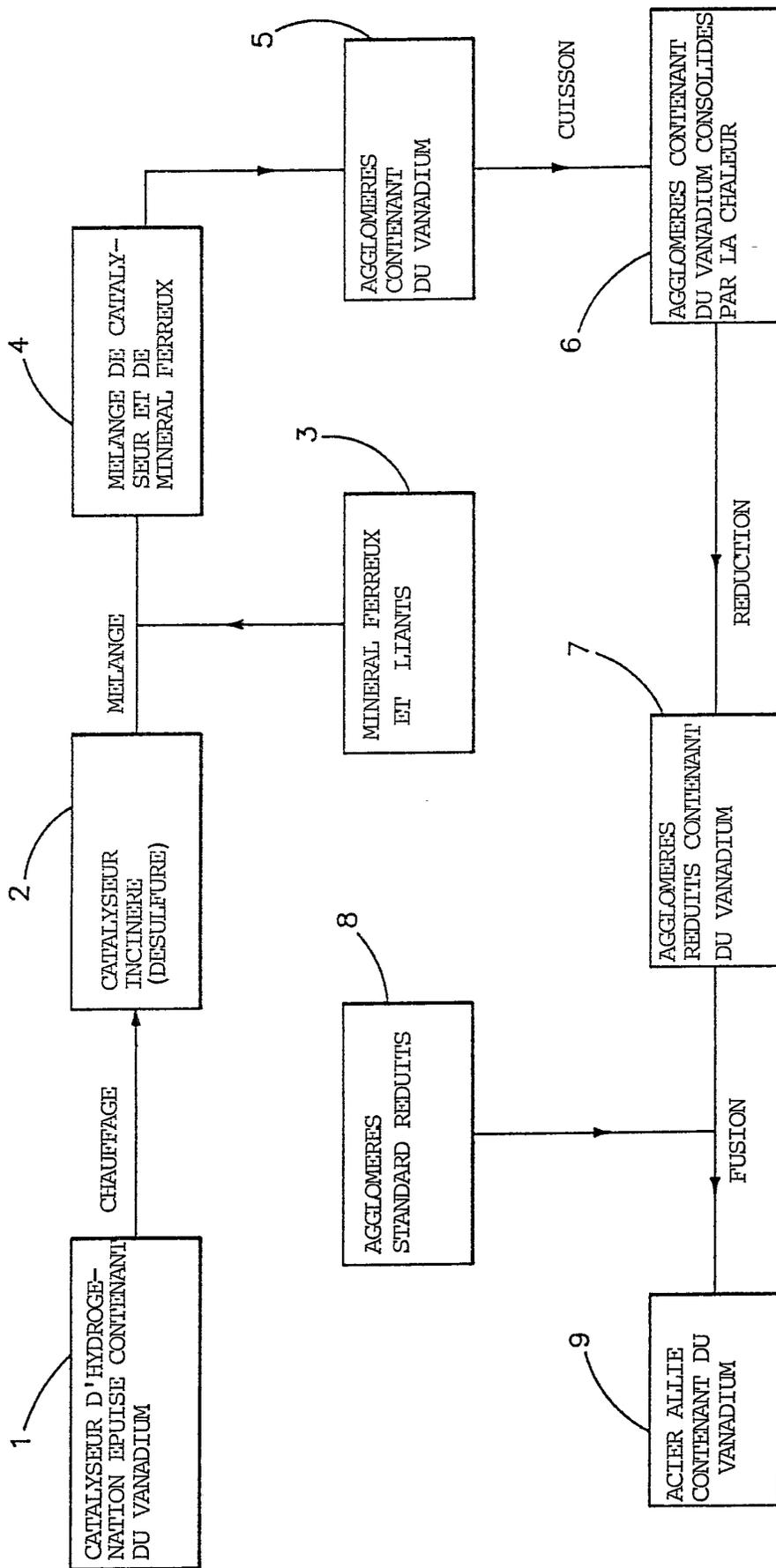


FIG--1



FIG-2

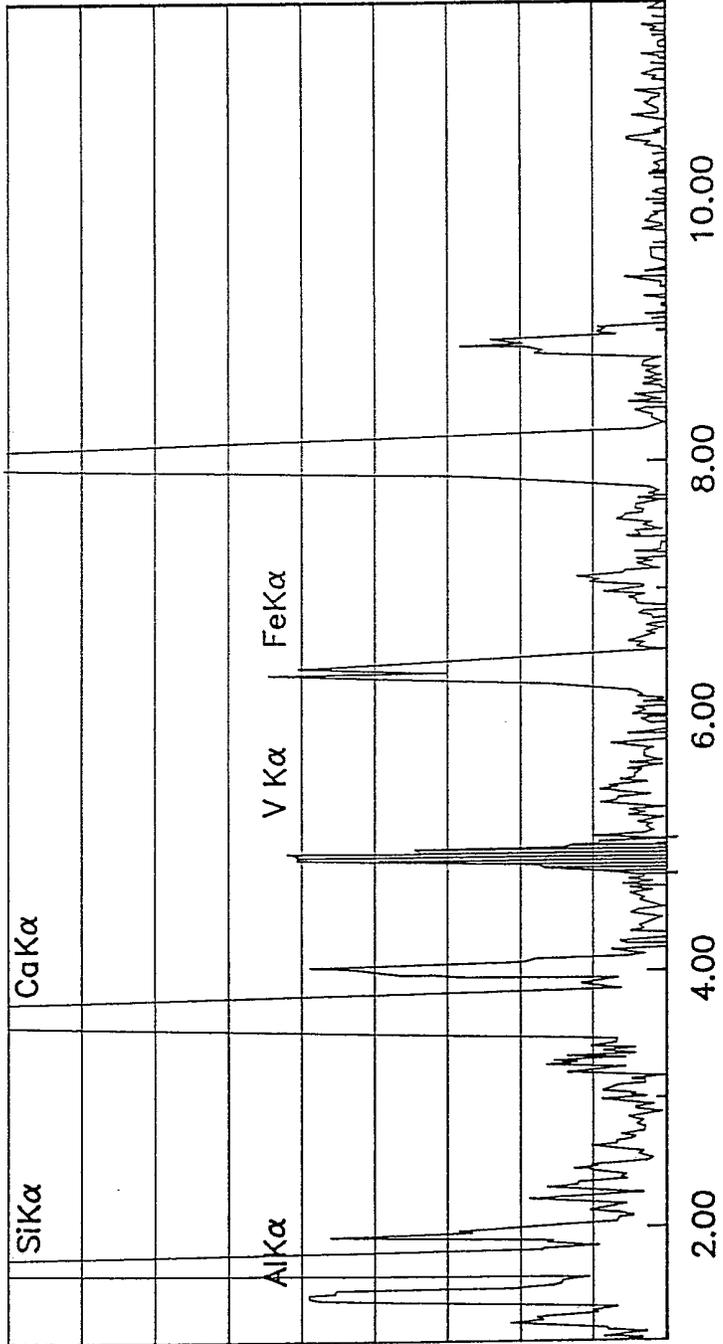


FIG-3

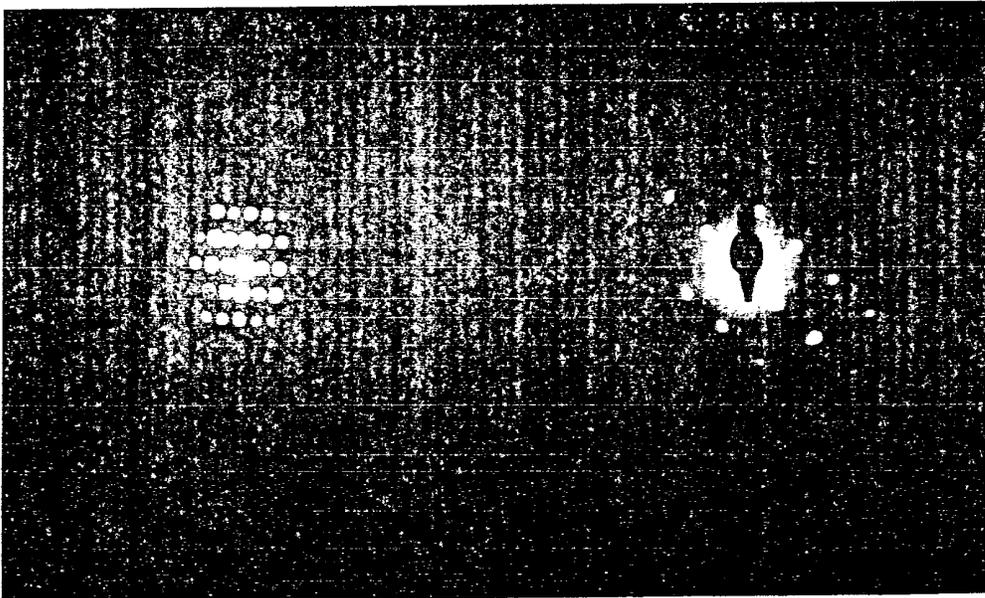


FIG-4