



UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE

PRÉSENTÉ À

L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

COMME EXIGENCE PARTIELLE

DE LA MAÎTRISE EN INGÉNIERIE

PAR

BAZOUMANA SANOGO

**DÉTECTION DE LA FIN DE LA COMPACTION DES ANODES PAR LE SON**

AVRIL 2017

## RÉSUMÉ

La production de l'aluminium primaire se fait dans une cuve d'électrolyse en utilisant des anodes en carbone, de l'alumine et du courant électrique comme principaux constituants de la réaction. La qualité des anodes affecte le produit final et peut engendrer des coûts de production supplémentaires. Par ailleurs, de mauvaises propriétés des anodes perturbent la stabilité du procédé d'électrolyse allant jusqu'au dysfonctionnement de la cuve. De ce fait, l'amélioration de la qualité des anodes constitue une préoccupation pour les industries d'aluminium qui sont sans cesse à la recherche de solutions meilleures par la mise en place des outils de contrôle de la qualité. C'est pourquoi leur mise en œuvre requiert une bonne connaissance des matières premières, une maîtrise des outils de production et surtout un paramétrage optimal des machines. Le temps de compaction fait partie des paramètres clés du vibrocompacteur qui influencent la mise en œuvre des anodes en carbone. Un temps inadéquat est l'une des sources de mauvaises propriétés (basse densité, haute résistivité, etc.) et entraîne les phénomènes de sous-compaction ou de sur-compaction, ce qui diminue le rendement de la réduction de l'alumine.

L'objectif de ce projet était de développer un outil de contrôle en temps réel du temps de compaction en se servant du son généré par le vibrocompacteur pendant le formage des anodes crues. Ainsi, une application a été développée pour l'analyse des sons enregistrés. Des essais ont été réalisés avec différents microphones pour une meilleure qualité des mesures et un a été choisi pour la suite du projet. De même, différents tests ont été réalisés sur des anodes de laboratoire ainsi que des anodes à l'échelle industrielle afin de mettre en place une méthode pour la détection du temps optimal nécessaire au formage des anodes.

Les travaux au laboratoire de carbone à l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC) ont consisté à l'enregistrement de son des anodes fabriquées sur place avec différentes configurations; et à la caractérisation de certaines anodes de l'usine. Les anodes fabriquées au laboratoire sont réparties en deux groupes. Le premier regroupe les anodes pour la validation de notre méthode. Ce sont des anodes produites avec des temps de compaction différents. Le laboratoire de carbone à l'UQAC est unique et il est possible de produire des anodes avec les mêmes propriétés que celles des anodes industrielles. Par conséquent, la validation initialement prévue à l'usine a été effectuée avec les anodes de laboratoire. Le deuxième groupe a servi à étudier les effets des matières premières sur le temps de compaction. Le type de coke et le type de brai ont constitué les différentes variations dans ce deuxième groupe.

Quant aux tests et mesures à l'usine, ils ont été réalisés en trois campagnes de mesure. La première campagne en juin 2014 a servi à standardiser et à trouver le meilleur positionnement des appareils pour les mesures, à régler le logiciel et à faire les premières mesures. Une deuxième campagne en mai 2015 a fait l'objet d'enregistrement de son en classant les anodes selon différents temps de compaction. La troisième et dernière campagne en décembre 2015 a été le lieu de tests finaux à l'usine en fabriquant des anodes avec différents critères (variation du temps de compaction, taux de brai, arrêt manuel du

compacteur, variation de la pression des ballons du haut du compacteur). Ces anodes ont été ensuite analysées au laboratoire à l'UQAC. En parallèle à ces travaux précités, l'amélioration de l'application d'analyse du son a été faite avec le choix des paramètres d'analyse et leur standardisation.

Les résultats des premiers tests au laboratoire et ceux de la campagne de juin 2014 ont montré que la formation des anodes se fait suivant trois étapes : réarrangement des particules et du brai, compaction et consolidation et enfin la finition. Ces travaux ont montré en outre que le temps de compaction joue un rôle très important dans la définition des propriétés finales des anodes. Ainsi, en plus du type de brai, du taux de brai et du type de coke, il faut tenir compte du temps de sur-compaction et de sous-compaction. En effet, ceci a été démontré à travers les deux validations qui ont été réalisées. Les validations ont montré que les anodes compactées au temps optimal ont le meilleur rapport BAD/GAD (rapport de la densité cuite par la densité crue) avec une faible perte de masse contrairement aux anodes sur-compactées. De plus, elles acquièrent de bonne résistivité électrique cuite. De leur côté, les anodes sous-compactées résultent des densités faibles et des résistivités électriques élevées. Ces résultats viennent en plus, de ce qui est mentionné dans la littérature concernant l'importance du temps de compaction, souligner la nécessité de déterminer le temps optimal de compaction. En outre, les résultats du laboratoire et de la campagne de mai 2015 montrent que le suivi du formage des anodes par le son donne un gain sur le temps de compaction des anodes. Ce qui représente un atout pour les industries. Par ailleurs, les améliorations apportées au logiciel ont permis des analyses en temps réel, le stockage des données et la visualisation des graphes de façon simultanée.

Les résultats de la caractérisation des échantillons (venant des anodes de la campagne de décembre 2015) ont montré qu'une anode compactée à un temps optimal acquiert une bonne résistance à la compression et sa résistivité électrique baisse. En outre, on note que le temps de compaction dans notre cas a baissé légèrement avec l'augmentation de la pression des ballons de haut du vibrocompacteur. Ce qui a eu pour effet d'augmenter la densité crue de l'anode. Toutefois, il faut s'abstenir de généraliser ce constat car le nombre d'anodes testées est faible dans notre cas. Par ailleurs, cette étude montre que le temps nécessaire pour le formage d'une anode croît avec l'augmentation du taux de brai et baisse légèrement avec l'augmentation de la pression des ballons.

## ABSTRACT

Primary aluminum production takes place in an electrolysis cell using carbon anodes, alumina and electric current as main constituents of the reaction. The quality of anodes is very important in the production process because it affects the final product quality and may increase the production costs. Furthermore, bad quality anodes disturb the stability of the electrolysis process and may cause the cell to dysfunction. Thereby, the improvement of anode quality has become a concern for aluminum industry. The industry is constantly looking for better solutions through the implementation of quality control tools. The green anode forming step is important because it affects the properties of anodes, hence, the rest of the production chain. Therefore, the fabrication of anodes requires a profound knowledge of raw materials, a good understanding of production tools, and above all, optimum operation parameters of each unit. The compaction time is one of the key parameters of the vibrocompactor that influence the carbon anodes formation. An improper compaction time is one of the sources of bad anode quality (low density, high electrical resistivity, poor mechanical properties, etc.) and causes either under-compaction or over-compaction. Both under-compaction and over-compaction decrease the yield of the reduction of alumina.

The objective of this project was to develop a real-time monitoring tool for the compaction time by using the sound generated by the vibrocompactor during the forming of green anodes. Thus, an application has been developed for the analysis of data (recorded sounds). Tests have been carried out with different microphones for better quality measurements, and one was chosen to be used in the project. Similarly, different tests were carried out on laboratory anodes as well as anodes in industrial scale to establish a method for the detection of the optimal time required for forming the anodes.

Experiments in the carbon laboratory at the University of Quebec at Chicoutimi (UQAC) consisted of recording the sound of vibrocompactor during anode formation under different configurations, and the characterization of some of these anodes. The anodes manufactured in the laboratory are divided into two groups. The first group included the anodes for the validation of the method developed. These are anodes produced with different compaction times. The carbon laboratory at UQAC is unique and it is possible to produce anodes with the same properties as those of industrial anodes. Therefore, the validation initially planned at the plant was carried out with the laboratory anodes. The second group was used to study the effects of raw materials on compaction time. The type of coke and the type of pitch constituted the different variations in this second group.

Tests and measurements at the plant were carried out during three industrial measurement campaigns. The first campaign in June 2014 served to standardize and to find the best positioning of the devices for the measurements, to adjust the software and to make the first measurements. During the second campaign in May 2015, the sound of the vibrocompactor was recorded for the anodes produced using different compaction times. The third and last campaign in December 2015 was for final tests at the plant which were carried out during manufacturing anodes using different conditions (variation of the

compaction time, pitch percentages, manual stop of the compactor, and variation of the pressure of the top balloons of the compactor). These anodes were then analyzed in the laboratory at UQAC. In parallel with these works, the sound analysis application was improved by adjusting the analysis parameters followed by their standardization.

The results of the first laboratory tests and those of June 2014 campaign in the plant showed that the formation of the anodes goes through three stages: rearrangement of particles and pitch, compaction and consolidation, and completion. This work also showed that the compaction time plays a very important role in defining the final properties of anodes. Thus, in addition to the type of pitch, the percentage of pitch and the type of coke, the time of over-compaction and under-compaction must be taken into account. Indeed, this has been demonstrated with two validations that have been carried out. The results of validation tests showed that the anodes compacted at the optimum time had the best BAD / GAD (baked anode density divided by green anode density) ratio with a low mass loss in contrast to the over-compacted anodes. They also acquired good electrical resistivity. For their part, the under-compacted anodes resulted in low density and high electrical resistivity. In addition to what was mentioned in the literature; these results pointed out the necessity to determine the optimum compaction time. Moreover, the results of the laboratory tests and those of the campaign of May 2015 showed that the formation of the anodes using the sound method developed during this study shortened the compaction time of the anodes. This is an asset for the industries. In addition, the improved software allowed the real-time analysis and the storage of data simultaneously in addition to the visualization of graphs.

The results of the characterization of the samples (coming from the anodes of the campaign of December 2015) showed that an anode compacted at an optimum time acquires good resistance to compression and its electrical resistivity decreases. Furthermore, it should be noted that the compaction time has decreased slightly with the increase in the pressure of the top balloons of the vibrocompactor for the cases studied. This also increased the green anode density. However, it is necessary to refrain from generalizing this observation because the number of industrial anodes investigated is low. Moreover, this study showed that the time required for the formation of an anode increases with the increase in pitch percentage and decreases slightly with the increase in balloon pressure.

## TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ .....	ii
ABSTRACT.....	iv
TABLE DES MATIÈRES .....	vi
LISTE DES TABLEAUX .....	x
LISTE DES FIGURES .....	xii
DÉDICACE .....	xii
REMERCIEMENTS.....	xvii
CHAPITRE 1 .....	1
INTRODUCTION .....	1
1.1 Généralités .....	1
1.1.1 Procédé Hall-Hérault.....	1
1.1.2 Matières premières : le brai, le coke et les matières recyclées .....	6
1.1.2.1 Brai .....	6
1.1.2.2 Coke .....	11
1.1.2.3 Matières recyclées .....	15
1.1.3 Étapes de fabrication des anodes .....	16
1.1.3.1 Préparation de la pâte d'anode .....	16
1.1.3.2 La compaction .....	16
1.1.3.3 La cuisson.....	17
1.1.3.4 Le scellement .....	17
1.2 Problématique .....	19
1.3 Objectifs.....	21
1.4 Méthodologie .....	21
1.5 Originalité du projet.....	22
1.6 Contenu du mémoire.....	23
CHAPITRE 2 .....	25
REVUE DE LA LITTÉRATURE .....	25

2.1	Introduction.....	25
2.2	Technologies de formage des anodes crues .....	26
2.3	Description du vibrocompacteur.....	28
2.4	Les paramètres clés du vibrocompacteur et leurs impacts sur la qualité des anodes	32
2.4.1	La force de vibration .....	33
2.4.2	La fréquence de vibration.....	37
2.4.3	Le temps de compaction (ou le temps de vibration).....	38
2.5	Son et des exemples d'application .....	47
2.5.1	Son.....	47
2.5.2	Exemples d'application du son.....	48
2.5.2.1	Machines tournantes.....	50
2.5.2.2	Soudage .....	53
2.5.2.3	Autres domaines.....	57
2.6	Conclusions.....	60
	CHAPITRE 3 .....	61
	MÉTHODOLOGIE .....	61
3.1	Méthodologie générale .....	61
3.2	Développement de l'application de son.....	64
3.2.1	Choix de la plage de fréquence F .....	65
3.2.2	Choix du nombre de points pour la moyenne n.....	66
3.2.3	Amélioration de l'interface.....	66
3.2.4	Automatisation des analyses.....	66
3.3	Choix des outils et des paramètres pour les mesures.....	67
3.3.1	Choix du microphone .....	67
3.3.2	Choix de la position du microphone.....	67
3.4	Tests et mesures à l'usine .....	69
3.4.1	Campagne de mesure de juin 2014.....	70
3.4.2	Campagne de mesure de mai 2015 .....	70
3.4.3	Campagne de mesure de décembre 2015 .....	71



3.5	Tests au laboratoire de l'UQAC .....	72
3.5.1	La fabrication des anodes au laboratoire .....	72
3.5.2	Analyse des sons.....	75
3.5.3	Caractérisation des anodes au laboratoire UQAC .....	75
3.5.3.1	Identification des échantillons.....	77
3.5.3.2	Mesure de la densité apparente [ASTM D5502-00] .....	81
3.5.3.3	Mesure de la résistivité électrique [ASTM D6120-97].....	84
3.5.3.4	Test de compression uni-axiale.....	86
3.6	Validation.....	89
CHAPITRE 4 .....		90
SYSTÈME EXPERIMENTAL.....		90
4.1	Introduction.....	90
4.2	Principe de fonctionnement .....	90
4.3	Études paramétriques .....	96
4.3.1	Choix du nombre de points (n) pour le calcul de la moyenne.....	96
4.3.2	Choix de la plage de fréquence F .....	97
4.4	Automatisation des analyses.....	99
4.4.1	Algorithme.....	99
4.4.2	Détermination du temps additionnel d .....	101
4.5	Amélioration de l'interface utilisateur.....	102
4.5.1	Visualisation des graphes .....	103
4.5.2	Communication entre l'application et l'utilisateur .....	105
4.5.3	Optimisation du stockage des données.....	106
4.6	Problèmes rencontrés et solutions proposées.....	106
4.7	Conclusions.....	107
CHAPITRE 5 .....		108
RÉSULTATS ET DISCUSSION .....		108
5.1	Le choix du microphone et des positions de mesure .....	108
5.2	Caractérisation de la vibrocompaction .....	111

5.3	Résultats du laboratoire .....	114
5.3.1	Validation .....	114
5.3.2	Influence du type de brai sur le temps de compaction .....	120
5.3.3	Influence du type de coke sur le temps de compaction .....	125
5.4	Résultats de l'usine.....	129
5.4.1	Résultats de la campagne de juin 2014.....	129
5.4.2	Résultats de la campagne de mai 2015.....	133
5.4.3	Résultats de la campagne de décembre 2015 .....	134
5.4.3.1	Résultats de la caractérisation selon la variation du taux de brai.....	135
5.4.3.2	Résultats de la caractérisation selon la variation de la pression.....	139
CHAPITRE 6.....		144
CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS .....		144
6.1	Conclusions.....	144
6.2	Recommandations.....	148
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		150
ANNEXES .....		160
Annexe 1 .....		160
Annexe 2 .....		162
Annexe 3 .....		163
Annexe 4.....		164
Annexe 5 .....		166

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1-1 : Composition chimique de la croûte terrestre (adapté de [1]) .....	2
Tableau 1-2 : Propriétés du brai [2] .....	10
Tableau 1-3 : Propriétés du coke [2].....	14
Tableau 2-1 : Comparaison des propriétés des anodes vibrées et les anodes pressées [7] ...	28
Tableau 2-2 : Influence du temps de compaction sur les propriétés des anodes pour 15 et 16% de brai [7] .....	39
Tableau 2-3 : Influence du temps de compaction sur les propriétés des anodes pour 17 et 18% de brai [7] .....	40
Tableau 3-1 : Codification des carottes .....	80
Tableau 3-2 : Numérotation définitive des carottes.....	81
Tableau 3-3 : Liste des carottes utilisées pour le test de densité .....	84
Tableau 3-4 : Échantillons utilisés pour le test de résistivité.....	86
Tableau 3-5 : Échantillons utilisés pour le test de compression .....	88
Tableau 4-1 : Synthèse de la détermination du temps additionnel d pour la fin de compaction.....	102
Tableau 5-1 : Résultats de la première validation.....	116
Tableau 5-2 : Résultats de la deuxième validation .....	119
Tableau 5-3 : Influence des types de brai sur le temps de compaction .....	122
Tableau 5-4 : Influence du type de coke sur le temps de compaction .....	126
Tableau 5-5 : Mesures effectuées lors de la campagne de juin 2014 .....	131
Tableau 5-6 : Récapitulatif des résultats de la campagne de décembre 2015.....	136
Tableau 5-7 : Répartition des échantillons par type de test .....	137
Tableau 5-8 : Résultats de la caractérisation .....	138
Tableau 5-9 : Résultats des tests selon la variation de la pression .....	140
Tableau 5-10 : Répartition des échantillons par test selon la variation de la pression .....	142
Tableau 5-11 : Résultats de la caractérisation selon la variation de la pression.....	142
Tableau A-2-1 : Avantages et points faibles des systèmes de formages des anodes.....	162
Tableau A-4-1 : Identification des carottes.....	164

Tableau A-4-2 : Identification des carottes (suite) .....	165
Tableau A-5-1 : Résultats de la campagne de mai 2015.....	166

## LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Schéma d'une cellule d'électrolyse industrielle Söderberg à goujons verticaux [5].....	5
Figure 1-2 : Schéma d'une cuve d'électrolyse à anodes précuites [9].....	6
Figure 1-3 : Production du brai – adaptation à partir de [11] .....	7
Figure 1-4 : Schéma simplifié du procédé d'obtention du coke par cokéfaction différée [15] .....	12
Figure 1-5 : Schéma simplifié des étapes de la fabrication des anodes précuites ; modification à partir de [5] et [37].....	18
Figure 1-6 : Facteurs générateurs de fissures dans les anodes [5] .....	20
Figure 2-1 : Presse hydraulique industrielle [32].....	27
Figure 2-2 : Isolateurs vibratoires [50] .....	29
Figure 2-3 : Schéma simplifié d'un vibrocompacteur [8] .....	30
Figure 2-4 : Vibrocompacteur à simple unité [7] [6].....	31
Figure 2-5 : Vibrocompacteur à tables tournantes [52] .....	32
Figure 2-6 : Évolution de la densité apparente en fonction de l'angle du contrepoids [7]....	34
Figure 2-7 : Variation de la densité apparente en fonction de la force d'excentricité [53]...	34
Figure 2-8 : Évolution des propriétés en fonction de la charge morte [50] .....	35
Figure 2-9 : Évolution des propriétés en fonction de l'évolution de la pression de charge [50].....	36
Figure 2-10 : Évolution de la densité apparente et de la résistivité en fonction de la fréquence [7] .....	37
Figure 2-11 : Évolution des propriétés mécaniques en fonction de la vitesse [50] .....	38
Figure 2-12 : Évolution de la densité crue en fonction du temps de compaction [43] .....	42
Figure 2-13 : Évolution de la porosité en fonction du temps de compaction [43] .....	43
Figure 2-14 : Évolution de la résistance à la compression en fonction du temps de compaction [43] .....	43
Figure 2-15 : Évolution de la résistivité en fonction du temps de compaction [43].....	44

Figure 2-16 : Densité crue en fonction du temps de compaction [44].....	45
Figure 2-17 : Détermination du temps optimal en fonction de l'accélération de la table [44] .....	46
Figure 2-18 : Roue acoustique de Lindsay [64].....	49
Figure 2-19 : Montage de l'expérience sur la machine à dresser et à meuler [71].....	51
Figure 2-20 : Montage de l'expérience [74].....	53
Figure 2-21 : Schéma des appareils pour l'expérience et du système de mesure [75].....	54
Figure 2-22 : Montage de l'expérience du soudage à l'arc métallique sous gaz de protection [77,78].....	56
Figure 2-23 : Montage expérimental sur l'injecteur du moteur à Diesel [80].....	58
Figure 2-24 : Emplacement des microphones autour des pneus [83] .....	59
Figure 3-1 : Organigramme de la méthodologie.....	63
Figure 3-2 : Fonctionnement global de l'outil de détermination du temps optimal .....	65
Figure 3-3 : Anode industrielle avant et après le premier découpage .....	78
Figure 3-4 : Plan de découpage des faces des anodes industrielles .....	79
Figure 3-5 : Plan de carottage au laboratoire de l'UQAC .....	80
Figure 3-6 : Procédures de mesure des longueurs et des diamètres [89] .....	83
Figure 3-7 : Appareils de mesure (balance et pied à coulisse) .....	83
Figure 3-8 : Principe de la mesure de la résistivité électrique [5] .....	85
Figure 3-9 : Schéma de principe du test de compression .....	87
Figure 3-10 : Presse Instron 8801 utilisée pour les carottes crues.....	88
Figure 3-11 : Presse MTS utilisée pour les carottes cuites .....	89
Figure 4-1 : Étapes de traitement du signal .....	92
Figure 4-2 : Courbe de la moyenne à partir de la courbe brute .....	93
Figure 4-4 : Courbe de la variation de la pente (en rouge) .....	95
Figure 4-3 : Courbe de la moyenne glissante ou mobile (en bleu) .....	95
Figure 4-5 : Comparaison des courbes de la moyenne glissante pour différentes valeurs de <b>n</b> .....	97
Figure 4-6 : Comparaison des plages de fréquence F1 et F2.....	98

Figure 4-7 : Passage de la variation absolue à la courbe de la pente .....	101
Figure 4-8 : Visualisation des graphes pendant l'analyse .....	104
Figure 5-1 : Différentes configurations de directivité .....	109
Figure 5-2 : Montage expérimental à l'usine .....	110
Figure 5-3 : Montage expérimental au laboratoire à l'UQAC .....	111
Figure 5-4 : Phases de la compaction .....	112
Figure 5-5 : Phases de compaction par la méthode vibration [50] .....	113
Figure 5-6 : Rapport de la densité cuite par la densité crue en fonction du temps de sur-compaction.....	116
Figure 5-7 : Perte de masse.....	117
Figure 5-8 : Résistivité cuite et densité crue.....	117
Figure 5-9 : Evolution du rapport des densités (BAD/GAD) en fonction du temps de sur-compaction.....	120
Figure 5-10 : Type de brai - Densité crue (GAD) en fonction du temps de sur-compaction .....	123
Figure 5-11 : Type de brai - Rapport des densités cuites (BAD) et crues (GAD) en fonction du temps de sur-compaction .....	124
Figure 5-12 : Type de coke - Densité crue (GAD) en fonction du temps de sur-compaction .....	127
Figure 5-13 : Type de coke - Rapport des densités cuites (BAD) et crues (GAD) en fonction du temps de sur-compaction .....	128
Figure 5-14 : Evolution de la densité des anodes de la campagne de juin 2014 en fonction du temps de sur-compaction .....	132
Figure 5-15 : Taux de brai - Évolution des propriétés avant la cuisson .....	138
Figure 5-16 : Taux de brai - Évolution des propriétés après la cuisson.....	139
Figure 5-17 : Augmentation de la densité crue en fonction de la pression des ballons [50] .....	141
Figure A-1-1 : Schéma de principe du four rotatif .....	160
Figure A-1-2 : Schéma de principe du four à sole tournante.....	161

Figure A-1-3 : Schéma de principe du calcinateur vertical .....	161
Figure A-3-1: Vibrocompacteur à simple table coulissante .....	163
Figure A-3-2 : Vibrocompacteur à deux tables coulissantes .....	163
Figure A-3-3 : Vibrocompacteur à trois tables coulissantes.....	163
Figure A-5-1 : Tendances observées selon les résultats de la campagne de mai 2015.....	167



## **DÉDICACE**

Je dédie ce mémoire,

À ces femmes qui ont une place particulière dans mon cœur :

- ma mère et ma tante pour leur soutien moral,
- mon épouse pour son soutien et pour avoir supporté mon absence pendant la durée de mes études,

Aux membres de ma famille pour leur encouragement,

Enfin à tous ceux et toutes celles qui m'ont accompagné pendant la réalisation de ce projet.

## REMERCIEMENTS

*Nulle œuvre n'est exaltante que celle réalisée avec le soutien moral et financier des personnes qui nous sont proches.*

Je tiens tout d'abord à remercier mes professeurs, Professeure Duygu Kocafe et Professeur Yasar Kocafe pour leurs précieux conseils, leur encouragement, leur soutien académique et moral ainsi que leur disponibilité tout au long de ces années d'étude. Vos méthodes d'enseignements et votre patience auprès de vos étudiants sont des qualités que j'ai appréciées et qui me serviront dans le futur.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à M. Dipankar Battacharyay pour tout son implication active, ses encouragements et son soutien moral qui ont été capitaux dans la réalisation de ce projet.

Merci à Mme Brigitte Morais pour sa contribution et surtout pour nous avoir facilité la réalisation des expériences à l'usine.

Un grand merci également à l'endroit de tous les techniciens de laboratoire en général et en particulier à M. Dave Girard pour sa disponibilité et sa participation active.

Une mention spéciale au Professeur Issouf Fofana et M. Amidou Betié pour leur encouragement incessant et leur soutien moral.

Je ne saurais terminer ces remerciements sans souligner l'apport remarquable des organismes qui ont pris part à la réalisation de ce travail.

Le soutien technique et financier de l'Aluminerie Alouette Inc. ainsi que le soutien financier du Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG), du Développement Économique Sept-Îles (DESI), de l'Université du Québec à Chicoutimi (UQAC), et de la Fondation de l'Université du Québec à Chicoutimi (FUQAC) sont grandement appréciés.

## **CHAPITRE 1**

### **INTRODUCTION**

#### **1.1 Généralités**

##### **1.1.1 Procédé Hall-Héroult**

L'aluminium est l'un des métaux les plus utilisés dans divers domaines en raison de ses nombreuses caractéristiques qu'il possède. Par exemple sa légèreté ( $2,7 \text{ g/cm}^3$ ) et sa résistance à l'oxydation font de lui une référence incontournable dans les applications là où le poids et la corrosion constituent des problèmes majeurs. En outre, il représente environ 8% de la croûte terrestre [1] ; ce qui fait de lui l'élément métallique le plus abondant contenu dans la croûte. Le Tableau 1-1 présente un extrait de la composition chimique de l'écorce continentale. Cependant il est rarement trouvé dans son état élémentaire, car il se produit dans de nombreux minéraux la plupart du temps. L'aluminium doit sa production à l'échelle commerciale à la bauxite qui constitue sa principale source. C'est un mélange d'oxydes et de composés d'autres éléments tels que le fer, l'aluminium hydraté. De plus la bauxite contient entre 48% et 61% d'alumine [2]. L'alumine qui constitue l'un des éléments clés dans la production de l'aluminium est obtenue par le procédé Bayer qui a été mis au point par Karl Josef Jason Dan Bayer en 1887 [3]. Il est basé sur la dissolution de

l'alumine provenant de la bauxite par de la soude. On obtient une poudre blanche, c'est l'alumine.

Tableau 1-1 : Composition chimique de la croûte terrestre (adapté de [1])

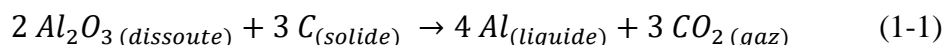
Éléments	Composition	Éléments	Composition	Éléments	Composition
O	47,2 %	Nd	27 ppm	Mo	1,1 ppm
Si	28,8 %	Cu	25 ppm	Br	1,0 ppm
Al	7,96 %	Co	24 ppm	W	1,0 ppm
Fe	4,32 %	Y	24 ppm	I	800 ppb
Ca	3,85 %	Nb	19 ppm	Ho	800 ppb
Na	2,36 %	Li	18 ppm	Tb	650 ppb
Mg	2,20 %	Sc	16 ppm	Tl	520 ppb
K	2,14 %	Ga	15 ppm	Lu	350 ppb
Ti	4010 ppm	Pb	14,8 ppm	Tm	300 ppb
C	1990 ppm	B	11 ppm	Sb	300 ppb
P	757 ppm	Th	8,5 ppm	Se	120 ppb
Mn	716 ppm	Pr	6,7 ppm	Cd	100 ppb
S	697 ppm	Sm	5,3 ppm	Bi	85 ppb
Ba	584 ppm	Hf	4,9 ppm	Ag	70 ppb
F	525 ppm	Gd	4,0 ppm	In	50 ppb
Cl	472 ppm	Dy	3,8 ppm	Hg	40 ppb
Sr	333 ppm	Cs	3,4 ppm	Te	5 ppb
Zr	203 ppm	Be	2,4 ppm	Au	2,5 ppb
Cr	126 ppm	Sn	2,3 ppm	Pd	0,4 ppb
V	98 ppm	Er	2,1 ppm	Pt	0,4 ppb
Rb	78 ppm	Yb	2,0 ppm	Re	0,4 ppb
Zn	65 ppm	As	1,7 ppm	Ru	0,1 ppb
N	60 ppm	U	1,7 ppm	Rh	0,06 ppb
Ce	60 ppm	Ge	1,4 ppm	Os	0,05 ppb
Ni	56 ppm	Eu	1,3 ppm	Ir	0,05 ppb
La	30 ppm	Ta	1,1 ppm		

L'aluminium primaire de nos jours est produit par électrolyse, selon le procédé qui a fait l'objet de brevet accordé à Paul Louis Toussaint Héroult (France) et à Charles Martin Hall (États-Unis) en 1886 ; d'où son nom le procédé Hall-Héroult [4, 5]. C'est l'électrolyse de

l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dissoute dans la cryolite ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ). Une description détaillée du procédé a été faite par Héroult dans le brevet en des termes d'une précision remarquable :

En principe, le procédé que je désire breveter pour la préparation de l'aluminium consiste à décomposer de l'alumine en dissolution dans un bain de cryolithe en fusion par un courant électrique aboutissant au bain, d'une part, au moyen d'une électrode en contact avec le creuset en charbon aggloméré qui contient la cryolithe et, d'autre part, au moyen d'une autre électrode en charbon aggloméré comme la première, plongeant dans le bain. Cette combinaison produit la décomposition de l'alumine en employant un courant de faible tension : l'oxygène se rend à l'anode et brûle avec elle, l'aluminium se dépose sur les parois du creuset qui constitue la cathode, et se précipite en culot dans le fond du creuset. Le bain reste constant et sert indéfiniment s'il est alimenté en alumine. L'électrode positive, c'est-à-dire l'anode, est à remplacer après combustion...[4, 6].

Cette réaction se produit à environ  $960^\circ\text{C}$  dans une cuve en faisant réagir des anodes en carbone avec l'alumine dissoute au préalable en présence d'un courant de forte intensité suivant l'équation 1-1 [7]:



Notons que plusieurs méthodes pour la production de l'aluminium existent. Elles sont réparties en méthodes chimiques et en méthodes électrolytiques. Cependant le procédé Hall-Héroult demeure celui qui est utilisé depuis 1886 bien que les technologies aient évolué. Un résumé de l'évolution de ces méthodes de production a été élaboré dans un tableau détaillé par Charrette et al.[2].

La cellule d'électrolyse représente le centre nerveux du procédé [5], car c'est à l'intérieur de cette dernière que l'équation 1-1 est mise en œuvre de façon réelle. Elle

constitue donc le foyer de production de l'aluminium. Il existe deux types de technologies de cellules industrielles d'électrolyse : les cuves Söderberg et les cuves à anodes précuites. La différence fondamentale entre ces deux technologies est la méthode de cuisson de l'anode (pâte anodique) permettant la carbonisation du brai [7]. Les Figure 1-1 et Figure 1-2 présentent respectivement des schémas des cuves Söderberg et à anodes précuites. Dans la cellule Söderberg, la pâte anodique est cuite pendant sa descente dans le bain électrolytique grâce à la chaleur provenant de la cuve elle-même [2, 7]. Bien qu'elles présentent l'avantage de ne pas produire de mégots et ne requièrent pas de technologie spéciale pour la cuisson ; les cuves Söderberg de nos jours tendent à disparaître au profit des cuves à anodes précuites. Ceci s'explique par leurs impacts nocifs sur l'environnement par les émissions importantes de gaz à effet de serre et cancérigènes. On distingue deux sortes de cellules Söderberg selon l'orientation des goujons (goujons verticaux et goujons horizontaux). Quant à la technologie des anodes précuites, les blocs de carbone sont cuits séparément dans des fours industriels et sont ensuite utilisés dans la cuve. On les remplace selon un nombre de jours qui varie selon les usines. En outre cette technologie présente l'avantage d'avoir des anodes de bonnes propriétés et de réduire la consommation de carbone [5]. De plus, elle offre la possibilité d'utiliser des anodes de grandes dimensions et présente moins de risque pour la santé des travailleurs grâce à la faible production de gaz. Cette étude sera portée sur l'une des étapes de production des anodes utilisées dans cette dernière technologie.

Dans le procédé Hall-Héroult, les anodes en carbone jouent un rôle très important, car elles agissent sur la réduction de l'alumine [8] indépendamment de la technologie utilisée.

Elle participe au passage du courant électrique et sert de réactifs lors du procédé électrochimique comme on peut le voir sur les Figure 1-1 et Figure 1-2. Il est donc primordial qu'elles aient de bonnes propriétés. De telles caractéristiques recherchées ne peuvent être acquérir qu'avec des matières premières ayant également de bonnes propriétés. De même, l'ensemble des opérations de mises en œuvre de ces anodes est un facteur qui influence leur qualité.

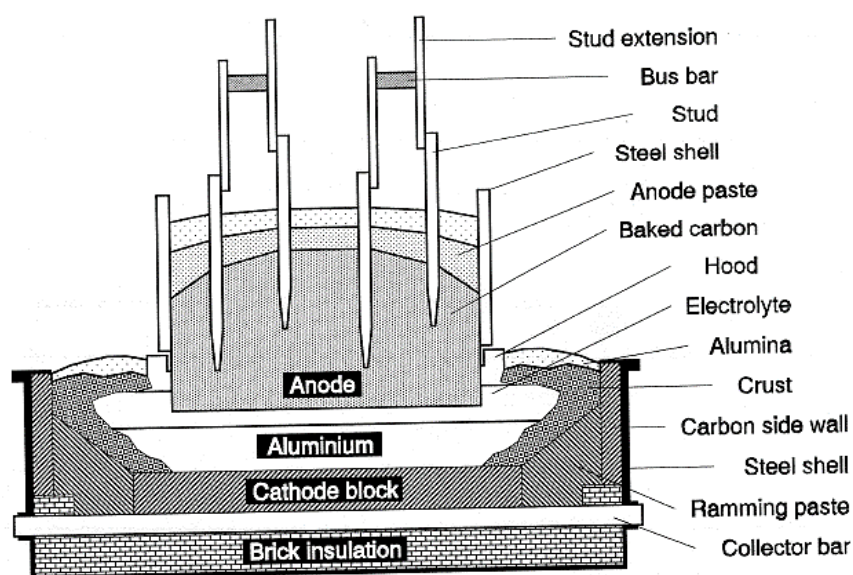


Figure 1-1 : Schéma d'une cellule d'électrolyse industrielle Söderberg à goujons verticaux [5]

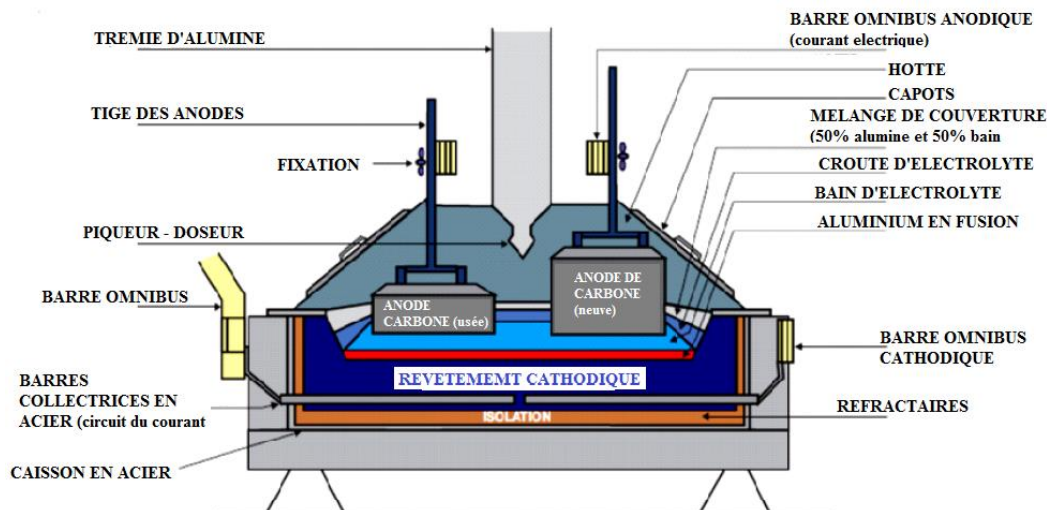


Figure 1-2 : Schéma d'une cuve d'électrolyse à anodes précurées [9]

### 1.1.2 Matières premières : le brai, le coke et les matières recyclées

La production de l'aluminium requiert de l'alumine, du carbone fourni par les anodes et du courant électrique. Dans cette partie, nous aborderons seulement les anodes en carbone; l'alumine ayant déjà été discutée dans le point précédent. Les matières premières, principalement le brai et le coke, représentent environ 50% du coût total de la production des anodes qui elles-mêmes coûtent entre 15% et 17% du coût de production de l'aluminium [7, 10]. Il est donc clair que la qualité du brai et du coke influence le coût des opérations de production tout comme leur consommation dans la cuve d'électrolyse.

#### 1.1.2.1 Brai

Le brai de houille constitue l'élément liant dans la fabrication des anodes en carbone. C'est lui qui permet d'une part de créer un lien solide (fort) entre le coke, les mégots et les



particules d'anodes (crues et cuites) recyclées. D'autre part il permet le remplissage des pores localisés dans les particules de coke. Ainsi, il favorise l'accroissement de la densité des anodes et contribue à la baisse de leur résistance au passage du courant électrique.

Le brai utilisé pour la production des anodes dérive du goudron de houille qui est un sous-produit de la carbonisation à haute température du charbon bitumineux servant à faire du coke métallurgique. En réalité, il correspond au résidu après la distillation sous vide du produit venant de la distillation atmosphérique (brai à bas point de ramollissement). Cette dernière opération permet d'extraire environ la moitié des matières volatiles [5]. La Figure 1-3 résume les différentes étapes d'obtention de ce brai recueilli au bas de la colonne de distillation sous vide. Comme on peut le voir sur la Figure 1-3, le four à coke est alimenté en charbon qui produit un condensat (goudron de houille) des produits volatilisés. C'est ce dernier qui subira les transformations comme détaillées précédemment.

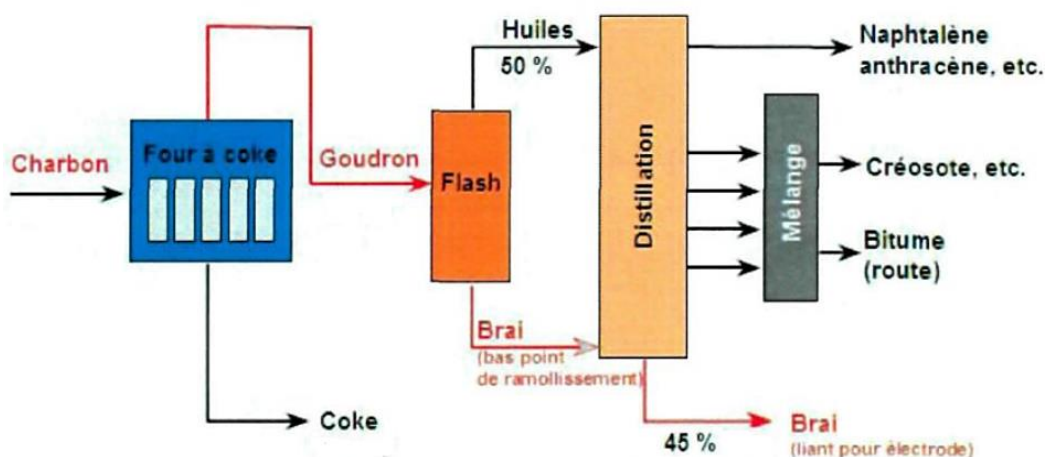


Figure 1-3 : Production du brai – adaptation à partir de [11]

Afin de garantir son rôle de bon liant dans les anodes, certaines propriétés sont recherchées dans le brai. Ces principales propriétés sont [7, 12, 13] :

- une meilleure adhérence / liaison aux particules d'agréats,
- des caractéristiques de mouillabilité satisfaisante,
- une valeur élevée de cokéfaction aboutissant à une forte structure de coke,
- un coût relativement faible et une disponibilité en grande quantité,
- une teneur relativement faible en soufre et en cendre,
- une émission en douceur (non brusque) des matières volatiles dans la plage de température de cuisson des anodes,
- formation d'une matrice de liaison résistante à l'oxydation.

On note au passage que le mode d'émission des matières volatiles dépend des conditions de cuisson des anodes. Le Tableau 1-2 résume les propriétés qui caractérisent la qualité d'un brai. On peut retrouver également des descriptions détaillées et des commentaires sur les composants du tableau à partir de ces références [2, 7]. Néanmoins, certaines propriétés seront abordées dans ce document. Il faut souligner que la composition finale et les propriétés finales sont liées aux conditions d'élaboration et aux propriétés du goudron de charbon d'origine [2, 7].

Le brai servant de liant, il doit avoir de bonne mouillabilité afin de bien imprégner et adhérer toutes les surfaces du coke ainsi que celles des autres agrégats. Cette propriété est définie par l'angle de contact ou angle de mouillage. Plus la valeur est faible de l'angle, plus on a un meilleur mouillage [2]. Par ailleurs la valeur de cokéfaction est une propriété

qui influence les propriétés de l'anode. Elle représente la quantité (de carbone) qui reste après que le brai ait été traité à haute température; généralement pendant la cuisson. L'anode étant la source de carbone pendant l'électrolyse, plus la valeur de cokéfaction est grande, plus on a de carbone qui reste et les propriétés de l'anode s'améliorent [5]. En effet, une forte valeur souligne la faible perte de matières volatiles dans le four [2]. L'obtention des anodes de densité élevée passe par l'emploi de brai plus dense. Le brai de houille utilisé dans la production de l'aluminium a une densité plus grande due à son ratio carbone-hydrogène qui est de 1,8 contrairement à celui du brai de pétrole qui est de 1,4. En effet, la densité réelle du brai est directement liée au contenu en hydrocarbures aromatiques. Plus le ratio est grand, plus la densité est élevée et ce liant contient plus de résine contribuant à la formation de carbone [5].

Tableau 1-2 : Propriétés du brai [2]

Propriétés	Méthode de mesure	Unités	Intervalle
Contenu en eau	ISO 5939	%	0,0-0,2
Distillation 0-270°C	AKK 109	%	0,1-0,6
Distillation 0-360 °C	AKK 109	%	3-8
Point de ramollissement (Mettler)	ASTM D3104-87	°C	110-115
Viscosité à 140 °C	ASTM D4402-87	cP	3 000-12 000
Viscosité à 160 °C	ASTM D4402-87	cP	1 000-2 000
Viscosité à 180 °C	ASTM D4402-87	cP	200-500
Densité dans l'eau	ISO 6999	kg/dm <sup>3</sup>	1,30-1,33
Valeur de cokéfaction	ISO 6998	%	56-60
Insolubles dans la quinoléine	ISO 6791	%	7-15
Insolubles dans le toluène	ISO 6376	%	26-34
Contenu en cendres	DIN 51903	%	0,1-0,2
Éléments S	ISO 12980	%	0,3-0,6
Na	ISO 12980	ppm	10-400
K	ISO 12980	ppm	10-50
Mg	ISO 12980	ppm	5-30
Ca	ISO 12980	ppm	20-80
Cl	ISO 12980	ppm	100-300
Al	ISO 12980	ppm	50-200
Si	ISO 12980	ppm	50-200
Fe	ISO 12980	ppm	50-300
Zn	ISO 12980	ppm	100-500
Pb	ISO 12980	ppm	100-300

### 1.1.2.2 Coke

Le coke calciné représente l'agent de remplissage dans les anodes et constitue la principale source de carbone. C'est un mélange d'hydrocarbures lourds et de charbon constitué de 88-95% de carbone, 3-4% d'hydrogène, 1 à 2% d'azote, 0,58-6% de soufre et 1-7% d'oxygène, chimiquement stable et inerte dans des conditions normales [14]. En effet, une anode est généralement composée de 55-65% de coke calciné, de 13-15% de brai et de 20-35% de matières recyclées [15]. Le coke est utilisé sous forme de particules avec différentes fractions de taille (granulométrie) pour former la matrice solide avec le brai.

Le coke calciné utilisé dans la production des anodes est obtenu par calcination (1150-1350°C) du coke vert produit par décomposition thermique et polymérisation du résidu de la distillation du pétrole brut [14, 16]. La Figure 1-4 présente un schéma simplifié du procédé d'obtention du coke vert. Les propriétés finales du coke dépendent du brut utilisé et du procédé d'obtention. Elles ont un impact significatif sur les propriétés des anodes. Le Tableau 1-3 présente les propriétés typiques du coke et une description détaillée ainsi que des commentaires ont été faits par Hulse [7] et par Charette et al.[2].

On distingue deux (2) types de coke selon la technologie de cokéfaction (différé et lit fluidisé) [2, 16] et trois (3) types de coke selon l'origine (résidus aromatiques, résidus aliphatiques et résidus paraffiniques) [14, 16]. Le coke obtenu à partir de résidus aromatiques à une texture anisotropique et est nommé coke aiguille (needle coke). Celui

prépare à base de résidu aliphatique forme une texture isotropique et est connu sous le nom de coke isotropique. Quant aux résidus paraffiniques, il en résulte un coke spongieux (sponge coke) qui représente le meilleur coke pour la production des anodes. Cependant, le mélange du coke isotropique et anisotropique est de plus en plus utilisé dans le but de bénéficier de l'avantage des caractéristiques de chacun d'eux [14]. Par ailleurs le coke est classé selon sa teneur en soufre. Ainsi on a le coke bas soufre, le coke haut soufre et le coke à taux de soufre normal [17]. Le coke obtenu par cokéfaction différée est à 90% utilisé dans les industries.

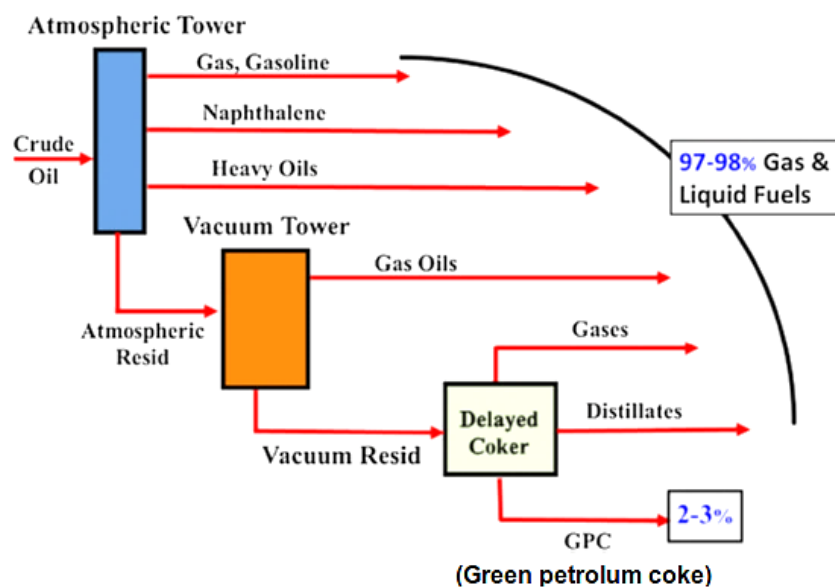


Figure 1-4 : Schéma simplifié du procédé d'obtention du coke par cokéfaction différée [15]

Le coke vert doit être calciné avant de servir dans la production des anodes. La calcination est un traitement thermique durant lequel le coke vert est chauffé à une température spécifique afin de réduire l'humidité, d'extraire le maximum de matières volatiles et de produire un coke ayant une densité réelle désirée, une haute pureté chimique, de bonnes propriétés physiques, une bonne conductivité électrique, une porosité minimale et une réactivité faible [18-20]. Elle se produit entre 1200-1400°C et le temps varie selon le type de coke et la technologie utilisée.

Selon la majorité des ouvrages, on distingue deux types de systèmes de calcination: les fours et les fours à sole tournante [5, 7]. Il existe un troisième type, les calcinateurs verticaux, mentionnés par Charette et al.[2, 15]. Les fours tubulaires rotatifs sont les plus utilisés à travers le monde tandis que les fours verticaux ne sont populaires qu'en chine [21]. Dans les fours rotatifs, le tube est incliné ( $2^{\circ}$ -  $4^{\circ}$ ) et animé d'un mouvement de rotation. Ce qui permet au coke de se déplacer pendant qu'il est chauffé lentement grâce aux brûleurs installés en amont [15]. Le refroidissement se fait à la sortie. Ces fours ont un haut rendement et une large capacité [21]. Dans les fours à sole tournante, les particules suivent un chemin guidé par des râbles à mesure qu'ils s'approchent du centre. Elles tombent dans un four à ré cuisson pour permettre une densification [2, 15]. Quant aux calcinateurs verticaux, ce sont essentiellement des fours de section rectangulaire dans lesquels les particules de coke sont alimentées par le dessus. Elles sont chauffées lors de leur descente vers le bas [15]. Des images de ces technologies sont en annexe 1.

Tableau 1-3 : Propriétés du coke [2]

Propriétés	Méthode de mesure	Unités	Intervalle
Contenu en eau	DIN 51904	%	0,0-0,2
Contenu en huile	ISO 8723	%	0,10-0,30
Facteur de formation de poussière	RDC177	%	0,001-0,002
Granulométrie > 8 mm	ISO 2325	%	10-20
8-4 mm	ISO 2325	%	15-25
4-2 mm	ISO 2325	%	15-25
2-1 mm	ISO 2325	%	10-20
1-0,5 mm	ISO 2325	%	5-15
0,5-0,25 mm	ISO 2325	%	5-15
<0,25 mm	ISO 2325	kg/dm <sup>3</sup>	2-8
Densité apparente tassée 8-4 mm	ISO DIS 10236	kg/dm <sup>3</sup>	0,64-0,70
4-2 mm	ISO DIS 10236	kg/dm <sup>3</sup>	0,73-79
2-1 mm	ISO DIS 10236	kg/dm <sup>3</sup>	0,80-0,86
1-0,5 mm	ISO DIS 10236	kg/dm <sup>3</sup>	0,86-0,92
0,5-0,25 mm	ISO DIS 10236	kg/dm <sup>3</sup>	0,88-0,93
Densité apparente moyenne	-	kg/dm <sup>3</sup>	0,78-0,84
stabilité des grains	ISO DIS 10142	%	75-90
Densité dans le xylène	ISO 8004	kg/dm <sup>3</sup>	2,05-2,10
Résistance électrique spécifique	ISO DIS 10143	μΩm	460-540
Réactivité du CO <sub>2</sub> (1000 °C)	ISO N 802	%	3-15
Réactivité à l'air à 525 °C	ISO N 803	%/min	0,05-0,3
Longueur cristalline (L <sub>c</sub> )	-	Å	25-32
Contenu en cendres	ISO 8005	%	0,10-0,20
Éléments S	ISO N 837	%	0,5-3,5
V	ISO N 837	ppm	30-350
Ni	ISO N 837	ppm	50-220
Si	ISO N 837	ppm	50-250
Fe	ISO N 837	ppm	50-400
Al	ISO N 837	ppm	50-250
Na	ISO N 837	ppm	30-120
Ca	ISO N 837	ppm	20-100
Mg	ISO N 837	ppm	10-30



### 1.1.2.3 Matières recyclées

Elles constituent avec le coke calciné l'agrégat sec pour la production des anodes. Les matières recyclées sont composées de mégots recyclés, des anodes crues et cuites recyclées. Après l'atteinte de leur cycle dans la cuve qui est d'environ 25 jours dans les usines modernes [22], la partie non consommée des anodes nommée « mégot » est nettoyée puis broyée suivant une granulométrie. De même, les anodes crues et cuites qui ne respectent pas les standards de l'usine sont broyées, mélangées avec les mégots broyés et les particules de coke pour former l'agrégat sec.

L'usage de mégots de bonne qualité améliore la qualité des anodes et influence leur comportement dans la cellule d'électrolyse [5, 23]. Ceci est relié aux propriétés physiques, chimiques et mécaniques des mégots. Par exemple, plus la quantité de mégots augmente, plus est l'augmentation de la densité apparente de l'anode [24, 25]. Cependant un taux trop élevé de mégots peut favoriser les réactions au  $\text{CO}_2$  et à l'air. Les mégots constituent une source de contaminants (sodium, vanadium, calcium, fer, etc.) [26-29]. De plus, les mégots procurent aux anodes de bonnes caractéristiques mécaniques telles la résistance à la compression et la résistance à la flexion. La qualité des mégots dépend des propriétés de l'anode d'origine. Les anodes cuites recyclées ont presque les mêmes apports que les mégots en raison de leurs propriétés qui ont changé pendant leur cuisson en leur procurant de bonnes caractéristiques mécaniques. Quant aux anodes crues, elles sont comparables au nouveau coke et du nouveau brai dans la recette (pas encore subies de transformation dans leur structure).

### **1.1.3 Étapes de fabrication des anodes**

La fabrication des anodes en carbone utilisées comme électrodes (technologie des anodes précuites) dans la production de l'aluminium peut être résumée suivant quatre étapes [5].

#### **1.1.3.1 Préparation de la pâte d'anode**

Le coke calciné, les rejets d'anodes crues et cuites, les mégots recyclés sont broyés et mélangés suivant différentes granulométries des particules. Cet agrégat est préchauffé puis mélangé avec du brai liquide afin d'obtenir la pâte. Il existe différents types de technologie pour le broyage des particules, le préchauffage des agrégats et le malaxage de l'ensemble agrégats et brai liquide [7].

#### **1.1.3.2 La compaction**

La pâte d'anode obtenue précédemment est compactée à l'aide d'un vibrocompacteur ou d'une presse. On obtient ainsi des anodes crues qui sont ensuite refroidies. Il existe trois types de refroidissement utilisés: le bain d'eau, la douche d'eau et l'air [30]. Notons qu'il est possible de faire une combinaison de deux de ces techniques. Les anodes cuites sont contrôlées avant d'être acheminées à l'étape suivante. Celles qui ne respecteront pas les critères serviront de matières recyclées.

### 1.1.3.3 La cuisson

Les blocs d'anode crue obtenus sont cuits dans des fours pendant un nombre de jours qui varie selon les usines. Cette durée varie entre 240 et 300 heures [31] et est fonction du taux de chauffage. Il existe deux types de fours de cuisson utilisés dans l'industrie : les fours verticaux aussi appelés à toit fermé ou *Riedhammer* et les fours horizontaux aussi appelés à toit ouvert [2, 32]. La différence fondamentale réside dans la manière d'écoulement des gaz chauds à l'extérieur des puits. En outre, les fours horizontaux sont les plus utilisés en raison de leur capacité de production, de la qualité des anodes et surtout du coût d'investissement [5]. Par ailleurs, l'étape de cuisson est de loin la plus coûteuse des étapes de la fabrication des anodes [31, 33] et peut atteindre jusqu'à 60% du coût total de production des anodes [34]. Les anodes cuites doivent répondre à des propriétés avant d'être utilisées dans les cuves d'électrolyse sinon elles serviront de rejets.

### 1.1.3.4 Le scellement

À cette dernière étape, les anodes cuites sont reliées à une tige en aluminium dont les extrémités sont en acier. La fonte est utilisée comme élément de liaison entre la tige (bout en acier) et les anodes. La fonte est un alliage de fer riche de 2,1 à 6,67 % de carbone (6,67 % étant le maximum); c'est donc l'élément idéal pour une telle liaison. De plus, une composition optimale de la fonte a été démontrée par plusieurs études afin de réduire les problèmes créés lors de la liaison entre la tige, la fonte et l'anode [35, 36]. On obtient des ensembles anodiques prêts pour les cuves.

La Figure 1-5 illustre les quatre étapes décrites précédemment.

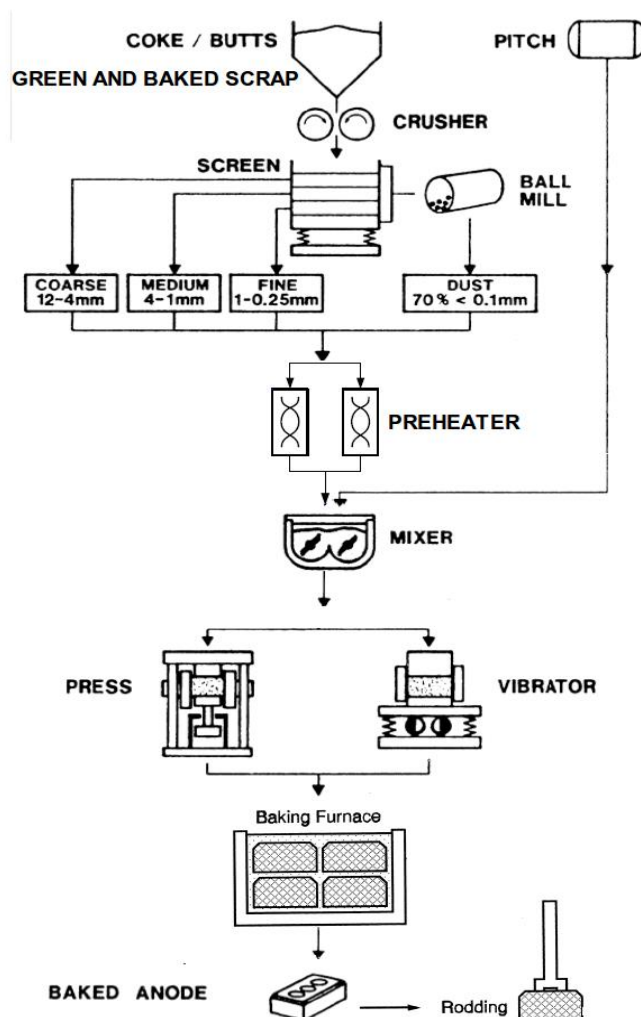


Figure 1-5 : Schéma simplifié des étapes de la fabrication des anodes précuites ;  
modification à partir de [5] et [37]

## 1.2 Problématique

La qualité des anodes en carbone relevant d'une grande importance liée aux volets économique et environnemental, plusieurs paramètres ou étapes qui affectent leurs propriétés ont fait l'objet d'étude et d'optimisation [38, 39]. En effet, des études soulignent qu'environ 70% des dysfonctionnements des cuves sont causés par une mauvaise qualité des anodes [40-42].

Bien que la densité apparente de l'anode crue représente l'un des critères principaux de contrôle, des investigations ont montré que le temps de compaction influence les propriétés des anodes, car il a un impact significatif sur leurs propriétés [7, 43]. En effet un temps court entraîne la sous-compaction et contribue à la diminution de la densité de l'anode. De même, un temps long provoque le phénomène de sur-compaction [44]. Ce qui diminue le rendement de la réduction de l'alumine. Cette situation est reliée à un temps de compaction inadéquat et non optimal, puisqu'il est fixe. Ce qui ne répond pas nécessairement aux variations de certains paramètres de la pâte. De plus, la non-homogénéité dans la pâte d'anode contribue également à la détérioration de la qualité. Il y a donc un besoin de déterminer le temps optimal de compaction afin d'éviter la sous-compaction ou la sur-compaction.

La sur-compaction entraîne une augmentation des fissures et de contraintes à l'intérieur de l'anode; ce qui, à la cuisson, causera des rejets et une haute résistivité électrique. Comme on peut le voir sur la Figure 1-6, l'étape de formage fait partie des facteurs qui

gènèrent beaucoup de fissures de type horizontal dans les anodes, dû probablement aux différents paramètres de la machine tels que la force de vibration, la fréquence de vibration et le temps de compaction. De même, une sous-compaction entraîne une faible densité créant la formation de charbonnaille en cuves et une haute résistivité. En outre, la sous-compaction entraîne une hausse de la consommation de carbone par tonnes d'aluminium correspondant à une forte émission de gaz à effet de serre, et, surtout l'augmentation du coût de production. Ainsi, optimiser l'étape de formage des anodes crues surtout la maîtrise du temps de compaction peut s'avérer prometteur dans la recherche des actions correctives.

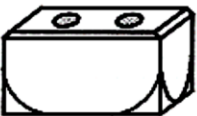


Influencing factors	Corner cracks	Vertical cracks	Horizontal crack
			
Raw material	++	+	+
Recipe	++	+	•
Mixing	+	+	•
Forming	+	+	++
Baking	•	++	•
Rodding	•	++	•
Thermal shock	+++	++	+

Figure 1-6 : Facteurs générateurs de fissures dans les anodes [5]

### **1.3 Objectifs**

Le but de ce projet est de développer un outil de contrôle en temps réel du temps de compaction en se servant du son généré par le vibrocompacteur pendant le formage des anodes crues. Ce qui permettra de bien maîtriser ce paramètre et surtout d'améliorer les propriétés recherchées dans les anodes. L'atteinte de cet objectif passe par les étapes spécifiques suivantes :

- mise en place (création) de l'outil d'analyse,
- détection du temps optimal pour différentes pâtes d'anode (différents paramètres),
- définition des critères de fin de compaction,
- évaluation avec des tests à l'usine,
- validation de l'outil avec les résultats de l'évaluation.

Cette investigation permettra entre autres de comprendre certains phénomènes jusque-là inconnus, qui se produisent du passage de la pâte anodique au bloc d'anode.

### **1.4 Méthodologie**

La méthodologie consiste de 3 étapes principales : 1. Recherche bibliographique; 2. Développement du système expérimental et du logiciel, de plus, la réalisation des expériences; 3. Analyse des résultats.

Une recherche bibliographique est faite afin d'approfondir nos connaissances sur le sujet. Il s'agit principalement d'étudier des technologies de formage des anodes, de la description du vibrocompacteur, des paramètres clés du vibrocompacteur et leurs impacts sur les propriétés des anodes. Enfin, certaines applications du son dans divers domaines ont été présentées.

Dans la deuxième étape, le développement de l'application du son a été effectué en choisissant les outils de mesures, en déterminant les paramètres pour les mesures (au laboratoire à l'UQAC et à l'usine) et en réalisant les travaux au laboratoire et à l'usine. Ces travaux permettent d'étudier l'effet de certains paramètres (taux de brai, type de coke, variation de la pression des ballons, etc.) sur la détermination du temps optimal de compaction. De même les critères de fin de compaction sont définis grâce aux travaux réalisés à l'usine et au laboratoire. En outre, ces travaux regroupent les phases de validation de l'outil qui est développé.

En troisième étape, la synthèse des résultats obtenus permet de tirer les conclusions de l'étude et de mettre l'accent sur les améliorations à apporter à l'outil qui est développé.

## **1.5 Originalité du projet**

Beaucoup d'études menées pour l'optimisation des paramètres de formage des anodes se résument à la vérification de la densité. Ainsi, certaines études consistent à augmenter ces paramètres jusqu'à l'atteinte de certaines propriétés désirées bien que cela ne garantit pas une amélioration générale des autres propriétés. De plus, ces méthodes, qui sont faites



par contact (méthode vibratoire), ne sont pas automatisées et souvent combinent des paramètres. C'est le cas de l'optimisation du temps de compaction qui a une influence sur les propriétés des anodes [7, 43]. En outre, il existe peu de travaux sur ce paramètre.

Cette présente étude offre le contrôle du temps de compaction des anodes crues de façon automatique. Ce qui permettra un gain sur le temps de production en évitant que les anodes soient cuites alors qu'elles n'étaient pas de bonne qualité. Ceci représente une économie en énergie. Le point fort de ce travail réside dans la méthode acoustique qui a été utilisée pour arriver à cette fin. C'est une méthode qui jusque-là n'a jamais été utilisée dans le domaine de fabrication des anodes. Loin d'être une percée majeure, ce transfert de technique pourra apporter un plus dans la quête de l'amélioration des anodes et une optimisation du procédé.

## **1.6 Contenu du mémoire**

Ce mémoire est structuré suivant six chapitres.

Le premier chapitre permet de faire une incursion dans le domaine de la production de l'aluminium primaire. Des détails sur le procédé ainsi que sur les matières premières nécessaires sont donnés. Par la suite, les motivations qui ont suscité cette étude, les objectifs à atteindre et l'apport de ce travail sont présentés.

Le deuxième chapitre est consacré à la recherche bibliographique. Il est réparti en quatre sections. La première rend compte des détails sur les technologies pour le formage des anodes. La deuxième section est réservée à l'étude du vibrocompacteur qui est au centre de

ce projet. La troisième est consacrée aux paramètres clés du vibrocompacteur et leur effet sur les anodes. Enfin, la quatrième section aborde le son et ses multiples applications.

Le troisième chapitre rend compte de la méthodologie adoptée dans ce travail. Le choix des outils et des montages utilisés est présenté dans ce chapitre. Par la suite, les séries de tests au laboratoire et les différentes campagnes à l'usine sont détaillées. Des précisions sur les différentes configurations pour les tests et les mesures sont également mentionnées. La validation de la méthode est abordée dans ce chapitre. En outre, le développement de l'application informatique d'analyse de son est abordé.

Le quatrième chapitre traite du système expérimental. Il s'agit de l'outil qui est à mettre en place. Son principe de fonctionnement est expliqué de prime abord, suivi des études paramétriques et de l'automatisation de l'outil. Par la suite, certaines améliorations comme celle de l'interface sont présentées. Ce chapitre est clôturé par la synthèse des difficultés majeures rencontrées pendant l'amélioration de l'outil.

Le cinquième chapitre présente les résultats de l'étude. Ces derniers sont repartis en deux parties: ceux de l'usine et ceux du laboratoire. Dans ce chapitre, on retrouve également les résultats de la validation de la méthode développée. Cette validation permettra de connaître les points à améliorer dans l'outil développé afin d'être plus performant.

Enfin, le sixième et dernier chapitre regroupe les conclusions et les recommandations des travaux futurs.

## **CHAPITRE 2**

### **REVUE DE LA LITTÉRATURE**

#### **2.1 Introduction**

Afin d'apprendre davantage sur le sujet, une recherche bibliographique est nécessaire. Cette recherche est répartie en quatre parties principales. La première passe en revue les technologies (presse et vibrocompacteur) utilisées pour le formage des blocs anodiques. Une étude comparative est faite entre ces technologies en présentant les points forts et les limites de chacune d'elle. De même, leur évolution au fil du temps est abordée. Par la suite, la deuxième partie est focalisée sur le vibrocompacteur. Le fonctionnement, les différents types et les organes puis les paramètres clés sont présentés. Dans la troisième partie, les impacts des paramètres clés de façon générale sur les propriétés des anodes sont présentés; spécifiquement ceux du temps de compaction. Quant à la quatrième partie, elle résulte de l'exploration des applications du son que l'on peut rencontrer dans divers domaines et ayant des traits communs à notre cas.

## 2.2 Technologies de formage des anodes crues

Le formage des anodes crues peut se faire à l'aide d'une presse hydraulique ou d'un vibrocompacteur. La première machine est la plus ancienne et la seconde a fait son apparition plus tard en raison de la demande d'anodes de plus grandes dimensions [2, 5, 45, 46]. Ces deux systèmes présentent chacun des avantages et des inconvénients [7] sur la qualité des anodes et sur le coût de production.

La presse hydraulique a un grand rendement, car le cycle de formage requiert un temps faible et sa maintenance est peu coûteuse. En outre, le système ne nécessite qu'un minimum de refroidissement (qui est obligatoire) de la pâte d'anode avant le formage [7, 45]. Par ailleurs des essais d'améliorations continuent d'être apportés à cette vieille technologie telle que l'usage du vide pendant l'opération de compaction. Par ailleurs, d'autres tentatives ont consisté à un formage et une cuisson simultanée dans la presse. En 1980, une équipe américaine met en place un système permettant l'exécution de ces deux opérations en une seule étape. La brique de carbone obtenue présentait de meilleures propriétés [40]. Plus tard en 1990 et 2000, Feng et al. [47] ont utilisé la même technologie. Ils ont obtenu des anodes avec des densités atteignant  $1,71 \text{ g/cm}^3$ , de meilleures propriétés électriques et mécaniques. Cependant la méthode était trop énergivore en plus du coût de la technologie; ce qui a conduit à la non-adoption de cette invention au plan industrielle. Afin de corriger la haute consommation énergétique, d'autres essais ont été mis en place [40, 48]. Dans ces nouvelles méthodes, la phase de cuisson a été retirée. Il s'agit donc de produire des anodes crues à haute température avec une pression élevée. Bien que cette

technologie reste encore à l'échelle de laboratoire, elle donne des anodes crues ayant des densités élevées et de faible porosité. En outre, elle facilite la pénétration du brai dans les pores du coke grâce au passage d'un courant de faible intensité pendant l'opération de compaction. Ce qui peut contribuer plus tard à réduire la consommation des anodes pendant l'électrolyse [40]. La Figure 2-1 présente une photo d'une presse hydraulique industrielle avec les dispositions nécessaires à son fonctionnement.

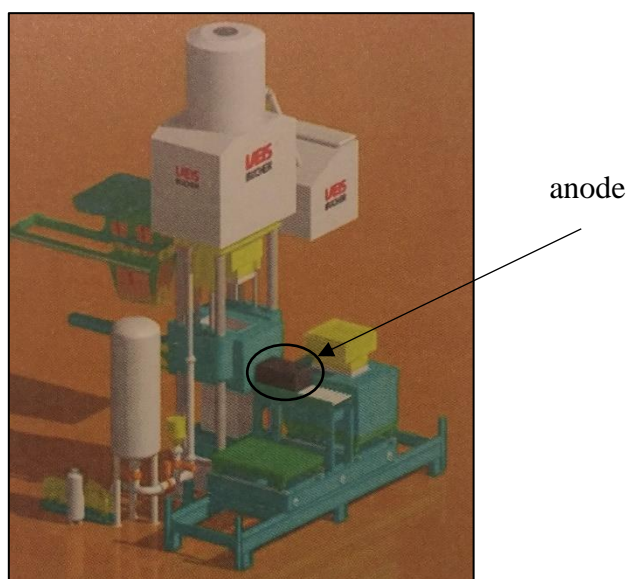


Figure 2-1 : Presse hydraulique industrielle [32]

Quant au vibrocompacteur, il permet le formage des anodes à température relativement élevée par rapport à la presse hydraulique, procure à l'anode une meilleure résistivité électrique et permet la fabrication d'anodes de grandes dimensions [2, 7, 45]. On obtient ainsi des anodes de bonne densité avec un module de compression élevé et une bonne résistance électrique spécifique tandis que celles obtenues par presse hydraulique ont une perméabilité à l'air faible. De plus, l'usage du vide avant le formage réduit la formation de

fissure et augmente la densité des anodes. Toutefois, le coût de maintenance élevé du vibrocompacteur et son temps de cycle plus long que celui de la presse constituent ses principaux défauts [2, 7, 45]. Le Tableau 2-1 résume les différences dans les propriétés des anodes formées par vibrocompaction et par la presse. On peut constater que les anodes vibrées présentent de meilleures propriétés que celles pressées.

Tableau 2-1 : Comparaison des propriétés des anodes vibrées et les anodes pressées [7]

Propriétés	Unités	Anodes pressées	Anodes vibrées
Densité apparente crue	g/cm <sup>3</sup>	1,615	1,620
Densité apparente cuite	g/cm <sup>3</sup>	1,565	1,572
Résistivité électrique	μΩ.m	59	55
Résistance à la flexion	MPa	9	11
Résistance à la compression	MPa	40	43
Perméabilité à l'air	nPm	0,90	1,28

La tendance des entreprises modernes est d'utiliser des anodes de grandes dimensions, c'est pourquoi de nos jours, les vibrocompacteurs tendent à remplacer les presses. Vu que notre étude sera portée sur le vibrocompacteur, une description de ladite machine est nécessaire pour une meilleure compréhension du sujet.

### 2.3 Description du vibrocompacteur

La machine étudiée dans le cadre du projet est un compacteur vibrant à table coulissant. Des études comparatives entre cette présente machine et la presse sont présentées en annexe 2. En effet, le formage des anodes par vibrocompaction permet un bon mélange du matériel, produit un bloc anodique bien compacté et surtout tend à éliminer les bulles d'air

dans les blocs d'anodes [8]. De plus, des études montrent que la consommation des anodes formées par vibrocompaction diminue dans la cuve d'électrolyse de 2,8% [49].

L'unité vibrante (table + moule) repose sur une construction coulissante et la table vibrante repose sur un système d'isolation vibratoire. Les isolateurs vibratoires ont évolué au fil du temps et on peut distinguer trois types: les ressorts en acier, les blocs de caoutchouc rigide et les coussins d'air comprimé en caoutchouc gonflables. De nos jours, les coussins d'air sont les plus utilisés en raison des avantages qu'ils offrent [50]. La Figure 2-2 présente les trois types d'isolateurs.

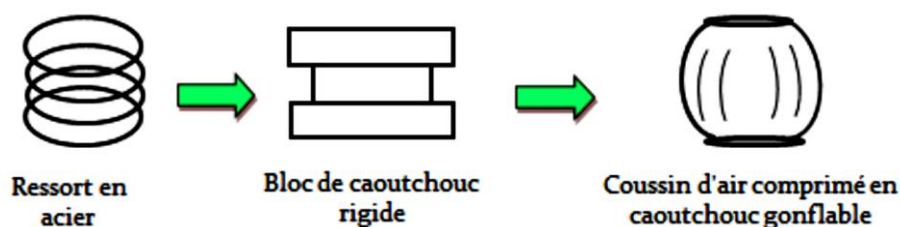


Figure 2-2 : Isolateurs vibratoires [50]

Ce système (isolation vibratoire) amène par levage la table vibrante en position de vibration et par abaissement en position coulissante. Le cadre coulissant avec la table vibrante et le moule de l'anode se déplacent en position de remplissage et de vibration. Deux unités à balourd à mouvement opposé montées sous la table vibrante servent d'excitateurs de vibrations [5, 44]. Les unités à cardan sont raccordées de l'extérieur à l'entraînement par des arbres à cardan. L'entraînement est assuré par un moteur électrique. Les unités de balourds tournent dans le sens opposé de sorte que les forces de déséquilibre

s'exerçant dans le sens horizontal se neutralisent alors qu'elles s'ajoutent dans le sens vertical [5, 7]. À cet ensemble, il faut ajouter le couvercle qui se trouve au-dessus et qui comprend un système de charge aidant à compacter la pâte d'anode. À ce couvercle, est raccordé un système de vacuum qui crée le vide pendant la compaction. L'utilisation d'un tel système augmente la densité apparente de  $0,02 \text{ g/cm}^3$  avant la cuisson et de  $0,015 \text{ g/cm}^3$  après la cuisson. En plus de cela, la porosité est également améliorée [50, 51]. La Figure 2-3 présente la vue en coupe d'un compacteur avec ses composants principaux. Cette figure ne présente pas le cadre coulissant ni le moteur électrique, mais on peut observer le tube permettant de relier la machine à la pompe à vide. On retrouve à cette référence [52] une démonstration en 3D du fonctionnement du vibrocompacteur par le fabricant Outotec de l'entrée de la pâte d'anode jusqu'à la sortie du bloc d'anode.

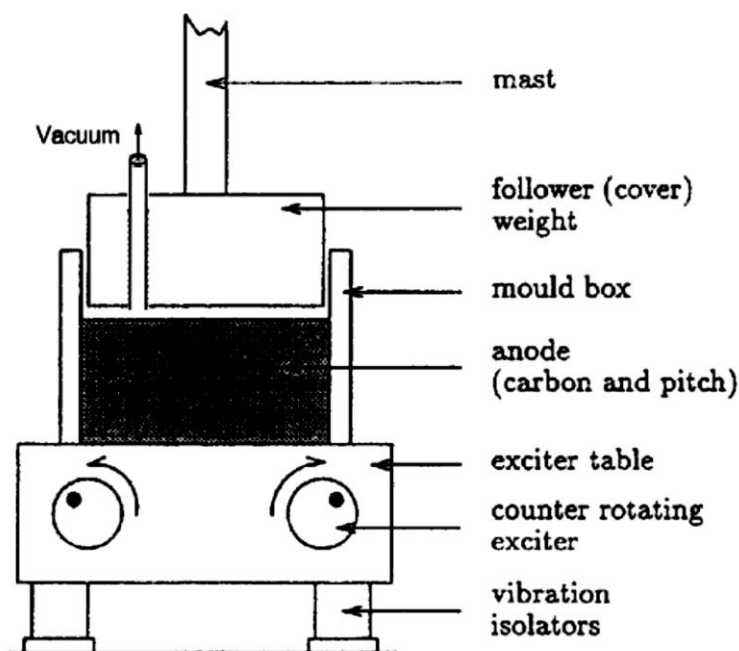


Figure 2-3 : Schéma simplifié d'un vibrocompacteur [8]



On distingue plusieurs types de vibrocompacteurs avec diverses dispositions disponibles. Ainsi, on retrouve des compacteurs à une simple, deux unité(s) ou des systèmes tournants à trois étages permettant le formage simultané de plusieurs anodes d'un coup [7, 50]. Les Figure 2-4 et Figure 2-5 présentent respectivement des modèles de vibrocompacteurs à simple unité et à systèmes tournants. Comme on peut le voir sur la Figure 2-5, les unités pivotent autour d'une colonne fixe et sont remplies chacune à la suite de l'autre avec de la pâte anodique. D'autres modèles de vibrocompacteur sont présentés en annexe 3.

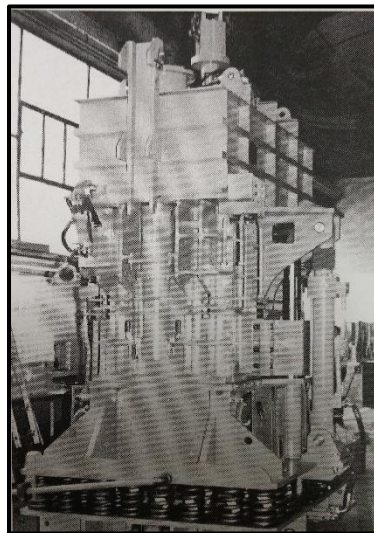


Figure 2-4 : Vibrocompacteur à simple unité [7]

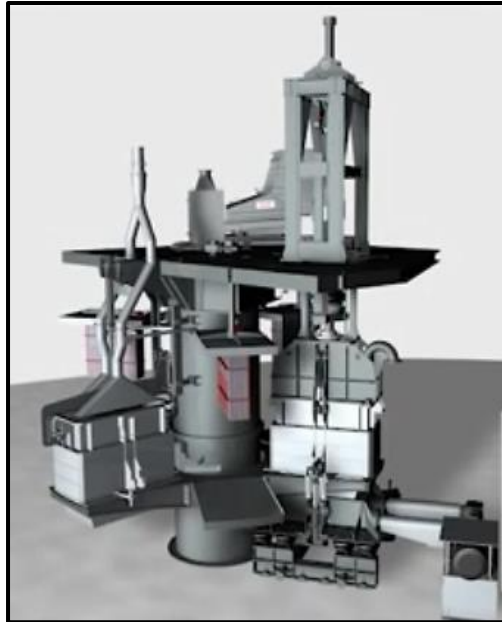


Figure 2-5 : Vibrocompacteur à tables tournantes [52]

## **2.4 Les paramètres clés du vibrocompacteur et leurs impacts sur la qualité des anodes**

La qualité des anodes crues est sujette aux propriétés de la pâte et des paramètres de la machine. En effet, la force de compaction, la fréquence de vibration et le temps de compaction sont les paramètres clés qui peuvent être ajustés pour changer le degré de vibration [7]; donc d’agir sur les propriétés des anodes. On retrouve dans la littérature des travaux qui couvrent les impacts de ces paramètres sur les propriétés des anodes. Dans la suite, le temps de compaction sera discuté plus en détail vu qu’elle est au centre du projet. Néanmoins, les deux autres seront parcourus brièvement.

### 2.4.1 La force de vibration

La force de vibration est la conjugaison de la force d'excitation, de la charge morte et de la pression de charges des ballons du haut. La charge morte représente tout le contrepoids mort qui est appliqué par-dessus l'anode lors de la vibrocompaction excluant la pression des ballons de charge. La force d'excitation est la force générée par le balourd. Ainsi, évoquer l'impact de la force de vibration revient à mentionner les impacts de chacune de ses composantes.

En général, les propriétés mécaniques et la densité croissent proportionnellement avec la force de vibration tandis que la résistivité est inversement proportionnelle avec la force de vibration. En diminuant le déplacement de l'excentricité de 1 mm par rapport au déplacement standard, Rebaïne [50] a montré que les résistances en flexion et en compression, le module de Young et la densité apparente ont baissé. Cependant la résistivité a augmenté. Ce qui est tout à fait normal. Ce même constat avait déjà été fait par Sandvik et al. [53] comme on peut le voir sur la Figure 2-6 où la densité croît avec l'augmentation de la force de vibration. Il y a aussi l'angle des contrepoids qui modifie la force de vibration. Sa diminution fait augmenter la force de vibration et augmenter par conséquent la densité des anodes crues [7]. La Figure 2-7 montre la tendance de la densité en fonction de l'angle d'excentricité. Rappelons que dans les systèmes vibratoires, le fait de modifier l'excentricité agit sur la force générée.

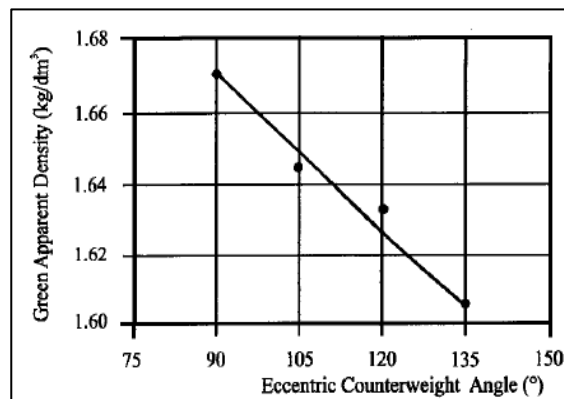


Figure 2-6 : Évolution de la densité apparente en fonction de l'angle du contrepoids [7]

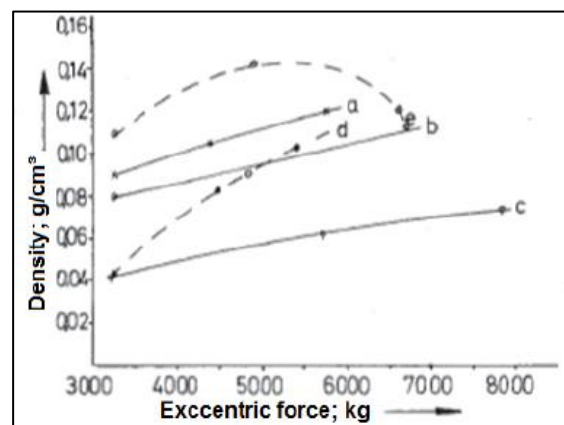


Figure 2-7 : Variation de la densité apparente en fonction de la force d'excentricité [53]

Tout comme l'excentricité, la diminution de la charge morte baisse la résistance en flexion et la densité apparente et augmente la résistivité électrique. Toutefois, la résistance en compression et le module de Young restent relativement constants par rapport à cette diminution de la charge morte [50]. La Figure 2-8 présente une synthèse de l'évolution des propriétés en fonction de l'évolution de la charge, la charge C2 est le standard.

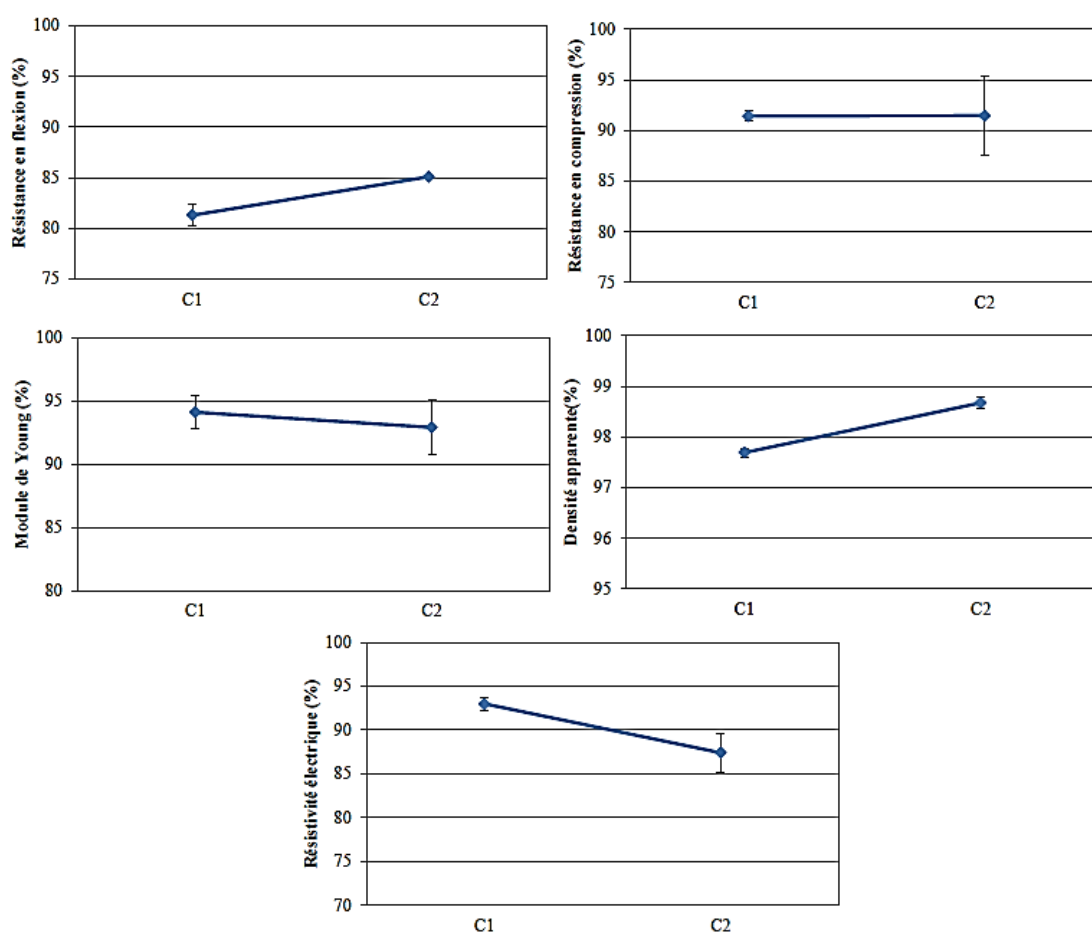


Figure 2-8 : Évolution des propriétés en fonction de la charge morte [50]

Il en est de même pour la pression de charge du ballon du haut. Quand on baisse la pression de ballon, les propriétés mécaniques et la densité apparente baissent et la résistivité augmente [50]. La Figure 2-9 présente une synthèse de l'évolution des propriétés en fonction de l'évolution de la pression de charge, la pression P2 étant le standard.

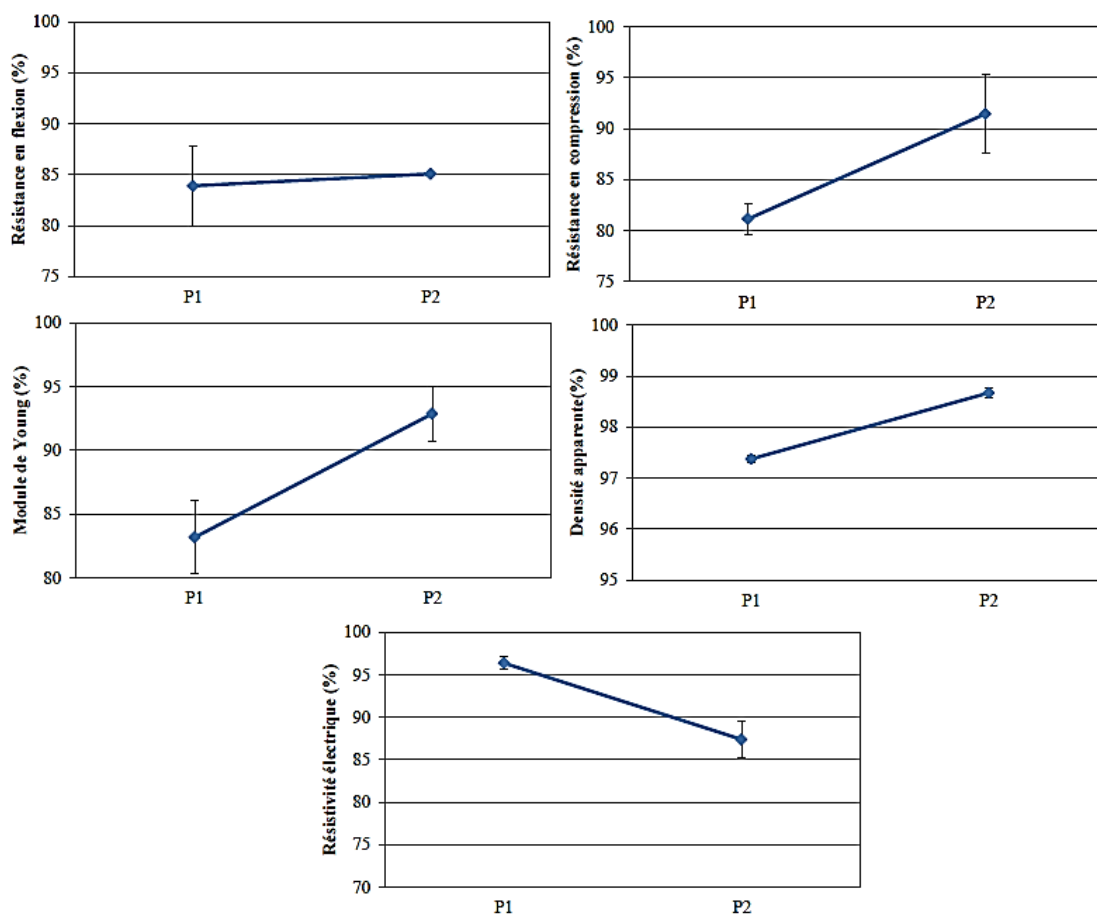


Figure 2-9 : Évolution des propriétés en fonction de l'évolution de la pression de charge [50]

### 2.4.2 La fréquence de vibration

La fréquence de vibration et la vitesse de vibration (RPM) sont liées. Ainsi leurs impacts sur la qualité des anodes sont les mêmes. En augmentant la vitesse de vibration, les propriétés mécaniques (flexion, compression) et la densité augmentent tandis que la résistivité électrique baisse. En effet, la force de vibration est liée à la fréquence de vibration par la formule  $F = m_e r w_e^2 \sin w_e t$  [53] avec  $F$  (kg) la force,  $m_e$  (kg.sec<sup>2</sup>.m<sup>-1</sup>) la masse excentrique,  $r$  (m) l'excentricité et  $w_e$  (sec<sup>-1</sup>) la fréquence. Ainsi en augmentant la fréquence, on augmente la force de vibration. Ce qui va influencer les propriétés des anodes comme cela a été démontré précédemment. Sandvik et al. [53] ont démontré que la densité apparente des anodes crues s'améliorait avec l'augmentation de la vitesse. Ce même résultat a été obtenu par Hulse [7] et par Rebaïne [50]. En plus de cela, elles ont montré que les propriétés mécaniques s'améliorent en augmentant la vitesse tandis que la résistivité baisse. Ces résultats sont présentés sur les Figure 2-10 et Figure 2-11. Sur la Figure 2-11,  $V$  représente la vitesse.

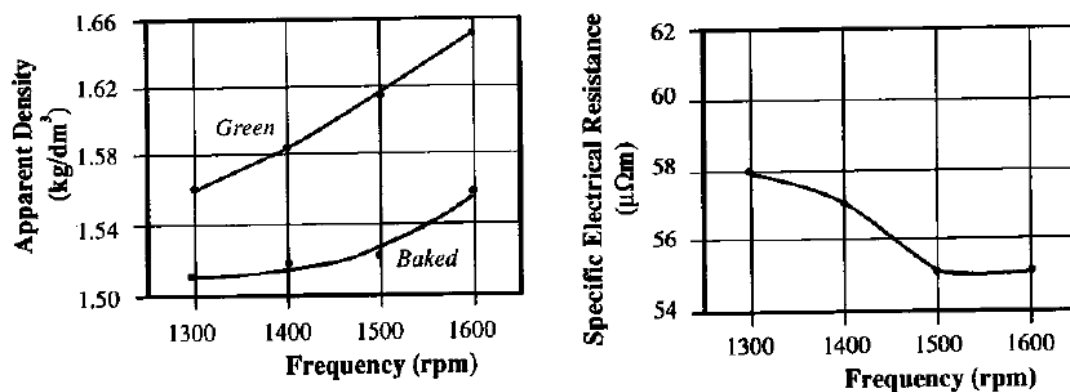


Figure 2-10 : Évolution de la densité apparente et de la résistivité en fonction de la fréquence [7]

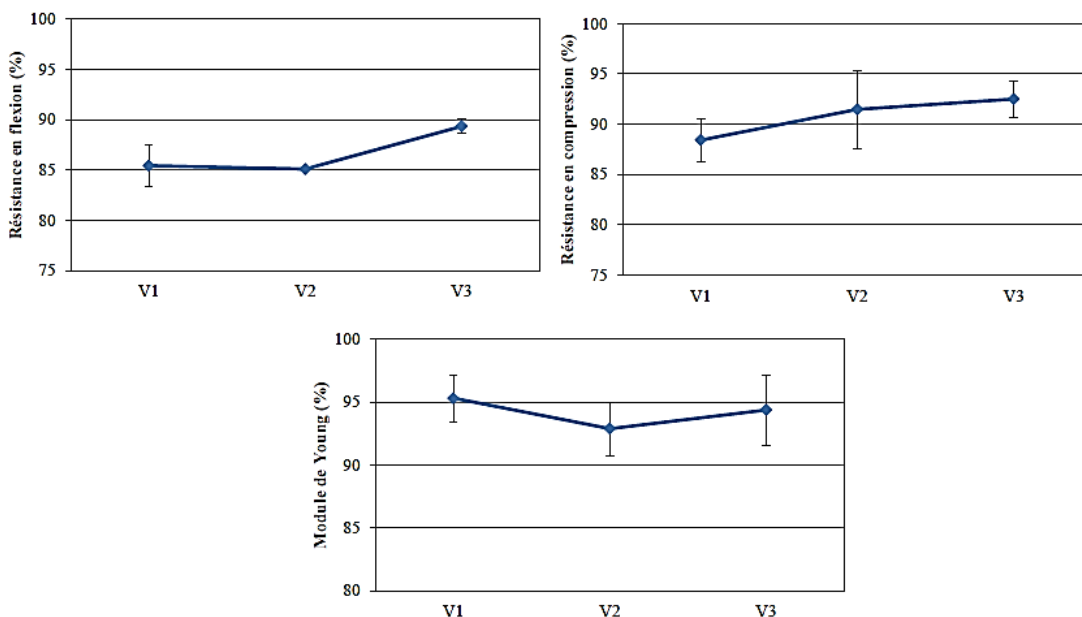


Figure 2-11 : Évolution des propriétés mécaniques en fonction de la vitesse [50]

### 2.4.3 Le temps de compaction (ou le temps de vibration)

S'il est important d'avoir des paramètres optimaux, il est d'autant plus important de savoir le temps optimal de leur application afin de tirer profit de l'optimum de tous les paramètres. Tout comme la force et la fréquence de vibration, le temps tient un rôle non négligeable dans la quête de meilleures propriétés des anodes comme le démontrent les études réalisées.

Hulse [7] a montré l'influence du temps de compaction sur la qualité et les propriétés des anodes. Son investigation a été réalisée sur des anodes en utilisant les conditions et les recettes standards. Le taux de brai a été varié entre 15 et 18% avec une variation du temps de compaction allant de 30 à 240 s pour chaque taux de brai. Tous les autres paramètres



sont maintenus constants. Les résultats des travaux sont consignés dans les Tableau 2-2 et Tableau 2-3.

Tableau 2-2 : Influence du temps de compaction sur les propriétés des anodes pour 15 et 16% de brai [7]

Paramètres	Unités	15% de brai				16% de brai			
Temps de vibration	s	30	60	120	240	30	60	120	240
Densité apparente crue	kg/dm <sup>3</sup>	1,501	1,520	1,521	1,528	1,537	1,544	1,561	1,561
Densité apparente cuite	kg/dm <sup>3</sup>	1,451	1,463	1,463	1,472	1,486	1,489	1,514	1,504
Résistivité électrique	μΩm	80	75	76	75	71	70	66	68
Résistance à la compression	Mpa	18,6	22,9	22,1	21,9	23,4	27,5	30,0	29,2
Perméabilité a l'air	nPm	9,89	13,13	11,67	12,29	6,45	8,30	7,30	7,54
Résistance à la flexion	Mpa	4,4	5,2	5,1	5,4	6,5	6,5	7,9	7,3
Module d'élasticité	Gpa	2,5	3,2	2,1	2,8	3,0	3,7	3,6	3,7

Tableau 2-3 : Influence du temps de compaction sur les propriétés des anodes pour 17 et 18% de brai [7]

Paramètres	Unités	17% de brai				18% de brai			
Temps de vibration	s	30	60	120	240	30	60	120	240
Densité apparente crue	kg/dm <sup>3</sup>	1,564	1,580	1,580	1,587	1,588	1,594	1,598	1,613
Densité apparente cuite	kg/dm <sup>3</sup>	1,497	1,496	1,514	1,505	1,494	1,492	1,497	1,508
Résistivité électrique	μΩm	68	67	65	67	67	67	68	67
Résistance à la compression	Mpa	27,8	30,6	26,5	28,7	29,5	30,0	28,0	27,5
Perméabilité à l'air	nPm	5,95	6,42	7,21	6,38	7,06	6,66	6,92	5,94
Résistance à la flexion	Mpa	7,2	7,6	8,3	7,7	7,6	7,8	7,7	7,6
Module d'élasticité	Gpa	3,4	4,0	3,4	3,5	3,8	3,9	3,4	3,3

Les résultats montrent que propriétés physiques, mécaniques et électriques de l'anode crue avec l'augmentation du temps et du taux de brai. Les tableaux nous renseignent que la densité crue croît avec l'augmentation du taux de brai de 15 à 18%. C'est le même constat lorsqu'on augmente le temps de compaction pour chaque taux de brai. Ce qui est normal, car il y a un ajout de masse avec le taux de brai. Cependant, on remarque après cuisson une augmentation de la densité de 15 à 16% de brai et avec le temps de compaction pour chaque taux considéré. Ce qui n'est pas le cas pour 17 et 18% de brai, car on observe une baisse de la densité cuite de 17 à 18%. Cette situation peut s'expliquer par la dévolatilisation lors de la cuisson si le taux de brai est élevé et donc baisse la densité. En plus de ces remarques, on enregistre une augmentation de la densité (crue et cuite) avec le temps de compaction jusqu'à un niveau où elle reste invariable et souvent elle décroît.

C'est la même remarque pour la résistivité électrique qui diminue avec l'augmentation du temps et du taux de brai. Toutefois, cette dernière reste relativement invariable pour les taux de 17 et 18%. Ce qui souligne l'existence d'un temps optimal. En outre, on souligne une baisse des propriétés mécaniques (la compression, la flexion et le module d'élasticité) en général pour des temps supérieurs à 60 s. Cela peut s'expliquer par l'atteinte du temps optimal. Par conséquent, son dépassement provoque une sur-compaction et détériore les propriétés mécaniques. Pour cette étude, 60 s est le temps optimal pour les taux de brai de 15 et 18% et 120 s pour 16 et 17%.

Tkac [43] a aussi étudié l'influence du temps de compaction en la couplant avec le temps de malaxage. Les résultats montrent qu'une élévation du temps de compaction augmente la densité apparente des anodes crues comme on peut le voir sur la Figure 2-12. Pour des temps de malaxage faible, la croissance de la densité est plus significative. En outre, on souligne une baisse considérable du taux de porosité avec l'augmentation du temps de compaction. Sur la Figure 2-13, la décroissance de la porosité est presque linéaire pour un temps faible de malaxage. Cette situation s'explique par le remplissage des vides non comblés pendant le malaxage par la vibration.

Il est donc clair que la résistivité électrique va suivre la même tendance étant donné que le taux de pores a baissé. Sur la Figure 2-14, il ressort que la résistivité baisse pour des temps de malaxage moins exagéré. Lorsque le malaxage est long, cela peut créer le broyage des particules modifiant ainsi la granulométrie. C'est pourquoi la résistivité semble croître pour le temps de malaxage le plus élevé. Quant aux propriétés mécaniques, on dénote une

augmentation de façon générale avec le temps de compaction comme on peut le voir sur la Figure 2-15 pour la résistance à la compression. Les autres propriétés des anodes crues et cuites ont été également étudiées.

L'étude récente réalisée par Rebaïne [50] aboutit aux mêmes résultats que les travaux précités. En effet, à travers ses travaux, l'auteur montre qu'à un certain niveau de temps de compaction, la densité augmente peu voire reste invariable. Quant aux propriétés mécaniques, elles augmentent. Cependant il est important d'avoir des limites aux risques d'engendrer des problèmes futurs pendant l'utilisation des anodes. Ainsi un compromis s'impose dans la gestion de la densité, des propriétés mécaniques, des propriétés électriques et thermiques. Il faut donc trouver un temps optimal.

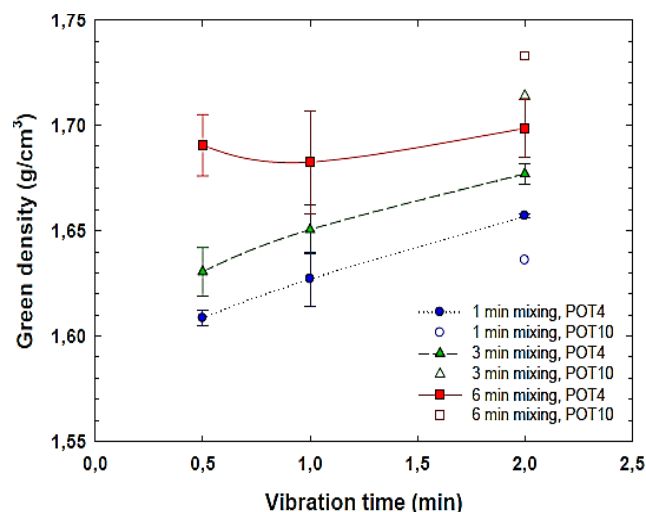


Figure 2-12 : Évolution de la densité crue en fonction du temps de compaction [43]

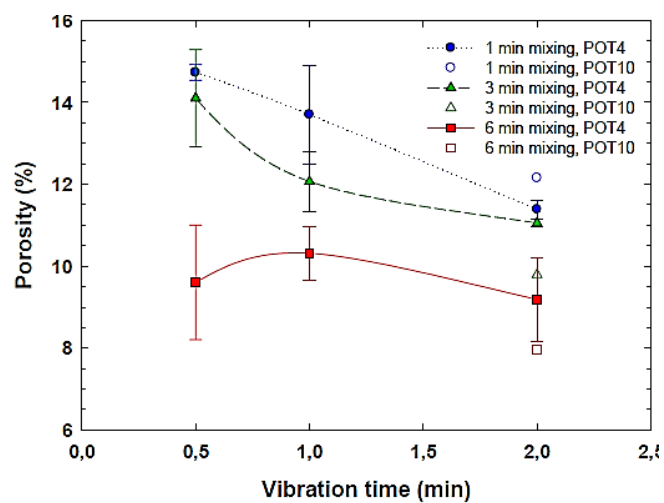


Figure 2-13 : Évolution de la porosité en fonction du temps de compaction [43]

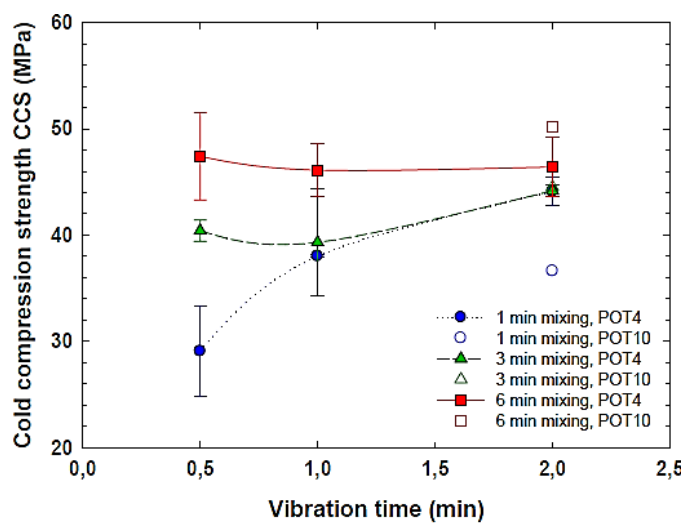


Figure 2-14 : Évolution de la résistance à la compression en fonction du temps de compaction [43]

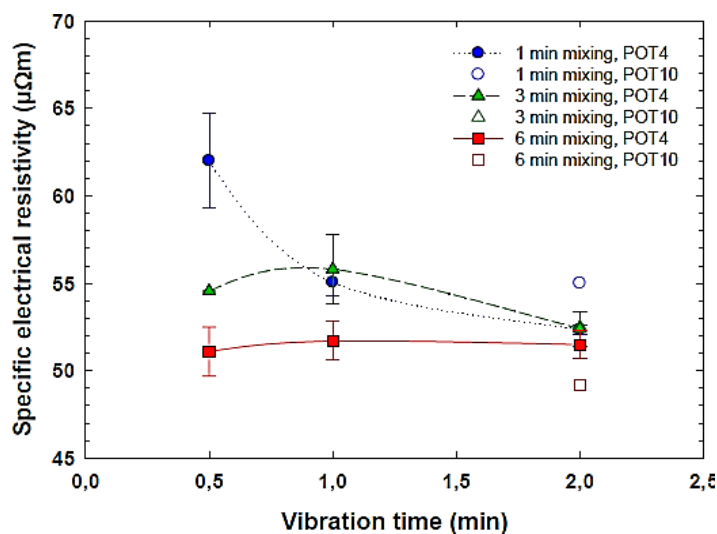


Figure 2-15 : Évolution de la résistivité en fonction du temps de compaction [43]

Afin d'optimiser le formage des anodes, Jonathan et al. [44] ont réalisé des études d'optimisation de plusieurs paramètres du procédé. Quant aux formages des anodes, l'analyse vibratoire a été utilisée comme outil pour la détermination du temps optimale et la densité crue représentait l'indicateur. Cependant, en corrélant la densité crue et le temps de compaction, on se rend compte que la détection de l'optimal est moins évident comme on peut le voir sur la Figure 2-16. Par contre, la détection devient plus claire lorsque l'accélération de la table est utilisée comme indicateur. Cela est démontré sur la Figure 2-17 ou Z1 représente l'axe vertical de la table.

Une autre étude récente réalisée par Gao et al. [54] a permis la mise en place d'une méthode de détermination universelle du temps optimal de compaction. Cette technique consiste à déterminer le temps requis pour le mouvement d'une barre fixée au couvercle du

compacteur. L'arrêt de cette barre détermine le temps optimal. En outre cette technique est appliquée pour une taille précise. Ainsi, chaque temps optimal détecté correspond à une taille d'anode spécifique.

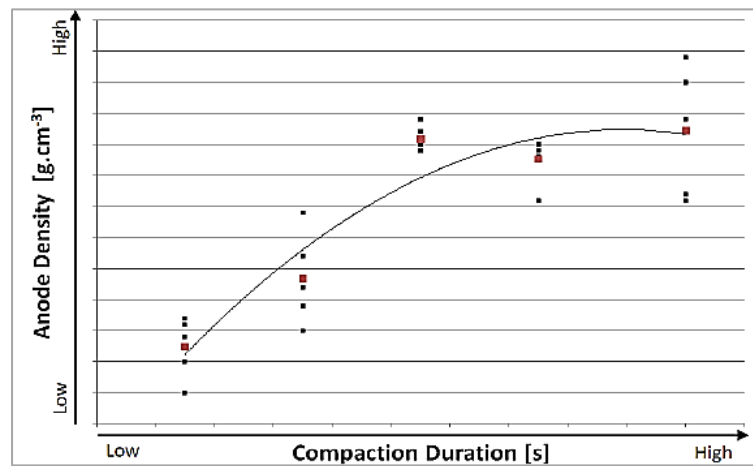


Figure 2-16 : Densité crue en fonction du temps de compaction  
[44]

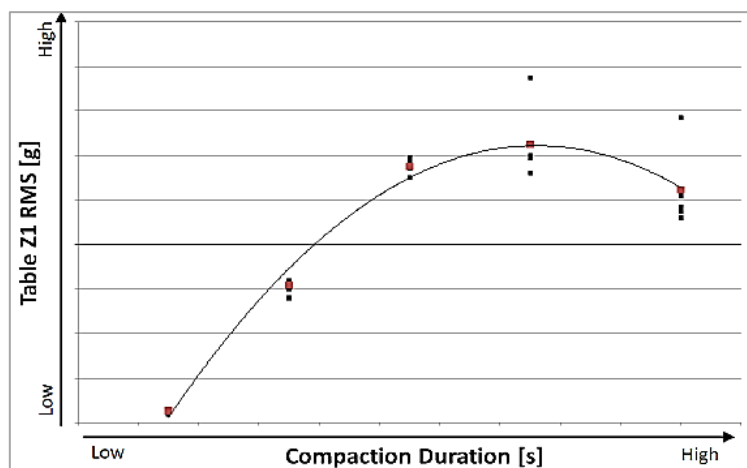


Figure 2-17 : Détermination du temps optimal en fonction de l'accélération de la table [44]

Bien que ces méthodes et techniques fournissent des bons résultats, elles présentent des limites qui sont liées à l'universalité de l'application du temps déterminé, à la continuité du procédé de fabrication et aux propriétés intrinsèques de la pâte d'anode. En effet, elles ne prennent pas en compte le fait qu'il peut y avoir des variations dans la pâte d'une anode à une autre (successive) et pouvant fortement influencer les propriétés. Ainsi, de ce qui précède, l'importance de contrôler le temps de compaction dégage un intérêt dans l'amélioration de la qualité des anodes. Il reste quand même qu'il faut trouver un moyen sûr de l'évaluer. Pour ce faire, nous utiliserons une méthode acoustique dans le cadre de ce projet.



## 2.5 Son et des exemples d'application

### 2.5.1 Son

Aussi connu sous l'appellation de vibration acoustique, le son est un mouvement des particules d'un milieu matériel de part et d'autre d'une position d'équilibre [55]. Selon la norme ANSI/ASA S1.1-2013, le son est défini comme l'oscillation de la pression, de la contrainte, du déplacement de particules, de la vitesse de particules, etc., se propageant dans un milieu avec des forces internes (par exemple, élastique ou visqueux) ou bien est défini comme la superposition d'une telle oscillation propagée [56]. Le son est caractérisé par sa fréquence ou sa longueur d'onde (qui est l'inverse de la fréquence), son amplitude, sa célérité et la direction. L'intensité sonore ou niveau permet également de caractériser le son. En outre, on peut utiliser deux grandeurs liées entre elles pour exprimer le niveau sonore: l'intensité acoustique en watts par mètre carré ( $\text{W.m}^{-2}$ ) ou la pression acoustique en pascals (Pa ou Newton par mètre carré,  $\text{N.m}^{-2}$ ). Cependant, on utilise rarement ces unités physiques dans la communication courante ; le décibel (dB) étant préféré. Par ailleurs, les sons sont répartis en trois groupes : les infrasons, les sons audibles et les ultrasons.

Les sons audibles sont les audiofréquences, correspondant à un domaine limité de fréquence appelé domaine audio, allant grosso modo de 16 Hz à 16 kHz [55, 57]. Selon d'autres auteurs, le son est audible dans un intervalle de fréquence compris entre 16 Hz et 18 kHz, variable suivant les individus, et qui diminue avec leur âge en ce qui concerne la limite supérieure des fréquences détectée par l'oreille humaine [58]. Par ailleurs, les

physiologistes s'accordent à dire que l'oreille humaine moyenne ne perçoit les sons que dans une plage de fréquences située entre environ 15 Hz et 16 à 20 kHz [59]. En deçà, on a affaire aux infrasons et au-delà, c'est le domaine des ultrasons. Les infrasons, les vibrations audibles et les ultrasonores sont regroupés sous le terme générique de vibrations acoustiques, car ils ne diffèrent ni par leur nature ni par leurs modes de propagation, ce qui permet de les traiter de la même façon. L'acoustique est la science interdisciplinaire qui traite de l'étude des ondes mécaniques dans les gaz, les liquides et les solides, y compris les vibrations, le son, les ultrasons et les infrasons.

### **2.5.2 Exemples d'application du son**

Les applications du son ou les méthodes acoustiques se retrouvent dans de nombreux domaines y compris la tuyauterie, la mécanique, la médecine, le génie civil, la biologie, la géologie, etc. La Figure 2-18 présente la roue de Lindsay qui regroupe de façon plus exhaustive l'ensemble des domaines et sous-disciplines où le son trouve une application. Des applications existent dans le domaine de la production de l'aluminium primaire [60-62]. Elles sont en général appliquées dans les cuves d'électrolyse comme des méthodes non destructives servant à prévenir des anomalies pendant le fonctionnement des cuves (Söderberg et précuites). En outre, ces méthodes relient la qualité des anodes aux bruits dans les cuves [63]. Cependant, la littérature nous donne peu d'informations de son usage dans le contrôle du procédé de la fabrication des anodes crues. Ainsi, des exemples d'applications similaires à notre cas seront explorés à travers d'autres domaines. Dans ce projet, c'est la plage de fréquence audible qui est utilisée comme signal à étudier. De plus,

le milieu de transmission est l'air. Toutefois, nous passerons en revue d'autres applications de contrôle et d'optimisation utilisant différents milieux de transmission.

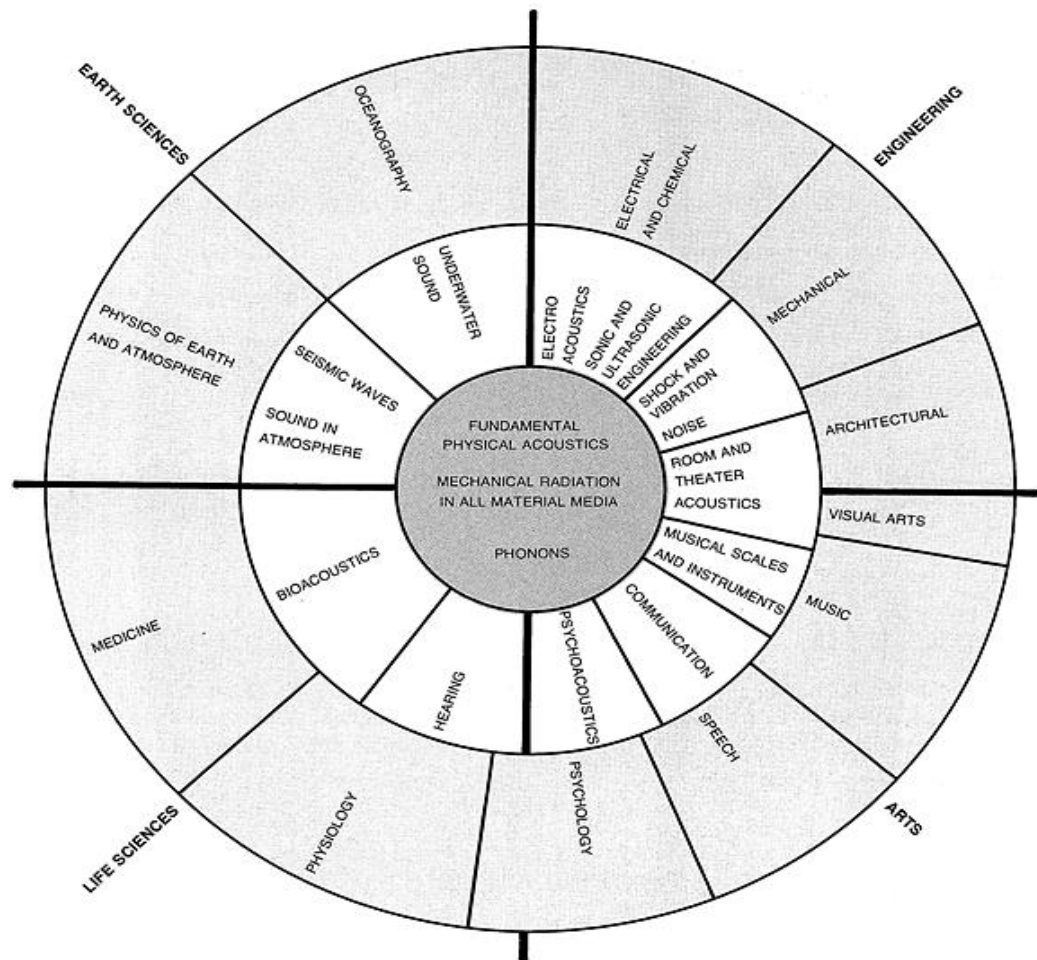


Figure 2-18 : Roue acoustique de Lindsay [64]

### 2.5.2.1 Machines tournantes

Dans le domaine des machines tournantes, un historique du succès de la technique acoustique a été effectué par Dornfeld [65]. En effet, l'émission acoustique a permis le diagnostic et la maintenance des outils de production, la surveillance et l'optimisation des procédés de production par la mise en place de capteurs acoustiques [66, 67] performants et fiables. En outre, à partir de 1970 son intégration pour les machines-outils a permis de connaître les conditions des outils de coupe et de détecter leur usure puis leur fracture [68]. Grabec et Leskovar [69] sont l'un des premiers à avoir étudié le signal acoustique dans le procédé de découpage des métaux par l'analyse spectrale. Ils ont utilisé le son émis lors de l'opération de coupe de l'alliage d'aluminium dans la plage de fréquence audible et ultrasonique. Ils ont découvert que le signal dans le domaine audible peut être discrétisé tandis que l'ultrasonique (plus tard connu sous le nom d'émission acoustique) est continue. Le point important de cette étude, c'est qu'elle a permis de montrer qu'avec l'émission acoustique il est possible d'évaluer l'acuité des outils de coupe [70].

Plus tard Inasaki et Okamura [71] ont mené une étude sur le contrôle des machines-outils à dresser et à meuler en utilisant le signal acoustique. Deux capteurs sonores fixés sur l'outil et la tourelle (Figure 2-19) ont permis d'enregistrer les signaux. Les données ont été traitées dans le domaine temporel et fréquentiel. Contrairement à l'étude précédente, celle-ci a permis de comprendre le comportement de l'outil et la topographie de la surface de la pièce usinée. L'analyse révèle une bonne corrélation entre l'amplitude du signal et l'usure non uniforme de l'outil. En outre les résultats montrent une possible prédiction du

comportement de l'outil et de la pièce pendant l'opération. Aussi, dénote-t-on une très bonne relation entre l'état de surface et les amplitudes sonores. Grâce à la possibilité de détecter le moment de contact entre la pièce et l'outil à meuler, les paramètres de coupe tels que la vitesse d'avance et la vitesse de coupe ont été améliorés, donc un gain en temps d'opération. Elle a permis également d'améliorer la gestion des pièces de rechange en permettant d'estimer la durée de vie de l'outil. Enfin, une comparaison avec d'autres méthodes a prouvé l'efficacité de l'émission acoustique pour ce type d'application.

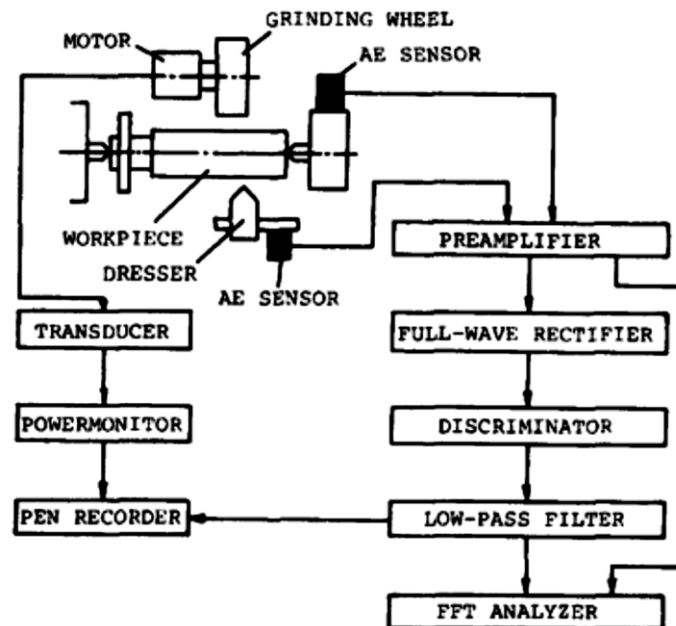


Figure 2-19 : Montage de l'expérience sur la machine à dresser et à meuler [71]

Dans le même ordre d'idée, Wainberg et al. [72] ont développé un outil de contrôle d'usinage à partir du son. Les résultats donnent une bonne corrélation entre les caractéristiques de la pièce et celle de l'outil. En effet, le niveau sonore augmente avec la

résistance opposée par la pièce donc permet de déduire sa dureté. En outre, cette méthode permet de prévenir l'usure de l'outil, de faire un choix adéquat des paramètres de coupe et de connaître l'état de surface de la pièce. Enfin, l'émission acoustique permet de régler l'alignement de l'outil pendant l'opération d'où toute son efficacité comme outil de contrôle de qualité.

En outre, le son ou signal acoustique peut servir d'outil de diagnostic ou de prédiction de défauts. Polyshchuk [73] a mené une étude sur la détection et la quantification des défauts dans les engrenages. Pour ce faire, les signaux vibratoires et acoustiques ont fait l'objet d'étude. À l'aide d'un système d'accéléromètre et de microphones, des mesures ont été enregistrées. Le montage est similaire à celle de la Figure 2-20. La méthode d'analyse utilisée est la transformée en ondelettes continues. Cette dernière est similaire à celle de Fourier à la différence qu'elle permet de déterminer la source du signal et de la caractériser. L'analyse des amplitudes et des phases prouve que les signaux acoustiques permettent de détecter des défauts aussi bien que les signaux vibratoires, mais avec quelques différences. En effet, la détection des symptômes par la vibration est un peu plus rapide que par l'acoustique pour le broyage des dents. Cela s'explique par la distance entre le microphone et les engrenages d'où l'importance de la direction et la distance du microphone pendant les mesures. Par ailleurs, cette étude montre que l'analyse du son est un outil de diagnostic puissant pour l'usure des dentures des engrenages, voire peut-être meilleur que l'analyse vibratoire dans certains cas. Une investigation similaire a été faite par Baydar et Ball sur les engrenages à denture hélicoïdale en se basant sur la transformée en ondelettes continues [74]. Les résultats suggèrent que les signaux acoustiques sont très affectifs pour la détection

précoce de défauts et peuvent constituer un outil puissant pour indiquer les différents types de défauts en progression dans les réducteurs.

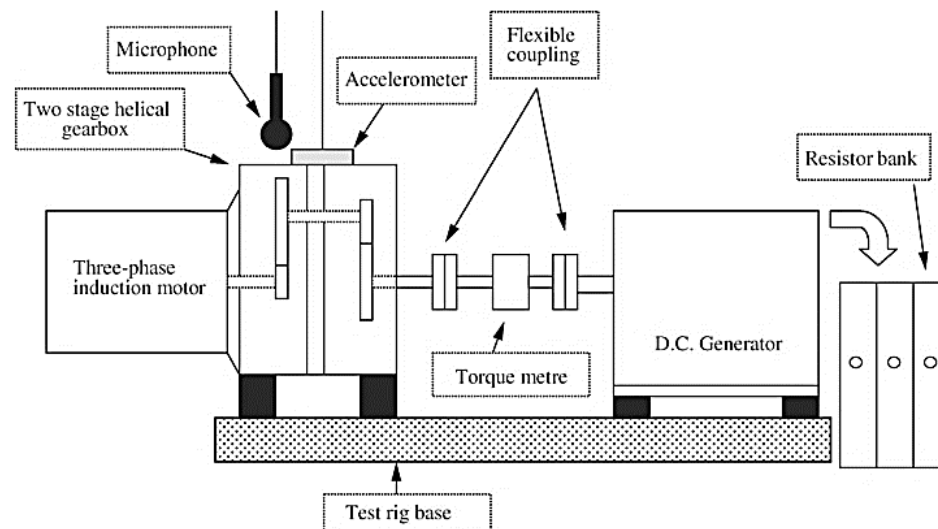


Figure 2-20 : Montage de l'expérience [74]

### 2.5.2.2 Soudage

Le soudage est l'un des domaines dont l'émission acoustique a largement contribué à l'essor. Ici le son est transmis à travers l'air. Ainsi, un microphone est utilisé comme outil de mesure. Arata et al. [75] sont l'un des premiers à avoir étudié les caractéristiques du son provenant de différents procédés de soudage semi-automatique. Ils ont découvert que le son est une source potentielle d'information et peut servir d'outil de contrôle des conditions de soudage et de compréhension du procédé. Les prises de mesure ont été réalisées à partir d'un microphone accouplé à un amplificateur comme le montre la Figure 2-21. Un point

particulier a été mis sur la position comme on peut le constater sur la Figure 2-21. En effet, le niveau sonore varie avec la distance et a un impact sur la qualité des mesures. L'analyse a été faite par la méthode de la transformée de Fourier en considérant les ondes sonores comme sphériques. Les résultats montrent que le niveau sonore est lié à l'intensité, à la tension et la vitesse de soudage. De plus, cette méthode permet de déterminer la durée de l'opération.

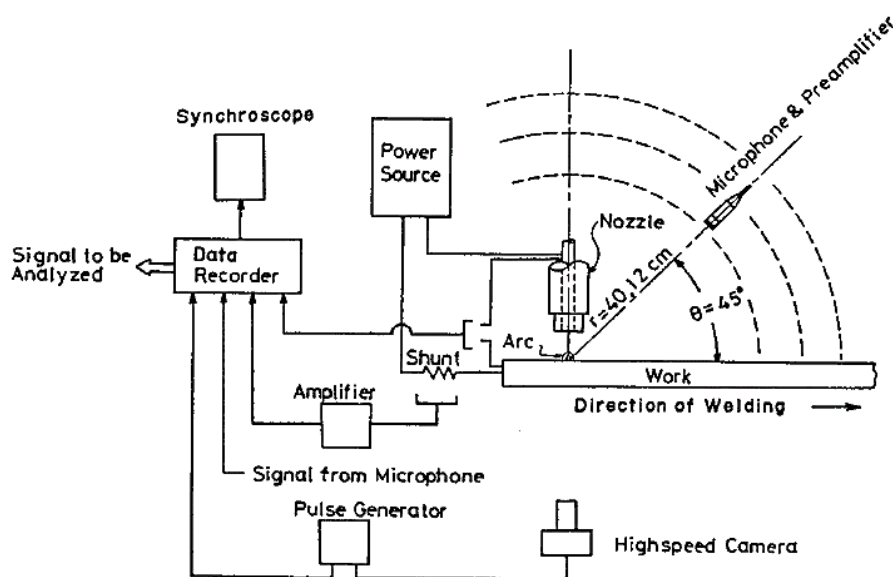


Figure 2-21 : Schéma des appareils pour l'expérience et du système de mesure [75]



Dans la même veine, Saini et Floyd [76] ont étudié les paramètres du soudage à l'arc métallique sous gaz de protection y compris le mode de transfert de masse à partir du signal sonore. Les résultats montrent que le son généré lors du soudage provient de trois sources dont deux sont négligeables devant une. Ces résultats ont par ailleurs permis de comprendre le procédé et de détecter les défauts, de contrôler la qualité de façon automatique. Cependant, la méthode doit être améliorée encore, car les résultats ont été obtenus dans un environnement calme donc les bruits du milieu n'ont pas été pris en compte.

Plus tard Čudina et al. [77, 78] ont développé un algorithme en menant des investigations sur le son émis lors du soudage à l'arc métallique sous gaz de protection. Le but était de trouver des paramètres pour le contrôle du procédé. Un microphone fixé sur la tête à souder à une distance  $r$  (Figure 2-22) a permis de faire les mesures. Les résultats démontrent que le niveau acoustique est en corrélation avec les paramètres notamment l'intensité du courant et la tension. De plus, cette montre l'influence de la position du microphone et de la vitesse du son dans l'arc. Cet algorithme présente un avantage particulier, car il est utile pour le calcul du son émis, mais surtout permet le suivi direct de la stabilité et de la qualité du procédé. De plus il protège les opérateurs des niveaux acoustiques très élevés.

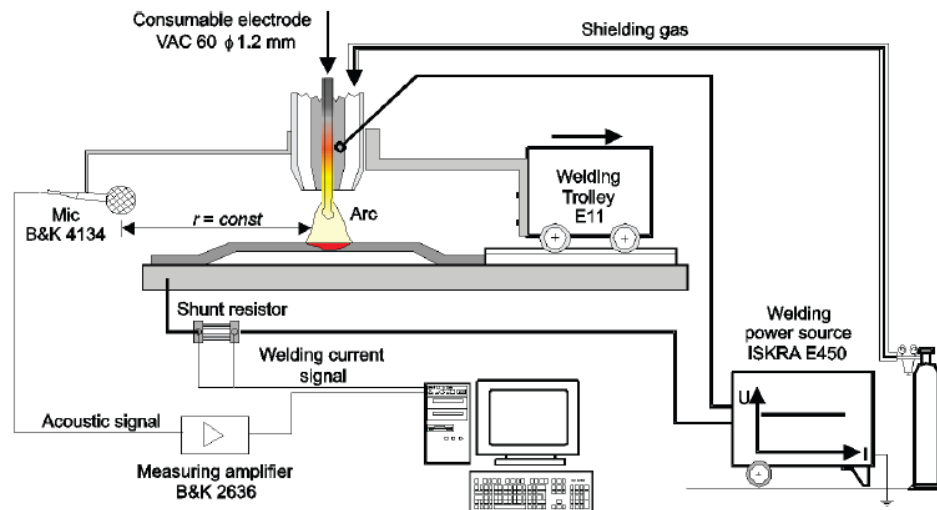


Figure 2-22 : Montage de l'expérience du soudage à l'arc métallique sous gaz de protection [77,78]

Une étude similaire a été réalisée par Cayo et Alfaro [79] pour rendre meilleure la stabilité du soudage. Cette étude permet le choix de meilleurs paramètres (intensité et voltage) pour améliorer la qualité de soudage.

La conjugaison des résultats précités témoigne de l'utilité du signal sonore comme outil pour bien connaître le procédé de soudage. De plus, on retient que le son est un véritable outil de contrôle, de suivi voire d'optimisation. Son caractère non destructif lui procure un avantage par rapport à d'autres méthodes.

### 2.5.2.3 Autres domaines

Les applications du son pour les tests non destructifs, le contrôle, l'optimisation se retrouvent dans de nombreux secteurs de l'industrie de l'automobile. Albabar et al. [80] ont amélioré les performances du moteur à injection en utilisant une méthode combinée avec l'acoustique. Un système de trois microphones disposés chacun à 120 degrés l'un par rapport à l'autre, et entourant l'injecteur a servi d'appareil de mesure (Figure 2-23). Pour l'analyse des données, un algorithme a été développé. Ce dernier est basé sur l'analyse indépendante des composants (ICA). De plus, la séparation a été faite par la méthode BSS (Blind source séparation) qui consiste à séparer des données provenant de plusieurs capteurs. En outre, les caractéristiques du procédé d'injection ont été étudiées dans le domaine temps-fréquence par la technique de distribution Wigner-Ville. Ce qui a permis de déterminer la fréquence pour laquelle l'énergie est maximale. Les résultats montrent que la pression d'injection diminue de 250 bars à 230 bars avec la raideur du ressort de l'injecteur. En outre, une meilleure position des microphones est environ 25 cm de l'injecteur. Cette méthode hybride basée sur l'acoustique est un outil puissant dans le contrôle, le diagnostic des moteurs à injection. En plus, elle permet de détecter les changements aussi minimes qu'ils soient. On retrouve une étude similaire qui montre l'efficacité de l'émission acoustique à détecter les défauts sur l'injecteur du moteur Diesel [81].

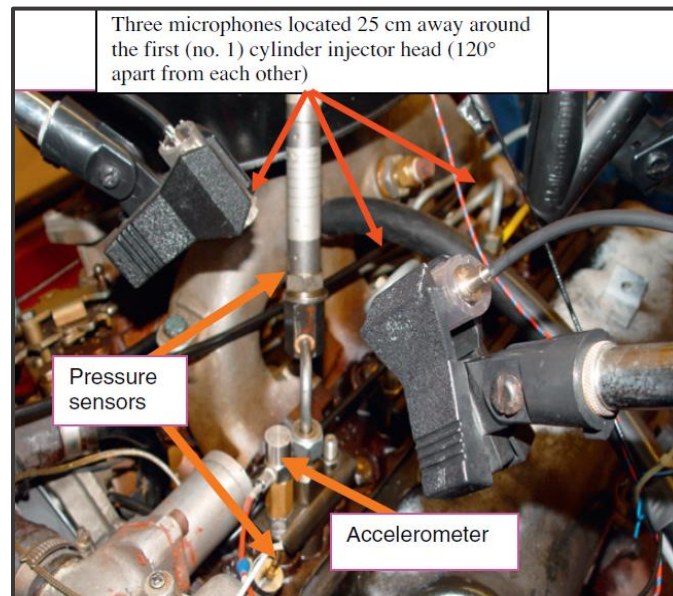


Figure 2-23 : Montage expérimental sur l'injecteur du moteur à Diesel [80]

Dans le domaine de la biologie, Kikuchi et al [82] ont utilisé les sons de mastication de différentes espèces enregistrées par un hydrophone omnidirectionnel AUSOMS-mini (Automatic Underwater Sound Monitoring System) afin de comprendre l'habitude alimentaire des lamantins. L'analyse montre que les temps d'alimentation des lamantins ainsi la fréquence peut être détectée avec une probabilité de 78,7%. Ce pourcentage permet de conclure que l'acoustique regorge un très grand potentiel, car il permet de détecter en plus des temps exacts d'alimentation, les espèces de plantes les plus consommées.

On retrouve également des applications dans la sécurité. Afin de réduire les risques d'accident lie à la texture des routes, Saykin et al. [83] ont étudié la macro texture des trottoirs à partir du son d'adhérence entre les pneus et la route. Un jeu de microphones a été utilisé pour les mesures. Dans cette étude, un accent particulier a été mis sur le positionnement du microphone. En effet, la meilleure position est celle des pneus arrière, comme présenté sur la Figure 2-24. En outre, l'étude montre que le niveau de son (énergie acoustique) est lié à la vitesse du véhicule, la plage de fréquence, la position du microphone et la structure de la route. Pour l'analyse, la méthode de Welch a été utilisée pour sa capacité à réduire les bruits nuisibles. Cette étude a eu du succès, car elle montre qu'on peut corréler l'énergie acoustique avec l'état de la route. Ce qui pourrait baisser considérablement les graves accidents causés par l'état de la route. Toutefois, des points n'ont pas été pris en compte tels que les effets de la présence de l'eau sur la route, les dimensions des pneus, le type de véhicule, etc.

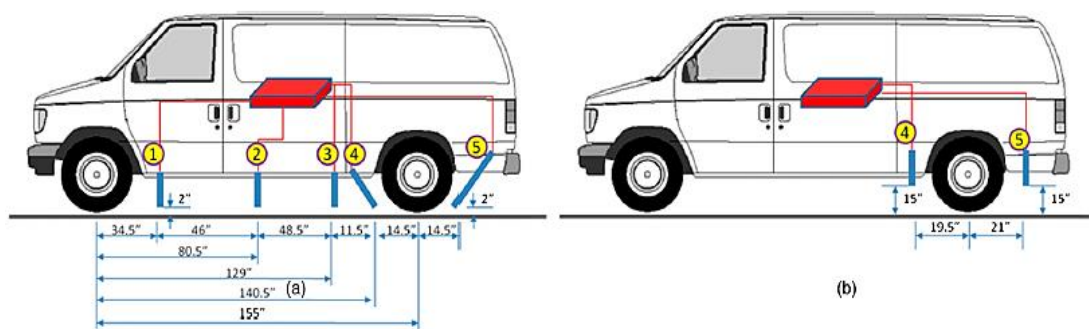


Figure 2-24 : Emplacement des microphones autour des pneus [83]

## 2.6 Conclusions

La littérature nous renseigne qu'il existe deux principales technologies de formage des anodes crues : les presses hydrauliques et les vibrocompacteurs. Les vibrocompacteurs sont les plus utilisés de nos jours en raison de la grande taille et des meilleures propriétés qu'ils procurent aux anodes. Une description détaillée des éléments clés du vibrocompacteur et de son fonctionnement a été exposée. De même les effets des paramètres clés du compacteur sur les propriétés ont été explorés. Un accent particulier a été mis sur le temps de compaction qui est au centre de ce projet. Les travaux antérieurs montrent que le temps de compaction influence fortement les propriétés des anodes tout comme la force et la fréquence de vibration. La corrélation de différentes propriétés des anodes avec le temps de compaction prouve qu'il y a l'existence d'un temps optimal à déterminer. Ainsi, différentes méthodes ont été développées pour déterminer ce temps optimal. Cependant elles présentent des limites liées aux propriétés intrinsèques d'une part de la pâte et d'autre part de la continuité du système. Ce qui sous-entend que le temps optimal ne peut être fixe sur une ligne de production, car il y a des variations d'une anode à une autre.

Puisque le son est utilisé comme signal dans notre application, il est important d'apprendre davantage et de faire des rapprochements avec des applications similaires bien qu'elles soient dans d'autres domaines. Les résultats de ces études montrent bien que le signal acoustique peut constituer un moyen efficace pour l'étude et l'optimisation de procédé dans différents domaines. Les machines tournantes, le procédé de soudage et bien d'autres domaines ont été explorés.

## **CHAPITRE 3**

### **MÉTHODOLOGIE**

#### **3.1 Méthodologie générale**

Afin de répondre à la problématique posée dans cette étude ainsi que ces composantes (objectifs), une démarche scientifique a été élaborée et se résume à travers les étapes suivantes.

- **Étape 1:** Recherche bibliographique

Cette première étape comprend des sous-étapes dont les détails sont exposés dans le chapitre 2. Cette partie a traité des technologies de formage des anodes, de la description du vibrocompacteur, des paramètres clés du vibrocompacteur et leurs impacts sur les propriétés des anodes. Enfin, certaines applications du son dans divers domaines ont été présentées.

- **Étape 2:** Mise en place du projet

Cette partie constitue le cœur du projet. Elle est composée de sous-étapes dont leur réalisation est primordiale. Ces sous-étapes seront détaillées dans la suite. Il s'agit du

développement de l'application du son, du choix des outils de mesures, du choix des paramètres pour les analyses, des travaux réalisés au laboratoire à l'UQAC et des tests faits à l'usine. La validation de la méthode constitue un point clé à cette étape de l'étude.

### **Étape 3 : Analyse des résultats et interprétations**

Il s'agit de mettre en exergue les tendances observées pendant la vibrocompaction des anodes à partir du son enregistré. De ce qui précède, des interprétations seront faites pour tirer des conclusions de l'étude.

La Figure 3-1 présente un résumé de la méthodologie de ce projet. La présentation de la suite du document se fera en suivant le diagramme sur la Figure 3-1. Le présent chapitre (la méthodologie) concerne la mise en place du projet. Les principaux points et leurs dérivés sont expliqués afin de faciliter la compréhension aux lecteurs. Ce présent chapitre souligne entre autres les raisons et les démarches de chaque étape.



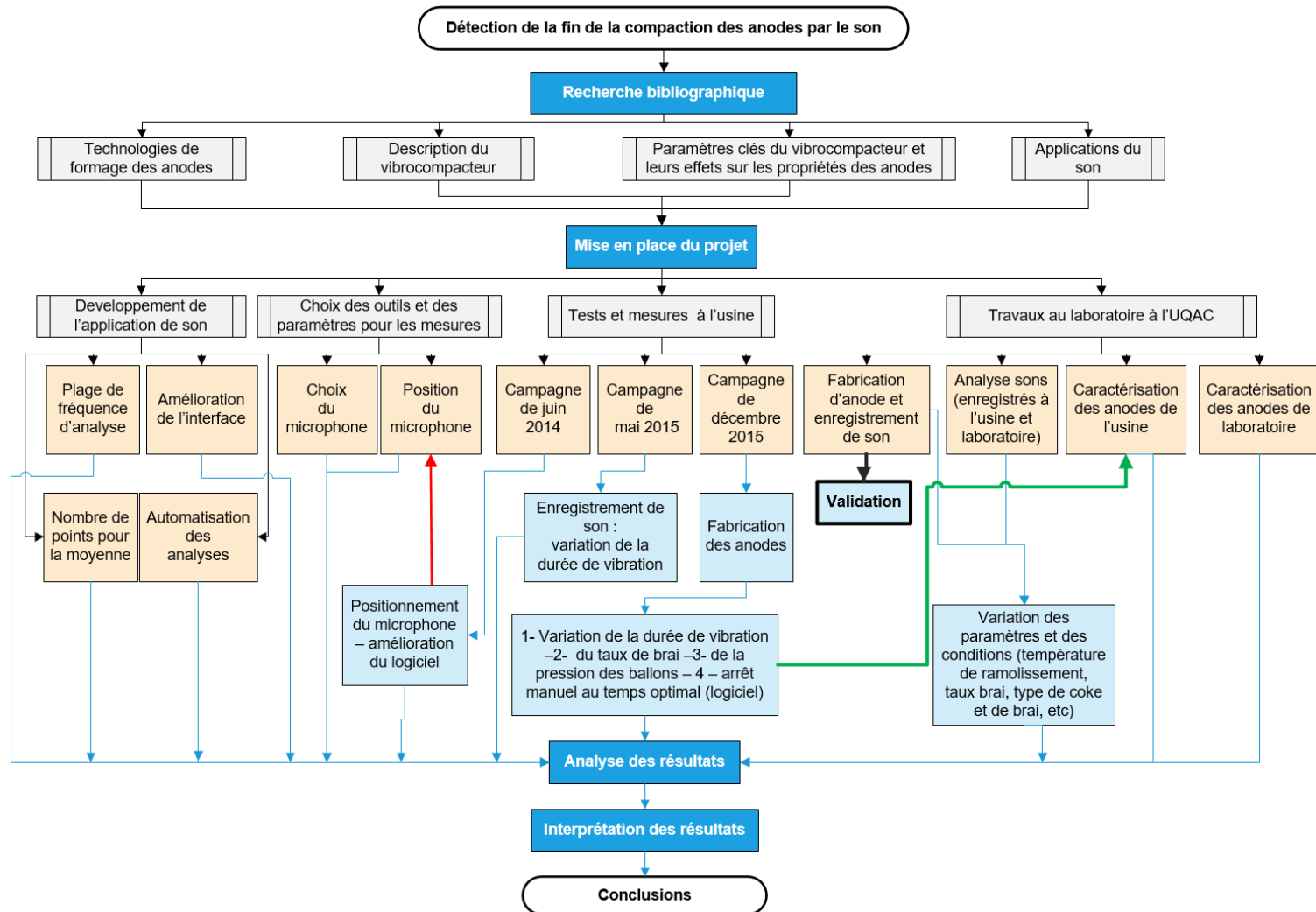


Figure 3-1 : Organigramme de la méthodologie

### 3.2 Développement de l'application de son

Pour arriver à la détection des différentes étapes durant la compaction, il convient de mettre en œuvre un outil capable d'aider dans la prise de décision. Dans notre cas, un logiciel d'analyse de son est développé. Il s'agit principalement d'améliorer un noyau qui existait déjà grâce aux expériences à l'usine et au laboratoire. La qualité des anodes dépend du type de coke, du type de brai, de la granulométrie, de la température du brai et du coke, des paramètres d'opération, de la distribution dans le moule, etc. Ces facteurs sont des sources de variation des propriétés et donc influencent le temps optimal. C'est pourquoi l'outil qui est développé doit s'adapter à tous ces changements.

Le son issu du vibrocompacteur est d'abord enregistré grâce au dispositif. Ensuite un traitement du son est fait en sélectionnant la plage de fréquence (**F**) d'analyse adéquate et le nombre de points (**n**) nécessaires. Ces deux paramètres jouent un rôle essentiel dans le traitement du signal. Ce sont des techniques qui ont permis de traiter efficacement les signaux. En particulier, le nombre de points **n** qui a servi de lissage des courbes afin de ressortir des irrégularités dans les signaux. Par la suite, ces traitements sont visualisés sous forme de graphiques (courbes) qui facilitent la détermination du temps optimal recherché. Notons que l'enregistrement et l'analyse du son peuvent se faire simultanément ou séparément. Ainsi, le son d'une anode peut être analysé en temps réel. Quant aux paramètres **F** et **n**, leur détermination a nécessité une étude qui est présentée dans le quatrième chapitre. Le fonctionnement global de l'outil est donné par la Figure 3-2. Une étude détaillée du système expérimental est également présentée au quatrième chapitre.

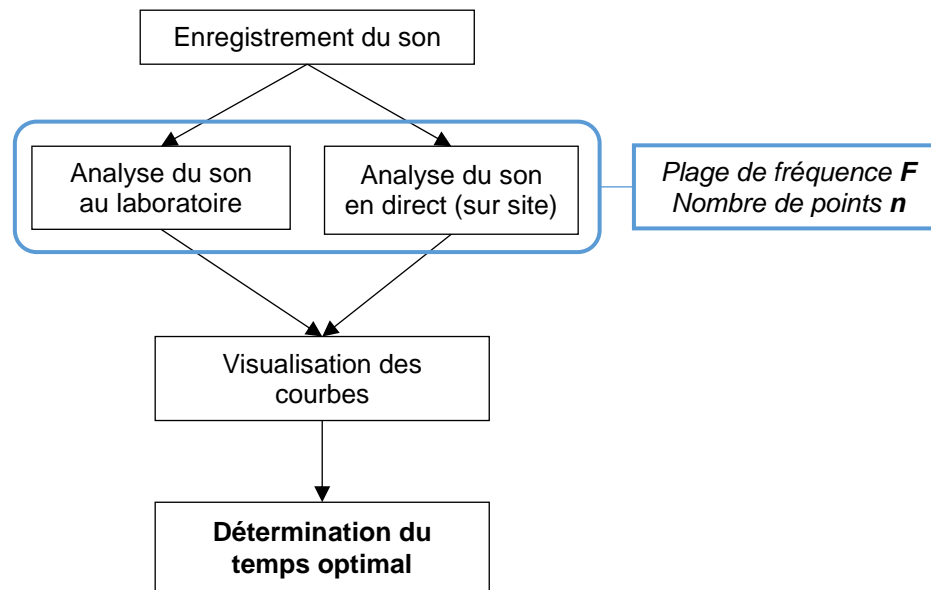


Figure 3-2 : Fonctionnement global de l'outil de détermination du temps optimal

### 3.2.1 Choix de la plage de fréquence $F$

Dans ce projet, le son représente le signal à étudier. De ce fait, l'existence de beaucoup de bruits qui viennent des parties de la machine et des autres équipements à l'usine qui entourent notre point de mesure, impose de trouver la meilleure plage de fréquence pour la suite des analyses. Ceci, afin d'éliminer les bruits nuisibles d'une part et d'autre part pour la comparabilité des résultats. En outre, on sait que chaque équipement ou partie de la machine qui crée un son a une fréquence qui la caractérise. Ainsi, il faut choisir la bonne plage de fréquence qui permet de caractériser la compaction. Le son est donc regardé en fonction du temps mais dans une plage de fréquence où on peut clairement observer les phases de la compaction. Ainsi, on fixe les autres paramètres et on fait varier les plages

pour une même anode. La plage recherchée doit avoir une réponse rapide (instantanée) et doit décrire les phases de la compaction de façon claire.

### **3.2.2 Choix du nombre de points pour la moyenne $n$**

Ce paramètre est important, car il est utilisé pour éliminer les bruits non prévus lors des analyses avec des lissages des courbes. De plus, le lissage permet de localiser les variations recherchées qui sont faibles et qui pourraient par conséquent se faire camoufler par les bruits. En outre, on applique ces lissages qui facilitent la détermination des étapes de la compaction et du temps optimal. Il est donc important de trouver la valeur de  $n$  qui remplit ces conditions. Une étude a été faite dans ce but avec différentes valeurs de  $n$ . Ainsi, pour une même anode, on fixe tous les paramètres et on fait varier les valeurs de  $n$ . Un meilleur choix de la plage de fréquence et du nombre de points permettra d'avoir des mesures de bonne qualité et plus stables.

### **3.2.3 Amélioration de l'interface**

Pour un souci d'utilisation aisée et de convivialité avec les futurs utilisateurs, il est nécessaire de rendre facile la communication avec l'application de son. Ainsi, des options supplémentaires ont été ajoutées à l'interface

### **3.2.4 Automatisation des analyses**

Le but de ce travail est de mettre en place un outil dans la détermination du temps optimal de compaction. Cependant, il est important de trouver les bons paramètres avant

d'automatiser les tâches. Des tests ont été réalisés à l'usine et au laboratoire afin de trouver ces paramètres. On enregistre le son d'abord, puis on l'analyse après pour la recherche des bons paramètres. Ces opérations ont été sur des anodes industrielles et celles du laboratoire. En outre, l'automatisation des tâches permet de sauver du temps de traitement des données. Ces améliorations sont présentées dans les chapitres suivants.

### **3.3 Choix des outils et des paramètres pour les mesures**

#### **3.3.1 Choix du microphone**

Pour ce projet, les outils utilisés sont essentiellement un microphone et une application développée au sein de la chaire de recherche. Le signal à traiter étant le son, il est donc primordial de faire les mesures avec les outils adéquates. De ce fait, il devient important de choisir un microphone avec les bonnes caractéristiques. Le microphone recherché doit être capable de réduire le maximum de bruit autour de sa position et de pouvoir mesurer selon une seule direction vers la source sonore (qui fait l'objet d'étude) seulement. Ce microphone doit être capable d'enregistrer dans une grande plage de fréquence car il faut trouver la bonne plage. Ce qui requiert de travailler dans plusieurs plages en prélude.

#### **3.3.2 Choix de la position du microphone**

En plus des paramètres  $F$  et  $n$ , il est important de trouver la meilleure position du microphone pour des mesures de bonne qualité. En effet, la qualité des mesures dépend de la distance qui sépare le microphone de la source sonore. Il est donc important de trouver

une position fixe pour ne pas affecter les paramètres ( $F$  et  $n$ ). Par exemple, le fait de changer de position changera la fréquence d'analyse et par conséquent le microphone peut ne pas être adéquat pour cette mesure. Pour ce faire, différents microphones ont été testés avec différentes positions. Ces tests ont été réalisés à l'usine et au laboratoire.

A travers la littérature [7], on sait que le formage des anodes par vibrocompaction permet le réarrangement des particules grâce à la vibration. Il s'ensuit d'autres étapes qui jusque-là restent inconnues ou difficiles à déterminer. En outre, on remarque (pendant la fabrication d'anode au laboratoire) une diminution de l'amplitude de vibration (variation du mouvement de la table) qui tend à se stabiliser après cette étape. De plus, d'autres études montrent que, bien qu'on augmente le temps de compaction, on atteint une limite où la variation des propriétés de l'anode est faible, voire nulle, démontrant ainsi l'existence d'un temps optimal. La recherche de cet optimal et la compréhension en profondeur de ces remarques nous a conduit à des tests à l'usine et au laboratoire après la mise au point des paramètres de notre application du son.

Rappelons que l'objectif est de développer l'outil pour un usage industriel. Il est donc nécessaire de savoir si la technique marche à l'usine après des travaux d'amélioration au laboratoire. Étant donné qu'il est difficile de faire varier les paramètres de fabrication à l'usine, une partie des tests est réalisée au laboratoire. Par exemple, il est difficile de contrôler les paramètres de la cuisson à l'usine alors qu'il est plus facile de le faire au laboratoire. Ces travaux (à l'usine et au laboratoire) sont détaillés dans les paragraphes suivants.

### 3.4 Tests et mesures à l'usine

Trois campagnes de mesure et de tests ont été réalisées à l'usine dans le cadre du projet. Il est connu qu'il existe des variations au niveau des paramètres de formage des anodes dans les usines (taux de brai, température, granulométrie, etc.). Ces variations influencent les propriétés des anodes et le temps optimal de compaction. Ainsi, les objectifs visés par ces campagnes étaient de :

- caractériser la vibrocompaction en déterminant les phases de la compaction;
- étudier l'impact des variations des paramètres de fabrication sur le temps optimal au niveau industriel;
- améliorer le logiciel en recherchant les meilleures paramètres pour les mesures et en implantant les critères de fin de compaction (critères de détection du temps optimal);
- tester l'outil d'analyse de son par la production d'anodes industrielles suivant des critères liés aux paramètres du vibrocompacteur et de la pâte d'anode;
- étudier les propriétés des anodes en fonction du temps de sur-compaction.

Le dernier point cité précédemment est réalisé au laboratoire à l'UQAC par la caractérisation des anodes produites. Elle (la caractérisation) est présentée dans la section des travaux au laboratoire à l'UQAC. Par la suite, les propriétés sont corrélées avec le temps de compaction (ou temps de sous or sur-compaction) en se basant sur le son.

### **3.4.1 Campagne de mesure de juin 2014**

La première campagne a été réalisée en juin 2014. Elle a permis de jeter les bases du perfectionnement du logiciel. Pendant deux mois (de mi-juin à la mi-août) à l'usine, plusieurs enregistrements ont été effectués et analysés. Le but de ces tests était d'une part d'effectuer le calibrage des outils utilisés. Il s'agit de trouver la bonne distance, du meilleur positionnement du microphone et des bons paramètres de l'application de son. D'autre part, ces tests ont permis d'évaluer la réponse du logiciel indépendamment des variations des paramètres de la pâte anodique. Ce qui a servi à déterminer des temps optimaux en se basant sur ces paramètres. En plus, d'autres tests ont été réalisés afin d'évaluer le gain de temps en utilisant le son. Les résultats sont présentés dans le cinquième chapitre.

### **3.4.2 Campagne de mesure de mai 2015**

Après celle de juin 2014, une deuxième campagne en mai 2015 a été effectuée afin de définir les critères de fin de compaction et des paramètres d'automatisation. En effet, il faut souligner que l'outil doit être autonome. Pour ce faire, les tests ont été réalisés en répartissant les enregistrements suivant trois groupes d'anode. Un premier groupe d'anode a été fabriqué avec le temps de compaction standard de l'usine ; le second avec un temps de compaction supérieur au standard (environ  $3/2$  du standard) et enfin le dernier groupe avec le temps de compaction le plus grand admissible. Ces enregistrements ont servi à l'étude paramétrique qui est détaillée dans le prochain chapitre. En plus, le gain de temps a été évalué.



### 3.4.3 Campagne de mesure de décembre 2015

Enfin, la troisième et dernière campagne dans le cadre de ce projet (en décembre 2015) a été le lieu d'application de toutes ces améliorations apportées à l'outil. Les tests ont été réalisés dans le but d'une amélioration et de l'évaluation de l'outil de son. Des anodes ont été fabriquées suivant différentes critères. Ces critères sont les suivantes :

- variation du temps de compaction : fabrication des anodes avec un temps de compaction variable (faible<sup>1</sup> et élevé<sup>2</sup>). De plus une anode a été produite avec un temps optimal qui a été détecté par le logiciel. L'arrêt de la machine est fait manuellement<sup>3</sup>.
- variation du taux de brai ;
- variation de la pression des ballons du haut du compacteur ;

Des échantillons (des carottes) ont été prélevés sur ces différentes anodes pour des tests finaux (caractérisation) en laboratoire dont la description est détaillée dans les prochains paragraphes de ce chapitre. Ces tests sont :

---

<sup>1</sup> Ce temps de compaction est le plus petit admissible que l'usine peut utiliser sans faire d'une anode un rejet, et ce temps est relatif au standard de l'usine.

<sup>2</sup> C'est la plus grande valeur admissible sans créer de rejet, ni provoquer de problème sur la machine, car le coût de maintenance des compacteurs est élevé.

<sup>3</sup> Des marges d'erreurs sont donc à prendre en compte dans cette configuration dû à l'intervention manuelle qui impose un délai.

- les tests de densité : il s'agira de déterminer les densités des carottes provenant des configurations précédentes ;
- les tests mécaniques (la compression) : les résultats de ces tests permettent de déduire et de classer les anodes sur-compactées et sous-compactés ;
- les résultats des tests réalisés sont comparés entre eux en vue de connaître l'efficacité, la fiabilité et aussi les limites de l'outil qui est développé.

### **3.5 Tests au laboratoire de l'UQAC**

Dans cette section, sont exposés les travaux exécutés au laboratoire à l'UQAC. Il s'agit de l'enregistrement des sons venant des anodes fabriquées au laboratoire et de l'analyse des sons provenant des anodes d'usine et celles du laboratoire de l'UQAC. La caractérisation des anodes produites à l'usine (voir section précédente) est réalisée. L'un des points clés de cette section est la validation de notre technique avec le son. Il s'agit de montrer si les meilleures propriétés des anodes (après cuisson) sont obtenues lorsque le temps de compaction est proche de l'optimal.

#### **3.5.1 La fabrication des anodes au laboratoire**

Deux groupes d'expériences ont été réalisés au laboratoire : Le premier groupe concerne la validation de notre méthode. Deux séries des expériences ont été faites dans le cadre de la validation.

- Première validation : ici seul le temps de compaction est modifié; les autres paramètres étant constants. Il s'agissait d'étudier l'impact du temps de compaction sur les propriétés de l'anode. Pour ce faire, quatre anodes (1, 2, 3, 4) sont fabriquées au laboratoire dans les mêmes conditions. Les temps de compaction sont tels que  $t_1 > t_4 > t_2 > t_3$  avec  $t_4$  le temps standard et  $t_2$  est donnée par un arrêt manuel de la machine à l'atteinte du temps optimal détecté par l'application d'analyse de son. Par la suite, les tests de caractérisation sont appliqués à ces anodes. Cette caractérisation est expliquée dans la suite.
- Deuxième validation : Tout comme la première validation, afin de connaître l'effet du temps de compaction sur des anodes, quatre anodes (A, B, C, D) ont été produites au laboratoire et cuites à des taux de chauffage différents. Il est important de préciser que les taux de chauffage différents ont été appliqués qu'après 600 °C. En effet, les anodes sont cuites à un même taux de chauffage (**h**) bas jusqu'à 600°C; température à laquelle la plupart des matières volatiles a eu le temps d'être libérées. Ce taux de chauffage bas (**h**) est appliqué jusqu'à cette température de 600°C afin d'éviter une libération rapide et brusque des volatiles qui peuvent créer des fissures et pores importants dans l'anode. A cette température, la quasi-totalité des volatiles étant libérée, un taux de chauffage plus grand que **h** ne devrait pas avoir d'effets significatifs dans la formation de fissures. Afin de rattraper le temps perdu dû au taux de chauffage bas et lent, les anodes A, B, C et D sont chauffées respectivement de façon rapide avec les taux chauffage  $h_1$ ,  $h_2$ ,  $h_3$  et  $h_4$  qui sont plus grand que **h**. On

rappelle que l'étude porte sur l'impact du temps de compaction et non celui du taux de chauffage. L'impact du taux de chauffage a déjà été étudié [84].

Quant au deuxième groupe, il s'agit d'étudier l'effet des matières premières sur le temps de compaction. Sachant que la qualité des anodes est sujette aux variations des matières premières (coke, brai), à la recette (granulométrie, taux de brai), aux paramètres du vibrocompacteur, etc.; différents tests ont été réalisés pour connaître les effets de ces paramètres sur le temps optimal. Pour les expériences réalisées, seuls les effets du type de brai et du type de coke ont été étudiés. Pour ce faire, les anodes ont été fabriquées en suivant des configurations différentes (variation de la recette).

*Type de brai et type de coke* : il est possible, de façon générale, que toutes les propriétés du coke et du brai puissent changer d'un type de coke et de brai à un autre. Il est aussi connu en particulier que le point de ramollissement varie d'un brai à un autre, tout comme la porosité et la composition des cokes varie également. Dans notre, les types de brai utilisés ont approximativement le même point de ramollissement. Toutefois, leurs viscosités,  $QI^4$ ,  $TI^5$ , etc. changent. Ainsi la variation de l'un d'entre eux influence la rhéologie de la pâte et agira par conséquent sur la compaction. En outre, la mouillabilité du brai jouant un rôle essentiel dans la cohabitation agrégats-brai, il est donc important de savoir l'impact de différents matériels sur le temps de compaction et les propriétés des anodes. Ainsi, six anodes ont été produites : trois pour l'étude du type de brai et trois pour l'étude du type de

---

<sup>4</sup> Voir les références [2] et [7] pour plus de détails.

<sup>5</sup> Idem que la note 4.

coke. Seul le type de brai ou de coke est modifié dans la recette selon le cas étudié. On extrait ensuite les carottes pour la phase de caractérisation.

### **3.5.2 Analyse des sons**

Il s'agit de l'analyse des sons enregistrés au laboratoire à l'UQAC et des sons enregistrés lors des campagnes de mesures à l'usine. L'objectif de ces analyses dans un premier temps est la détermination des paramètres optimaux. De même, elles permettent l'étalonnage pour les mesures. Dans un deuxième temps, elles permettent l'amélioration du logiciel c'est-à-dire le perfectionnement de l'algorithme, l'automatisation des tâches et l'amélioration de l'interface pour une utilisation aisée par l'utilisateur. L'ensemble de ces améliorations conduisent à la détermination du temps optimal avec plus de précision.

### **3.5.3 Caractérisation des anodes au laboratoire UQAC**

Ce point est dédié à la caractérisation des anodes. Il s'agit des anodes fabriquées au laboratoire de l'UQAC et des anodes de l'usine. La caractérisation permet de connaître l'impact du temps de compaction sur les propriétés des anodes. Ce qui permet de connaître les anodes sur-compactées et les anodes sous-compactées.

La caractérisation des anodes du laboratoire est répartie en deux groupes. Dans le premier, la caractérisation est opérée sans que les anodes ne soient carottées c'est-à-dire que le bloc en entier est utilisé pendant les tests. Ce présent groupe concerne les anodes crues ayant servies à la première validation. Pour ces anodes, le test de densité (crue et cuite) est réalisé en déterminant d'abord la masse de l'anode à l'aide d'une balance. Ensuite,

les dimensions sont mesurées suivant une procédure bien déterminée. Finalement le volume est calculé avec le logiciel *SolidWorks*<sup>6</sup> grâce aux dimensions mesurées précédemment. Quant au test de résistivité électrique, il est réalisé grâce à l'outil SERMA (**S**pecific **E**lectrical **R**esistivity **M**easurement of **A**nodes) [85-87]. Cela consiste à mesurer en plusieurs points la chute de voltage entre les surfaces du bas et du haut de l'anode qui sont traversées par un courant de 5A. Grâce à cette chute de voltage, la résistivité de l'anode est déduite. L'ensemble de cette opération est décrite par Lu [88].

Quant au deuxième groupe, des carottes sont extraites des anodes. C'est sur ces carottes qu'il est réalisé la mesure de densité et de résistivité avant et après la cuisson. Ces tests sont décrits dans la suite. Les anodes ayant servi à étudier l'effet du type de matières premières (brai et coke) constituent ce groupe. Pour ces tests, la moyenne des résultats des tests sur les carottes est utilisée pour représenter les résultats finaux des tests pour ces anodes. Cela s'explique par le fait que les tests sont réalisés sur les échantillons crus et cuits; donc il faut prélever des carottes. Pour les tests (résistivité et densité) sur les échantillons crus, c'est la moyenne des quatre carottes et pour les échantillons cuits, seules deux carottes sont utilisées.

En ce qui concerne les anodes de l'usine à caractériser au laboratoire de l'UQAC, il s'agit des anodes de la Campagne de mesure de décembre 2015. Étant donné la grande taille des anodes industrielles, 60 échantillons cylindriques (carottes) ont été extraits de huit

---

<sup>6</sup> Pour plus d'information voir <http://www.solidworks.com/>

anodes industrielles pour la caractérisation. En plus des tests de densité et de résistivité, un test de compression uni-axiale est opéré sur les carottes venant des anodes de l'usine. Les carottes, une fois identifiées, sont séchées dans un four afin d'extraire le surplus d'humidité introduite pendant le carottage. Par la suite, les tests (de densité, de la résistivité électrique et de la compression uni-axiale) sont effectués avant et après la cuisson.

Ces anodes (de l'usine) ont été choisies sur la base des critères comme définies pendant la Campagne de mesure de décembre 2015 (variation du temps de compaction, du taux de brai, de la pression des ballons du compaction). Cette caractérisation vise à connaître d'une part l'évolution des propriétés des anodes en fonction du temps de compaction. D'autre part, elle vise à déterminer si les meilleures propriétés sont données au temps optimal en se basant sur le temps de sur-compaction. Ce temps est le temps supplémentaire au temps optimal qu'on compacte.

Les paragraphes qui suivent décrivent en détail les étapes et les tests de la caractérisation. (Identification des échantillons et présentation des méthodes utilisées pour les tests).

#### **3.5.3.1 Identification des échantillons**

On sait qu'il est impossible de caractériser des anodes industrielles à l'UQAC en tailles réelles. Des plans de découpage et de carottage sont nécessaires pour y arriver. Les anodes industrielles d'une tonne environ et présentant des dimensions variables [7] comme présentées sur la Figure 3-3 (image de gauche), sont d'abord découpées pour avoir un bloc

rectangulaire. Ce premier découpage<sup>7</sup> consiste à retirer sur chaque face de l'anode de départ une épaisseur (plaque) d'environ 20 à 30 millimètres. On obtient le bloc rectangulaire comme sur la Figure 3-3 (image de droite). Le bloc rectangulaire obtenu est ensuite découpé suivant le plan de coupe sur la Figure 3-4. Les petits blocs rectangulaires sont numérotés comme présentées sur la même figure en commençant toujours par la même face. Le but de ce deuxième plan de découpe est d'extraire les petits blocs ayant les mêmes dimensions que les anodes de laboratoire.

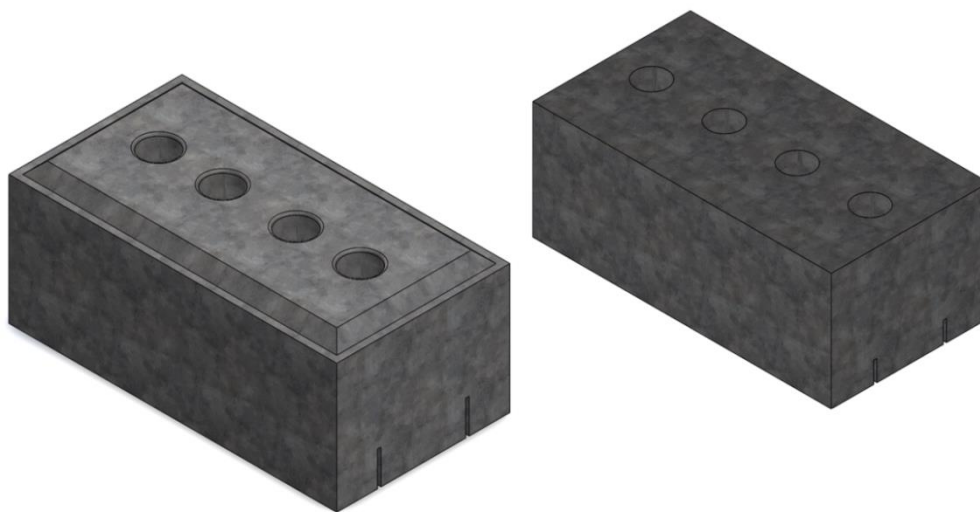


Figure 3-3 : Anode industrielle avant et après le premier découpage

---

<sup>7</sup> Pour rendre le texte moins chargé, ce découpage n'est pas représenté. Seul le découpage d'où est extrait les échantillons pour l'étude est représenté (Figure 3-4)



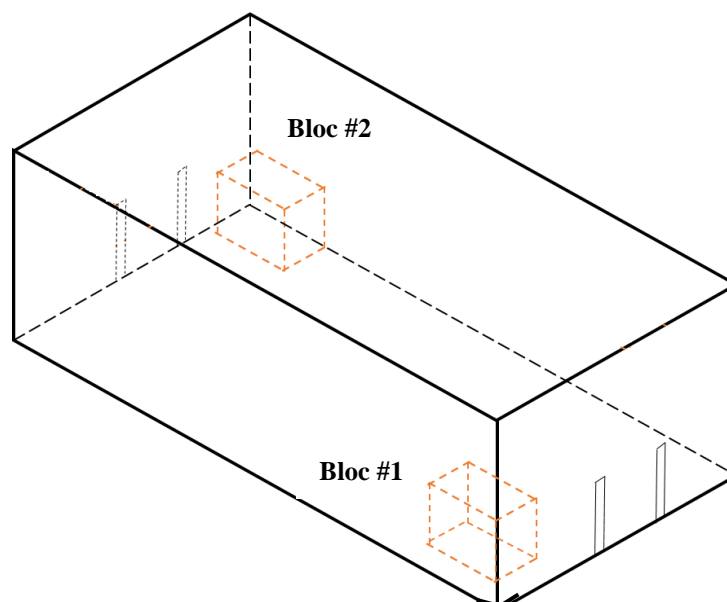


Figure 3-4 : Plan de découpage des faces des anodes industrielles

On souligne par ailleurs sur la Figure 3-4, qu'aucun prélèvement n'est fait dans la partie centrale de l'anode. Les petits blocs (#1 et #2) sont finalement découpés selon le plan de carottage utilisé au laboratoire et qui est présenté sur la Figure 3-5. On s'assure de respecter l'ordre de numérotation par rapport au repère choisi. On extrait quatre carottes par bloc d'anode. Ce sont des échantillons cylindriques de diamètre  $d = 50$  mm et de longueur  $L = 130$  mm. En tout, 60 carottes ont été extraites pour les tests. Pour des erreurs de précision dues aux outils utilisés pour le carottage, les dimensions des échantillons sont mesurées plus tard lors des tests. Cette procédure est présentée dans les prochaines pages.

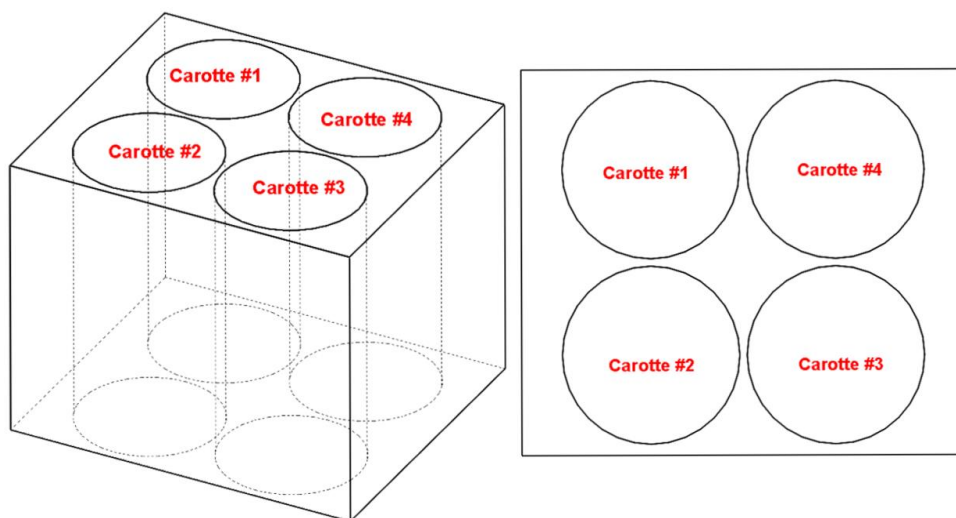


Figure 3-5 : Plan de carottage au laboratoire de l'UQAC

Après le carottage, il ne reste plus qu'à identifier les carottes. Chaque anode industrielle est repérée par un code numérique sous la forme **AX-B-C** (**A : anode; X : numéro d'anode; B : bloc; C : carotte**) désignant le numéro. De chaque anode, au moins l'un des deux blocs (#1 ou #2) ou bien les deux sont utilisés. Par la suite, chaque bloc est carotté suivant un ordre de numérotation comme vu sur la Figure 3-5. L'identification d'une carotte est donc sous la forme comme spécifiée dans le Tableau 3-1. Par exemple la carotte **A1-1-3** vient de l'anode industrielle #1, du bloc #1 et représente la carotte #3. Le squelette de cette identification est présenté dans le Tableau 3-2. L'identification complète des 60 carottes est présentée dans les tableaux en annexe 4.

Tableau 3-1 : Codification des carottes

Numéro de l'anode industrielle	Numéro du bloc	Ordre de carottage
AX	1 ou 2	1 à 4

Tableau 3-2 : Numérotation définitive des carottes

Numéro de l'anode industrielle	Numéro du bloc	Ordre de carottage	Identification complète de la carotte
AX (X=1 à 8)	1	1	<b>AX-1-1</b>
		2	<b>AX-1-2</b>
		3	<b>AX-1-3</b>
		4	<b>AX-1-4</b>
	2	1	<b>AX-2-1</b>
		2	<b>AX-2-1</b>
		3	<b>AX-2-1</b>
		4	<b>AX-2-1</b>
...	...	...	...

Quant aux carottes des anodes de laboratoire, elles sont numérotées en tenant compte de l'ordre de carottage de l'anode (comme présenté sur la Figure 3-5). Le sens de carottage tient compte d'une face de référence (la face est marquée par une lettre « X » lorsqu'on démoule l'anode après la compaction). La face de référence est toujours la même pour toutes les anodes de laboratoire.

Les carottes une fois identifiées, elles sont séchées dans un four afin d'extraire le surplus d'humidité introduite pendant le carottage. Ensuite, les tests de densité, de la résistivité électrique et la compression uni-axiale sont effectués avant et après la cuisson. Les paragraphes qui suivent décrivent ces tests.

### 3.5.3.2 Mesure de la densité apparente [ASTM D5502-00]

La densité apparente est évaluée en appliquant la norme ASTM D5502-00 [89] qui est décrite comme suivant. Tout d'abord les échantillons sont pesés à l'aide d'une balance de haute précision. Ensuite on évalue la longueur moyenne de l'échantillon par la mesure des

quatre longueurs comme le montre la Figure 3-6. De même on détermine le diamètre moyen en faisant les mesures comme précisées sur la Figure 3-6. La Figure 3-7 présente les outils utilisés pour la pesée et la prise des mesures. Finalement la densité apparente  $D$  s'évalue par la formule (3-1) :

$$D = \frac{m}{v} \quad (3-1)$$

avec  $D$  : densité apparente en g/cm<sup>3</sup> ;  $m$  : masse de la carotte en g ;  $v$  : volume de la carotte en cm<sup>3</sup>. Le volume  $v$  est donné par la formule (3-2) :

$$v = \pi L \frac{d^2}{4} \quad (3-2)$$

avec  $L$  : la longueur moyenne en cm et  $d$  : le diamètre moyen en cm.

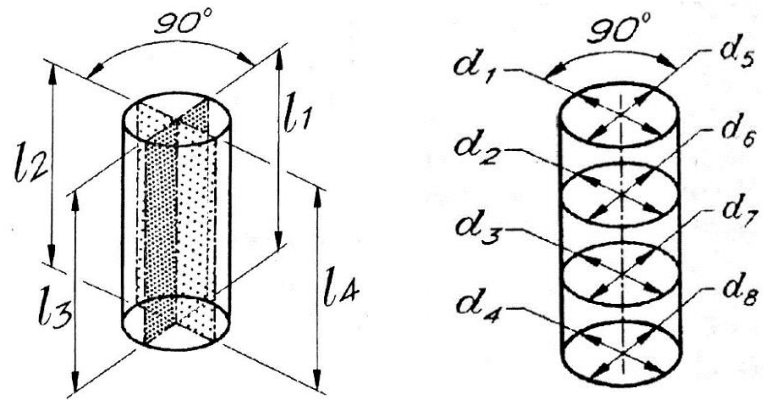


Figure 3-6 : Procédures de mesure des longueurs et des diamètres [89]

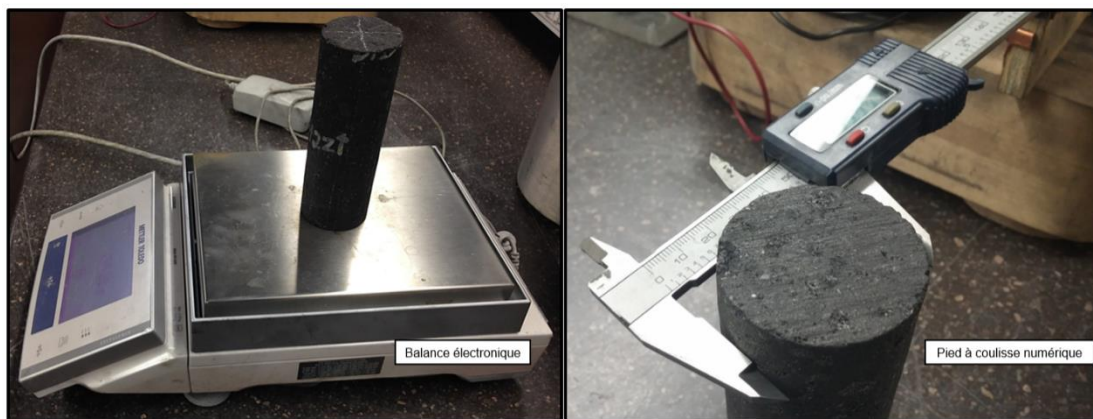


Figure 3-7 : Appareils de mesure (balance et pied à coulisse)

Le Tableau 3-3 résume les échantillons utilisés avant et après la cuisson pour les mesures de densité.

Tableau 3-3 : Liste des carottes utilisées pour le test de densité

Mesure de la densité	# carottes crues	# carottes cuites
	Tous les 60 échantillons	A1-1-1; A1-1-2; A1-1-3; A1-2-1; A1-2-3; A2-1-1; A2-1-2; A2-1-3; A2-2-1; A2-2-3; A3-1-1; A3-1-2; A3-1-3; A3-2-1; A3-2-3; A4-1-1; A4-1-2; A4-1-3; A4-2-1; A4-2-3; A5-1-1; A5-1-2; A5-1-3; A6-1-1; A6-1-2; A6-1-3; A6-2-1; A6-2-3; A7-1-1; A7-1-2; A7-1-3; A7-2-1; A7-2-3; A8-1-1; A8-1-2; A8-1-3; A8-2-1; A8-2-3;

### 3.5.3.3 Mesure de la résistivité électrique [ASTM D6120-97]

La mesure de la résistivité est faite suivant la norme ASTM D6120-97 [90]. La résistivité est très importante dans la détermination de la qualité des anodes. En effet, sa valeur est directement liée à la consommation énergétique. En général on recherche une faible résistivité dans les anodes. Pour ce test, les mêmes dimensions que celles du test de la densité sont utilisées. De plus, les mesures sont faites à une température de  $22 \pm 5^{\circ}\text{C}$ .

La prise des mesures se fait grâce au montage dont le principe de fonctionnement est détaillé sur la Figure 3-8. Il s'agit de mesurer le voltage pour huit points de mesure autour du diamètre pour une longueur de 100 mm (Figure 3-8) ; l'échantillon étant traversé par un courant d'un ampère (1 A). Par la suite, on calcule le voltage moyen  $\bar{V}$ . Finalement la résistivité électrique (ER) est obtenue par la formule (3-3) :

$$ER = \frac{V \times A}{I \times L} \quad (3-3)$$

avec  $ER$  : résistivité électrique en  $\mu\Omega.m$  ;  $V$  : chute de voltage moyen en mV ;  $I$  : intensité du courant en A ;  $L$  : distance entre les points de contact en mm ;  $A$  : aire de la section en  $mm^2$ . L'aire de la section est donnée par la formule (3-4) :

$$A = \frac{\pi \times d^2}{4} \quad (3-4).$$

Dans cette formule  $d$  représente la moyenne quadratique du diamètre à partir des huit diamètres mesures comme le montre la Figure 3-6. La formule de la moyenne quadratique est définie par

$$d = \sqrt{\frac{8}{\frac{1}{d_1^2} + \frac{1}{d_2^2} + \dots + \frac{1}{d_8^2}}} : \quad (3-5).$$

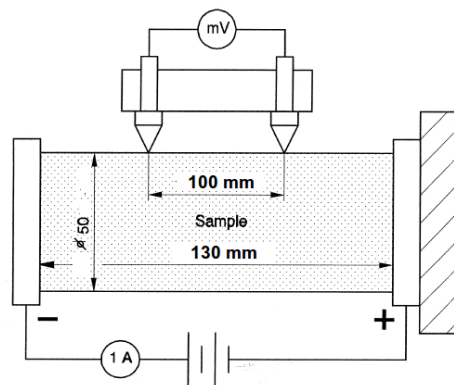


Figure 3-8 : Principe de la mesure de la résistivité électrique [5]

Le Tableau 3-4 résume les échantillons utilisés avant et après la cuisson pour le test de la résistivité électrique.

Tableau 3-4 : Échantillons utilisés pour le test de résistivité

Mesure de la résistivité électrique	# carottes crues	# carottes cuites
	Tous les 60 échantillons	A1-1-1; A1-1-2; A1-2-1; A1-2-1; A2-1-2; A2-2-1; A3-1-1; A3-1-2; A3-2-1; A4-1-1; A4-1-2; A4-2-1; A5-1-1; A5-1-2; A6-1-1; A6-1-2; A6-2-1; A7-1-1; A7-1-2; A7-2-1; A8-1-1; A8-1-2; A8-2-1;

### 3.5.3.4 Test de compression uni-axiale

Le test de compression uni-axiale permet de mesurer la contrainte maximale de compression, le module de Young ainsi que la courbe contrainte-déformation [50]. Dans cette présente étude, seule la contrainte de compression maximale est utilisée. Le test se déroule à température ambiante et est régi par les normes ISO 18515:2007(E) [91] et ASTM C695-91:2005 [92]. Il consiste à soumettre une force de pression à un échantillon cylindrique placé entre deux plateaux comme on peut le voir sur la Figure 3-9 qui décrit le principe de fonctionnement du test. Les faces de l'échantillon doivent être parallèles. De plus, ils doivent avoir des dimensions de 50 mm de diamètre et 130 mm comme longueur. On applique la force jusqu'à la rupture de l'échantillon. Par la suite, la force maximale (valeur de la force à la rupture de l'échantillon) est enregistrée et on calcule la résistance à la compression par la formule :

$$\sigma_{dB} = \frac{F_{max}}{A} \quad (3-6)$$



avec  $\sigma_{dB}$  : résistance à la compression en MPa ;  $F_{max}$  : force maximale conduisant à la rupture de l'échantillon en N ;  $A$  : aire de la section initiale de l'échantillon en mm<sup>2</sup>.

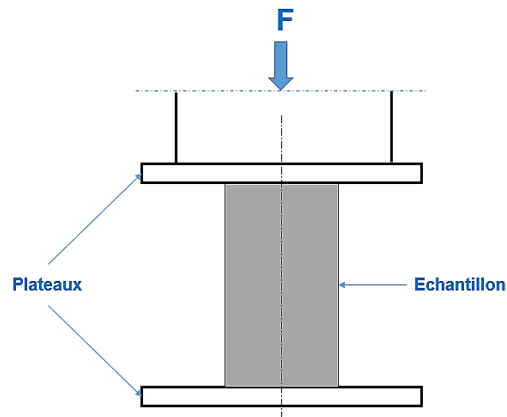


Figure 3-9 : Schéma de principe du test de compression

Deux types de machines ont servi pour les tests de compression. La première, la presse *Instrom 8801* a été utilisée pour les carottes crues. Elle a une capacité de 100 kN avec une vitesse d'avance de 1 mm/min. La deuxième est la presse *MTS* qui a servi pour les carottes cuites, car ces dernières sont plus résistantes et dépassent les 100 kN. La presse *MTS* a une capacité maximale de 250 kN et une vitesse de 1 mm/min. Les Figure 3-10 et Figure 3-11 présentent respectivement les presses *Instrom 8801* et *MTS*. Le Tableau 3-5 résume les échantillons utilisés avant et après la cuisson pour le test de compression.

Tableau 3-5 : Échantillons utilisés pour le test de compression

	# carottes crues	# carottes cuites
Mesure de la résistivité électrique	A1-1-4; A1-2-2; A2-1-4; A2-2-2; A3-1-4; A3-2-2; A4-1-4; A5-1-4; A6-1-4; A6-2-2; A7-1-4; A7-2-2; A8-1-4; A8-2-2; A4-2-2	A1-1-3; A1-2-3; A2-1-3; A2-2-3; A3-1-3; A3-2-3; A4-1-3; A4-2-3; A5-1-3; A6-1-3; A6-2-3; A7-1-3; A7-2-3; A8-1-3; A8-2-3;



Figure 3-10 : Presse Instron 8801 utilisée pour les carottes crues



Figure 3-11 : Presse MTS utilisée pour les carottes cuites

### 3.6 Validation

Dans le but de savoir si la méthode qui est développée est fonctionnelle et d'évaluer son efficacité, il faut procéder à une validation. On rappelle que le but de l'outil qui est développé est de trouver le temps optimal de la compaction des anodes. Ceci implique d'éviter la sous ou la sur-compaction. Ainsi cette importante étape (validation) permet de connaître si les anodes compactées au temps optimal donnent de meilleures caractéristiques. Les tests expliqués précédemment permettent de caractériser les anodes. Le critère de sur-compaction est utilisé comme indicateur. Ce critère est le temps supplémentaire au temps optimal pendant laquelle on compacte. Faut-il compacter à un temps qui se situe plus loin ou plus près du temps optimal pour avoir des anodes de meilleure qualité ? Cette étape permettra de lever le voile sur cette interrogation.

## **CHAPITRE 4**

### **SYSTÈME EXPERMENTAL**

#### **4.1 Introduction**

Ce chapitre traite du fonctionnement du système expérimental. Il s'agit de l'outil qui est mis en place. Rappelons que le système expérimental est composé d'un microphone et de l'application de son qui est développée. Les études paramétriques qui ont servi dans ce projet sont présentées dans ce chapitre. De même, les améliorations comme celles de l'interface et de la visualisation sont présentées également. Ces améliorations impliquent également la phase d'automatisation du système. Par ailleurs, des difficultés qui ont marquées ces améliorations seront évoquées. Toutefois, une meilleure compréhension du principe de fonctionnement est nécessaire pour une meilleure étude des paramètres.

#### **4.2 Principe de fonctionnement**

Le fonctionnement du logiciel est basé sur la méthode classique de traitement du signal (Transformée Rapide de Fourier) et des concepts inspirés des outils statistiques tels que la

moyenne, le maximum, le minimum, la variation de la pente, etc. La Figure 4-1 résume les différentes étapes que subit le signal depuis sa source.

La mise en marche de la machine crée des vibrations acoustiques qui se manifestent par la pression acoustique. L'action de cette pression sur les membranes des microphones engendre entre leurs bornes de sortie des tensions électriques [55]. Des convertisseurs analogiques-numériques sont utilisés pour la conversion en fichiers audio. On obtient un signal auquel on applique un lissage. Pour ce faire, on calcule la moyenne de  $n$  points consécutifs ( $n$  est choisi par l'utilisateur) pris sur le signal d'origine. On choisit les  $n$  premiers points sur le signal d'origine et on calcule la moyenne arithmétique. Ensuite on sélectionne les  $n$  points suivants en faisant un décalage d'un rang. Autrement dit, le deuxième point de la sélection précédente devient le premier de la nouvelle. Ainsi, en répétant l'opération, on construit la courbe de la moyenne. La Figure 4-2 présente un exemple de construction de la courbe de la moyenne à partir du signal brut avec  $n=5$  points pour le calcul de la moyenne.

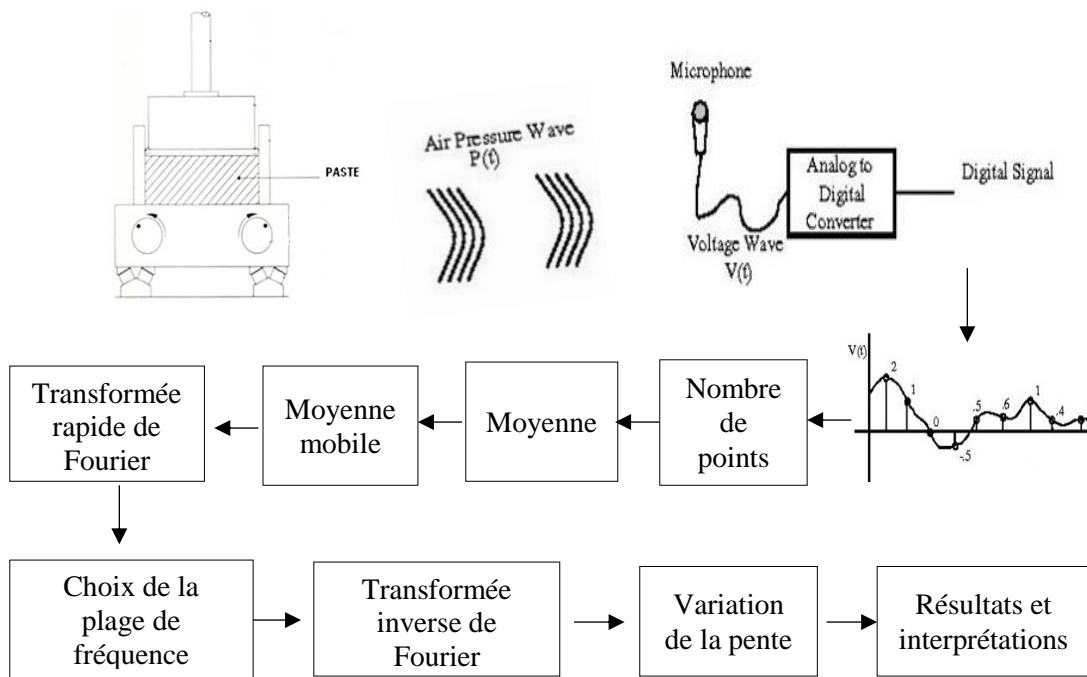


Figure 4-1 : Étapes de traitement du signal

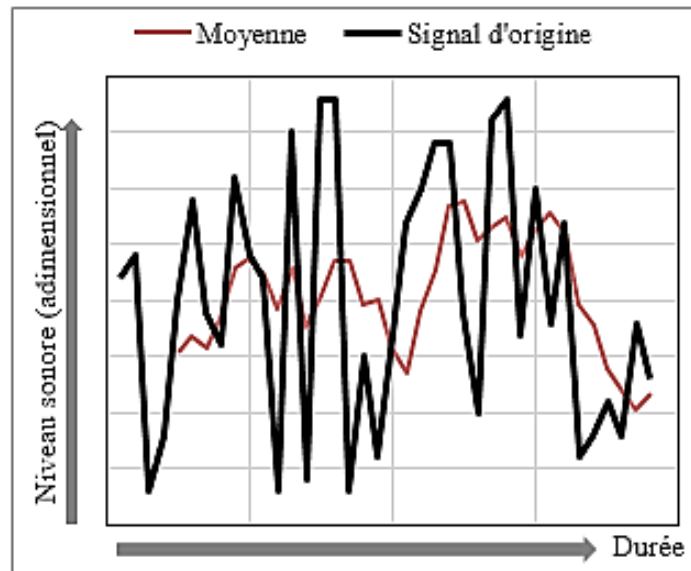


Figure 4-2 : Courbe de la moyenne à partir de la courbe brute

À partir de la courbe précédente (Figure 4-2), un passage à la moyenne mobile est opéré. Cette opération permet de construire la courbe de la moyenne glissante. C'est un type de moyenne statistique utilisé pour analyser des séries de données, le plus souvent temporelles, en supprimant les fluctuations transitoires de façon à en souligner les tendances à plus long terme [93]. Elle est dite mobile, car elle est recalculée de façon continue. En outre, c'est une moyenne qui, au lieu d'être calculée sur l'ensemble des  $n$  valeurs d'un échantillonnage, est calculée tour à tour sur chaque sous-ensemble de  $N$  valeurs consécutives ( $N \leq n$ ) ; le sous-ensemble utilisé pour calculer chaque moyenne « glisse » sur l'ensemble des données. Un nombre  $N$  trop grand rend la courbe trop lisse et un nombre faible rend difficile la détection des particularités dans les signaux. Les sous-ensembles  $N$  représentent un découpage plus fin des échantillonnages  $n$ . Il faut donc choisir

un nombre qui puisse satisfaire ces conditions. La courbe en bleu sur la Figure 4-3 présente un exemple de la courbe de la moyenne glissante ou mobile.

À cette dernière courbe obtenue, on applique la transformée de Fourier pour un passage dans le domaine fréquentiel afin de choisir une plage d'analyse. Ensuite, un retour au domaine temporel est réalisé grâce à la transformée inverse de Fourier, suivi du tracé de la courbe de la variation de la pente en transitant par la courbe de la variation brute à laquelle on applique des critères et des seuils. La courbe en vert sur la Figure 4-3 représente la variation brute de la pente absolue (sans critères appliqués). Elle est dite absolue, car la valeur de la pente est prise en valeur absolue. Finalement la courbe de la variation de la pente en rouge sur la Figure 4-4 permet à l'utilisateur de détecter les phénomènes recherchés tels que le temps optimal et les changements de phase grâce aux pics.

Toutefois, pour un fonctionnement efficace, il faut un paramétrage optimal et une automatisation du logiciel. Cette étude est présentée dans la suite. Il s'agit de faire le choix de la plage de la fréquence et du nombre de points pour la moyenne. Le logiciel est développé en *Visual Basic 6.0 (VB6.0)* qui est un langage facilement accessible.



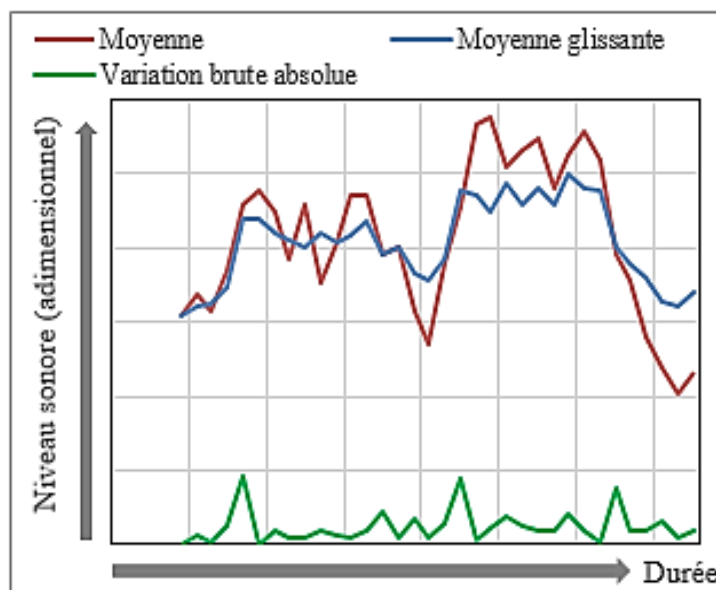


Figure 4-4 : Courbe de la moyenne glissante ou mobile (en bleu)

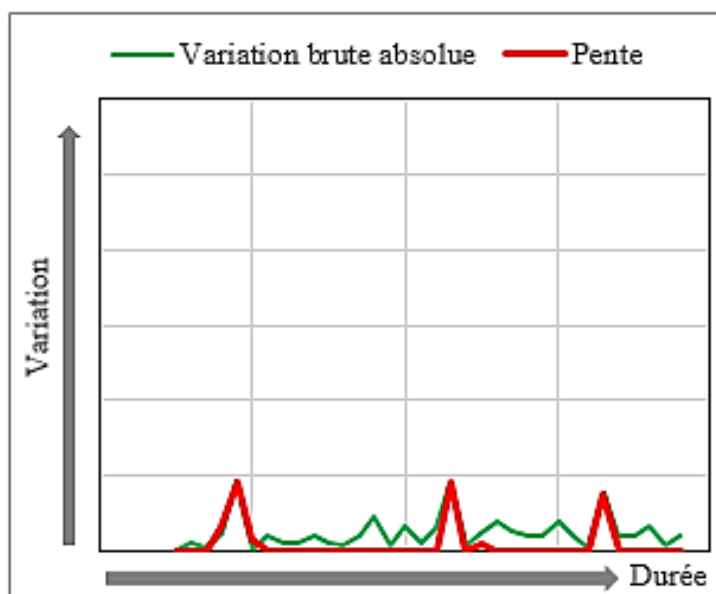


Figure 4-3 : Courbe de la variation de la pente (en rouge)

### 4.3 Études paramétriques

#### 4.3.1 Choix du nombre de points ( $n$ ) pour le calcul de la moyenne

Ce paramètre est important, car il influence la suite de l'analyse. En effet, le calcul de la moyenne arithmétique glissante ou mobile y est lié et se fait juste après le choix de ce paramètre. De plus, un nombre de points trop grand rend la courbe trop lissée, donc devient inexploitable pour la suite. De même un nombre faible rend difficile l'extraction d'information utile dans le signal. Différentes valeurs de  $n$  ont été testées sur les enregistrements de l'usine et du laboratoire. Trois valeurs ( $n_1$ ,  $n_2$ ,  $n_3$ ) ont été retenues pour un test final afin de conserver la meilleure pour la suite. Pour ce faire, on fixe la plage de fréquence et on fait varier  $n$  ( $n_1$ ,  $n_2$ ,  $n_3$ ) pour l'obtention de la courbe de la moyenne arithmétique mobile. Cette courbe fait partie des courbes qui sont affichées lorsque l'analyse se déroule, c'est pourquoi le choix de  $n$  se base sur cette dernière. Ces trois valeurs sont appliquées pour une même anode. La Figure 4-5 présente les courbes comparatives de ces trois valeurs de  $n$ . On remarque que pour  $n = n_2$ , la courbe (courbe en vert) présente trois parties (phases) qui peuvent être clairement identifiées. Ces phases représentent une grande importance dans ce projet. De plus amples informations sont données dans le cinquième chapitre. Ainsi, dans la suite, tous les tests sont réalisés avec  $n = n_2$ . Cette valeur est la même pour l'usine et le laboratoire.

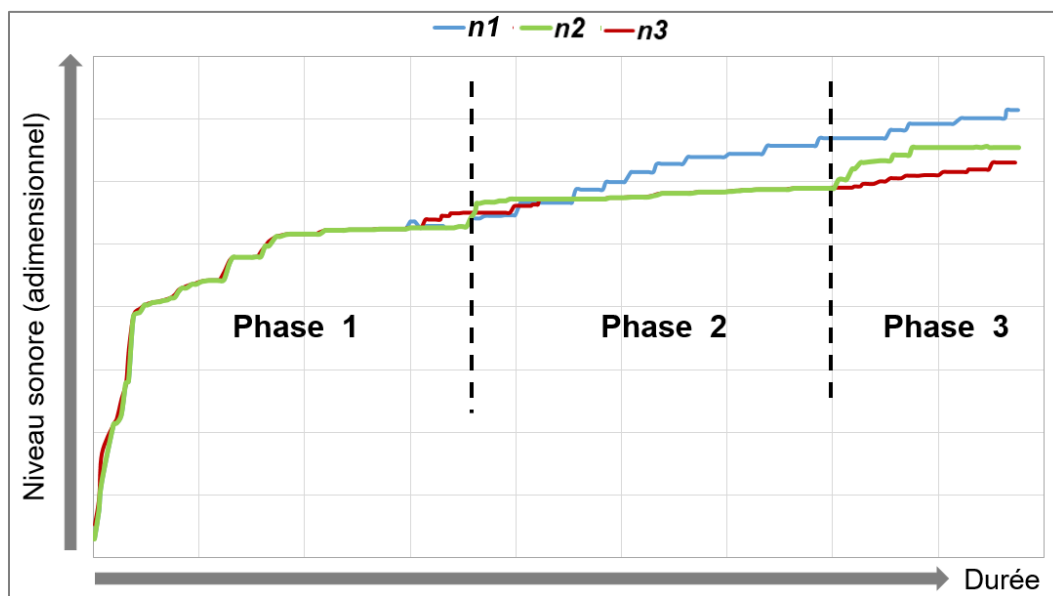


Figure 4-5 : Comparaison des courbes de la moyenne glissante pour différentes valeurs de  $n$

#### 4.3.2 Choix de la plage de fréquence $F$

Le passage au domaine fréquentiel impose de choisir une bonne plage de fréquence pour notre étude. Six plages de fréquence (**F1 à F6**) ont été testées au départ avec les enregistrements du laboratoire et de l'usine. Les résultats ont permis de répartir les plages en trois groupes. **F1** et **F2** permettent de visualiser les phases de la compaction, mais il y a un décalage dans la réponse entre ces deux courbes. **F3** et **F4** donnent des courbes difficilement exploitables comme celle en bleu sur la Figure 4-5. Quant à **F5** et **F6**, les courbes sont trop lissées. Elles sont difficilement exploitables pour identifier les étapes.

La plage recherchée doit avoir une réponse rapide (instantanée) et doit décrire les phases de la compaction de façon claire. Afin de trouver la bonne plage de fréquence, on introduit

de façon volontaire un bruit pendant l'analyse pour voir entre **F1** et **F2** celle qui donne une réponse plus rapide. L'analyse est faite pour une même anode, seule la fréquence varie. La Figure 4-6 présente une comparaison observée dans les plages **F1** et **F2**. On peut souligner un léger décalage à certains points pour la plage de fréquence **F2** bien que le temps d'apparition de ces derniers est connu de l'utilisateur. Dans la suite, tous les résultats présentés sont obtenus à partir de la plage **F1**. La plage **F1** donne de meilleurs résultats. Dans la suite, tous les résultats présentés sont obtenus à partir de la plage **F1**. Cette valeur est valable et est la même pour l'usine et le laboratoire.

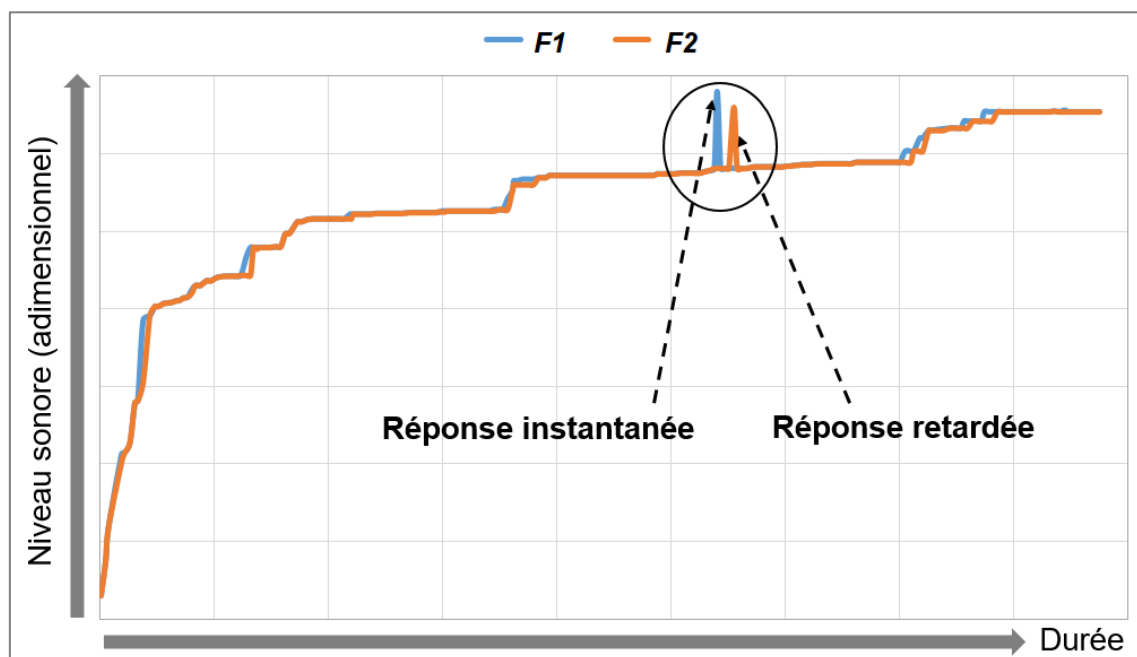


Figure 4-6 : Comparaison des plages de fréquence F1 et F2

## 4.4 Automatisation des analyses

Les analyses jusqu'à une étape du projet n'étaient pas faites en direct ; c'est-à-dire que le son est d'abord enregistré puis analysé après. Une nouvelle a été développée plus tard pour pallier ce problème. Cette nouvelle version automatisée offre en plus de l'analyse en direct un enregistrement simultanément. Cependant, la détection des phases de façon efficace a eu recours aux bons choix de deux paramètres majeurs : le nombre de points **n** et la plage de fréquence **F**.

En outre, l'automatisation de cet outil est essentielle, car elle constitue l'essence d'un outil de contrôle de qualité. En effet, un outil assujéti au jugement des êtres humains ne serait d'une grande utilité, car il peut être affecté par les erreurs d'appréciation. Ainsi, il s'agit de définir des paramètres qui constitueront des repères pour les différentes phases de la compaction y compris les critères de fin de compaction. Sachant que les dimensions des machines, les paramètres d'opération sont différents entre l'usine et le laboratoire, ils certes évident que les paramètres d'automatisation soient différents.

### 4.4.1 Algorithme

Avant de détailler l'algorithme, il convient de définir la notion de **zéro (0)**. C'est une valeur relative et qui représente la mise à zéro d'un niveau sonore en un temps donné lorsque ce niveau est en dessous du seuil imposé (par l'utilisateur). Cette opération est faite lorsqu'on passe de la courbe de la variation brute à la courbe de la pente comme on peut le voir sur la Figure 4-7.

Sur la Figure 4-7, la zone encadrée en tiret présente la mise à zéro de la courbe en vert. De cette manière seules les régions avec des pics attirent l'attention de l'utilisateur. On sait également que la compaction de la pâte anodique se fait suivant des phases. Le but de cet algorithme est de montrer comment se déroule la détection automatique de la fin et du début de chaque phase. On sait également, en se référant à la Figure 4-5, que le niveau sonore se stabilise après l'atteinte de la fin d'une phase. Cette stabilisation peut permettre par ailleurs de savoir qu'on a dans une même phase.

*Algorithme :* Pour trouver le temps de finition  $T$  d'une phase ou de début d'une phase, on compte le nombre de zéros qui se suivent  $Z$  (zéros successifs). Si on a atteint la valeur selon les critères de l'utilisateur, alors on change de phase ou c'est la fin de la compaction. On fait l'explication avec trois phases pendant la compaction. Il est démontré dans le cinquième chapitre que la compaction se fait suivant trois (3) phases. Ainsi, la fin de la phase 1 (début de la phase 2)  $T_1$  est donnée par  $Z_1$  et la fin de la phase 2 (début de la phase 3)  $T_2$  est donnée par  $Z_2$ . La phase 3 (fin de la compaction) présente une particularité. Elle correspond au temps optimal recherché et se trouve après le temps  $T_2$ . De plus, sa position varie en fonction des conditions de la pâte et d'opération tout comme  $T_1$  et  $T_2$ . Pour trouver  $T_3$ , on ajoute un temps additionnel  $d$  (qui est fixe) au temps  $T_2$ . Une étude détaillée est présentée dans la suite sur la détermination de  $d$ . Finalement, le temps optimal (fin de la compaction) est  $T_3 = T_2 + d$ .

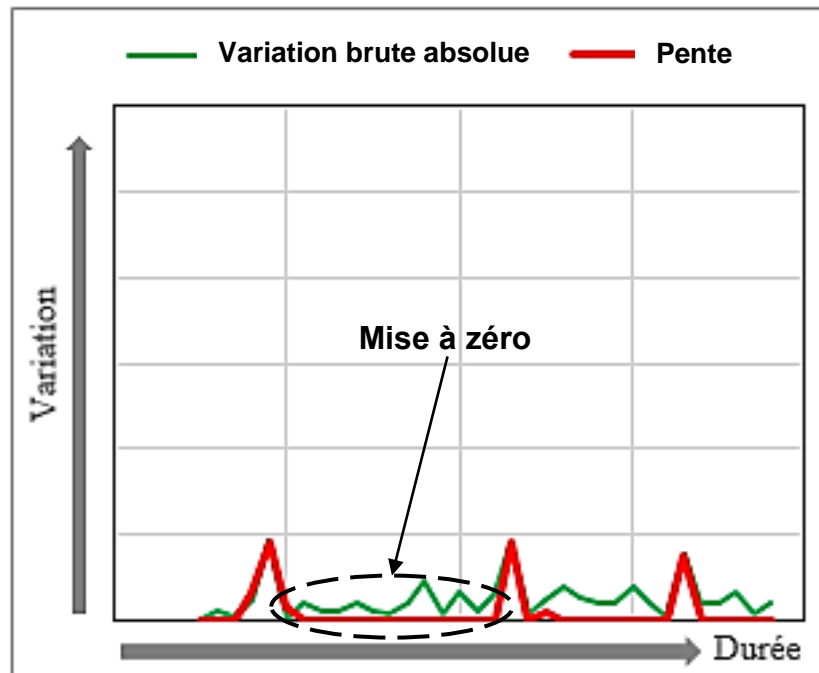


Figure 4-7 : Passage de la variation absolue à la courbe de la pente

#### 4.4.2 Détermination du temps additionnel $d$

Le temps supplémentaire  $d$  est le délai ajouté après l'atteinte du début de la phase 3. Sa détermination est aussi basée sur le nombre de zéros, mais pas nécessairement successifs. On impose des valeurs de  $d$  et on compte le nombre de zéros contenus dans les délais ajoutés. Pour une valeur de  $d$ , on compte le nombre de zéros pour différentes anodes afin de trouver la valeur qui est adéquate. Il s'agit pour ce cas du nombre de zéros (successifs ou non). La valeur recherchée est celle qui donne l'écart type le plus faible du nombre de zéros et le taux de valeurs non nulles compris dans le temps  $d$  qui a été ajouté par l'utilisateur.

Le Tableau 4-1 présente une synthèse des résultats obtenus. Le tableau montre que pour ce cas (usine) **d=0,75**, l'écart au niveau du nombre de zéros pour différentes anodes est faible. De plus, le taux de valeurs non nulles pour cette valeur de « **d** » est faible. Ainsi, dans la suite, **d=0,75** est le temps additionnel d'où le temps optimal recherché **T<sub>3</sub> = T<sub>2</sub> + 0,75** (valeur adimensionnelle).

Tableau 4-1 : Synthèse de la détermination du temps additionnel d pour la fin de compaction

Délai ajouté d (adimensionnel)	Nombre de zéros correspondant par anodes					Écart type (valeur arrondie)	Taux valeurs non nulles
	Anode #1	Anode #2	Anode #3	Anode #4	Anode #5		
1,25	144	144	144	110	136	8	Élevé
1	114	110	108	110	96	4	Moyen
0,75	86	88	84	90	88	2	Faible
0,5	64	54	46	52	58	7	Moyen

#### 4.5 Amélioration de l'interface utilisateur

L'interface est d'une grande importance, car c'est le moyen de communication de l'utilisateur avec la machine. Des améliorations ont été apportées à l'interface afin de le rendre plus convivial. Il permet à l'utilisateur de donner des ordres (critères) à l'application et permet également la visualisation du retour d'information (visualisation des courbes, avertissement, résultat de calcul, etc.). Notons que la modification des paramètres se faisait dans le code source dans les versions précédentes. Ce qui demandait un minimum de connaissance du langage VB6.



#### **4.5.1 Visualisation des graphes**

Dans la dernière version, l'utilisateur peut visualiser les courbes (moyenne glissante, pente) en direct. De plus des options (limites des axes x et y, limites du niveau sonore) sont ajoutées pour permettre la manipulation des graphes pendant l'analyse. La Figure 4-8 présente un exemple de graphe pendant l'analyse.

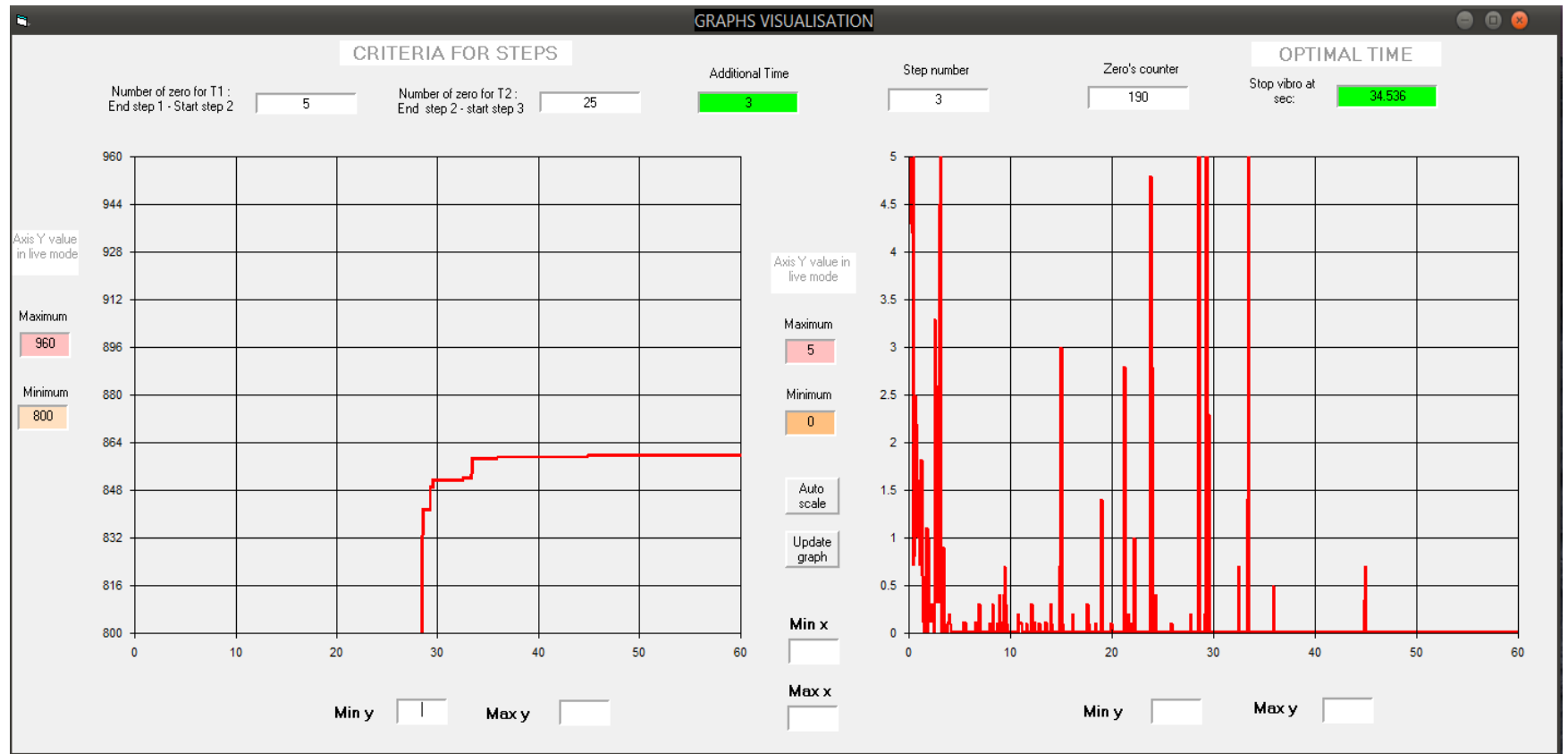


Figure 4-8 : Visualisation des graphes pendant l'analyse

#### 4.5.2 Communication entre l'application et l'utilisateur

Cet échange se fait dans les deux sens. Sur la Figure 4-8, l'utilisateur rentre ses critères c'est-à-dire le nombre de zéros pour les phases sous l'option « *CRITERIA FOR STEPS* » et le temps additionnel (*additional Time*). Les retours du logiciel se font par la détermination de la phase en cours (*Step number*) puis du temps optimal (*Stop vibro at ...sec*) qui est calculé dès l'atteinte de la fin de la phase 2. On peut également noter un compteur de zéros successifs (*Zeros counter*) pour permettre de déduire rapidement la tendance lors de la calibration. Enfin, un autre type d'information qui n'est pas sur la Figure 4-8 est l'avertissement par des codes de couleur. C'est le changement de couleur de la case à droite (*Stop vibro at ...sec*) :

- un voyant rouge signale à l'utilisateur qu'on est toujours dans la phase de précompaction (phases 1 et 2),
- un voyant jaune pour avertir l'utilisateur qu'on vient d'atteindre le début de la phase 3,
- un voyant vert pour signaler que le temps optimal est atteint et qu'on peut arrêter la compaction.

### 4.5.3 Optimisation du stockage des données

Un champ est ajouté pour permettre à l'utilisateur de définir la taille du répertoire de sauvegarde<sup>8</sup> des échantillons. Lorsque la taille allouée est atteinte, les premiers enregistrements sont supprimés. Ce qui laisse le temps à l'utilisateur de sauvegarder les premiers enregistrements avant que la taille soit atteinte. La taille est exprimée en kilo-octet (Ko).

## 4.6 Problèmes rencontrés et solutions proposées

Deux problèmes ont été rencontrés lors de la mise en place du logiciel et pendant les analyses. Le premier était lié à l'analyse. Souvent il était possible d'atteindre le nombre de zéros requis pour changer la phase avant le bon moment. Ce problème survenait le plus souvent dans la phase 1. La notion de temps minimal avant de changer de phase a été introduite pour résoudre le problème.

Quant au second il était lié au fonctionnement du logiciel. Le temps enregistré par le logiciel était inférieur au temps fixé sur le compacteur, car le logiciel fonctionnait avec un temps machine et non le temps réel. Ce qui limitait la précision des analyses. Ce problème a été réglé en introduisant le temps réel par utilisation de *Windows API* qui regroupe des fonctions qui sont appelées dans un programme.

---

<sup>8</sup> L'analyse en direct et la sauvegarde se font simultanément. De plus, le traitement de données étant couteux pour les entreprises, il est donc convenable d'optimiser le stockage des données.

## 4.7 Conclusions

Ce chapitre fait le point sur les études détaillées des paramètres clés de l'outil de son. Après avoir exposé le principe de fonctionnement de l'outil, les études paramétriques ont été faites. Il s'agit principalement du nombre de points  $n$  et de la plage de fréquence nécessaire au bon fonctionnement et à la détection du temps optimal de façon précise. Les résultats montrent qu'on obtient de meilleures détections avec  $F_1$  comme fréquence d'analyse et  $n_2$  comme nombre de points pour le calcul de la moyenne. Par la suite, une étude d'automatisation a été élaborée afin d'écarter l'appréciation des hommes du fonctionnement de l'outil. Afin de rendre convivial l'usage de l'outil, des améliorations ont été apportées à l'interface de l'application et le mode stockage des données. Par ailleurs, ces améliorations rendent le calibrage de l'outil facile pour un usage dans une autre usine, car les installations et les standards varient d'une usine à une autre.

## **CHAPITRE 5**

### **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

Ce chapitre résume les résultats de l'étude ainsi que les interprétations de ces résultats. Les questions et les observations faites dans les chapitres précédents sont répondues et analysées dans ce chapitre. Tout d'abord, le choix des appareils est évoqué suivi les phases observées pendant la compaction de la pâte anodique. Pour les travaux au laboratoire, les résultats de la validation sont présentés suivi par ceux de l'analyse des sons enregistrés au laboratoire. Ces derniers permettront de comprendre l'évolution du temps optimal en fonction des constituants de l'anode et de certains paramètres de fabrications. Enfin, les résultats des tests effectués à l'échelle industrielle sont expliqués et interprétés.

#### **5.1 Le choix du microphone et des positions de mesure**

Après plusieurs essais au laboratoire et à l'usine, un microphone ayant une directivité cardioïde (unidirectionnel) est utilisé pour les enregistrements et les analyses. Ce type de microphone capte uniquement tous les sons qui sont en avant suivant un espace qui définit la forme d'une cardioïde. En d'autres termes, il n'enregistre le son que dans un seul sens en éliminant les sons dans les autres directions. En effet, la présence des autres

vibrocompacteurs et des autres machines pendant les mesures créent beaucoup de bruits qu'il faut éliminer. Ce raisonnement est aussi valable pour le laboratoire. La Figure 5-1 présente une comparaison entre un microphone omnidirectionnel et un microphone unidirectionnel. Ce dernier enregistre tout le bruit qui se situe dans la zone en forme de « cœur » et rejette tout ce qui est hors de cette zone. La zone rejetée est matérialisée la partie comprise entre les pointillés et le trait continu. Quant au microphone omnidirectionnel, il enregistre le son venant de toutes les directions. De plus, la réponse en fréquence du microphone unidirectionnel est de 70 à 18 000 Hz. Ce qui est largement suffisant, car les analyses sont dans le domaine audible.

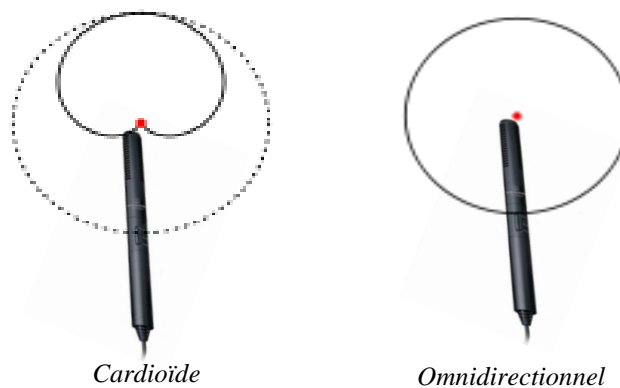


Figure 5-1 : Différentes configurations de directivité

Quant aux distances à l'usine et au laboratoire, elles ont été déterminées après des séries de mesure pendant deux mois. Ces positions permettent un bon enregistrement avec le moins de bruit. Elles incluent également la sécurité du personnel. Ainsi il résulte deux types de montage dus à la différence des dimensions entre l'usine et le laboratoire. Les Figure 5-2 et Figure 5-3 présentent respectivement la position des microphones à l'usine et au

laboratoire. Pour des raisons de confidentialité, seule une partie du vibrocompacteur est représentée sur ces figures.

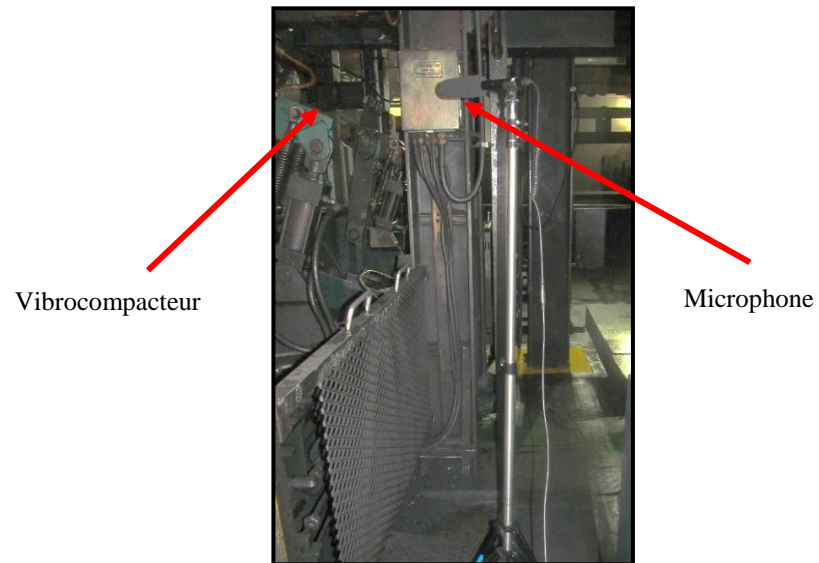


Figure 5-2 : Montage expérimental à l'usine



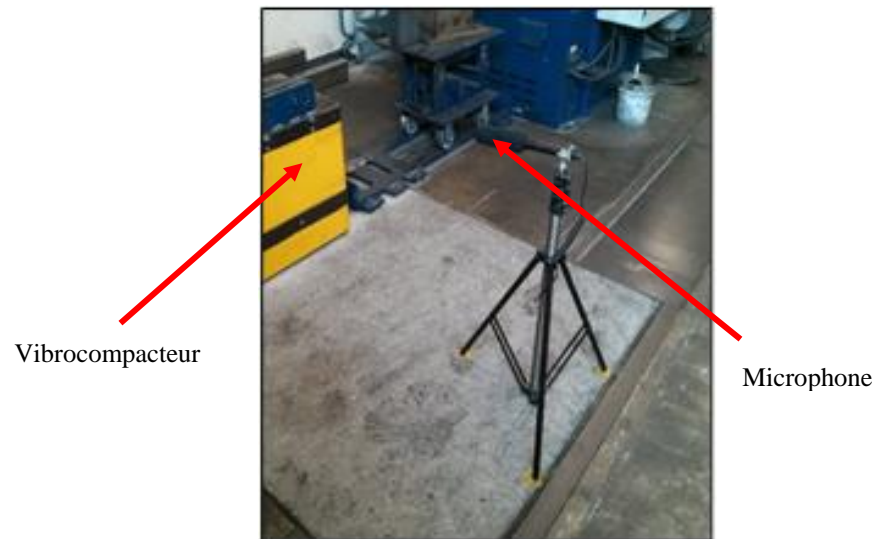


Figure 5-3 : Montage expérimental au laboratoire à l'UQAC

## 5.2 Caractérisation de la vibrocompaction

Les analyses des enregistrements de l'usine et du laboratoire réalisées avec l'outil développé montrent que la compaction de la pâte anodique se caractérise suivant trois phases ou étapes comme le montre la Figure 5-4 :

- le réarrangement des particules et du brai (repère 1) favorisé par la vibration de la table et caractérisé par une augmentation rapide du niveau sonore ;
- la compaction (repère 2) matérialisée par le passage de la pâte d'anode au bloc solide ;
- la finition (repère 3) qui marque la fin de la compaction, le bloc étant suffisamment compact. Le début de cette partie est caractérisé par une augmentation suivie d'une stabilisation du niveau sonore.

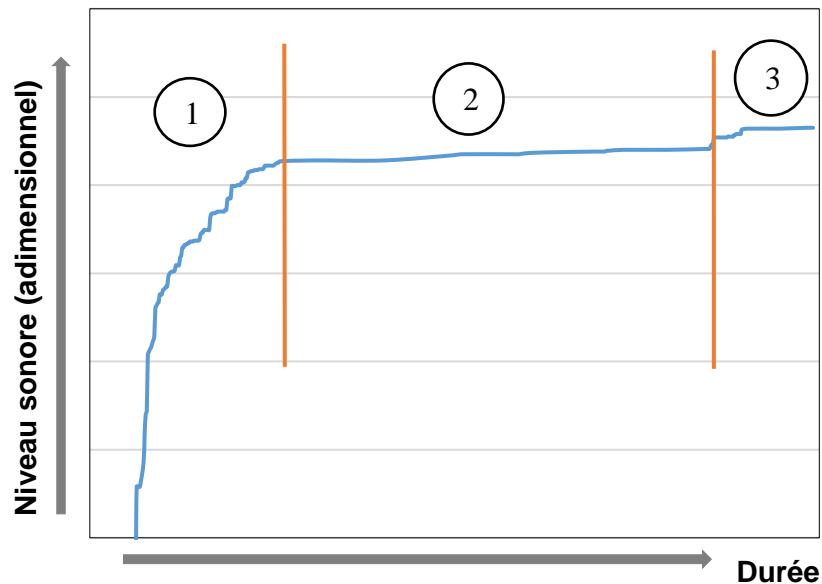


Figure 5-4 : Phases de la compaction

Cette caractérisation a été faite de façon manuelle (analyse après enregistrement du son) avec la répétition des expériences. Plus tard, la détection de ces phases a été faite de façon automatique grâce à l'étude paramétrique déjà présentée au quatrième chapitre. Une étude récente réalisée par Rebaine [50] a abouti au même résultat; c'est-à-dire la caractérisation de la compaction par les trois étapes. L'étude a été faite en utilisant la méthode vibratoire. La Figure 5-5 présente ces résultats avec les étapes qui sont repérées par des paliers. Pendant la première étape ou dans le palier 1, la pâte anodique est encore élastique et malléable ; ce qui permet une augmentation élevée du niveau de déplacement. Elle se traduit acoustiquement par une augmentation rapide du niveau sonore. Plus on compacte, les déplacements diminuent en donnant les paliers 2 et 3. On peut le voir également sur la Figure 5-4 où le niveau sonore augmente par partie. À la fin de la compaction, il faut noter

que les Figure 5-4 et Figure 5-5 sont obtenues avec des échantillons différents ; ce qui explique les différences entre les temps des phases.

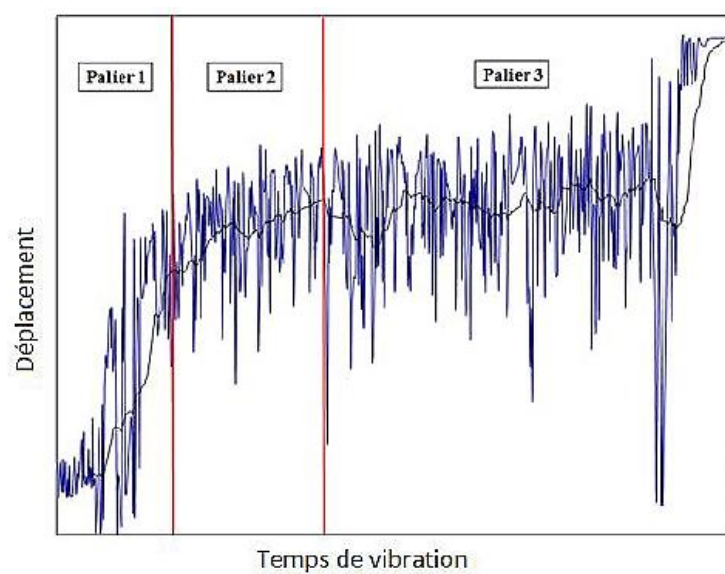


Figure 5-5 : Phases de compaction par la méthode vibration [50]

Dans la suite les résultats sont repartis selon le lieu de fabrication des anodes. Ainsi on a les résultats du laboratoire et les résultats de l'usine. Les résultats de la caractérisation des anodes de l'usine (réalisé au laboratoire) sont inclus dans la partie usine.

### 5.3 Résultats du laboratoire

#### 5.3.1 Validation

Le but de cette étude étant de déterminer un temps optimal de compaction qui assurera de meilleures propriétés aux anodes, il était donc nécessaire de vérifier la technique développée. Pour ce faire, on rappelle que deux validations ont été réalisées. On souligne que pour ces deux validations, les blocs d'anodes (aux dimensions des anodes de laboratoire) en entier ont été caractérisés (voir section 3.5.3).

- *Première validation :*

Quatre anodes ont été produites avec différents temps de compaction tels que  $t_1 > t_4 > t_2 > t_3$  (voir chapitre 3). Cette vérification permet entre autre de mettre en exergue l'influence du temps de compaction sur les propriétés des anodes. Les résultats sont présentés dans le Tableau 5-1. Les valeurs sont sans unités c'est-à-dire en valeur adimensionnelle (adm). Pour y arriver, les valeurs d'origine sont divisées par une valeur de référence. Ce qui permet de mettre la valeur sous forme adimensionnelle. Cette opération est la même pour toutes les valeurs dans ce mémoire. Les valeurs de la densité et de la résistivité électrique sont également adimensionnelles. On rappelle que pour l'anode #3, le temps optimal n'a pas été atteint, c'est pourquoi le temps de sur-compaction est non applicable à cette anode (une valeur négative est mentionnée).

Les résultats de l'expérience montrent que le rapport BAD/GAD est le plus grand pour l'anode fabriquée au temps optimal c.-à-d. l'anode #2 comme on peut le voir sur la Figure 5-6. En effet, cette anode étant compactée au temps adéquat, la contrainte résiduelle due à la compaction est faible dans l'anode. Ce qui, à la cuisson n'engendre pas de formation importante de fissures pendant la libération des volatiles. En regardant aussi la perte de masse sur la Figure 5-7, on note qu'elle est plus importante pour l'anode qui a le temps de sur-compaction le plus grand (anode #1) et cette anode a aussi le plus faible rapport BAD/GAD.

Quant à la densité crue et la résistivité électrique, il présente presque les mêmes tendances mais en sens opposée comme le présente la Figure 5-8. Bien que la densité crue de l'anode #1 soit la plus élevée, puisqu'elle était l'anode la plus compactée, elle a perdu plus de masse. Cela montre que certaines fissures peuvent se former pendant la cuisson. L'anode #3 (sous-compactée) et l'anode #4 (sur-compactée) ont des résistivités électriques supérieures à celles de l'anode #2 qui est compactée au temps optimal. Bien qu'elle soit sur-compactée, la résistivité de l'anode #1 est légèrement inférieure à celle de l'anode #2. Ceci est probablement dû à la résistivité initiale de l'anode à l'état cru en raison de la densité crue élevée de cette anode.

Tableau 5-1 : Résultats de la première validation

# Anodes	Temps (adm)	Temps optimal (adm)	Temps de sur ou sous-compaction (adm)	Densité crue (GAD)	Densité cuite (BAD)	BAD/GAD	Résistivité cuite (BAR)	Perte de masse (%)
1	t <sub>1</sub>	0,678	1,122	1,087	1,046	0,962	0,970	4,25
2	t <sub>2</sub>	0,660	0	1,060	1,031	0,973	1,041	4,11
3	t <sub>3</sub>	-	- 0,990	1,030	0,997	0,968	1,230	4,15
4	t <sub>4</sub>	0,764	0,436	1,037	1,005	0,969	1,145	4,07

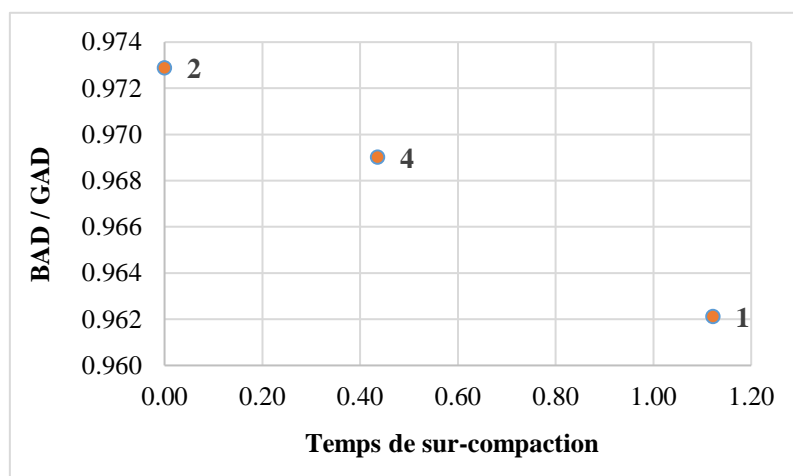


Figure 5-6 : Rapport de la densité cuite par la densité crue en fonction du temps de sur-compaction

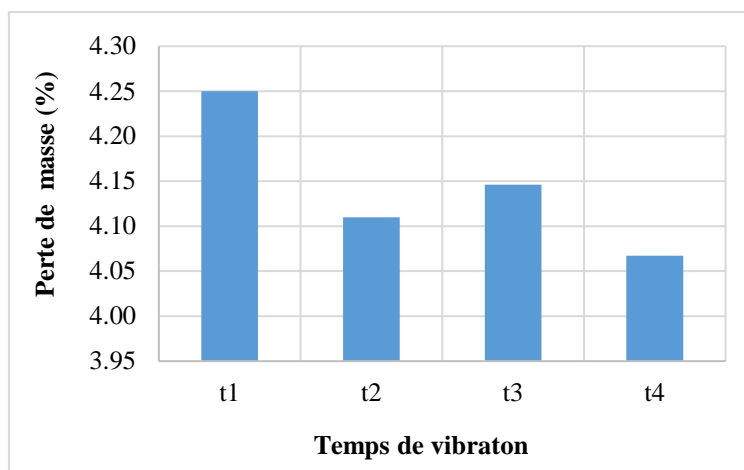


Figure 5-7 : Perte de masse

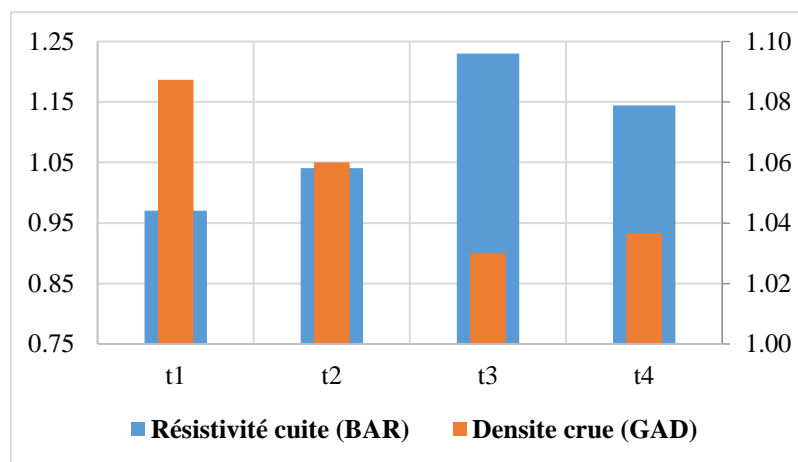


Figure 5-8 : Résistivité cuite et densité crue

▪ *Deuxième validation :*

Afin de connaître l'effet du temps de compaction sur des anodes, tout comme la première validation, quatre anodes (A, B, C, D) ont été produites au laboratoire et cuites à des taux de chauffage différents. La notation « adm » est adoptée pour remplacer les unités. Le temps total de compaction est de 1.2 adm pour les quatre anodes. Ainsi, le *temps sur-compacté* est la différence entre *le temps total et le temps optimal* soit  $\text{temps sur-compacté (adm)} = 1.2 - \text{temps optimal (adm)}$ . Les résultats de cette validation sont présentés dans le Tableau 5-2.

On peut voir que sur la Figure 5-9 et dans le Tableau 5-2 que l'anode C ayant le temps de compaction proche de l'optimal, elle a eu le meilleur rapport BAD/GAD. Quant à l'anode A qui a été la plus sur-compactée, elle a eu le plus bas rapport BAD/GAD. Les anodes B et D ayant leur temps de sur-compaction proches, alors ils ont également leur rapports BAD/GAD proches. Tous ces résultats montrent l'importance de la détermination du temps de compaction. Ces résultats sont en accord avec ceux de la première validation qui montrent que plus on est proche du temps optimal, le risque de formation importante de fissures sera faible et les anodes auront par conséquent de meilleures propriétés après la cuisson. De plus, si les temps de sur-compaction sont proches, il est possible que les anodes aient des densités cuites proches. C'est le cas avec les anodes B et D.

Ces résultats viennent en plus, de ce qui est mentionné dans la littérature concernant l'importance du temps de compaction, appuyer cette importance mais surtout de montrer la



nécessité de déterminer le temps optimal de compaction. De ce fait, cette technique du son pour la détermination d'un temps optimal montre bien qu'une anode compactée à un temps optimal ou un temps proche de l'optimale (c.-à-d. le temps de sur-compaction est nul ou faible) assure de bonnes propriétés aux anodes.

Après la validation de notre outil, il était également important de connaître l'influence des matières premières sur le temps de compaction. Les résultats de ces travaux sont présentés dans les pages qui suivent.

Tableau 5-2 : Résultats de la deuxième validation

Anode	Temps optimal (adm)	Temps sur-compacté (adm)	Densité crue (GAD)	Densité cuite (BAD)	BAD/GAD
A	0,764	0,436	1,096	1,061	0,969
B	0,851	0,349	1,099	1,069	0,972
C	1,171	0,029	1,089	1,061	0,974
D	0,878	0,322	1,089	1,059	0,972

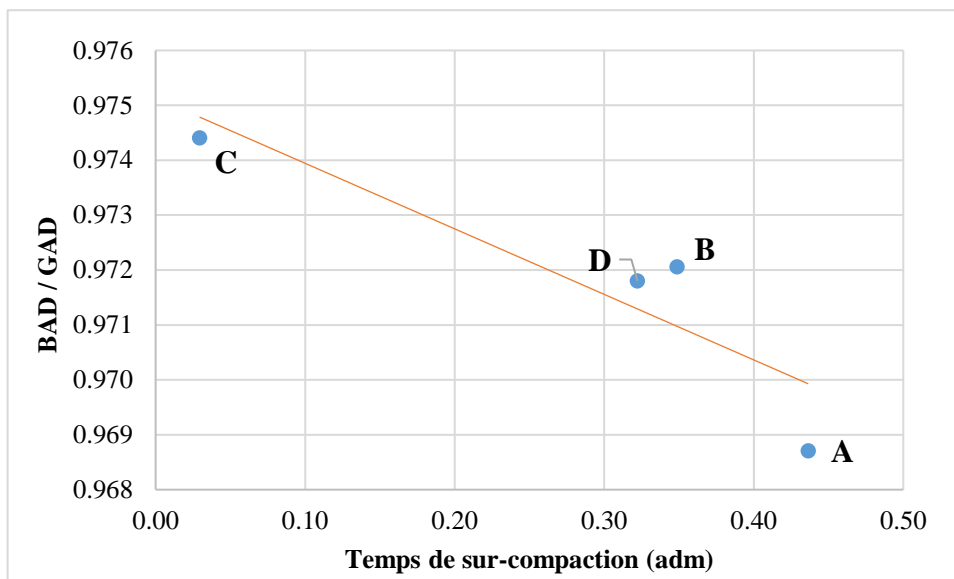


Figure 5-9 : Evolution du rapport des densités (BAD/GAD) en fonction du temps de sur-compaction

### 5.3.2 Influence du type de brai sur le temps de compaction

Comme énoncé dans la méthodologie, l'effet du type de brai a été étudié au laboratoire sur le temps de compaction. Trois anodes A1, B1, C1 représentant trois types de brai ont fait l'objet d'étude. Toutes les anodes sont fabriquées dans les conditions standards, c'est-à-dire en maintenant tous les paramètres de fabrication presque constants ; de même que le type de coke. Seul le type de brai varie. Les trois types de brai ont des différents pourcentages de l'insoluble dans la quinoléine (QI) et aussi les particules de QI ont de différente taille; avec A1 ayant la plus petite taille et C1 la plus grande taille. On rappelle que les anodes ont été carottées (voir section 3.5.3). Il est rapporté dans la littérature que la taille, la distribution et l'agglomération des particules dans le brai jouent un rôle significatif dans la mouillabilité du coke par le brai [88].

Les résultats de l'étude sont consignés dans le Tableau 5-3. Les valeurs sont sans unités c'est-à-dire en valeur adimensionnelle (adm). Pour y arriver, les valeurs d'origine sont divisées par une valeur de référence. Ce qui permet de mettre la valeur sous forme adimensionnelle. Cette opération est la même pour toutes les valeurs adimensionnelles dans ce mémoire. La notation « adm » est adoptée pour remplacer les unités. Le temps total de de compaction est de 1.2 adm pour les trois anodes. L'application de son a déterminé le temps optimal sur la base de ce temps total. Ainsi le *temps sur-compacté* est la différence entre *le temps total et le temps optimal* soit temps sur-compacté (adm) = 1.2 – temps optimal (adm).

De façon générale, lorsque le temps sur-compacté est faible la densité crue est basse (Figure 5-10). On peut remarquer que les brais A1 et B1 sont plus proche en terme de temps sur-compacté. En effet, ils mouillent le coke de façon similaire et pénètrent facilement les pores des cokes [88]<sup>9</sup>. C'est pourquoi le temps optimal est plus bas pour ces deux types de brai. Cette légère différence entre les brais A1 et B1 peut être due à la nature des matières premières utilisées pour le formage de ces anodes.

Quant au brai C1, son anode présente la plus faible densité crue. Il a un QI qui a un comportement agglomérant c.-à-d. qui tend à créer une couche autour des pores. Ce qui provoque une pénétration plus difficile du brai dans les pores. C'est pourquoi le temps optimal est relativement plus grand dans le cas de ce brai. Bien que le brai C1 ait une

---

<sup>9</sup> L'auteur et moi, avons étudié dans le même groupe de recherche sur les différents projets.

mauvaise mouillabilité par rapport à A1 et B1 [88], cependant il donne une meilleure densité cuite. Ceci s'explique par le fait qu'il a été moins sur-compacté comme on peut le voir sur la Figure 5-10. C'est pourquoi le rapport BAD/GAD est plus grand dans son cas (Figure 5-11). Ainsi, lorsque la sur-compaction est faible pour une anode, le rapport BAD/GAD sera plus grand à cause du faible taux de pores et de fissures créés pendant la cuisson (Figure 5-11). Si la sur-compaction est grande, on aura la formation de plus de fissures pendant la cuisson ; ce qui contribuera à diminuer la densité cuite. Ces variations peuvent être causées par la nature du brai utilisé.

Tableau 5-3 : Influence des types de brai sur le temps de compaction

Type de brai	Conditions	Temps optimal (adm)	Temps de sur-compaction (adm)	Densité crue (GAD)	Densité cuite (BAD)	BAD/GAD
A1	Standard	1,070	0,130	1,039	1,015	0,978
B1		1,050	0,150	1,027	1,014	0,987
C1		1,110	0,090	1,011	1,017	1,005

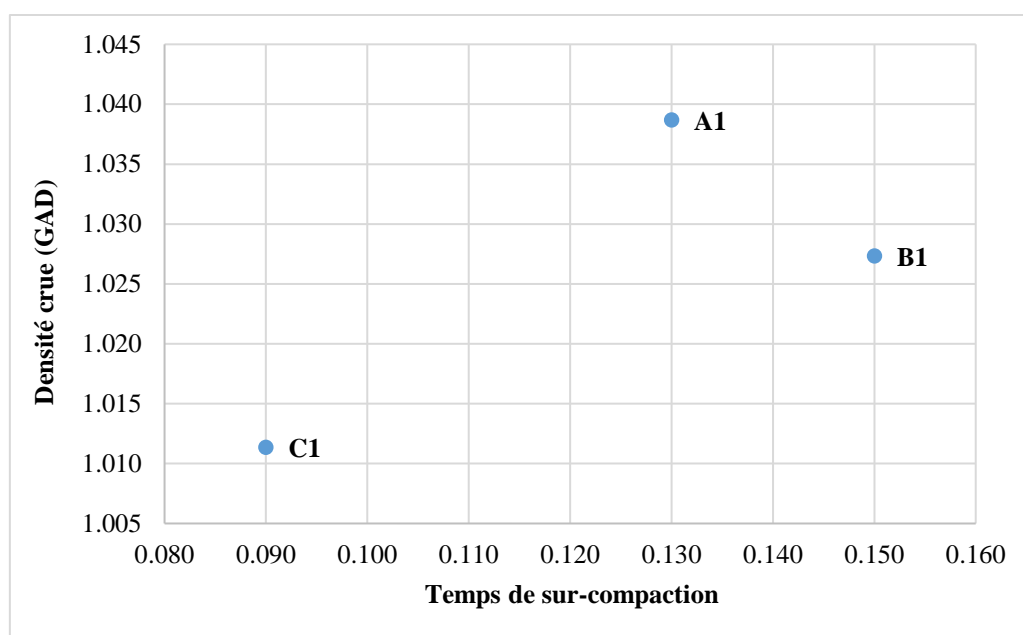


Figure 5-10 : Type de brai - Densité crue (GAD) en fonction du temps de sur-compaction

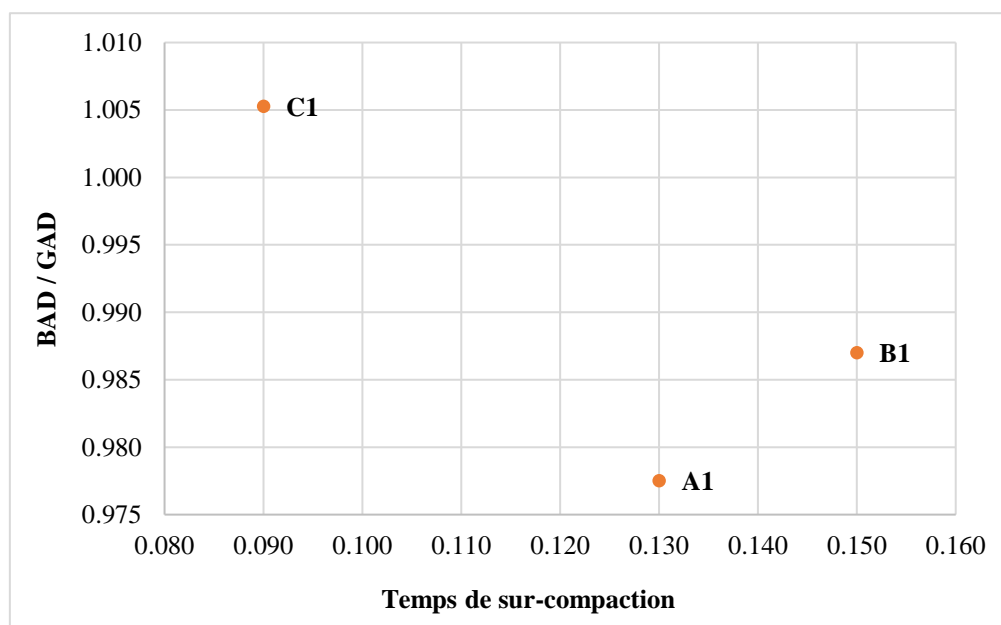


Figure 5-11 : Type de brai - Rapport des densités cuites (BAD) et crues (GAD) en fonction du temps de sur-compaction

### 5.3.3 Influence du type de coke sur le temps de compaction

Tout comme le type de brai, l'effet du type de coke a été étudié en fonction du temps de compaction. Pour ces tests, trois anodes ont été produites avec trois différents types de coke (A2, B2 et C2). Ces cokes représentent un mélange de deux types de coke : le coke à basse teneur en soufre (BS) et le coke à haute teneur en soufre (HS). Ainsi ces cokes sont différenciés par leur teneur de coke à haute teneur en soufre (HS). Les cokes A2, B2 et C2 sont rangés dans l'ordre croissant de la teneur en coke haut soufre. Toutes les anodes sont fabriquées dans les mêmes conditions. Seul le type de coke varie. Le Tableau 5-4 présente les résultats obtenus. Les valeurs sont adimensionnelles et la notation « adm » est adoptée comme substitut des unités. Le temps total de de compaction est de 1.2 adm pour les trois anodes. L'application de son a déterminé le temps optimal sur la base de ce temps total. Ainsi le *temps sur-compacté* est la différence entre *le temps total et le temps optimal* soit  $\text{temps sur-compacté (adm)} = 1.2 - \text{temps optimal (adm)}$ .

Les résultats montrent que la densité crue croît lorsque le taux de coke haut soufre croît comme on peut le voir au Tableau 5-4 et sur la Figure 5-12 (point C2). Des tests préalables au laboratoire ont montré que le coke bas soufre a un pourcentage plus élevé de pores ouverts que le coke haut soufre [94]. Ce qui requiert donc un temps de compaction plus grand (B2 et C2 sont relativement proches en temps de compaction). On voit aussi sur la Figure 5-12 que la densité crue augmente en général avec l'augmentation du temps de sur-compaction.

Sur la Figure 5-13, on note que le rapport BAD/GAD est supérieur pour le coke A2. En effet, le coke A2 ayant un temps de sur-compaction faible par rapport à B2 et C2, sa cuisson a engendré moins de fissures et moins de perte de masse. Ce qui n'est pas le cas des deux autres anodes.

Tableau 5-4 : Influence du type de coke sur le temps de compaction

Type de coke	Teneur en coke haut soufre (%)	Temps optimal (adm)	Temps de sur-compaction (adm)	Densité crue (GAD)	Densité cuite (BAD)	BAD/GAD
A2	0	0,860	0,340	1,052	1,035	0,984
B2	20	0,553	0,647	1,060	1,037	0,978
C2	100	0,664	0,536	1,069	1,039	0,972



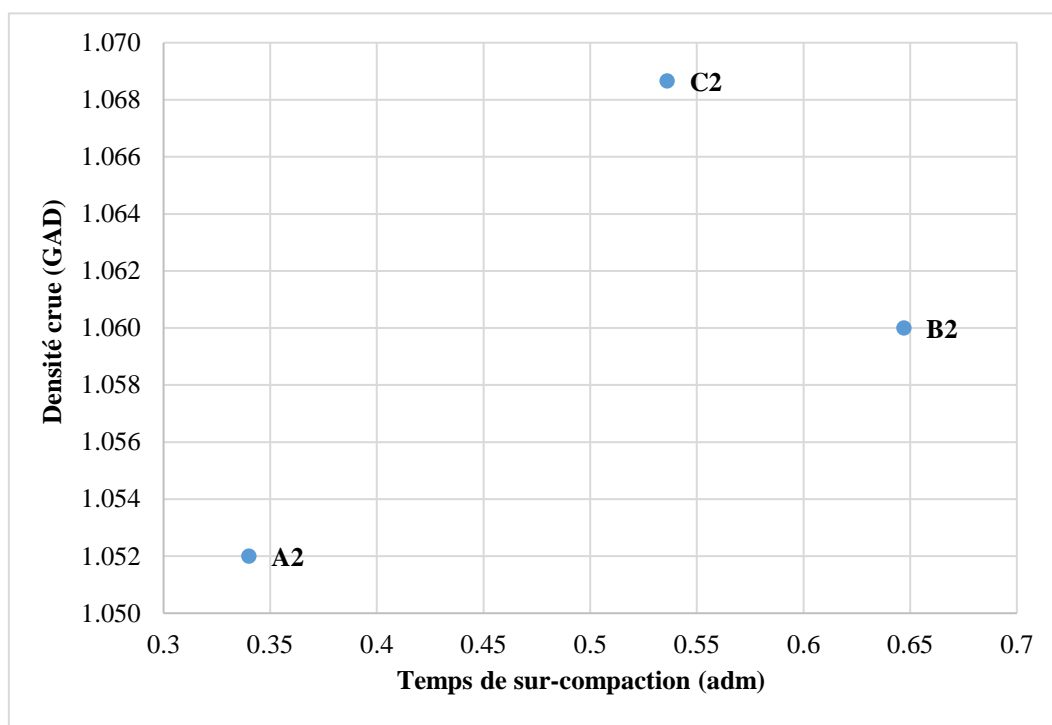


Figure 5-12 : Type de coke - Densité crue (GAD) en fonction du temps de sur-compaction

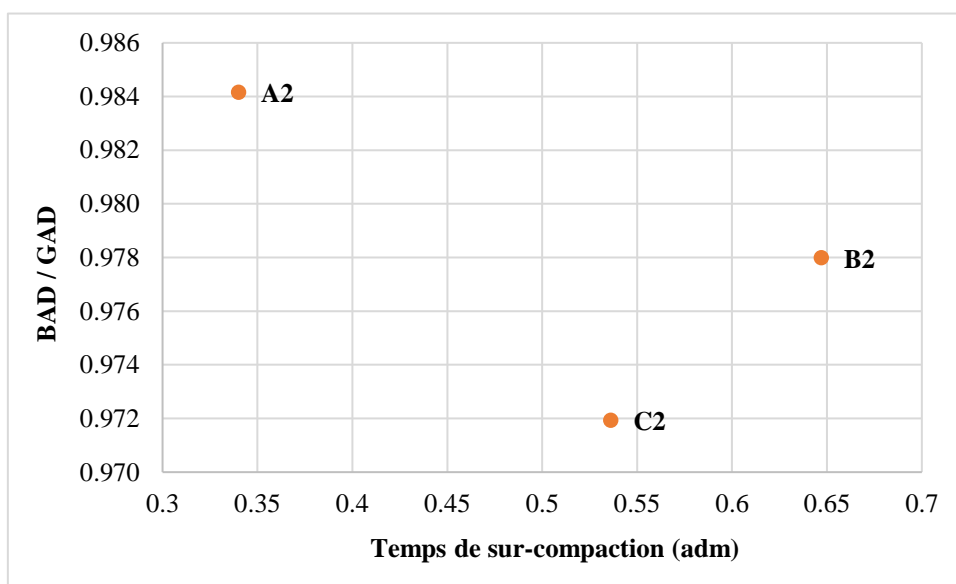


Figure 5-13 : Type de coke - Rapport des densités cuites (BAD) et crues (GAD) en fonction du temps de sur-compaction

## **5.4 Résultats de l'usine**

### **5.4.1 Résultats de la campagne de juin 2014**

Lors de cette première campagne, les premiers tests ont prouvé que l'usage de la méthode acoustique peut donner des gains sur le temps de compaction sur des anodes industrielles. Le Tableau 5-5 présente les résultats de la détection des temps optimaux pour certaines anodes.

Les temps dans le Tableau 5-5 sont exprimées en valeur adimensionnelle qui est notée « adm » et le temps fixé par l'usine est 1,2 adm. Le temps sur-compacté est calculé par la différence du temps fixe (temps total) de compaction et le temps optimal détectée par l'application de son. Le gain de temps représente le temps qu'on gagnerait si la compaction prenait fin au temps optimal.

Il est fort possible que le coke et le brai soient différents pour les anodes puisque ces anodes ont été formées durant différents jours. Sachant que les lignes de production sont alimentées de façon continue et qu'il peut avoir de variation (changement) de matières premières dans une même journée (brai, coke), alors les propriétés de la pâte peuvent être affectées. Cette variation se voit à travers les valeurs du temps optimal et de la densité crue.

La densité crue en fonction du temps sur-compacté donne lieu à deux tendances DBA et ECA comme on peut les remarquer sur la Figure 5-14. Cependant, il est difficile de les justifier par le temps de compaction seul car il y a d'autres facteurs (date de fabrication, matières premières, paramètres du compacteur, etc.) qui sont à prendre en compte. De plus, pour constater l'influence du temps de compaction, le ratio BAD/GAD doit être observé. Les effets de la sous ou sur-compaction deviennent plus évidents après la cuisson des anodes à cause des contraintes durant la compaction qui peuvent conduire à la formation de fissures. Ceci car les propriétés des anodes peuvent être différentes à cause des matières premières. D'autres données n'ont pas été compilées parce que l'objectif de cette campagne était plus l'analyse du son et le développement de l'outil. De ce fait, on ne peut pas tirer de conclusions car les anodes n'ont pas été cuites. Ce sont les anodes cuites qui constituent le produit final donc leur propriété est au centre des recherches. La dernière colonne présente les gains de temps par rapport au temps fixé par l'usine. Cette marge de temps possible de sauver peut constituer une source d'accroissement de la production quotidienne de l'usine en nombre d'anodes.

Finalement, cette campagne a permis le choix des outils adaptés et des positions pour les mesures à l'usine. Une partie de ces résultats (choix des outils et montages réalisés) est présentée dans les premières pages de ce chapitre et une autre partie a été vue dans le quatrième chapitre (choix des paramètres d'analyse).

Tableau 5-5 : Mesures effectuées lors de la campagne de juin 2014

Anode	Temps optimal par l'application (adm)	Temps de sur-compaction (adm)	Densité crue (GAD)	Gain (%)
A	0,79	0,41	1,080	34,16
B	0,91	0,29	1,088	24,16
C	0,96	0,24	1,077	20,00
D	1,02	0,18	1,090	15,00
E	1,05	0,15	1,074	12,50

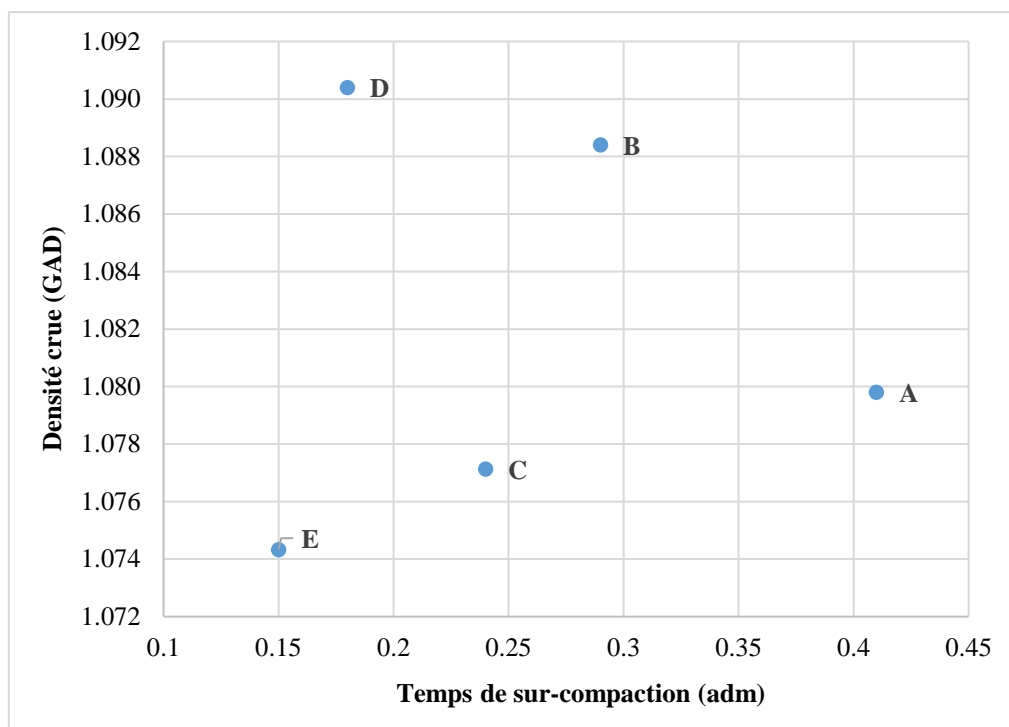


Figure 5-14 : Evolution de la densité des anodes de la campagne de juin 2014 en fonction du temps de sur-compaction

#### **5.4.2 Résultats de la campagne de mai 2015**

Les anodes ont été produites suivant différents temps de compaction. Le premier temps correspond au temps standard, la seconde est un temps supérieur au standard (environ 3/2 du standard) et enfin la troisième avec le temps le plus grand admissible à l'usine. Rappelons que l'objectif est de produire des anodes crues avec de bonnes propriétés et non avec une haute densité car cette dernière peut engendrer beaucoup de fissures pendant la cuisson.

Les anodes produites n'ont pu être cuites pour des caractérisations supplémentaires. De ce fait, il est difficile de conclure ou de tirer des conclusions de cette étude sur la base des anodes crues seulement. C'est pourquoi, des tests supplémentaires ont été faits à l'échelle du laboratoire (avec des anodes de laboratoire). Toutefois, les détails concernant ces anodes crues sont mis en annexe 5 à titre d'information pour le lecteur. Le Tableau A-5-1 (en annexe 5) présente les résultats de ces travaux. Les valeurs dans le Tableau A-5-1 sont exprimées en valeur adimensionnelle qui est notée « adm ». L'anode #1 est compactée au premier temps ; les anodes #2 et #3 suivant au temps standard. Enfin les anodes #4 et #5 suivant le troisième temps de compaction.

Il faut noter que les mesures de cette campagne ont également servi à améliorer l'application d'analyse de son. Une dernière version a donc été mise en place pour la campagne suivante. En ce qui concerne ce projet, on souligne un gain sur le temps de

compaction ; ce qui reste un indicateur de performance et peut servir à optimiser la production et contribuer à la réduction du coût de production.

#### **5.4.3 Résultats de la campagne de décembre 2015**

Pour cette dernière campagne dans le cadre du projet, les anodes ont été produites selon les critères comme présentées au troisième chapitre (variation du temps de compaction, du taux de brai, de la pression). Sur la base de ces critères, les anodes sont regroupées pour la suite des études. Rappelons encore que l'objectif est de produire des anodes crues avec de bonnes propriétés et non avec une haute densité car cette dernière peut engendrer beaucoup de fissures pendant la cuisson.

Dus à certains problèmes logistiques survenus, seules les anodes dont le critère est la variation du taux de brai et la variation de la pression des ballons ont pu être récupérées pour la suite de notre étude. En outre, la variation de certains paramètres à l'usine est difficile voire impossible. C'est pourquoi, d'autres études au plan du laboratoire ont été effectuées pour combler ce qui n'a pas pu être réalisé à l'échelle industrielle. Les résultats des tests sur les anodes de la campagne de décembre 2015 sont présentés dans cette section. Les résultats des trois types de tests (densité, résistivité électrique, compression uni axiale) sont également présentés suivant les critères de production des anodes. On rappelle que les expériences ont été faites sur des parties des anodes industrielles en conservant les mêmes positions (pour les carottes) pour les mêmes types de tests. Les valeurs qui sont présentées dans la suite sont adimensionnelles et on adopte la notation « adm » pour remplacer les



unités de mesure. On rappelle que seuls les résultats des critères de la variation de brai et de la pression sont présentés.

#### **5.4.3.1 Résultats de la caractérisation selon la variation du taux de brai**

Les résultats du test de densité sont résumés dans le Tableau 5-6. Les valeurs dans le Tableau 5-6 sont exprimées en valeur adimensionnelle qui est notée « adm ».

Les résultats montrent que l'anode #2 a la plus grande densité crue. Ce qui est normale car cette anode possède le plus grand taux de brai parmi ces trois anodes. Les deux autres anodes ont des densités proches avec l'anode #3 qui a un temps sur-compacté plus grand. Après la cuisson, on peut remarquer que le rapport, BAD/GAD est plus grand pour les anodes #2 et #3. En effet, ces deux anodes ayant des temps sur-compactés très proches et faibles, leurs densités sont proches. Ceci montre que les anodes #1 et #2 ont été bien compactées et ont été cuites sans la formation de beaucoup de fissures. Ce qui a contribué à l'obtention de meilleure densité contrairement à l'anode #3 qui a la plus faible densité. Egalement si l'anode #3 manque du brai, la densité serait plus basse. L'anode #3 a un temps de sur-compaction plus élevé et cette situation peut conduire à une formation importante de fissures due aux contraintes résiduelles engendrées lors de la compaction. On peut souligner au passage dans le Tableau 5-6 que les densités (crue et cuite) en général augmentent avec l'augmentation du taux de brai. Cette tendance peut être constater à travers la littérature [7].

Tableau 5-6 : Récapitulatif des résultats de la campagne de décembre 2015

# Anode	Taux de brai	Temps de compaction (adm)	Temps optimal (adm)	Temps sur-compacté (adm)	Densité crue (GAD)	Densité cuite (BAD)	BAD/GAD
1	1,010	1,000	0,942	0,058	1,112	1,073	0,965
2	1,020	1,000	0,962	0,038	1,120	1,079	0,964
3	1,000	1,167	0,984	0,183	1,113	1,068	0,959

Après le test densité, les tests de résistivité et de compression uniaxiale sont appliqués. Le Tableau 5-7 résume les échantillons utilisés pour les tests et les résultats sont présentés dans le Tableau 5-8. Les valeurs sont adimensionnelles. Les remarques et les interprétations des résultats sont loin d'être des conclusions définitives ; car toutes les données ne sont pas disponibles. Toutefois, nous les exposons dans ce mémoire en les confrontant aux résultats de la littérature et d'autres observations. On souligne que les anodes dans les Tableau 5-7 et Tableau 5-8 sont rangées dans l'ordre croissant du taux de brai. Ces taux sont ajustés (augmentation modérée du taux de brai) dans l'intervalle standard de l'usine afin de ne pas créer de rejets. On précise également que la moyenne des valeurs est utilisée là où on utilise plusieurs échantillons pour un type de test. Par exemple pour l'anode #1, on utilise les carottes *A1-2-1* à *A1-2-4* pour le test de densité. Leur moyenne est utilisée pour représenter l'anode.

Sur les Figure 5-15 et Figure 5-16, la résistivité électrique baisse avec l'augmentation du taux de brai. Ce résultats est confirmé à travers la littérature [7]. Le fait d'ajouter du brai contribue à combler le maximum de pores et de vide entre les particules ; ce qui permet de réduire considérablement la résistivité électrique des anodes. Cette remarque est mise en

exergue dans les Tableau 2-2 et Tableau 2-3. Cette tendance est la même avant et après la cuisson comme souligne par les Figure 5-15 et Figure 5-16. Il faut noter qu'il y a une limite pour le taux de brai qui peut être ajouté, car un taux de brai trop élevé empire les propriétés des anodes.

Quant à la résistance à la compression avant et après la cuisson, on note une variation (baisse et augmentation) avec l'augmentation du taux de brai. Toutefois il faut préciser que la variation n'est pas grande. Le plus souvent, c'est la résistance à la flexion qui est mesurée pour les anodes. La valeur de cette dernière dépende de plusieurs paramètres incluant le pourcentage des mégots et la taille des particules qui jouent un rôle dans la définition des propriétés mécaniques. Ceci est discuté en détails par Hulse [7]. Dans notre, nous n'avons pas pu réaliser cette mesure.

Il se peut qu'on ait de meilleures propriétés si le temps de compaction est adapté en fonction du taux de brai. Ceci est confirmé à travers la littérature : lorsqu'on augmente le taux de brai, le temps également croît pour avoir de bonnes propriétés [7]. Toutefois, il y a une valeur optimale à chaque taux de brai.

Tableau 5-7 : Répartition des échantillons par type de test

# Anode	Test de résistivité électrique		Test de compression	
	Crue	Cuite	Crue	Cuite
3	A3-2-1 à A3-2-4	A3-2-1	A3-2-2	A3-2-3
1	A1-2-1 à A1-2-4	A1-2-1	A1-2-2	A1-2-3
2	A2-2-1 à A2-2-4	A2-2-1	A2-2-2	A2-2-3

Tableau 5-8 : Résultats de la caractérisation

# Anode	Résistivité électrique (adm)		Résistance à la compression (adm)	
	Crue	Cuite	Crue	Cuite
3	1,648	1,041	1,073	1,159
1	1,182	0,998	1,047	1,649
2	1,136	0,983	1,062	1,203

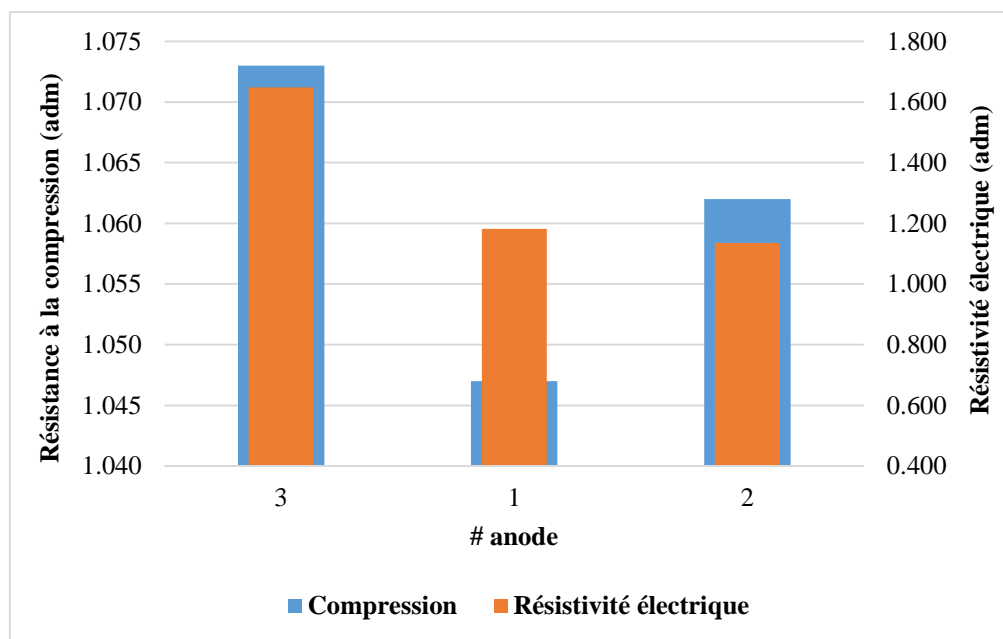


Figure 5-15 : Taux de brai - Évolution des propriétés avant la cuisson

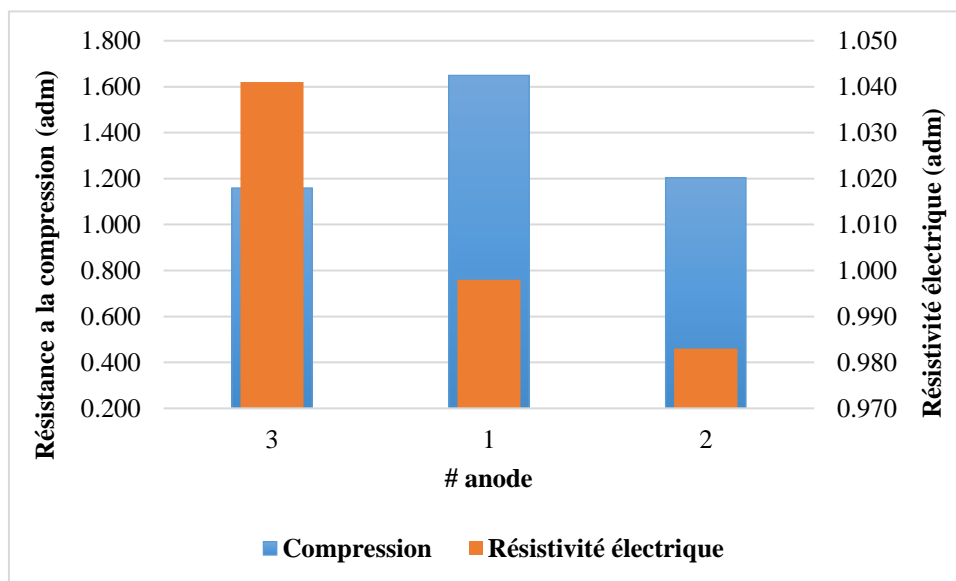


Figure 5-16 : Taux de brai - Évolution des propriétés après la cuisson

#### 5.4.3.2 Résultats de la caractérisation selon la variation de la pression

Pour l'évaluation de l'impact de la variation de la pression des ballons du haut, deux anodes ont été produites sur un autre vibrocompacteur par variation de ladite pression. Ce nombre réduit d'anodes est lié aux problèmes que pourraient provoquer la variation de ce paramètre qui met la machine sous des conditions extrêmes. Le Tableau 5-9 donne les résultats à l'issue de ce test. Il est cependant difficile de tirer des conclusions sur la base de ces deux anodes seulement. Ces résultats sont quand même présentés ici à titre informatif et sont les données reçues de l'usine. Tout comme les tableaux précédents, les valeurs sont également adimensionnelles.

Tableau 5-9 : Résultats des tests selon la variation de la pression

# Anode	Pression du ballon (adm)	Temps de compaction fixé (adm)	Taux brai (adm)	Densité crue (adm)	Temps optimal (adm)
1	1,000	1,000	1,000	1,000	>1,000
2	1,200	1,000	1,000	1,014	1,000

La différence dans le temps de compaction pour ces anodes est faible lorsqu'on augmente la pression. On note aussi que le temps optimal n'a pu être atteint pour l'anode #1. Ce qui signifie qu'il faudrait que le temps de compaction soit plus long que celui utilisé. Quant à l'anode #2, le temps optimal est égal au temps de compaction fixe. Pour ces travaux, la variation de la pression était également faible pour ne pas exposer l'équipement aux conditions extrêmes.

On peut remarquer que l'augmentation de la pression du ballon a favorisé une augmentation de la densité crue (voir Figure 5-17). On peut donc déduire (sous réserve) que l'augmentation de la pression a fait baisser le temps de compaction et fait croître la densité apparente crue. Ce résultat a été démontré par Rebaine [50] avec des anodes de laboratoire. Par ailleurs, il faut souligner que l'augmentation de la pression doit être modérée et optimale sinon cela risque de rendre le système (ensemble vibrocompacteur + pâte d'anode) rigide; c'est-à-dire, le mouvement de vibration qui permet la compaction de la pâte est réduit. Un tel ensemble produirait des anodes de mauvaise qualité.

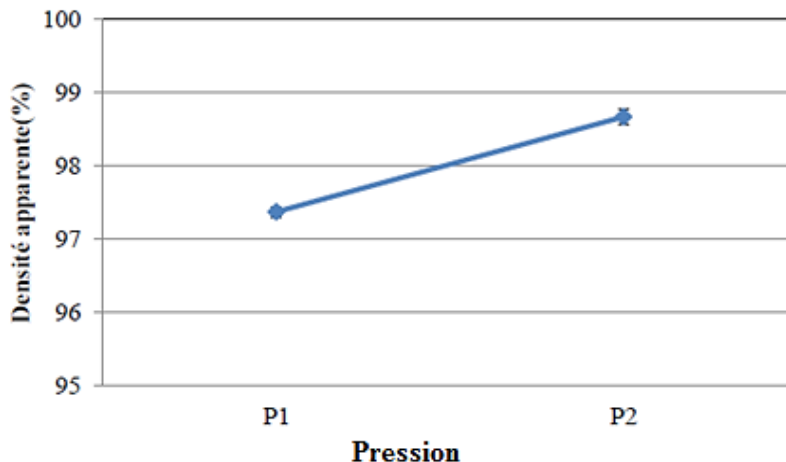


Figure 5-17 : Augmentation de la densité crue en fonction de la pression des ballons [50]

Comme mentionné précédemment, les valeurs du Tableau 5-9 sont celles de l'usine (anode de taille industrielle). Pour apprendre davantage sur l'effet de la pression sur les propriétés des anodes, des travaux supplémentaires ont été réalisés au laboratoire de l'UQAC (Tableau 5-10 et Tableau 5-11).

Le Tableau 5-10 donne la répartition des échantillons par test. Les anodes industrielles sont rangées dans l'ordre croissant de la pression des ballons (voir Tableau 5-9) : Les résultats sont résumés dans le Tableau 5-11. Les conclusions ne sont pas définitives à cause du nombre limité d'anodes industrielles (contraintes industrielles).

Tableau 5-10 : Répartition des échantillons par test selon la variation de la pression

# Anode	Test de densité		Test de résistivité électrique		Test de compression	
	Cru	Cuit	Cru	Cuit	Cru	Cuit
1	A8-1-1 à A8-2-4	A8-1-1 à A8-1-3; A8-2-1; A8-2-3	A8-1-1 à A8-2-4	A8-1-1; A8-1-2; A8-2-1	A8-1-4; A8-2-2	A8-1-3; A8-2-3
2	A7-1-1 à A7-2-4	A7-1-1 à A7-1-3, A7-2-1; A7-2-3	A7-1-1 à A7-2-4	A7-1-1; A7-1-2; A7-2-1	A7-1-4; A7-2-2	A7-1-3; A7-2-3

Tableau 5-11 : Résultats de la caractérisation selon la variation de la pression

# anode industrielle	Densité (adm)		Résistivité électrique (adm)		Résistance à la compression (adm)	
	Cru	Cuit	Cru	Cuit	Cru	Cuit
1	1,021	0,984	1,906	1,121	0,830	0,931
2	1,048	1,011	1,052	1,015	1,113	1,178



L'augmentation de la pression des ballons du haut a amélioré de façon générale les propriétés de l'anode (avant et après la cuisson) comme on peut le voir dans le Tableau 5-11. En effet, la compaction à basse pression provoque le vide et favorise moins le remplissage des pores. Ce qui provoque une sous-compaction créant la baisse de la densité, la hausse de la résistivité électrique et la baisse de la résistance à la compression. La littérature confirme bien cette évolution des propriétés en fonction de la pression des ballons du haut [50]. Il est donc important d'avoir une pression optimale afin d'avoir une meilleure compaction dans un délai optimal. Le temps de compaction à lui seul ne garantit pas de meilleures propriétés des anodes. Ainsi, il est important de tenir compte des autres paramètres de fabrication afin de trouver un bon équilibre qui aboutira aux résultats escomptés.

## **CHAPITRE 6**

### **CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS**

#### **6.1 Conclusions**

L'amélioration de la qualité des anodes en carbone est l'une des préoccupations majeures dans les alumineries à travers le monde. Les différentes étapes de la mise en œuvre de ces anodes suscitent et font l'objet de divers sujets de recherche. Cette présente étude s'inscrit dans ce cadre et consiste à développer un outil de détection de la fin de la compaction des anodes à l'aide du son du vibrocompacteur afin d'optimiser le temps de compaction. Le temps de compaction constitue l'un des paramètres clés pouvant agir sur le degré de la compaction et donc influencer les propriétés des anodes. Les points suivants résument les principaux résultats à travers la littérature et les tests réalisés (à l'usine et au laboratoire). Dans la littérature, on retient que :

- 1- La densité et la résistance en compression des anodes croient avec l'augmentation du temps de compaction tandis que la résistivité décroît. Ceci est valable dans la limite où les anodes ne sont pas sur-compactées. Il existe un temps au bout duquel les propriétés des anodes varient très peu. Ce qui témoigne de l'existence d'un

temps optimal. Au-delà de ce dernier, les propriétés des anodes se détériorent (baisse de la densité, augmentation de la résistivité électrique et baisse des propriétés mécaniques) dues aux contraintes résiduelles après la compaction (sur-compaction).

- 2- La force de vibration et la fréquence influencent également les propriétés des anodes lors de la compaction et par conséquent peuvent influencer le temps de compaction.
- 3- Il existe quelques méthodes qui ont été testées pour déterminer le temps optimal pendant le formage des anodes par vibrocompaction. Il s'agit de l'usage du mouvement de la table, de la densité comme indicateur et l'utilisation d'une barre en acier liée au couvercle du compacteur.

Le son est un outil efficace d'optimisation des procédés et on retrouve des exemples dans divers domaines. Cependant on ne trouve pas d'application similaire dans la production des anodes en carbone.

Afin de rendre possible la détermination du temps optimal de compaction :

- 4- Un outil d'analyse de son a été développé. Il est constitué d'un microphone et d'un programme informatique développé en VISUAL BASIC 6.0. Des études préliminaires ont permis de choisir les outils appropriés et les bonnes positions pour les mesures à l'usine et au laboratoire. Un microphone unidirectionnel a été utilisé à cause de sa capacité à éliminer le maximum de bruits.

- 5- Trois campagnes de mesure ont été réalisées à l'usine (en juin 2014, en mai et en décembre 2015). Elles ont servi au calibrage et au choix des paramètres de l'outil d'une part, d'autre part, elles ont permis de tester l'évolution des propriétés des anodes et du temps de compaction en fonction de la variation de certains paramètres.
- 6- Des études paramétriques ont permis le choix de meilleurs paramètres pour les analyses et l'automatisation du système. Il s'agit principalement du nombre de points pour la moyenne ( $n$ ) et la plage de fréquence ( $F$ ).
- 7- Des améliorations ont été apportées à l'interface de l'application. Ce qui rend facile son utilisation lors des analyses en temps réel. De plus, des options de stockage des données permettent de faire des analyses plus tard hors ligne. En outre, l'ajout de voyant permet de prévenir l'utilisateur de l'approche du temps optimal.

Les conclusions après les tests effectués au laboratoire sont résumées dans les points suivants :

- 8- Le son caractérise la compaction des anodes en carbone en trois étapes : le réarrangement des particules et du brai, la compaction et la finition.
- 9- Les travaux au laboratoire montrent que pour un type de brai qui pénètre facilement les pores du coke, son temps optimal est plus bas et sa densité peut être haute avant la cuisson. Quant à un brai ayant un comportement agglomérant, on peut avoir de meilleure densité après la cuisson si le temps de sur-compaction est faible. On en

déduit que la qualité des anodes est certes liée aux matières premières mais aussi est influencée par le temps de compaction.

10- Concernant le type de coke, l'augmentation du taux de coke bas soufre dans la recette requiert plus de temps pour la compaction à cause du pourcentage de porosité élevé. Il faut surtout retenir que la conjugaison du temps de sur-compaction et des propriétés des matières premières joue un rôle important dans les propriétés finales d'une anode.

11- Une anode, qui a un temps de sur-compaction plus long, a en général le plus bas rapport BAD/GAD comme démontré à travers les validations. Quant aux anodes ayant des temps de sur-compaction proches, ils ont eu le rapport de densité BAD/GAD proche également.

12- Finalement, les tests de validation de notre outil montrent bien qu'une anode compactée au temps optimal ou proche du temps optimal en général acquiert le meilleur rapport BAD/GAD. Ce qui témoigne qu'il y a moins de contrainte résiduelle après compaction pour ces anodes et par conséquent la densité cuite obtenue est bonne voire meilleure. Il en est de même pour la résistivité électrique.

Les conclusions que l'on tire des travaux de l'usine sont résumées dans les points suivants :

13- Les résultats à l'usine montrent que le suivi par le son peut donner un gain sur le temps de compaction. Par ailleurs, les résultats confirment que les paramètres de la pâte d'anode sont sujets à des variations et ces dernières agissent sur le temps optimal nécessaire pour la compaction des anodes.

- 14- Les résultats des premiers tests à l'usine (campagne de juin 2014) montrent l'usage de notre outil peut donner des gains sur le temps de compaction des anodes industrielles. Ce qui peut constituer une source d'accroissement de la production journalière de l'usine en nombre d'anodes. De plus, si les temps de sur-compaction sont proches, il est possible que des anodes aient des densités cuites proches.
- 15- Bien qu'une faible augmentation de la pression des ballons du haut a induit une faible diminution du temps de compaction ; on note cependant qu'elle a une forte influence (amélioration) sur les propriétés de l'anode. En effet, une faible pression engendre une baisse de la densité, une augmentation de la résistivité et surtout une baisse de la résistance à la compression. Toutefois, ces augmentations ont des limites.
- 16- On note que l'augmentation du taux de brai (caractérisation selon la variation du taux de brai) a fait baisser la résistivité électrique tandis que le temps optimal a augmenté. Il faut noter également qu'il y a une limite à cette augmentation du taux de brai.

## **6.2 Recommandations**

Bien que l'usage du son dans le domaine de la production des anodes en carbone soit quasi inexistant, on souligne l'obtention de résultats promoteurs dans la résolution de certains problèmes par cette méthode. Eu égard les résultats obtenus, nos recommandations peuvent se résumer à travers les points suivants :

- 1- L'accomplissement de tests supplémentaires permettront de rendre plus facile la calibration. Ces tests peuvent être l'ensemble des tests que nous n'avons pas pu accomplir à l'échelle industrielle ou bien des tests qui ont été accomplis avec un nombre réduit d'anodes. On peut citer la variation de la pression des ballons, du taux de brai, du type de coke, etc. Ce qui rendra l'usage de l'outil plus général sur différents vibrocompacteurs.
- 2- En plus de faire ressortir les variations intrinsèques de la pâte d'anode, l'outil d'analyse de son peut servir d'indicateur de maintenance préventive. Ainsi il faut associer aux mesures de vibration, les mesures faites avec l'outil d'analyse de son. Ceci peut être un moyen de suivi de l'état du vibrocompacteurs. En outre, les mesures effectuées avec l'outil de son et les mesures de vibration peuvent être comparées pour une amélioration continue (perfectionnement) de l'outil de son.
- 3- En outre, l'étude approfondie de la pression des ballons permettra de trouver le temps optimal pour une meilleure pression. Cette combinaison sera d'un grand apport, car elle peut conduire à des cuissons sans création d'un grand nombre de fissures.
- 4- Par ailleurs, l'évolution des propriétés des anodes crues et cuites et du temps optimal reste à tester à l'échelle industrielle.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Hans Wedepohl, K., The composition of the continental crust, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1995. **59**(7): p. 1217-1232.
2. Charette, A., Y.S. Kocaefe et D. Kocaefe, Le carbone dans l'industrie de l'aluminium. 2012, Chicoutimi (Québec): Les presses de l'aluminium. xxi, 325 p.
3. Habashi, F., A short history of hydrometallurgy, *Hydrometallurgy*, 2005. **79**(1–2): p. 15-22.
4. Ivan, G., Le brevet de Paul Héroult pour un procédé électrolytique de préparation d'aluminium, 2009,  
[https://www.bibnum.education.fr/sites/default/files/GRINBERG\\_PLATEAU\\_BREVET\\_HEROULT.pdf](https://www.bibnum.education.fr/sites/default/files/GRINBERG_PLATEAU_BREVET_HEROULT.pdf).
5. Meier, M.W., *Cracking : Cracking behaviour of anodes*, 1996, Sierre [Suisse]: R&D Carbon, xiii, 364 p.
6. Paul, L., Toussaint Héroult, Mémoire descriptif déposé à l'appui d'une demande d'un brevet d'invention de quinze ans pour «Procédé électrolytique pour la préparation de l'aluminium », 1886.
7. Hulse, K.L., *Anode manufacture : raw materials, formulation and processing parameters*, 2000, Sierre [Suisse]: R&D Carbon, xxxv, 416 p.
8. Paskota, M., On modelling and the control of vibroformers in aluminium production, *Chaos, Solitons & Fractals*, 1998. **9**(1–2): p. 323-335.
9. Elizabeth, R., G. Mélissa, C. Hervé, J. Marie-Eve et L. Mireille, Rapport d'analyse environnementale pour le projet de modification du décret numéro 1557-97 du 3 décembre 1997 relatif à la délivrance d'un certificat d'autorisation à Alcan Aluminium ltée pour le projet de construction d'une aluminerie à Alma. 2014, Ministère du Développement durable de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques: Québec.



10. Keller, F., U. Mannweiler et E. Knall, Constructing and operating anode plants : What the top management needs to know; in Proceedings of the 6th Arab International Conference Arabal, 1993, Cairo.
11. Lagacé, C.-L., Réactivité de l'anode et désulfuration : effet du niveau de calcination du coke, mémoire de maîtrise, 2012, Université du Québec à Chicoutimi, Québec, Canada.
12. Branscomb, J., Carbon electrode pitches, in Bituminous materials: asphalts, tars and pitches, 1966, Interscience New York.
13. Turner, N.R., Recent trends in binder pitches for reduction anodes, JOM, 1993. **45**(11): p. 39-42.
14. Tosta, R. et E. Inzunza. Structural evaluation of petroleum and coal tar pitch for the elaboration of anodes in the Industry of the aluminum, Light Metals, 2008: p. 887-892.
15. Edwards, L., The history and future challenges of calcined petroleum coke production and use in aluminum smelting, JOM, 2014. **67**(2): p. 308-321.
16. Azari, D.K., Investigation of the materials and paste relationships to improve forming process and anode quality, Ph.D. Thesis, 2013, Université Laval, Québec, Canada.
17. Lossius, L.P., K. Neyrey et L. Edwards, Coke and anode desulfurization studies, Light Metals, 2008: p. 881-886.
18. Edwards, L., N. Backhouse, H. Darmstadt et M.-J. Dion, Evolution of anode grade coke quality, Light Metals, 2012: p. 1207-1212.
19. Drever, C., B. Samanos et F. Vogt, Coke calcination levels and aluminum anode quality. Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production, Volume 4, 2013: p. 93-100.
20. Martins, M.A., L.S. Oliveira et A.S. Franca, Modeling and simulation of petroleum coke calcination in rotary kilns, Fuel, 2001. **80**(11): p. 1611-1622.

21. Zhao, J., Q. Zhao et Q. Zhao, The new neneration of vertical shaft calciner technology, *Light Metals*, 2011: p. 917-921.
22. Gagne, J., M. Thibault, G. Dufour, C. Gauthier, M. Gendron et M. Vaillancourt, Anode butts automated visual inspection system, *Light Metals*, 2008: p. 895–898.
23. Fischer, W.K. et R.C. Perruchoud, Interdependence between properties of anode butts and quality of prebaked anodes, in *Minerals & Materials Soc. (TMS)*, Warrendale, PA, USA, 1990.
24. Fischer, W.K. et R.C. Perruchoud, Interdependence between properties of anode butts and quality of prebaked anodes. *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, 2013: p. 267-270.
25. Perruchoud, R.C., M.W. Meier et W.K. Fischer. Survey on worldwide prebaked anode quality, *Light Metals*, 2004: p. 573-578.
26. Hume, S.M., W.K. Fischer, R.C. Perruchoud, J.B. Metson et R.T. Baker, Influence of petroleum coke sulphur content on the sodium sensitivity of carbon anodes, *Light Metals*, 1993: p. 535-535.
27. Engvoll, M.A., Reactivity of anode raw materials and anodes for production of aluminium, Ph.D. Thesis, 2002, Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway.
28. Zhou, Z.-J., Q.-J. Hu, X. Liu, G.-S. Yu et F.-C. Wang, Effect of iron species and calcium hydroxide on high-sulfur petroleum coke CO<sub>2</sub> gasification. *Energy & Fuels*, 2012, **26**(3): p. 1489-1495.
29. Xiao, J., Q. Zhong, F. Li, J. Huang, Y. Zhang et B. Wang, Mutual Inhibition between Catalytic Impurities of Sulfur and Those of Calcium in Coke during Carbon–Air and Carbon–CO<sub>2</sub> Reactions. *Energy & Fuels*, 2015. **29**(3): p. 1961-1971.
30. Werner, K., Fischer, W. Markus, Meier et W. Mauriz, Lustenberger, Cooling of green anodes after forming, *Light Metals*, 1999: p. 547-553.

31. Severo, D.S., V. Gusberti et E.C. Pinto, Advanced 3D modelling for anode baking furnaces, *Light metals*, 2005: p. 697-702.
32. Keller, F. et P.O. Sulger, Anode baking : baking of anodes for the aluminum industry, 2nd ed. ed. Baking of anodes for the aluminum industry, 2008, Sierre [Suisse]: R&D Carbon, xi, 566 p.
33. Hurlen, J. et T. Naterstad, Recent developments in carbon baking technology, *JOM*, 1991. **43**(11): p. 20-25.
34. Baiteche, M., D. Kocaefe, Y. Kocaefe, D. Marceau, B. Morais et J. Lafrance, Description and applications of a 3D mathematical model for horizontal anode baking furnaces, *Light Metals*, 2015: p. 1115-1120.
35. Molenaar, D. et B. Sadler, Anode rodding basics, *Light Metals*, 2014: p. 1263-1268.
36. Wilkening, S. et J. Côté, Problems of the stub-anode connection, *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production, Volume 4*, 2007: p. 534-542.
37. Fischer, W., U. Mannweiler, F. Keller, R. Perruchoud et U. Buhler, Anodes for the aluminum industry, Sierre [Suisse], R&D Carbon, 1995.
38. Khaji, K. et H. Abbas, Baked anode density improvement through optimization of green anode dry aggregate composition, *Light Metals*, 2010: p. 1027-1030.
39. Gundersen, Ø., Modelling of Structure and Properties of Soft Carbons with Application To Carbon Anode Baking, in Ph.D. Thesis, 1998, Department of Engineering Cybernetics, Norwegian University of Science and Technology, , Trondheim, Norway: p. 172-173.
40. Wang, Y.-W., J.-P. Peng, Y.-Z. Di et N.-X. Feng, Production of carbon anodes by high-temperature mould pressing, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2013. **23**(10): p. 3119-3124.

41. Vlasov, A., V. Sizyakov, D. Seregin, M. Molin et R. Idiyatulin, Reducing the incidence of anode effects at the Krasnoyarsk aluminum plant, *Metallurgist*, 2011, **55**(7): p. 601-606.
42. Ye, S.-L., J. Xiao, F.-Q. Ding, J. Li, Z. Zou et Y.-X. Liu, Comprehension properties of carbon anode for aluminum electrolysis, *Zhongguo Youse Jinshu Xuebao/Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2003. **13**(2): p. 490.
43. Tkac, M., Porosity development in composite carbon materials during heat treatment, Ph.D. Thesis, 2007, Department of Materials Science and Engineering, Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway.
44. Jonathan, P.H., B. Arnaud et T. Sonia, Maximising vibroformer performance through vibration monitoring, in 10th Australasian Aluminium Smelting Technology Conference, 2011: Launceston, Tas., Australia.
45. Markus, W., Meier et K. Werner, Fischer, Advances in anode forming, *Light Metals*, 1999: p. 541-546.
46. R. et D.C. Ltd, Anodes for the aluminum industry, [2nd ed.]. ed. 2006, Sierre [Suisse]: R&D Carbon, vi, 402 p.
47. Feng, N.-X., Z.-X. Qiu, L.-S. Liu, S.-C. Zhang, G. Kai et K. Halvor, Electrical baking of laboratory-scale carbon anodes under high pressure, *Light Metals*, 1990: p. 505-509.
48. Feng, N.-X. et Y.-W. Wang, Method and device for preparing high-density aluminium cell anode carbon block green body, 2010, Google Patents.
49. Rhedey, P., A review of factors affecting carbon anode consumption in the electrolytic production of aluminum, *Light Metals*, 1971: p. 611-622.
50. Rebaïne, F., Étude de l'influence des paramètres de vibro-compaction sur les propriétés mécaniques des anodes crues en carbone, Ph.D. Thesis, 2015, Université du Québec à Chicoutimi, Québec, Canada.

51. Tkac, M., T. Foosnaes et H.A. Øye, Effect of vacuum vibroforming on porosity development during anode baking, *Light Metals*, 2007: p. 885-890.
52. Outotec, Outotec vibrating compactors, 2014 [cited 2016, 3, May]; Available from: <https://www.youtube.com/watch?v=jhSJurPRB0g>.
53. Sandvik, E., R. Blindheim et H.M. Bø, Vibration forming of carbon blocks, *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, 1974: p. 339-350.
54. Gao, S., C. Bao, S. Zhang, H. Wang, J. Woo et E. Cutshall, Optimum vibration time for green anode production, *Light Metals*, 2013: p. 1123-1126.
55. Rossi, M., Audio, Presses polytechniques et universitaires romandes, Collection : Electricité, Lausanne, Suisse, 2007.
56. American National Standards Institute (ANSI), ANSI/ASA S1.1-2013, *Acoustical Terminology*, 2013.
57. Cremer, L. et M. Heckl, *Structure-borne sound: structural vibrations and sound radiation at audio frequencies*. 2013: Springer Science & Business Media.
58. Sapriel, J., *Ultrasons, Techniques de l'ingénieur, Electronique*, 1994. **1**(E1910): p. E1910. 1-E1910. 29.
59. Botte, M.-C., C. Georges, D. Laurent et S. Christel, Psychoacoustique et perception auditive, in *Technique et Documentation* 1999. p. 144.
60. Jilai, X. et A.Ø. Harald, Spectrum analysis of bubbling acoustic signals through carbon anodes, *Light Metals*, 1999: p. 247-253.
61. Marianne, J., B.P. Tor et K. Kjell, Bubble noise from soderberg pots, *Light Metals*, 2007: p. 265-268.
62. Kjell Kalgraf, M.J.T.N., Tor Bjarne Pedersen, Comparison of bubble noise of Søderberg pots and prebake pots, *Light Metals*, 2009: p. 473-476.

63. Kjell Kalgraf, M.J., Tor Bjarne Pedersen, Theory of bubble noise, bath height and anode quality, *Light Metals*, 2007: p. 357-361.
64. Brigham Young University Acoustics Research Group (BYU). What is acoustics? [cited 2016, 15, may]; Available from: <http://acoustics.byu.edu/content/what-acoustics>.
65. Dornfeld, D., Application of acoustic emission techniques in manufacturing. *NDT & E International*, 1992, **25**(6): p. 259-269.
66. Ramalingam, S., T. Shi, D. Frohrib et T. Moser, Acoustic emission sensing with an intelligent insert and tool fracture detection in multi-tooth milling. in *Proceedings of the 16th North American Manufacturing Research Conference*. 1988.
67. Inasaki, I., T. Blum, I. Suzuki, H. Itagaki et M. Sato, A practical mounting device for an acoustic emission sensor for the failure detection of multipoint cutting tools, *Transactions of the Institute of Systems, Control and Information Engineers*, 1989, **2**: p. 210-221.
68. Inasaki, I. Inprocess detection of cutting tool breakage with acoustic emission signals, in *Proceedings of the Twenty-Fifth International Machine Tool Design and Research Conference*, 1985, Springer.
69. Grabec, I. et P. Leskovar, Acoustic emission of a cutting process, *Ultrasonics*, 1977, **15**(1): p. 17-20.
70. Li, X., A brief review: acoustic emission method for tool wear monitoring during turning, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2002, **42**(2): p. 157-165.
71. Inasaki, I. et K. Okamura, Monitoring of dressing and grinding processes with acoustic emission signals, *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 1985, **34**(1): p. 277-280.
72. Wainberg, V., L. DekhtyaR et V. Andreychuk, Acoustic emission monitoring of cutting process, in *ICF8*, Kiev, Ukraine, 1993 : p.225-228

73. Polyshchuk Vladimir V., Detection and quantification of the gear tooth damage from the vibration and acoustic signatures, 1999, The University of Akron, Ann Arbor : p. 258-258.
74. Baydar, N. et A. Ball, Detection of gear failures via vibration and acoustic signals using wavelet transform, *Mechanical Systems and Signal Processing*, 2003, **17**(4): p. 787-804.
75. Arata, Y., K. Inoue, M. Futamata et T. Toh, Investigation on welding arc sound (Report I): Effect of welding method and welding condition of welding arc sound (Welding physics, processes & instruments), 1979.
76. Saini, D. et S. Floyd, An investigation of gas metal arc welding sound signature for on-line quality control, *Welding Journal-New York*, 1998. V. **77**: p. 172-179.
77. Čudina, M., J. Prezelj et I. Polajnar, Use of audible sound for on-line monitoring of gas metal arc welding process, *Metabk*, 2008, **47**(2): p. 81-85.
78. Horvat, J., J. Prezelj, I. Polajnar et M. Čudina, Monitoring gas metal arc welding process by using audible sound signal, *Nadzor procesa MIG varjenja s pomočjo signala slišnega zvoka.*, 2011. **57**(3): p. 267-278.
79. Cayo, E.H. et S.C.A. Alfaro, A Non-Intrusive GMA Welding Process Quality Monitoring System Using Acoustic Sensing, *Sensors* (14248220), 2009. **9**(9): p. 7150-7166.
80. Albarbar, A., F. Gu et A.D. Ball, Diesel engine fuel injection monitoring using acoustic measurements and independent component analysis, *Measurement*, 2010, **43**(10): p. 1376-1386.
81. Fathi, E., F. Yibo, G. Fengshou et B. Andrew, Detection of diesel engine injector faults using acoustic emissions, in *Condition Diagnosis Technologies towards Sustainable Society*, 2010: Nara, Japan.
82. Kikuchi, M., T. Akamatsu, D. Gonzalez-Socoloske, D.A. De Souza, L.D. Olivera-Gomez et V.M.F. Da Silva, Detection of manatee feeding events by animal-borne

- underwater sound recorders, *Journal of the Marine Biological Association of the United Kingdom*, 2014: p. 1139-1146.
83. Saykin, V.V., Y. Zhang, Y. Cao, M.L. Wang et J.G. McDaniel, Pavement macrotexture monitoring through sound generated by a tire-pavement interaction, *Journal of Engineering Mechanics*, 2013. **139**(3): p. 264-271.
  84. Amrani, S., Impact de la préparation des anodes crues et des conditions de cuisson sur la fissuration dans des anodes denses, Ph.D. Thesis, 2015, Université du Québec à Chicoutimi, Québec, Canada.
  85. Benzaoui, A., D. Kocaefe et D. Bhattacharyay, A non-destructive technique for the on-line quality control of green and baked anodes, in 34 th ICSOBA Conference and Exhibition, 2016, ICSOBA 2016 Proceedings: Quebec: p. 445-453.
  86. Kocaefe, D., Y. Kocaefe et D. Bhattacharyay, Measurement of anode electrical resistivity for quality control in aluminum industry, *Conference of Metallurgists (COM)*, 2014, Vancouver, Colombie Britannique.
  87. Kocaefe, Y., D. Kocaefe et D. Bhattacharyay, Quality Control via Electrical Resistivity Measurement of Industrial Anodes, *Light Metals*, 2015: p. 1097-1102.
  88. Lu, Y., Effect of pitch properties on anode properties, Master's thesis, Université du Québec à Chicoutimi, 2016, Québec, Canada.
  89. An American National Standard, ASTM D6120-97 (Reapproved 2007), Standard test method for electrical resistivity of anode and cathode carbon material at room temperature, 2010: p. 1225-1227.
  90. An American National Standard, ASTM D6120-97 (Reapproved 2007), Standard test method for electrical resistivity of anode and cathode carbon material at room temperature, 2010: p. 320-322.
  91. International Standard, ISO 18515:2007(E), Carbonaceous materials for the production of aluminium -Cathode blocks and baked anodes -Determination of compressive strength, 2007. p. 4 pages.



92. An American National Standard, ASTM C695-91 (Reapproved 2005), Standard test method for compressive strength of carbon and graphite, 2010: p. 211-213.
93. Droke, C., Moving averages simplified, 2001: Marketplace Books.
94. Belkacem, A., Effects of sulfur on carbon anode reactivities, Master's thesis, Université du Québec à Chicoutimi, 2017, Québec, Canada.

## ANNEXES

### Annexe 1

#### Systèmes de calcination du coke

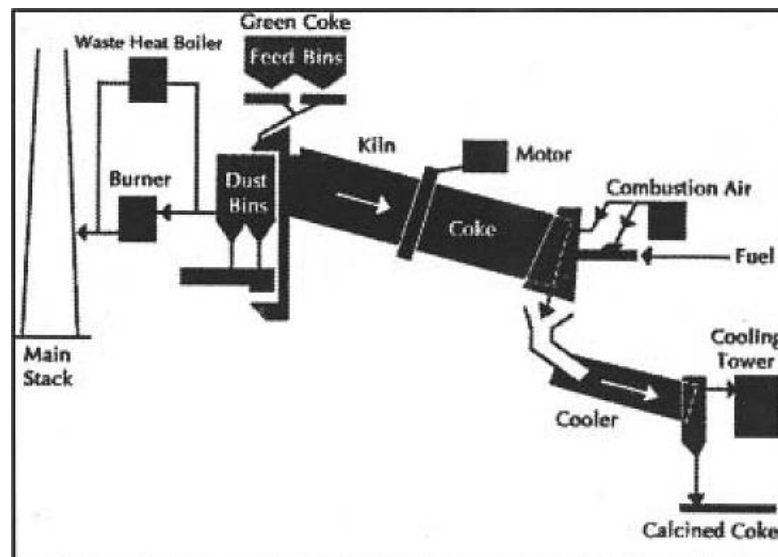
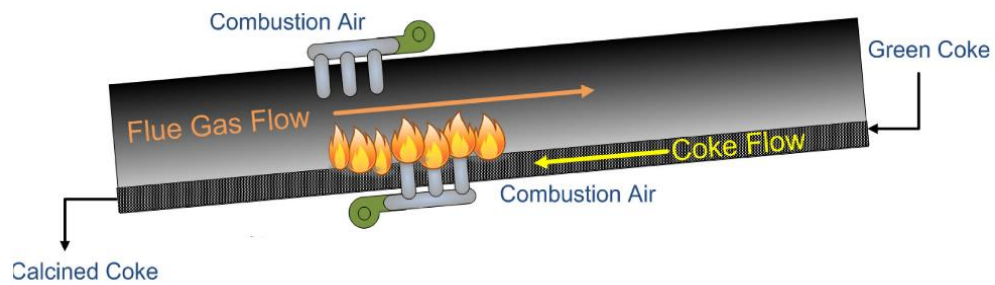


Figure A-1-1 : Schéma de principe du four rotatif [15,21]

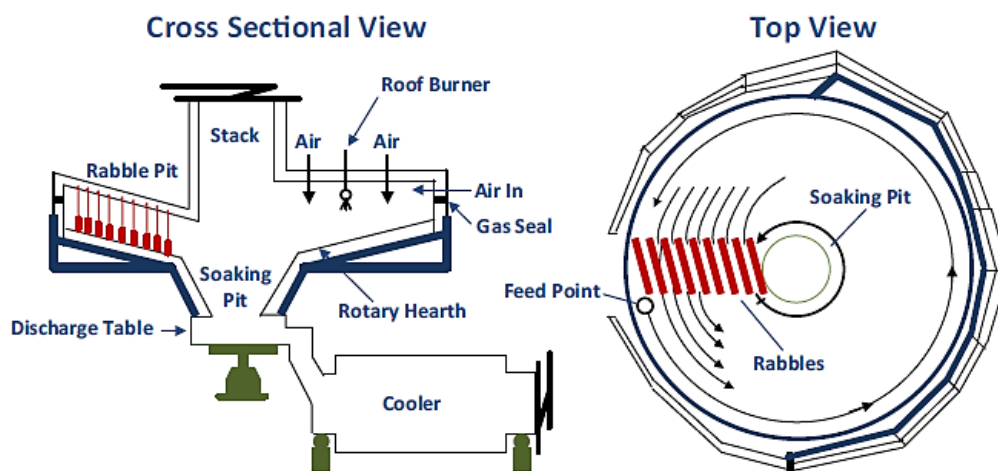


Figure A-1-2 : Schéma de principe du four à sole tournante [15]

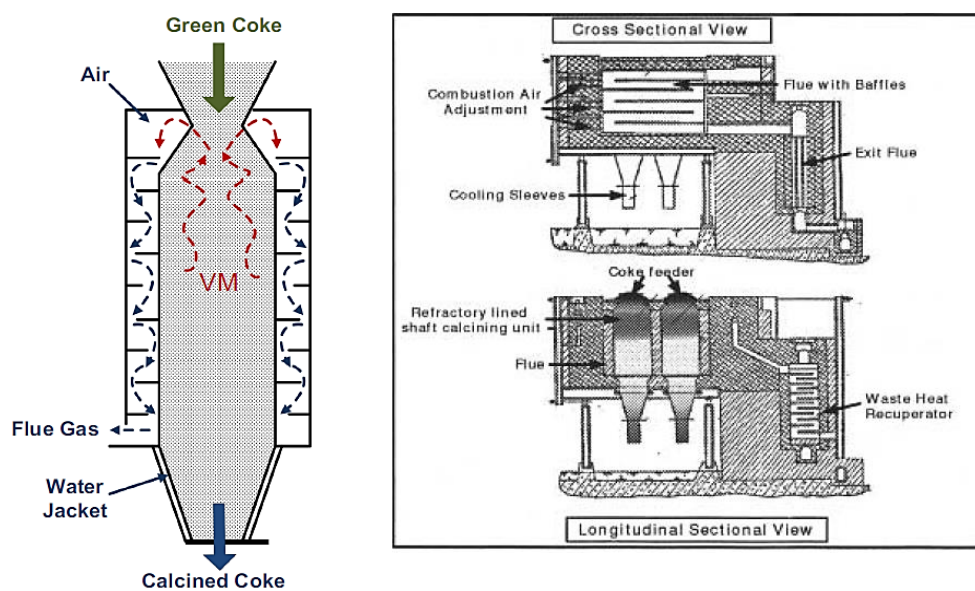


Figure A-1-3 : Schéma de principe du calcinateur vertical [15,21]

## Annexe 2

### Études comparatives entre le vibrocompacteur et la presse

Tableau A-2-1 : Avantages et points faibles des systèmes de formages des anodes [7]

Paramètres	Presse hydraulique	Vibrocompacteur
Qualités de l'anode	Meilleure perméabilité a l'air Plus sujets aux fissures et aux laminages	Meilleure résistivité électrique spécifique et bonne résistance à la flexion
Entretien	-	Plus intense en raison des mouvements vibratoires
Sensibilité du procédé	Sensible aux paramètres qui affectent l'élasticité de la pâte	Sensible aux paramètres qui la viscosité de la pâte
Refroidissement de la pâte	Doit avoir un système de refroidissement	Refroidissement plus flexible
Refroidissement de l'anode	Refroidissement minimal requis	Doit avoir un système de refroidissement
Dimensions de l'anode	Restrictions sur les dimensions des anodes liées à la taille des équipements	Pas de restrictions
Rendement	Cycle de formage rapide	Souvent, réduit le rendement du procédé

## Annexe 3

### Modèles de vibrocompacteur



Figure A-3-1: Vibrocompacteur à simple table coulissante [52]

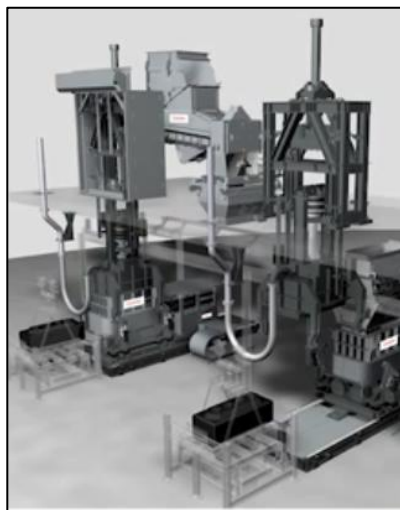


Figure A-3-2 : Vibrocompacteur à deux tables coulissantes [52]

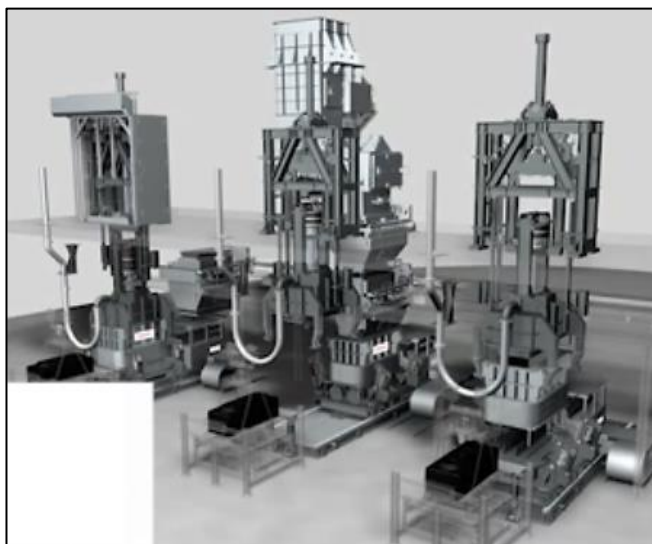


Figure A-3-3 : Vibrocompacteur à trois tables coulissantes [52]

### Annexe 4

Tableau A-4-1 : Identification des carottes

# Anode industrielle	# Bloc	Ordre de carottage	Codification complète
A1	1	1	A1-1-1
		2	A1-1-2
		3	A1-1-3
		4	A1-1-4
	2	1	A1-2-1
		2	A1-2-2
		3	A1-2-3
		4	A1-2-4
A2	1	1	A2-1-1
		2	A2-1-2
		3	A2-1-3
		4	A2-1-4
	2	1	A2-2-1
		2	A2-2-2
		3	A2-2-3
		4	A2-2-4
A3	1	1	A3-1-1
		2	A3-1-2
		3	A3-1-3
		4	A3-1-4
	2	1	A3-2-1
		2	A3-2-2
		3	A3-2-3
		4	A3-2-4
A4	1	1	A4-1-1
		2	A4-1-2
		3	A4-1-3
		4	A4-1-4
	2	1	A4-2-1
		2	A4-2-2

Tableau A-4-2 : Identification des carottes (suite)

# Anode industrielle	# Bloc	Ordre de carottage	Codification complète
A4	2	3	A4-2-3
		4	A4-2-4
A5	1	1	A5-1-1
		2	A5-1-2
		3	A5-1-3
		4	A5-1-4
A6	1	1	A6-1-1
		2	A6-1-2
		3	A6-1-3
		4	A6-1-4
	2	1	A6-2-1
		2	A6-2-2
		3	A6-2-3
		4	A6-2-4
A7	1	1	A7-1-1
		2	A7-1-2
		3	A7-1-3
		4	A7-1-4
	2	1	A7-2-1
		2	A7-2-2
		3	A7-2-3
		4	A7-2-4
A8	1	1	A8-1-1
		2	A8-1-2
		3	A8-1-3
		4	A8-1-4
	2	1	A8-2-1
		2	A8-2-2
		3	A8-2-3
		4	A8-2-4

## Annexe 5

Tableau A-5-1 : Résultats de la campagne de mai 2015

# anode	Temps optimal (adm)	Temps de compaction fixé (adm)	Gain (%)	Densité crue (adm)
1	0,912	1,093	16,53	0,992
2	0,906	1,639	44,73	0,998
3	1,024	1,639	37,51	1,002
4	1,002	1,821	45,00	1,005
5	1,156	1,821	36,52	1,003

On remarque que la densité croît avec le temps de compaction (temps fixé) jusqu'à un temps ou bien dans une plage où la variation devient faible et même on peut observer une baisse. Ceci indique l'existence d'un optimal comme on peut le voir avec la courbe en vert sur Figure A-5-1.

Pour constater l'influence du temps de compaction, le ratio BAD/GAD doit être observé. Les effets de la sous ou sur-compaction deviennent plus évidents après la cuisson des anodes à cause des contraintes durant la compaction qui peuvent conduire à la formation de fissures. Mais, les densités cuites de ces anodes de l'usine n'ont pas été compilées parce que l'accent a été mis sur le perfectionnement de l'appareil de son.

On ne peut pas corréliser avec ces mesures le temps optimal et la densité crue pour deux raisons : la première, c'est que la densité crue est obtenue avec tout le temps fixé par l'opérateur et la seconde est due au fait que le temps optimal résulte de la conjugaison de plusieurs paramètres tels que les températures, les taux de brai, les pressions, le type de



matériel utilisé, etc. Cela explique cette tendance aléatoire entre ces deux variables (temps optimal et densité). Pour trouver la tendance, il faudra des données sur plusieurs anodes.

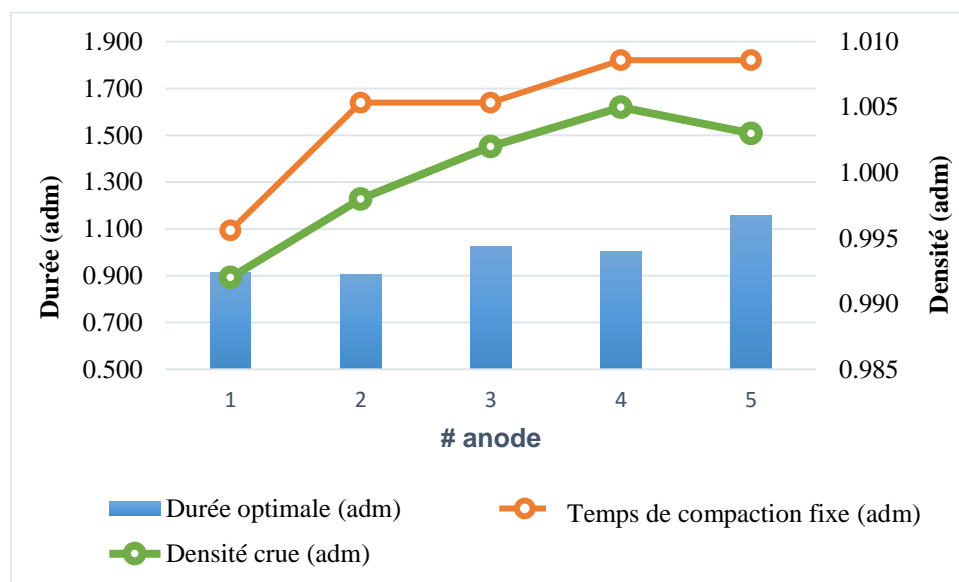


Figure A-5-1 : Tendances observées selon les résultats de la campagne de mai 2015