

## TABLE DES MATIERES

RÉSUMÉ .....	i
ABSTRACT.....	iii
REMERCIEMENTS.....	v
TABLE DES MATIERES .....	vi
LISTE DES TABLEAUX .....	ix
LISTE DES FIGURES .....	x
CHAPITRE 1: INTRODUCTION.....	1
1.1. Généralités.....	1
1.2. Problématique .....	5
1.3. Objectifs .....	7
1.4. Méthodologie .....	7
1.5. Originalité .....	8
1.6. Portée du mémoire .....	9
CHAPITRE 2: RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE.....	11
2.1. Introduction .....	11
2.2. Anode de carbone.....	11
2.2.1 Rôle de l'anode .....	11
2.2.2. Généralités sur les matières premières.....	12
2.2.2.1. Coke de pétrole.....	12
2.2.2.2. Brai de houille .....	15
2.2.2.3. Mégots et rejets d'anode.....	17
2.2.3. Différentes étapes de fabrication des anodes en carbone .....	18
2.2.4. Propriétés et qualité de l'anode.....	20
2.3. Contrôle de la qualité des anodes.....	26
2.4. Contrôle de la qualité par analyse d'images .....	27
2.5. Conclusions .....	41
CHAPITRE 3: MÉTHODOLOGIE.....	42
3.1. Introduction.....	42
3.2. Fabrication des anodes .....	44
3.2.1. Anodes de laboratoire .....	44

3.2.1.1.	Matières premières .....	44
3.2.1.2.	Tamissage des fractions de coke .....	45
3.2.1.3.	Préparation de la recette d'agrégats secs .....	45
3.2.1.4.	Fusion du brai et préchauffage de la recette d'agrégats .....	46
3.2.1.5.	Préparation de la pâte d'anode .....	46
3.2.1.6.	Compaction de la pâte d'anode .....	47
3.2.1.7.	Refroidissement de l'anode crue .....	48
3.2.1.8.	Spécificités des anodes de laboratoire .....	48
3.2.2.	Anodes industrielles.....	51
3.3.	Analyse d'images .....	52
3.3.1.	Matériels de prise d'images .....	52
3.3.2.	Anodes de laboratoire .....	53
3.3.2.1.	Effet du taux de brai sur l'analyse d'images .....	53
3.3.2.2.	Effet des diverses spécificités de fabrication sur l'analyse d'images.....	54
3.3.3.	Anodes industrielles.....	54
3.3.4.	Les étapes d'analyse d'images.....	55
3.3.4.1.	Première approche : basée sur l'état de surface des anodes .....	57
3.3.4.2.	Deuxième approche : basée sur la distribution des couleurs primaires.....	57
3.4.	Analyse chimique.....	59
3.4.1.	Découpage des sections d'anodes.....	59
3.4.2.	Moulinages des sections d'anode .....	60
3.4.3.	Spectrophotométrie des échantillons d'anodes.....	61
3.4.4.	Anodes de laboratoire .....	63
3.4.5.	Anodes industrielles.....	64
3.5.	Conclusions.....	67
CHAPITRE 4: RÉSULTATS ET DISCUSSION.....		69
4.1.	Introduction.....	69
4.2.	Analyse d'images.....	69
4.2.1.	Anodes de laboratoire .....	69
4.2.1.1.	Effet du taux de brai sur l'analyse d'images .....	69
4.2.1.2.	Influence du moule du vibro-compacteur froid sur l'analyse d'images.....	73
4.2.1.3.	Influence des taches de brai grossières sur l'analyse d'images.....	76

4.2.1.4.	Influence de la présence de taches d'huile à la surface de l'anode sur l'analyse d'images .....	79
4.2.1.5.	Influence de jets d'eau à la surface de l'anode sur l'analyse d'images .....	82
4.2.1.6.	Influence de la granulométrie sur l'analyse d'images .....	85
4.2.1.7.	Influences des tailles des particules de mégots sur l'analyse d'images .....	88
4.2.1.8.	Remarques .....	91
4.2.2.	Anodes industrielles.....	91
4.2.2.1.	Étude préliminaire avec une anode industrielle rejetée .....	91
4.2.2.2.	Anodes issues des vibro-compacteur V1 et V2.....	94
4.3.	Analyse chimique.....	98
4.3.1.	Anodes de laboratoire .....	98
4.3.2.	Analyse spectrophotométrique complète des anodes de laboratoire .....	106
4.3.3.	Anodes industrielles.....	116
4.4.	Conclusions .....	119
<b>CHAPITRE 5: CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS.....</b>		<b>120</b>
5.1.	Conclusions .....	120
5.2.	Recommandations .....	122
<b>REFERENCES .....</b>		<b>123</b>
<b>ANNEXES.....</b>		<b>131</b>

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2-1: Propriétés du coke calciné [4, 8] .....	14
Tableau 2-2: Propriétés du brai [4, 8] .....	17
Tableau 2-3: Propriétés des anodes industrielles [4, 8] .....	22
Tableau 2-4: Composition chimique de l'anode [4, 8] .....	22
Tableau 3-1: Anodes de laboratoire fabriquées dans des conditions standards.....	49
Tableau 3-2: Anodes spécifiques de laboratoire .....	50
Tableau 3-3: Anodes industrielles (P : la pression de ballon ; t : temps de compaction ; V1 et V2 : vibro-compacteurs 1 et 2) .....	51
Tableau 4-1: Valeurs indiquées par le spectrophotomètre pour l'anode de taux de brai 1 (ALAB-1).....	101
Tableau 4-2: Valeurs indiquées par le spectrophotomètre pour l'anode de taux de brai 1,2 (ALAB-2).....	102
Tableau 4-3: Valeurs indiquées par le spectrophotomètre pour l'anode de taux de brai 1,4 (ALAB-3).....	104
Tableau 4-4: Comparaison des valeurs données par la spectrophotométrie entre les différentes anodes de référence.....	105
Tableau 4-5: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la grande face de l'anode en sous brai (ALAB-1).....	109
Tableau 4-6: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la petite face de l'anode en sous brai (ALAB-1).....	109
Tableau 4-7: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la grande face de l'anode légèrement en sous brai (ALAB-2).....	111
Tableau 4-8: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la petite face de l'anode légèrement en sous brai (ALAB-2).....	111
Tableau 4-9: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la grande face de l'anode taux de brai optimal (ALAB-3).....	113
Tableau 4-10: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la petite face de l'anode taux de brai optimal (ALAB-3).....	113
Tableau 4-11: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode standard AIND-1 .....	117

## LISTE DES FIGURES

Figure 1-1: Cuve d'électrolyse (modèle à anodes précuites) [7].....	5
Figure 2-1: Production du brai [4] .....	16
Figure 2-2: Procédé de fabrication des anodes en carbone.....	20
Figure 2-4 : Exemple de défaut de surface [62].....	32
Figure 2-3: Résultats préliminaires de l'étude sur la catégorisation des défauts [62].....	32
Figure 2-5: Installation expérimentale du système d'éclairage [62].....	32
Figure 2-6: Comparaison de porosité totale mesurée par l'analyse d'image par le porosimètre au mercure [68].....	33
Figure 2-7: Schéma général de FlowCAM® Appareil [71] .....	36
Figure 2-8: Détails de l'optique dans le FlowCAM® Appareil [71] .....	37
Figure 2-9: Comparaison des résultats expérimentaux sur la détermination du taux de brai optimal des anodes aux résultats après analyse d'images [10].....	39
Figure 2-10: Analyse de l'échantillon : (a) image original du coke, (b) la distribution du coke, (c) la distribution du brai, (d) la distribution des pores / fissures [12].....	41
Figure 3-1: Résumé de la méthodologie .....	43
Figure 3-2: Appareil Gilson Testing Screen, modèle TS-1 .....	45
Figure 3-3: Mélangeur .....	46
Figure 3-4: Vibro-compacteur .....	48
Figure 3-5: Exemple d'anode de laboratoire .....	48
Figure 3-6: Dispositif de prise d'images à l'usine .....	52
Figure 3-7: Désignation des différentes faces de l'anode de laboratoire .....	53
Figure 3-8: Désignation des différentes faces de l'anode industrielle .....	55
Figure 3-9: Les étapes de l'analyse d'image .....	56
Figure 3-10: Scie horizontale GENERAL INTERNATIONAL.....	60
Figure 3-11: Scie verticale CRAFTEX.....	60
Figure 3-12: Moulin RETSCH .....	61
Figure 3-13: Appareil ORION AQUAMATE 8000 .....	62
Figure 3-14: Exemples de sections d'anode.....	64
Figure 3-15: Positions de bloc d'anodes découpés pour analyse dans chaque anode .....	65
Figure 3-16: Sections d'anodes prélevées sur les différentes faces de blocs d'anodes .....	66
Figure 4-1: Résultat de l'analyse des faces 1 des anodes de laboratoire avec différents taux de brai .....	71
Figure 4-2: Evolution du pourcentage de blanc en fonction du taux de brai.....	72
Figure 4-3: Evolution du pourcentage de taches de sur-brai en fonction du taux de brai ....	72
Figure 4-4: Résultat de l'analyse de l'anode avec du moule froid.....	74
Figure 4-5: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode du moule froid.....	75
Figure 4-6: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode du moule froid.....	75
Figure 4-7: Résultat de l'analyse de l'anode avec taches de brai .....	77

Figure 4-8: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode avec taches de brai .....	78
Figure 4-9: Positions sur le graphe 4-3 des pourcentages de rose que donne l'anode avec taches de brai .....	78
Figure 4-10: Résultat de l'analyse de l'anode avec taches d'huile sur la face .....	80
Figure 4-11: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode avec taches d'huile.....	81
Figure 4-12: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode avec taches d'huile.....	81
Figure 4-13: Résultat de l'analyse de l'anode avec jets d'eau sur la face .....	83
Figure 4-14: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode avec jets d'eau .....	84
Figure 4-15: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode avec jets d'eau .....	84
Figure 4-16: Résultat de l'analyse de l'anode faite avec séparation de particules .....	86
Figure 4-17: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode non homogène.....	87
Figure 4-18: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode non homogène.....	87
Figure 4-19: Résultat de l'analyse de l'anode faite avec de grosses particules de mégots....	89
Figure 4-20: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode faite avec de grosses particules de mégots.....	90
Figure 4-21: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode faite avec de grosses particules de mégots .....	90
Figure 4-22: Les étapes de l'analyse d'image de la surface d'une anode industrielle .....	93
Figure 4-23: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard AIND-1 .....	96
Figure 4-24: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode standard AIND-1 .....	97
Figure 4-25: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode standard AIND-1 .	97
Figure 4-26: Solvant pur dans le doseur .....	99
Figure 4-27: Solvant au coke pur dans le doseur.....	99
Figure 4-28: Solvant avec un échantillon d'anode de taux de brai 1,4 .....	99
Figure 4-29: Solvant avec du brai pur .....	99
Figure 4-30: Sections à analyser pour l'anode ALAB-1 en sou-brai .....	100
Figure 4-31: Evolution du niveau de brai pour l'anode de taux de brai 1 (ALAB-1) .....	101
Figure 4-32: Sections à analyser pour l'anode ALAB-2 légèrement en sous-brai .....	102
Figure 4-33: Evolution du niveau de brai pour l'anode ALAB-2 de taux de brai 1,2 .....	103
Figure 4-34: Sections à analyser pour l'anode ALAB-3 de taux de brai 1,4 .....	104
Figure 4-35: Evolution du niveau de brai pour l'anode ALAB-3 de taux de brai 1,4.....	105
Figure 4-36: Anode découpée vue du côté de la face 1 (grande face).....	107
Figure 4-37: Vue de dessus d'une anode découpée.....	107
Figure 4-38: Échantillons d'anodes analysés au spectrophotomètre.....	108

Figure 4-39: Variation du niveau de brai suivant la face 1 (grande face) de l'anode ALAB-1 en sous-brai .....	110
Figure 4-40: Variation du niveau de brai suivant la face 2 (petite face) de l'anode ALAB-1 en sous-brai .....	110
Figure 4-41: Variation du niveau de brai suivant la face 1 (grande face) de l'anode légèrement en sous-brai (ALAB-2) .....	112
Figure 4-42: Variation du niveau de brai suivant la face 2 (petite face) de l'anode légèrement en sous-brai (ALAB-2) .....	112
Figure 4-43: Variation du niveau de brai suivant la face 1 (grande face) de l'anode de taux de brai optimal (ALB-3) .....	114
Figure 4-44: Variation du niveau de brai suivant la face 2 (petite face) de l'anode de taux de brai optimal (ALAB-3) .....	114
Figure 4-45: Synthèse de l'évolution du taux de brai suivant la grande face de l'anode ....	115
Figure 4-46: Synthèse de l'évolution du taux de brai suivant la petite face de l'anode .....	116
Figure 4-47: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode standard AIND-1.....	118

# CHAPITRE 1

## INTRODUCTION

### 1.1. Généralités

L'aluminium est un métal à la fois banal et précieux. Il joue un rôle capital dans de nombreux secteurs, notamment l'industrie aérospatiale, l'industrie alimentaire, et aussi le sport ou le mobilier contemporain.

L'aluminium est un métal abondant dans l'écorce terrestre dont il constitue environ 8,2%. Il représente le troisième élément le plus présent dans cette croûte terrestre, juste après l'oxygène (46%) et le silicium (28,1%) [1]. Mais on ne le trouve dans la nature que combiné à d'autres éléments, en particulier sous forme d'oxydes car il est très avide d'oxygène.

La bauxite est le principal minerai d'aluminium. Elle contient 40 à 60 % d'oxyde d'aluminium hydraté mélangé avec la silice et l'oxyde de fer. C'est ce dernier qui donne sa couleur rouge caractéristique à la bauxite. Le nom de « bauxite » vient du village des Baux-de-Provence des Bouches-du-Rhône (France). Le minéralogiste Pierre Berthier analysa le minerai en 1821 [2, 3]. Afin de le purifier et d'en extraire l'aluminium, deux procédés

chimiques complexes ont vu le jour au XIX<sup>e</sup> siècle. Le premier s'intitule « **procédé Bayer** ». Il s'agit de la production industrielle d'alumine à partir de la bauxite. Ce procédé a été mis au point en 1887 par le chimiste Karl-Josef Bayer. Il est toujours exploité grâce à des améliorations essentielles apportées au cours du temps. La bauxite est broyée puis mélangée à de la soude à haute température (250°C) et sous pression (quelques dizaines de bars). La liqueur obtenue (l'aluminate de sodium) est débarrassée de ses impuretés, puis diluée et refroidie, ce qui provoque la précipitation d'oxyde d'aluminium hydraté. Celui-ci est alors calciné pour obtenir l'alumine destinée à la production d'aluminium. Les caractéristiques de l'alumine sont les suivantes[2] :

- Formule :  $\text{Al}_2\text{O}_3$
- Aspect : Poudre blanche et fine
- Propriété : Très dure, chimiquement inerte et peu conductrice d'électricité
- Poids moléculaire : 102

L'aluminium primaire est obtenu par l'électrolyse de l'alumine selon le procédé découvert en 1886, au même moment mais indépendamment l'un de l'autre, par l'Américain Charles Martin Hall et le Français Paul Héroult. Ce dernier procédé fût donc baptisé Hall-Héroult, des noms de ses deux inventeurs [4]. Il reste aujourd'hui le seul procédé utilisé dans le monde [5]. Si les principes de son fonctionnement n'ont pas changé, ses performances qualitatives et quantitatives ont été augmentées de façon spectaculaire. Le procédé consiste à réduire par électrolyse de l'alumine dissoute dans un bain de cryolithe ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) fondue à environ 950 °C, dans une cuve traversée par un courant électrique de haute intensité (allant de 150 à 600 kA pour les installations les plus modernes [6]) comme

le montre la Figure 1-1 [7]. Ainsi soumis à l'action du courant électrique continu, les ions sont transportés aux deux électrodes. L'électrode positive, l'anode, par où entre le courant, attire les ions négatifs, l'oxygène ( $O^{2-}$ ). L'anode est placée en haut du creuset où s'effectue l'électrolyse ; l'oxygène peut ainsi se dégager sous forme de  $CO_2$  gazeux, après avoir réagi avec le carbone qui constitue l'anode. L'électrode négative, la cathode, par où sort le courant, attire les ions positifs, l'aluminium ( $Al^{3+}$ ). La cathode est située au fond du creuset où l'aluminium plus lourd que le bain se dépose après sa réduction et reste sous forme d'une couche liquide. Le phénomène global se traduit par la réaction :



L'aluminium métal liquide, déposé au fond de la cuve lors de l'électrolyse, est régulièrement prélevé par siphonage dans un creuset, conduit en fonderie (centre de coulée) pour être traité, et mis en forme. De là, il est transporté dans les usines de transformation.

Il existe deux sortes de cuves électrolytiques [3, 8]. La première est la cuve à anodes précuites. Ce type de cuve est majoritaire. La deuxième sorte de cuve est appelée cuve de Söderberg pour laquelle la cuisson de l'anode se fait in situ. Cette dernière est de moins en moins utilisée car en plus de polluer, elle génère de moins bons rendements [9]. En effet, dans une cuve de Söderberg, la consommation énergétique est plus forte (18000 KWh par tonne d'aluminium produit) et l'anode en carbone se consume plus rapidement (14 jours en moyenne), tandis que les anodes durent 25 jours en moyenne dans les cuves à anodes précuites avec une consommation énergétique moyenne de 14000 KWh par tonne d'aluminium.

L'anode joue un rôle très important dans le procédé de l'électrolyse de l'alumine aussi bien dans une cuve de Söderberg que dans une cuve à anodes précuites. Elle est en carbone. Les anodes en carbone représentent environ 15-20% du coût de production de l'aluminium [10]. Il existe par ailleurs d'autres types d'anodes qui sont en développement, en occurrence les anodes de type métallique [4, 11] ; mais, pour l'instant, l'anode de carbone reste la seule à être utilisée dans le procédé Hall-Héroult.

Dans les usines d'aluminerie, la pâte d'anodes, qui est préparée en utilisant un mélange de coke de pétrole, de brai de houille et de matériaux recyclés, est compactée dans un vibro-compacteur pour former des anodes crues. Ces anodes crues sont ensuite cuites durant environ deux à trois semaines dans des fours de cuisson à des températures avoisinant les 1150°C avant leur utilisation dans l'électrolyse [4]. Cette opération permet au brai de se cokéfier et former des liens avec les particules de coke, favorisant ainsi une amélioration des propriétés physico-chimiques des anodes.

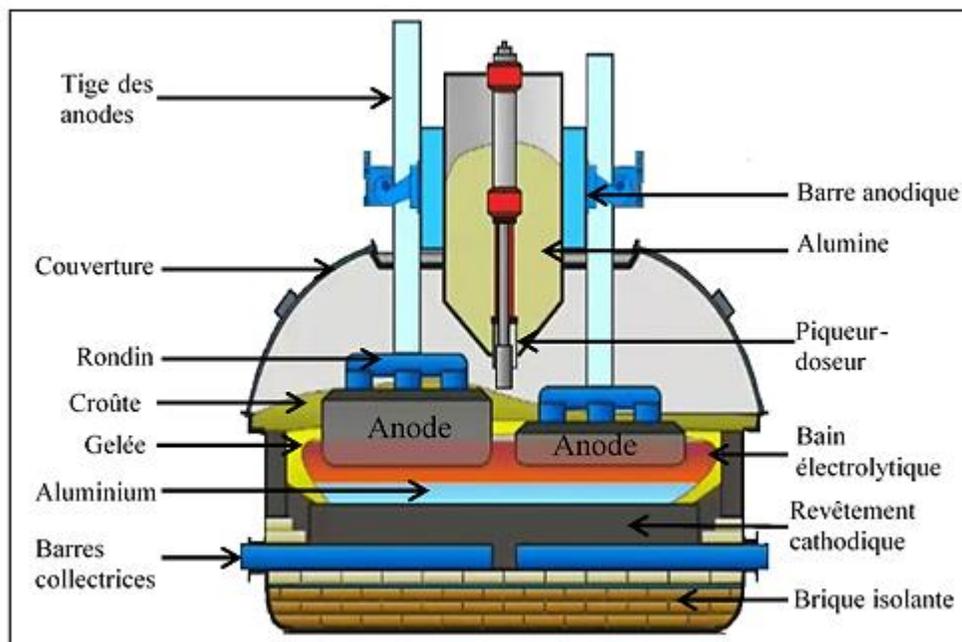


Figure 1-1: Cuve d'électrolyse (modèle à anodes pré-cuites) [7]

## 1.2. Problématique

Plusieurs incidents de charbonnaille et de hautes résistivités des anodes surviennent lors de l'électrolyse. Cette situation est partiellement liée au taux et à la distribution de brai dans les anodes. En effet, ces dernières sont obtenues à partir de divers matériaux. Il s'agit de coke frais, des anodes crues ou cuites rejetées pour défauts et des mégots d'anode. Le brai y est ajouté pour servir de liant. Ainsi, la quantité totale de brai ainsi que sa distribution deviennent difficiles à estimer car les anodes crues rejetées contiennent du brai. Après donc compactage, il se peut que des anodes aient un taux de brai élevé ou faible ; le taux moyen étant environ 15%. Aussi, la distribution du brai n'est pas homogène au niveau de certaines anodes.

Il est connu de tous que la quantité et la distribution de brai dans une anode sont deux des facteurs clés définissant les propriétés physico-chimiques de l'anode telles que la densité, la résistivité électrique et les réactivités à l'air et au CO<sub>2</sub> [12-15]. La surcharge de brai affecte considérablement la cuisson des anodes. Elle entraîne une surcharge des systèmes des gaz ; ce qui augmente fortement le risque d'incendie et crée des fissures à l'intérieur de l'anode. L'anode peut rester collée dans le four. Quant aux anodes sous dosées en brai, elles se consomment rapidement lors de l'électrolyse. Aussi, le manque de brai donne des anodes plus poreuses, ce qui augmente la résistivité électrique de l'anode. Il est donc évident que les anodes sous dosées en brai entraînent une augmentation de la consommation énergétique et de carbone. La distribution non homogène du brai peut non seulement provoquer des variations dans la consommation de l'anode lors de l'électrolyse, mais aussi favoriser l'apparition de fissures dans l'anode pendant la cuisson. Par ailleurs, le niveau de brai non optimal dans une anode entraîne une augmentation des gaz à effet de serre.

En effet, le brai de houille contient des composants HAP (Hydrocarbure Aromatique Polycyclique). Lors de la cuisson, les HAP se volatilisent et favorisent l'apparition de fissures. Le méthane et l'hydrogène contenus dans le brai se volatilisent également en cassant les liaisons entre les molécules présentes. Ce phénomène connu sous le nom de « cracking ». Il est donc très important que la distribution du brai dans l'anode crue soit homogène.

Il n'existe cependant pas de technique formelle et instantanée à l'usine pour estimer le taux et la distribution de brai dans les anodes. Il serait donc très important de mettre en

place un outil qui pourrait détecter la non-homogénéité de la distribution du brai sur la surface des anodes. Cela permettra de normaliser l'inspection visuelle des anodes.

### **1.3. Objectifs**

L'objectif global de cette étude est de développer une méthode pour déterminer la répartition du brai sur la face des anodes crues par l'analyse d'images. Il s'agit de développer une technique basée sur l'analyse d'images pour déterminer le niveau de brai sur la surface d'une anode crue et de développer un logiciel pour effectuer l'analyse d'images.

Cette méthode devra aussi permettre de détecter les zones de sur-brai ou sous-brai sur la face.

### **1.4. Méthodologie**

Pour atteindre l'objectif global de cette étude, il était nécessaire de travailler dans une aluminerie et dans le laboratoire de l'UQAC. Les travaux et les études sur ces différents lieux peuvent se résumer en deux points :

- Collecter des données de niveau de brai des anodes crues dans des conditions d'opération différentes et les analyser,
- Colliger les résultats de ces différentes analyses d'images avec les caractéristiques des anodes.

Toutefois, ces différents travaux précités ne pourraient pas être réalisés sans avoir au préalable défini le dispositif de prise d'images. Ce dispositif doit vérifier les conditions suivantes :

- Obtenir une source de lumière dans un couloir d'intensité spécifique,
- Rendre la source de lumière apte à couvrir une surface d'anode crue de façon uniforme,
- Etablir les paramètres de prise d'images avec un appareil photo numérique,

La méthodologie de travail adoptée pour atteindre donc les objectifs de ce projet se subdivise en cinq phases :

- Définition du matériel de prise d'images,
- Développement du logiciel d'analyse d'images,
- Fabrication et analyse d'images d'anodes de laboratoire,
- Fabrication et analyse d'images d'anodes industrielles.
- Développement d'une méthode d'analyse spectrophotométrique pour déterminer le niveau de brai dans des échantillons d'anode et comparer ces résultats à ceux obtenus par l'analyse d'images afin de valider le logiciel développé.

### **1.5. Originalité**

Les méthodes de détection de brai dans les anodes crues utilisent pour la plupart le microscope optique et/ou électronique à balayage. Ces méthodes sont pour la plupart portées sur des échantillons de carottes d'essai prélevés sur les anodes cuites [16-18]. Ces

méthodes donnent effectivement de bons résultats avec de petits échantillons au laboratoire. Elles ne sont cependant pas pratiques sur les lignes de production qui exigent des résultats instantanés. Ainsi, la détection de la distribution de brai sur une surface d'anode crue est faite visuellement de nos jours dans les usines. Un outil qui pourrait détecter la non-homogénéité de la distribution du brai sur la surface des anodes permettra la normalisation de l'inspection de l'anode. Le développement de nouvelles techniques d'analyse de la distribution de brai s'avère donc nécessaire pour contrôler la qualité des anodes avec plus de précision; avant la phase de cuisson qui en outre est très longue et très coûteuse car représentant 60% du coût total de fabrication des anodes [19].

Ce travail de recherche consiste à mettre en place un dispositif permettant de détecter de façon instantanée la distribution de brai dans les anodes crues sur les lignes de production, juste après la compaction. Le dispositif mis en place utilise une caméra et une source de lumière apte à couvrir une surface d'anode crue de façon uniforme. C'est d'ailleurs la simplicité de ce dispositif qui confère à ce projet toute son originalité. Les images sont ensuite traitées à l'aide d'un logiciel informatique.

## **1.6. Portée du mémoire**

Pour exprimer les travaux réalisés dans le cadre de ce sujet de recherche, ce présent mémoire est structuré comme suit :

Le chapitre 1 est une introduction générale qui inclue des généralités sur la production de l'aluminium. Ce chapitre situe également la problématique du sujet. Il définit les objectifs et donne les grands points de la méthodologie adoptée. L'originalité du projet est aussi évoquée dans ce chapitre

Le chapitre 2 fait une revue de littérature qui est subdivisée en trois sections. La première section est dédiée aux généralités sur les anodes. Elle évoque le processus de fabrications des anodes ainsi que leurs propriétés. La deuxième section fait un tour des travaux de recherche antérieurs visant à un contrôle de la qualité des anodes. La dernière section quant à elle met l'accent sur le contrôle de la qualité des anodes par analyses d'images.

Le chapitre 3 définit de façon explicite la méthodologie utilisé pour atteindre les objectifs de ce projet. Dans ce chapitre, les matériels de prise d'images sont définis. Les travaux réalisés à l'usine, ainsi qu'au laboratoire sont détaillés. Une vue générale du logiciel d'analyse d'images est aussi donné.

Le chapitre 4 expose les résultats obtenus à la suite du traitement des anodes de laboratoire et des anodes industrielles. Il s'agit ici du traitement par analyse d'images et du traitement chimique.

Le chapitre 5 vient clore ce mémoire avec les conclusions et les recommandations faites pour les travaux futurs.

## **CHAPITRE 2**

### **RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE**

#### **2.1. Introduction**

Une recherche bibliographique dans ce domaine d'étude est nécessaire pour avoir une idée générale sur les travaux les plus récents qui s'y rapportent. Cette revue de littérature s'articule autour de trois points. Le premier point aborde les généralités sur l'anode de carbone. Le deuxième point évoque les travaux récents visant à améliorer le contrôle de la qualité des anodes de manière générale, tandis que le dernier point quant à lui insiste spécifiquement sur le contrôle de la qualité des anodes par analyse d'images.

#### **2.2. Anode de carbone**

##### **2.2.1 Rôle de l'anode**

L'anode en carbone joue un rôle très important dans le procédé de l'électrolyse de l'alumine aussi bien dans une cuve de Söderberg que dans une cuve à anodes précuites. Non seulement elle est source de carbone, mais elle joue le rôle de conducteur électrique. Elle représente environ 15-20 % du coût de production de l'aluminium [3, 4, 8, 10].

## **2.2.2. Généralités sur les matières premières**

Les anodes précuites, utilisées dans le procédé Hall-Héroult, sont composées du mélange de trois constituants à hauteur des proportions suivantes : coke de pétrole (~ 65 %), brai de houille (~ 15 %) et mégots recyclés plus déchets (~ 20%) [20-22]. Ces pourcentages peuvent varier selon les propriétés des matières premières, la granulométrie utilisée, les fournisseurs de matières premières, la technologie utilisée, la philosophie de la compagnie, etc. [23]. Cependant, le brai de houille et le coke de pétrole demeurent les deux principales matières premières qui entrent dans la fabrication des anodes [4, 8, 24].

### **2.2.2.1. Coke de pétrole**

Le coke de pétrole calciné est utilisé depuis plus de cent vingt ans pour la production des anodes de carbone [25]. Ce coke est obtenu par traitement thermique des fractions lourdes de la distillation du pétrole. Un premier procédé appelé cokéfaction retardée (delayed coking) permet d'obtenir du coke vert [26]. Les deux principales réactions impliquées lors de la cokéfaction sont le craquage et la polymérisation [26]. Ce procédé génère quatre produits : des gaz légers, du naphta, du diesel et du coke vert. Le coke vert obtenu après ce premier procédé possède une structure amorphe et peut contenir 5 à 15 % de matières volatiles et de l'eau [4, 26]. Un deuxième procédé de traitement thermique qu'est la calcination est donc nécessaire afin d'obtenir un coke ayant les propriétés physico-chimiques désirées pour la fabrication d'anodes.

Les coques verts recherchés par l'industrie de l'aluminium doivent respecter une certaine granulométrie. Ils doivent être résistants mécaniquement, contenir peu d'impuretés

et être homogènes [26]. Ce coke de pétrole doit être d'une densité optimale, assurant une porosité suffisante pour l'interaction avec le brai liquide, et avoir une bonne conductivité électrique [27]. Ces propriétés peuvent varier en fonction des caractéristiques du pétrole utilisé et des conditions d'élaboration [4, 28].

Il existe plusieurs types de coke dont le coke anisotrope doté d'un arrangement parallèle de lamelles et le coke isotrope constitué de grains disposés aléatoirement [4]. Le coke utilisé pour la fabrication est le coke spongieux (sponge coke) qui possède une structure intermédiaire entre le coke anisotrope et le coke isotrope [4, 25, 28]. Le Tableau 2-1 indique les propriétés du coke calciné.

Tableau 2-1: Propriétés du coke calciné [4, 8]

Propriété	Méthodes	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	%	0.002-0.001	
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	%	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>	0.73-0.79
	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	μΩ.m	460-540	
Réactivité au 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	

#### 2.2.2.2. Brai de houille

Le brai de houille (charbon) joue le rôle de liant dans la fabrication des anodes depuis la création de l'industrie d'aluminium. Ce brai est produit à partir de goudron de houille par un procédé de distillation. Dans la plupart des régions du monde, ce liant est produit par détente sous vide par distillation atmosphérique [29, 30]. Dans ce processus, le goudron subit d'abord une distillation atmosphérique pour donner un brai mou qui a un point de ramollissement compris entre 80 °C et 90 °C. Le brai mou est ensuite distillé sous vide pour produire un brai avec un point de ramollissement d'environ 110 °C. Les conditions nécessaires à la réalisation de procédé sont une température comprise entre environ 325 °C et un temps de résidence de 5 minutes [4, 8, 30].

Le brai est un hydrocarbure polycyclique. Il est doté d'une structure complexe résultant de la présence de composés polycycliques aromatiques et hétérocycliques. Les propriétés du brai dépendent de celles du goudron de charbon d'origine ainsi que des conditions d'élaboration [4]. Les propriétés du brai définissent sa mouillabilité et sa pénétration dans l'agrégat de cokes, définissant ainsi son adhérence, et la matrice solide appelée coke de brai favorise la qualité de l'anode [4, 8, 31]. Tout comme le coke de pétrole, les propriétés du brai peuvent varier en fonction des caractéristiques (provenance) du charbon utilisé, du type de procédé et de l'opération du procédé [26].

La Figure 2-1 indique la procédure de production de brai, tandis que le Tableau 2-2 définit les propriétés du brai.

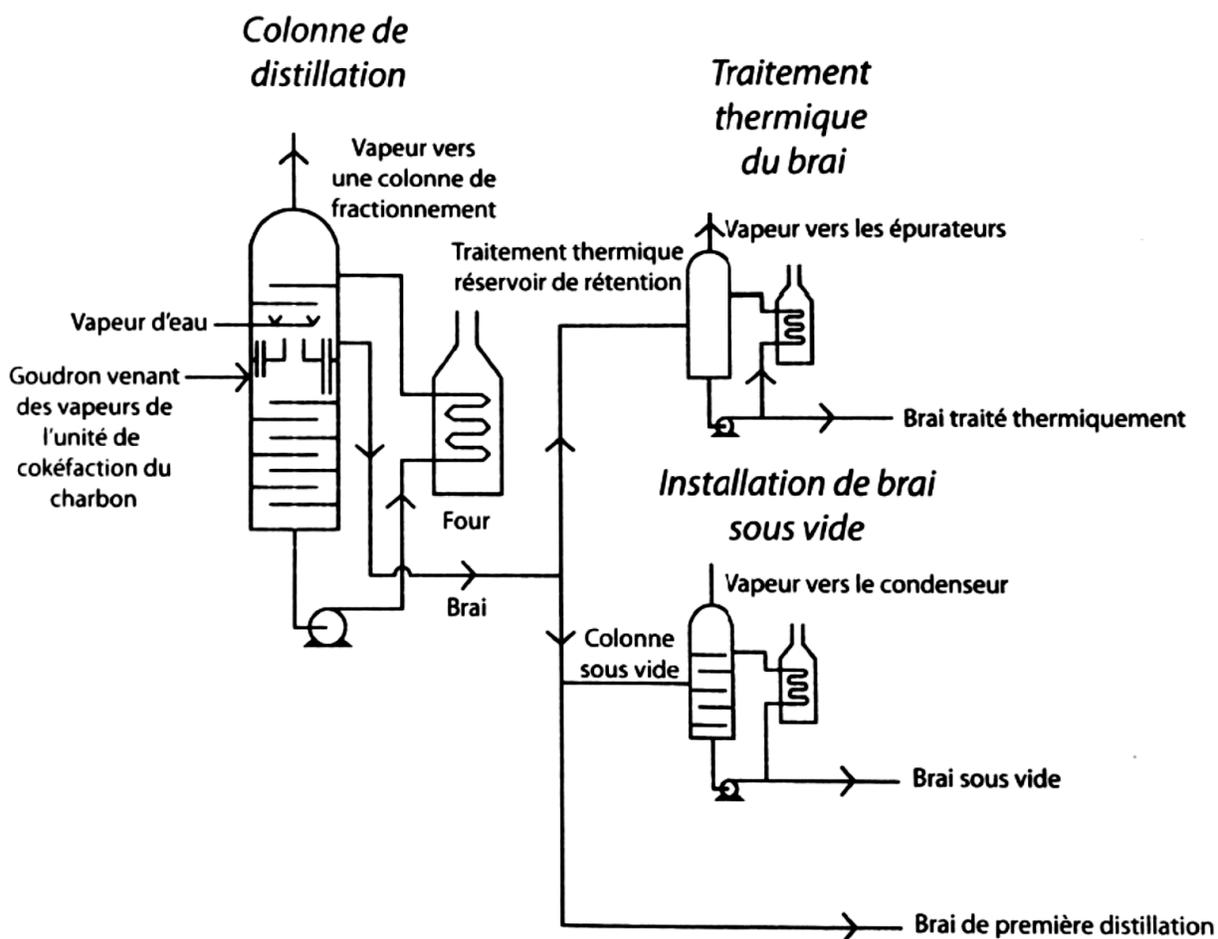


Figure 2-1: Production du brai [4]

Tableau 2-2: Propriétés du brai [4, 8]

<b>Propriété</b>	<b>Méthodes</b>	<b>Unités</b>	<b>Intervalle</b>	
<b>Contenu en eau</b>	ISO 5939	%	0.0-0.2	
<b>Distillation 0-270°C</b>	AKK 109	%	0.1-0.6	
<b>Distillation 0-360°C</b>	AKK 109	%	3-8	
<b>Point de ramollissement (Mettler)</b>	ASTM D3104-87	°C	110-115	
<b>Viscosité à 140°C</b>	ASTM D4402-87	cP	3000-12000	
<b>Viscosité à 160°C</b>	ASTM D4402-87	cP	1000-2000	
<b>Viscosité à 180°C</b>	ASTM D4402-87	cP	200-500	
<b>Densité dans l'eau</b>	ISO 6999	kg/dm <sup>3</sup>	1.30-1.33	
<b>Valeur de cokéfaction</b>	ISO 6998	%	50-60	
<b>Insoluble dans la quinoléine</b>	ISO 6791	%	7-15	
<b>Insoluble dans le toluène</b>	ISO 6376	%	26-34	
<b>Contenu en cendres</b>	DIN 51903	%	0.1-0.2	
<b>Éléments</b>	<b>S</b>	ISO 12980	%	0.3-0.6
	<b>Na</b>	ISO 12980	ppm	10-400
	<b>K</b>	ISO 12980	ppm	10-50
	<b>Mg</b>	ISO 12980	ppm	5-30
	<b>Ca</b>	ISO 12980	ppm	20-80
	<b>Cl</b>	ISO 12980	ppm	100-300
	<b>Al</b>	ISO 12980	ppm	50-200
	<b>Si</b>	ISO 12980	ppm	50-200
	<b>Fe</b>	ISO 12980	ppm	50-300
	<b>Zn</b>	ISO 12980	ppm	100-500
	<b>Pb</b>	ISO 12980	ppm	100-300

### 2.2.2.3. Mégots et rejets d'anode

Les anodes cuites ne sont pas entièrement consommées dans les cuves électrolytiques. La partie restante de l'anode est appelée mégot d'anode. Un bain solidifié se forme à sa surface lors de l'électrolyse entraînant sa contamination par la cryolite. Le mégot récupéré est ainsi donc nettoyé. La tige d'anode et la fonte de scellement sont

récupérées. Le mégot est concassé ensuite pour être réintroduit dans les différentes fractions de l'agrégat des anodes. Malgré le nettoyage des mégots, les risques de contamination y restent élevés. Certaines de ces impuretés catalysent les réactions de l'anode avec l'air et le CO<sub>2</sub> causant ainsi une augmentation de la consommation nette en carbone [23, 26].

Les rejets d'anodes quant à eux, sont les anodes crues ou cuites qui ne satisfont pas aux exigences physico-chimiques requises. Ces anodes sont également concassées et réintroduites dans les différentes fractions de l'agrégat des anodes.

### **2.2.3. Différentes étapes de fabrication des anodes en carbone**

Le processus de fabrication des anodes en carbone peut être résumé en quatre principales étapes [3] comme illustré à la Figure 2-2.

- **Granulométrie et production de la pâte d'anode :** Il s'agit de la préparation de l'agrégat sec par concassage, broyage et tamisage de mégots d'anodes et de coke de pétrole. Les différentes particules de coke frais, de mégots et de rejets cuits et crus, ainsi que les produits broyés et les poussières rentrent dans la composition de l'anode à des proportions bien précises en tenant compte des particularités de celles-ci suivie. Il sera ensuite suivi du mélange de l'agrégat sec avec le brai. Le brai liquide y est ajouté pour servir de liant [3, 4, 8].
- **Le compactage de la pâte :** La pâte d'anode est compactée dans des vibro-compacteurs ou par presse pour former des anodes crues. Cette opération est

effectuée sous une charge et une vitesse prédéterminées tout en gardant une amplitude bien fixée [3, 4, 8].

- **La cuisson :** Les anodes crues sont cuites dans des fours de cuisson de type ouvert ou fermé. Elles sont cuites durant deux à trois semaines environ dans des fours de cuisson à des températures avoisinant les 1150 °C avant leur utilisation dans l'électrolyse. Cette opération permet au brai de se cokéfier et de former des liens avec les particules de coke, favorisant ainsi une amélioration des propriétés physico-chimiques des anodes [3, 4, 8].
- **Le scellement :** Il s'agit enfin de sceller les anodes cuites avec des tiges pour donner l'assemblage anodique. La fonte en fusion est utilisée pour fixer les rondins en acier aux anodes [3, 4, 8].

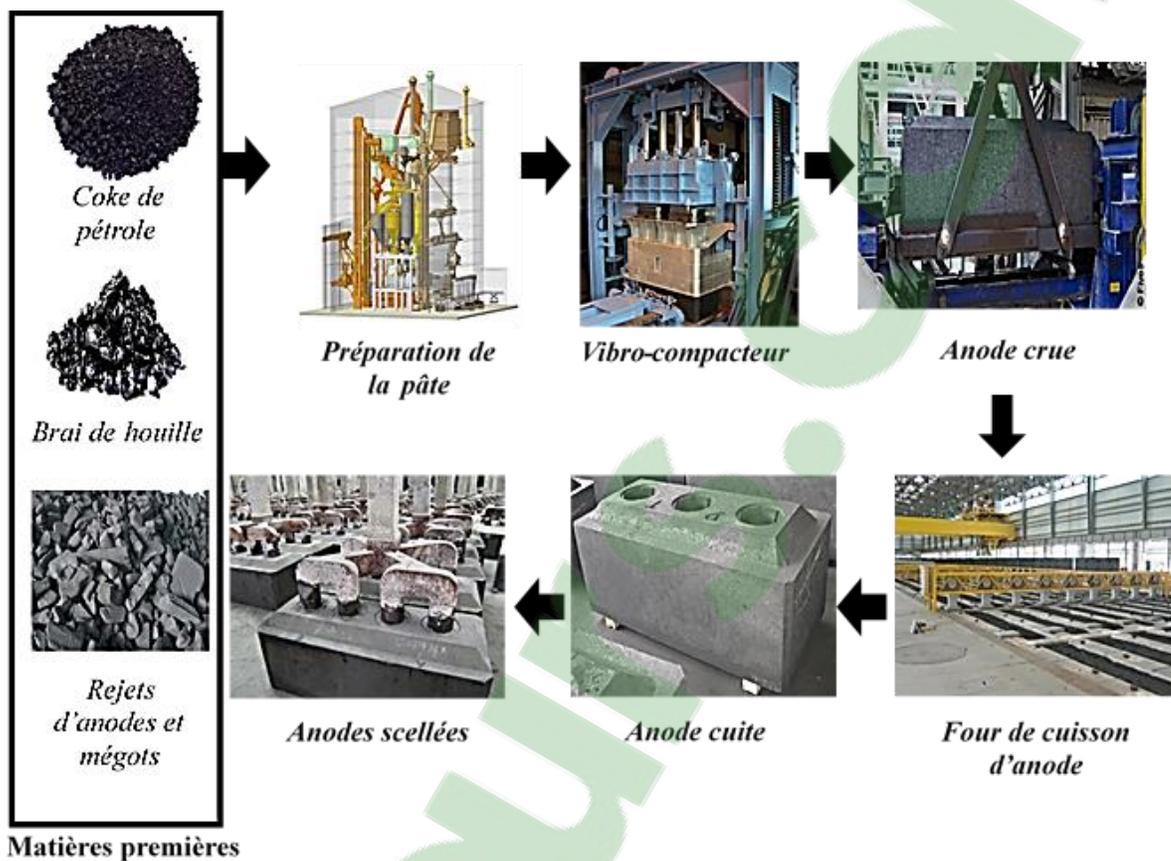


Figure 2-2: Procédé de fabrication des anodes en carbone

#### 2.2.4. Propriétés et qualité de l'anode

L'anode de carbone est un élément incontournable dans le processus de production de l'aluminium primaire. La qualité des anodes en carbone utilisées dans les cuves d'électrolyse représente ainsi l'un des paramètres les plus importants qui affectent la production de l'aluminium primaire. Les matières premières ainsi que le procédé de fabrication des anodes affectent beaucoup la qualité et les propriétés de ces dernières [9, 32]. Les exigences les plus importantes pour une anode sont les suivantes [3, 4, 8] :

- Une résistance élevée à l'oxydation pour minimiser sa consommation dans la cuve électrolytique [3, 4, 8].
- Une haute densité et une faible porosité requises pour une consommation lente [3, 4, 8].
- Une résistance mécanique suffisante pour la manipulation et l'intégrité de sa structure [3, 4, 8].
- Faible résistance électrique pour réduire la consommation énergétique [3, 8].
- Haute pureté chimique pour éviter la contamination de d'aluminium produit et l'excès de consommation de carbone [3, 4, 8].
- Haute résistance aux chocs thermiques pour éviter les perturbations dans les cuves électrolytiques [3, 4, 8].

Les propriétés physiques et chimiques des anodes sont résumées dans le Tableau 2-3 et le Tableau 2-4.

Tableau 2-3: Propriétés des anodes industrielles [4, 8]

Type d'anode	Propriétés de l'anode	Unités	Intervalle typique	2 $\sigma$ typique	Méthode
<b>Crue</b>	Densité apparente	kg/dm <sup>3</sup>	1.55-1.65	0.03	Dimensions
	Densité apparente	kg/dm <sup>3</sup>	1.50-1.60	0.03	ISO N 838
	Perte à la cuisson	%	4.5-6.0	0.5	Dimensions
	Résistance électrique spécifique	$\mu\Omega$ .m	50-60	5	ISO N 752
	Perméabilité à l'air	nPm	0.5-2.0	1.5	RDC 145
	Résistance à la compression	MPa	40-55	8	DIN 51910
	Résistance à la flexion	MPa	8-14	4	ISO N 848
	Module d'élasticité statique	GPa	3.5-5.5	1	RDC 150
	Module d'élasticité dynamique	GPa	6-10	2	Grindosonique
<b>Cuite</b>	Coefficient d'expansion thermique	10 <sup>-6</sup> /K	3.7-4.5	0.5	RDC 158
	Énergie de fracture	J/m <sup>2</sup>	250-350	100	RDC 148
	Conductivité thermique	W/mK	3.0-4.5	1.0	ISO N 813
	Réactivité à l'air, résidu	%	65-90	12	ISO N 805
	Réactivité à l'air, poussière	%	2-10	4	ISO N 805
	Réactivité à l'air, perte	%	8-30	8	ISO N 805
	Réactivité au CO <sub>2</sub> , résidu	%	84-95	5	ISO N 804
	Réactivité au CO <sub>2</sub> , poussière	%	1-10	3	ISO N 804
	Réactivité au CO <sub>2</sub> , perte	%	4-10	3	ISO N 804

Tableau 2-4: Composition chimique de l'anode [4, 8]

Éléments	Unités	Intervalle typique	2 $\sigma$ typique
Soufre (S)	%	0.5-3.2	0.1-0.8
Vanadium (V)	ppm	30-320	10-60
Nickel (Ni)	ppm	40-200	10-40
Silicium (Si)	ppm	50-300	100-400
Fer (Fe)	ppm	100-500	100-500
Aluminium (Al)	ppm	150-600	100-600
Sodium (Na)	ppm	150-600	100-800
Calcium (Ca)	ppm	50-200	50-100
Potassium (K)	ppm	5-30	5-10
Magnésium (Mg)	ppm	10-50	10-30
Fluor (F)	ppm	150-600	100-500
Chlore (Cl)	ppm	10-50	10-20
Zinc (Zn)	ppm	10-50	10-20
Plomb (Pb)	ppm	10-50	10-20

L'anode en carbone constitue un élément clé dans le processus de l'électrolyse de l'alumine. Ses propriétés physiques et chimiques jouent donc un rôle très important. Sa qualité est l'un des facteurs clés qui déterminent les coûts d'exploitation d'une usine d'aluminium [33]. Les coûts liés aux anodes peuvent être inférieurs à 25% du coût total d'exploitation de l'usine lorsque de bonnes anodes sont disponibles. Ce chiffre peut augmenter avec des anodes de mauvaise qualité [34]. Il est à noter que des efforts continuels sont entrepris pour améliorer leur qualité [35-43]. Dans le souci d'optimisation en consommation énergétique et surtout de préservation environnementale, il est nécessaire d'améliorer la qualité de l'anode. Pour soutenir cette assertion, Xie [44] révèle qu'il est très important d'améliorer des propriétés des anodes en carbone que sont la perméabilité à l'air et les réactivités à l'air et au CO<sub>2</sub>. Il soutient par ailleurs que la qualité de ces anodes affecte le coût de production de l'aluminium et les émissions environnementales.

Quelques chercheurs [45-47] évoquent les travaux de recherche effectués à l'usine d'aluminerie Alba (Aluminium Bahrain) pour améliorer la densité des anodes en carbone. La technique a consisté à optimiser non seulement le taux des particules ultra fines dans le broyeur à boulets, mais aussi certains paramètres du processus de fabrication. Ces travaux ont permis d'obtenir des anodes crues de densité 1,600 à 1,605 g/cm<sup>3</sup>, alors que les densités habituelles étaient comprises entre 1,580 et 1,585 g/cm<sup>3</sup>. L'objectif était bien sûr d'améliorer la qualité des anodes pour une optimisation en consommation de carbone et surtout en consommation énergétique. Sulaiman et al. [46] ajoutent que cette technique expérimentée par Alba pour produire les anodes crues de forte densité a eu un impact positif sur la consommation en fuel des fours de cuisson.

Xu et al. [48] expliquent comment une amélioration de la qualité du coke calciné à la fonderie Lanzhou a été obtenue avec un mélange de coke de différentes sources et un ajustement des paramètres de procédé de calcination. Ainsi donc, en optimisant la recette et les paramètres du processus de fabrication des anodes, la densité de celles-ci a pu être améliorée. Ces modifications ont entraîné des changements majeurs. Notamment la consommation nette de carbone qui est passée de 450 kg par tonne d'aluminium à 420 kg par tonne d'aluminium. Une étude analogue a été menée à National Aluminium Company Ltd. par Patra et Barik [49]. Leur étude basée sur le mélange de deux types de coke à une grande différence de propriétés montre que la qualité des anodes peut être considérablement améliorée par mélange de fines particules avec les autres fractions. Par ailleurs, cette étude révèle qu'il existe une corrélation directe entre la densité apparente du coke de pétrole calciné (CPC) et la densité apparente des anodes. La réactivité à l'air des anodes est grandement affectée par la présence de vanadium et de sodium dans le CPC. Le soufre dans le CPC influe sur la réactivité au  $\text{CO}_2$ .

Sole et al. [50] traitent de l'expérimentation d'un nouveau type de brai utilisé dans la fabrication des anodes. Ce brai présente des teneurs en matières volatiles très inférieures comparativement au brai habituel. Ce qui engendre des réductions des gaz à effet de serre. Ce brai de houille de 115°C comme point de ramollissement a été produit par traitement thermique entre 340°C et 380°C.

Pinoncely et al. [51] mentionnent l'effort que font les fabricants d'anodes pour l'obtention d'anodes de bonne qualité afin que celles-ci aient un rendement optimal (énergétique et durabilité) dans les cuves électrolytiques. Ils rappellent que le Solios

Carbone Aluminium Pechiney-Rhodax (SCAP-Rhodax ®) s'est consacré à la production d'un mélange d'agrégat sec avec optimisation du ratio de grosses/fines pour obtenir une anode de très bonne qualité et stable. Cela a permis de réduire les investissements et les coûts d'exploitation. La firme Alcan (maintenant Rio Tinto) et Solios a par ailleurs testé cette méthode à Aluminium Dunkerque de 2002 à 2004 pour la validation complète de ce processus.

Piffer et al. [52] signifient que ALUMAR (Consortio de Alumina do Maranhao), l'une des plus grandes usines d'aluminium en Amérique latine avec une production annuelle de 440 000 tonnes de métal primaire, a sollicité les services d'un partenaire technique afin d'optimiser le fonctionnement de ses fours dans le but d'augmenter la capacité de production et d'améliorer encore plus la qualité de ces anodes cuites.

Dias et De Moura [53] expliquent quant à eux, les résultats obtenus par l'usine Albrás en expérimentant les anodes à fentes transversales dans les cuves électrolytiques. La conclusion tirée de cette expérience est que l'utilisation de celles-ci est bénéfique, contrairement à la croyance commune.

Cus et Sibila [54] mettent l'accent sur les résultats obtenus par Talum, la seule usine suédoise productrice d'aluminium primaire, qui a initié plusieurs actions d'amélioration continue de son processus de production. Parmi ces actions, figure l'usage des anodes à fentes transversales. Tous ces efforts ont permis d'augmenter l'efficacité de l'usine de 94,45% à 95,30% et de baisser la consommation énergétique de 13,340 kWh/t à 13,166 kWh/t sur une période de cinq ans. Aussi, la production journalière d'aluminium par cuve électrolytique est passée de 1360 kg à 1445 kg.

Au vu de tout ce qui précède, il est clairement établi que l'amélioration continue des propriétés physico-chimiques des anodes en carbone reste un défi majeur pour les chercheurs et professionnels du domaine des alumineries.

### **2.3. Contrôle de la qualité des anodes**

Si l'amélioration continue des propriétés physico-chimiques des anodes en carbone est un défi, il n'en demeure pas moins du contrôle de qualité de celles-ci. En effet, le processus de fabrication des anodes en carbone est très complexe et délicat. Il va de soi que les anodes produites dans une usine ne satisfassent pas toutes aux exigences physico-chimiques requises. Il est donc nécessaire d'avoir des équipements pour un contrôle de qualité à certaines étapes du processus de leur fabrication afin d'identifier les anodes dites mauvaises.

À l'usine, il y a des défauts qui sont quelquefois observés sur les anodes crues produites. Le contrôle de qualité à ce niveau est basé sur une appréciation visuelle des opérateurs. La couleur et l'état de surface sont des critères très importants qu'ils utilisent pour juger de la qualité des anodes.

Il est à noter cependant que des efforts sont faits dans toutes les alumineries pour trouver des méthodes plus adéquates pour le contrôle de la qualité des anodes. L'exemple de l'Aluminerie Alcoa de Deschambault (ADQ) peut être cité. En effet, Lauzon-Gauthier et al. [55] y ont utilisé une méthode statistique multivariée pour étudier les causes de la variation des propriétés des anodes cuites fabriquées à partir des propriétés des matières premières. Cette étude utilise une variable latente multivariée appelée Projection de Structure Latente (PLS). Elle a permis de conclure que l'origine multiple des matières

premières (coke et brai liquide) due au changement de fournisseur a un impact sur la qualité des anodes. Cette méthode fournit des résultats plus rapidement, comparativement aux tests de laboratoire. Elle aide donc à détecter les problèmes, à les étudier et à prendre des mesures correctives le plutôt possible.

Parmi les méthodes de contrôle de la qualité des anodes, figurent en bonne place celles utilisant l'analyse d'images. Le sous chapitre 2.4 suivant évoque certains travaux effectués dans ce sens.

#### **2.4. Contrôle de la qualité par analyse d'images**

Le contrôle par analyse d'images est une technique bien connue dans divers domaines, notamment la médecine. Meur [56], dans sa thèse de doctorat, est revenu largement sur l'imagerie médicale. Sa thèse, préparée en partenariat avec l'entreprise Trixell, qui fonctionne sur les détecteurs plats pour radiographie médicale, traite du contrôle de qualité des images issues de ces détecteurs. Il souligne que « l'exigence du domaine médical impose un contrôle strict des défauts pouvant apparaître sur les images ». Il a donc axé sa thèse sur la conception d'une chaîne complète d'analyse de la qualité des images issues des détecteurs numériques. Un éclairage particulier est donné à la détection des défauts, parfois peu visibles.

Su et al. [57] ont décrit le développement et la mise en œuvre d'une approche morphologique à l'extraction de chaîne de caractères de chevauchement des images texte/arrière-plan qui minimise la distorsion de la forme de caractères. En effet, le lecteur optique de caractères qui est un outil couramment utilisé pour reconnaître les caractères ne

pouvait lire que les caractères traditionnels. L'efficacité de cette méthode a été illustrée sur plusieurs images de test. Il s'agit bien ici du domaine de la synthèse d'images.

Dans le domaine de l'aciérie, il se trouve que les microstructures des bandes laminées à chaud produites sont assez complexes et difficilement quantifiables par des méthodes classiques telles que la microscopie optique. Reip et al. [58] se sont servis de la microscopie électronique à balayage à haute résolution (MEB) en utilisant la technique EBSD (diffraction d'électrons rétrodiffusés) pour mettre en corrélation des variations de l'analyse chimique, les paramètres du procédé et les propriétés mécaniques avec des caractéristiques microstructurales. La technique EBSD permet de mesurer des orientations cristallographiques locales. Une surface de l'échantillon parfaitement polie est nécessaire, et une déformation due à la rectification ou au polissage mécanique doit être évitée car elle influe directement sur la qualité de l'analyse. L'échantillon est incliné de  $70^\circ$  vers un écran de phosphore. Une caméra CCD (charge-coupled device) recueille les modes de Kikuchi qui sont formés quand un faisceau d'électrons interagit avec un réseau cristallin stationnaire dans un échantillon fortement inclinée dans la MEB. Les relations géométriques des bandes contiennent des informations sur le réseau cristallin dans le volume de diffraction. Des programmes d'analyse d'images analysent ces relations pour déterminer automatiquement la phase cristallographique et l'orientation du réseau. Les données EBSD fournissent une grande variété de possibilités de post-traitement, par exemple sur les cristaux et les désorientations. Le logiciel EBSD peut également être utilisé pour visualiser les éléments d'orientation de microstructures et recueillir des informations statistiques sur les orientations préférentielles du matériau.

Aussi, dans le domaine du cuivre, Ledford et al. [59] ont utilisé le microscope électronique à balayage pour la caractérisation des structures poreuses de mèches thermiques. Par calcul et analyse des paramètres, la perméabilité théorique des mousses peut être déterminée pour établir les capacités de performance de la mousse de cuivre microporeuse comme une mèche thermique. L'analyse microstructurale des échantillons de mousse à cellules ouvertes a été obtenue en prenant des images en coupe transversale représentatives de chaque formulation avec un microscope électronique à balayage. Le calcul des diamètres des pores a été fait à l'aide d'un code déjà établi avec le logiciel MATLAB. La porosité a été mesurée après conversion des images en binaire, et la détermination du pourcentage des pores s'est faite en considérant le rapport du nombre de pixels blancs au nombre total de pixels.

Tous ces exemples montrent bien que la technique d'analyse d'images est utilisée de nos jours dans beaucoup de domaines pour effectuer des analyses et surtout pour le contrôle de la qualité.

Dans le domaine de l'aluminium, des avancées notables sont à signaler. Solymar et al. [60] ont étudié la microstructure de la bauxite par l'analyse de l'image numérique au moyen d'un microscope électronique à balayage et d'une sonde électronique micro-analyseur. Ils ont utilisé la méthode pour la meilleure compréhension des particularités du traitement de la bauxite et de l'optimisation des étapes du procédé Bayer.

Martinent-Catalot et al. [61] ont développé une nouvelle méthode d'analyse d'images numérique couleur pour caractériser l'alumine utilisée par les alumineries. En effet, la qualité de l'alumine influe fortement sur l'efficacité des cuves électrolytiques. Il

s'agit d'une analyse par microscopie optique où l'alumine est diluée dans un liquide ayant un indice de réfraction de 1,73. Les images en couleur des échantillons révèlent des différences très importantes entre les alumines de différentes alumineries. L'image obtenue est traitée par un logiciel d'analyse d'images couleur. En classant les pixels, en fonction de la différence entre les composantes bleu et rouge, un spectre est obtenu. Chaque type d'alumine présente un spectre typique. Cette méthode simple et rapide donne des informations, qui vont au-delà des analyses habituelles. L'originalité dans cette méthode est que les images sont traitées en couleur. En donnant des informations sur la morphologie et l'homogénéité, elle permet d'améliorer la compréhension de l'alumine et de son comportement dans les alumineries. Les alumineries pourraient donc s'en servir et utiliser un équipement automatique afin de surveiller certaines caractéristiques de l'alumine.

Swillo et Perzyk [62] ont quant à eux fait des progrès dans l'analyse de la surface de l'aluminium primaire après la coulée (voir Figure 2-4, **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** et Figure 2-3). Il s'agit ici de la détection des défauts de surface lors de la coulée de l'aluminium en fusion. Le système mis en place est contrôlé par un ordinateur. Il utilise un algorithme avancé de traitement d'image. La base est le Laplacien de Gaussien (LoG). L'algorithme de détection de défauts se compose de plusieurs paramètres qui permettent à l'utilisateur de spécifier le niveau de sensibilité auquel il peut accepter les défauts lors de la coulée. En plus de l'algorithme de traitement d'image développé, un processus d'apprentissage basé sur les méthodes de l'intelligence informatique qu'est le réseau de neurones a été développé. Swillo et Perzyk [62] ont par ailleurs évoqué le procédé d'évaluation par ultrasons du degré de porosité dans les pièces moulées en alliages

d'aluminium et aussi la technique basée sur des mesures en utilisant des rayons X. Ils soutiennent cependant que l'utilisation de l'inspection de la vision par ordinateur est une alternative moins chère, qui n'implique pas d'interruption du processus d'assemblage. Leurs travaux ont montré que les défauts les plus récurrents sont les événements.

Il faut souligner que bien avant Swillo et Perzyk [62], diverses solutions avaient été présentées dans la recherche de défauts sur la surface des blocs-moteur en fonte d'aluminium. L'une d'elle est la méthode d'évaluation par ultrasons du degré de porosité dans les pièces moulées en alliages d'aluminium [63, 64]. Cette méthode est basée sur la mesure du coefficient d'amortissement et de la vitesse des ondes ultrasonores. Les variations de l'amplitude de ces ondes dues à l'atténuation contiennent des informations sur les raisons qui provoquent leur apparition. Les principales limites de cette méthode sont la taille et la forme des défauts et leur orientation, ce qui rend cette méthode moins précise. Des techniques basées sur des mesures utilisant des rayons X existent aussi [65, 66]. Toutefois, ces méthodes sont très coûteuses et difficiles à implanter sur les lignes de production sans les arrêter.

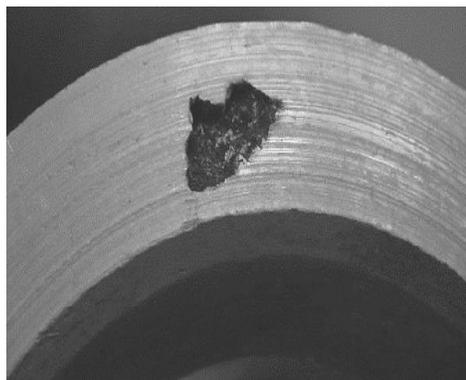


Figure 2-4 : Exemple de défaut de surface [62]

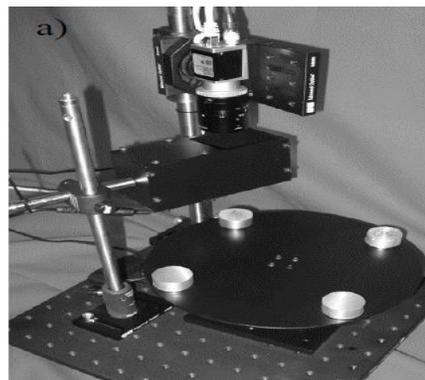


Figure 2-5: Installation expérimentale du système d'éclairage [62]

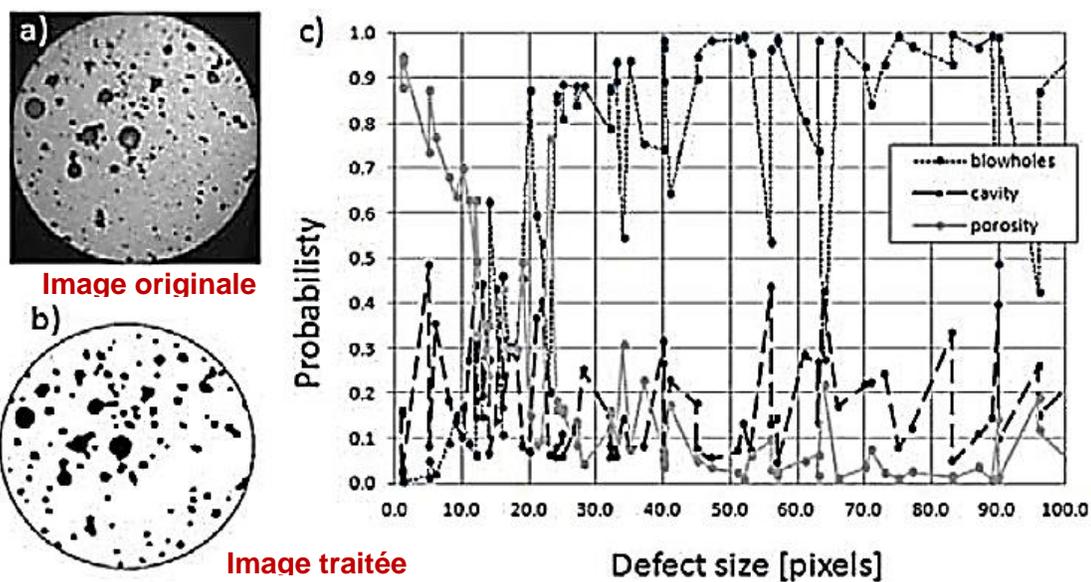


Figure 2-3: Résultats préliminaires de l'étude sur la catégorisation des défauts [62]

Rorvik et al. [67-69] ont défini deux différentes méthodes. La première est pour caractériser les composantes d'une anode crue. Cette méthode utilise la microscopie optique. Il s'agit ici d'une analyse d'images numérique à l'ordinateur. L'image microscopique doit permettre de distinguer le brai des particules de coke et des pores et surtout d'examiner la distribution du brai, des particules de coke et les pores dans des

échantillons d'anode. Il se pose cependant une difficulté ; dans les anodes, le coke, le brai et les pores semblent tous en noirs. La seconde méthode concerne exclusivement le coke. Il s'agit d'un procédé informatisé d'analyse de la porosité des particules de coques. Cette dernière fait ressortir la distribution des pores de taille variant de 1  $\mu\text{m}$  à 10 mm. Elle couvre donc une plage plus large que la porosimétrie au mercure. Elle se limite aux pores qui sont à l'intérieur des particules de coke. Les vides entre les particules ne sont pas pris en compte. Cette méthode a mené à une conclusion stipulant qu'il existe des différences considérables de distribution des tailles des pores pour différents types de coke. Ces résultats confirment que la porosité totale mesurée par l'analyse d'images est pratiquement identique à celle mesurée par le porosimètre au mercure (voir Figure 2-6).

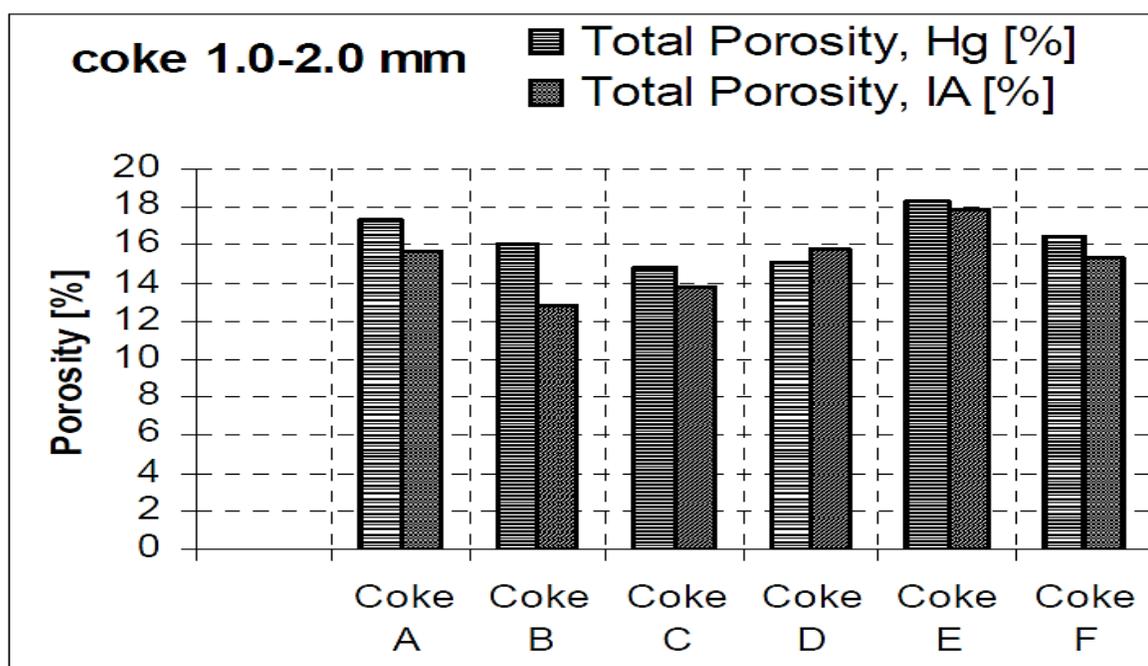


Figure 2-6: Comparaison de porosité totale mesurée par l'analyse d'image par le porosimètre au mercure [68]

Tessier et al. [70] de leur part se sont servi de l'analyse d'images pour donner la composition du matériau de recouvrement des anodes. Le matériau de recouvrement d'anode est un mélange d'alumine secondaire et de bain électrolytique broyé. Ils ont étudié l'impact des variations induites par les différences entre les propriétés de l'alumine et la teneur en bain broyé. L'algorithme de texture GLCM (Gray Level Co-occurrence Matrix) a été utilisé pour l'analyse des composants. Une campagne d'échantillonnage avec 666 échantillons de compositions réelles des produits de couverture de l'anode ont été divisés en deux ensembles. Un ensemble pour former un modèle PLS (Partial Least Squares) de régression et un autre de test, utilisé pour valider le pouvoir de prédiction des modèles. Des résultats prometteurs ont été obtenus pour des conditions typiques de processus sur une période de trois mois.

Bowers et al. [71] ont développé une nouvelle méthode d'analyse d'images pour déterminer la porosité, la forme et la taille du coke calciné. Comme démarche, ils ont fait une étude comparative de cette nouvelle méthode (FlowCAM® Appareil) aux techniques classiques de microscopie optique. Fluid Imaging Technologies Inc. a mis au point un instrument appelé FlowCAM® qui effectue l'analyse des particules de fluide (Figure 2-7 et Figure 2-8). Les particules sont mélangées dans un fluide capable de suspendre les particules sans couler. Le fluide est ensuite inséré en amont d'une chambre d'écoulement. Une pompe aspire le fluide à travers la chambre d'écoulement qui se trouve dans le chemin optique du microscope. Lorsque les particules passent à travers le trajet de microscope, une source de lumière éclaire les particules et une caméra fixée au microscope capte les images.

Les images de particules individuelles sont stockées pour quasiment un traitement en temps réel de la taille des particules, des rapports d'aspect, du diamètre sphérique équivalent, de la rugosité, de la compacité, et de nombreux autres paramètres.

L'analyse des particules de coke calcinées révèle que les deux méthodes d'observation utilisées ont des avantages très différents. Elles peuvent cependant être utilisées conjointement pour l'étude de la porosité avec une certaine efficacité. Pour l'analyse de la taille et de la forme des particules, la méthode la mieux adaptée est l'utilisation de l'instrument FlowCAM où un grand nombre de particules peuvent être comparées dans un court laps de temps. La microscopie optique en revanche est beaucoup mieux indiquée pour examiner les différences de porosité interne dans les particules de coke elles-mêmes.

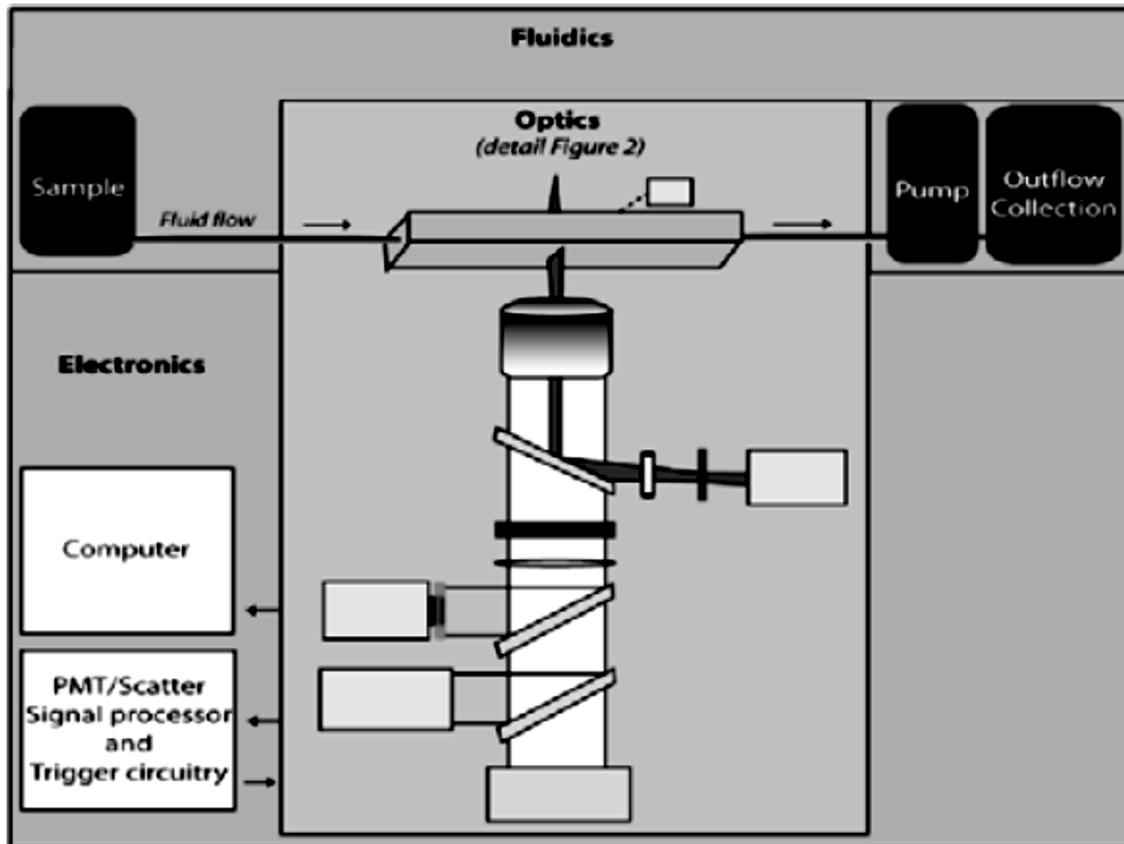


Figure 2-7: Schéma général de FlowCAM® Appareil [71]

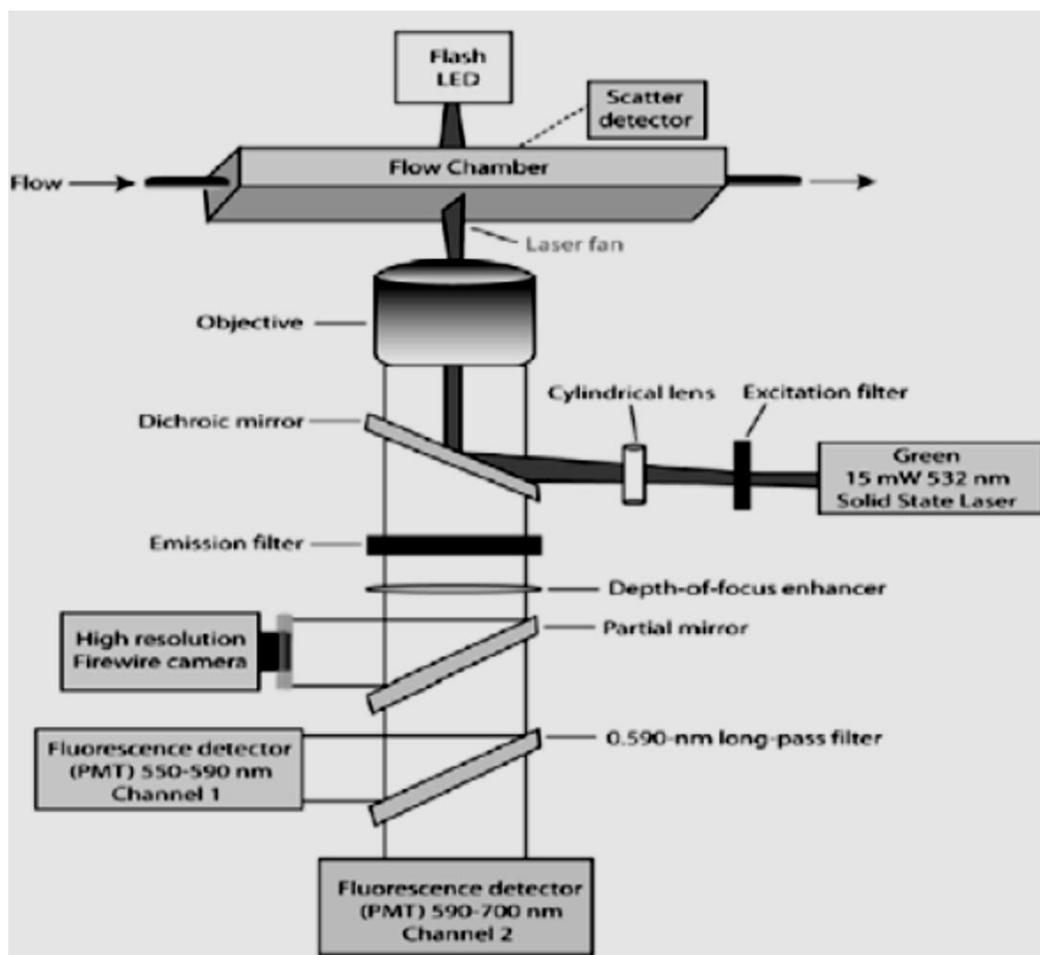


Figure 2-8: Détails de l'optique dans le FlowCAM® Appareil [71]

Rorvik et al. [72] ont mené une étude sur la classification des pores dans les anodes cuites à l'aide de la microscopie optique automatisée. L'analyse des pores des anodes favorise l'étude des facteurs et des effets de l'usine d'anodes sur les propriétés physiques de celles-ci telles que la densité et la réactivité. Ils ont écarté d'emblée de leur analyse, les pores déjà présents dans le coke de pétrole (matière première).

Il ressort de leur étude que l'analyse de la porosité à elle seule ne suffit pas pour expliquer la variation des autres propriétés de l'anode. Ils précisent par ailleurs que plusieurs méthodes informatiques d'analyse d'images de la porosité et d'autres propriétés

des anodes crues et cuites ont été développées dans les programmes EXPOMAT et PROSMAT de recherche norvégiens au cours des dernières années. Les recherches se poursuivent dans le nouveau programme CarboMat qui a commencé en 2002 avec objectif de la classification des différents types de pores. Notons de passage qu'EXPOMAT, PROSMAT et CarboMat sont des programmes nationaux de recherche de la Norvège.

Adams et al. [10] ont mené une étude d'analyse d'images pour le brai dans les anodes. Le but de cette étude est de déterminer si l'analyse d'images semi-automatique peut être utilisée pour déterminer la quantité appropriée de brai pour une distribution de taille donnée de particules de coke. La méthode mise en œuvre a été testée sur trois échantillons, et les expériences ont été faites au laboratoire. Cependant, les conditions de l'usine ont été respectées. Ils ont fait usage d'un microscope à analyse d'images semi-automatisé. Les images sont converties en binaire (noir et blanc) avant d'être exploitées par l'algorithme développé. Il ressort cependant que leur méthode est uniquement applicable aux grosses particules. On peut noter que les anodes contiennent souvent des particules de moins de 75  $\mu\text{m}$  en taille. La conversion des images en binaire engendre par ailleurs une perte importante d'information. Saravanan et Society [73] ont d'ailleurs souligné ce fait. Ils ont proposé un nouvel algorithme pour préserver les contrastes, la netteté, l'ombre et la structure de l'image. Cependant, la comparaison des résultats obtenus par Adams et al. aux résultats expérimentaux montre que le taux optimum de brai qui donne une faible résistivité est identique pour deux échantillons ; à savoir les échantillons A et C (voir Figure 2-9) pour lesquels le taux de brai optimum est respectivement 18% et 24%.

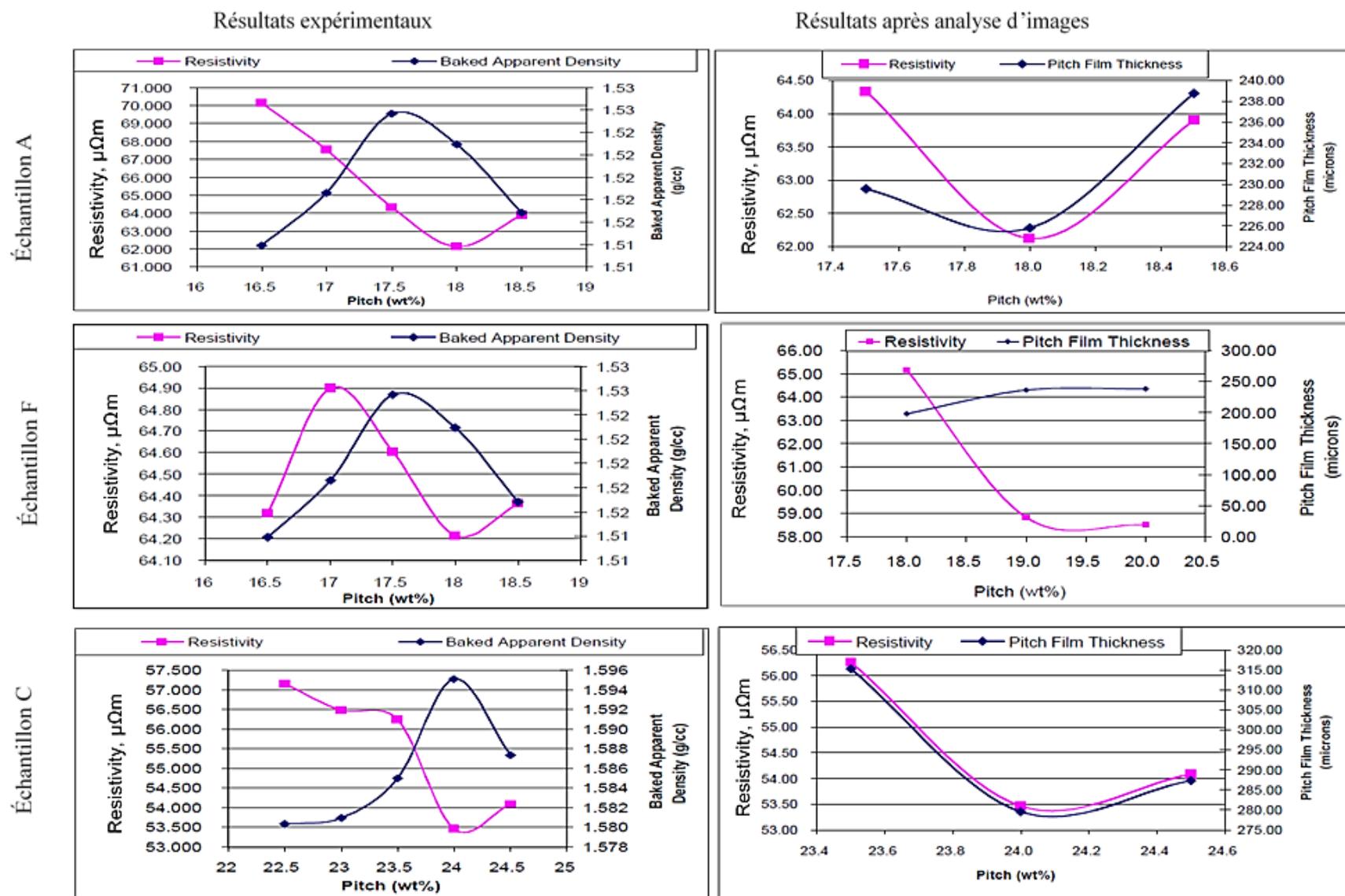


Figure 2-9: Comparaison des résultats expérimentaux sur la détermination du taux de brai optimal des anodes aux résultats après analyse d'images [10]

De leur côté, Bhattacharyay et al. [12] se sont focalisés sur le développement d'une technique qui peut être utilisée pour analyser la distribution et la quantité de brai, de coke, des pores et fissures sur la surface d'une anode crue (voir Figure 2-10). Leur étude basée sur l'analyse d'une image de la surface d'un échantillon fait appel à une caméra et une source de lumière sur le côté. Cette source de lumière est dirigée sur la surface de l'anode avec un angle d'incidence de  $65^\circ$  et à une distance de 20 mm. Cela crée des zones d'ombre avec un contraste maximum pour caractériser les pores et les fissures. L'image prise est analysée à l'aide d'un logiciel développé avec Visual Basic 6.0. La technique utilise le fait que toutes les couleurs peuvent être représentées par les trois principales que sont le rouge, le vert et le bleu. L'originalité dans cette étude a été surtout l'utilisation d'une source de lumière afin d'identifier les trois constituants dans un échantillon d'anode crue à savoir le brai, le coke et les pores/fissures (voir Figure 2.10 pour laquelle les images (a), (b), (c) et (d) sont à une échelle identique). Les résultats obtenus avec le logiciel donnent les pourcentages du brai, du coke et des pores-fissures; et ils concordent avec les résultats expérimentaux.

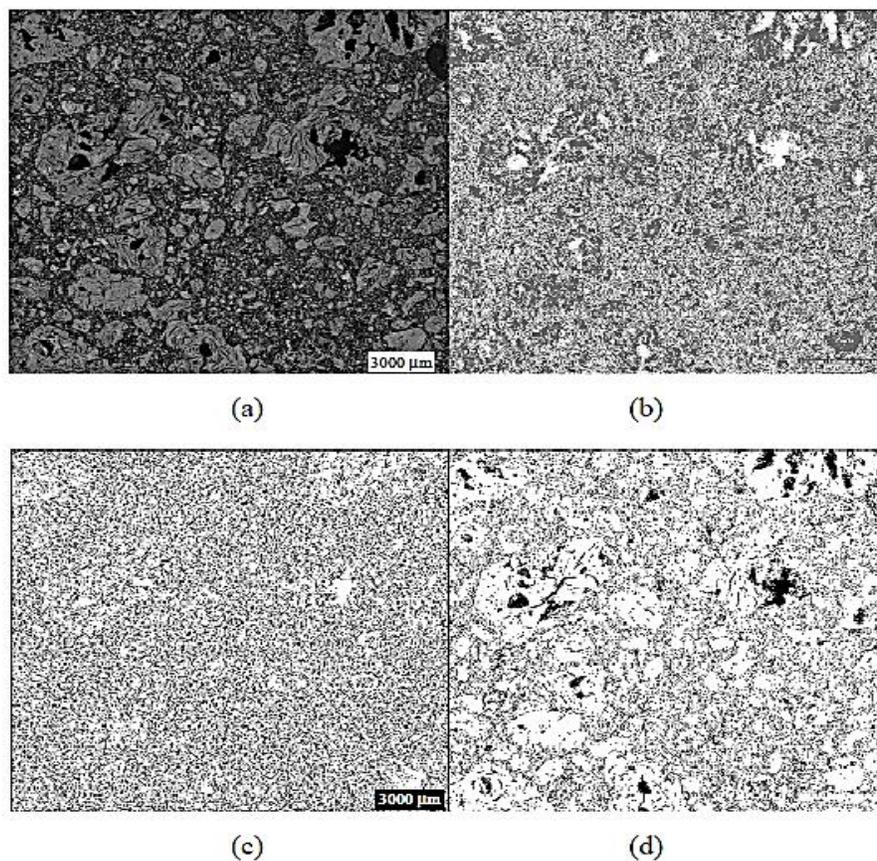


Figure 2-10: Analyse de l'échantillon : (a) image original du coke, (b) la distribution du coke, (c) la distribution du brai, (d) la distribution des pores / fissures [12].

## 2.5. Conclusions

A l'issue de l'étude bibliographique, il ressort que l'analyse d'images est une méthode utilisée dans multiples domaines. Pour la qualité des anodes, hormis le contrôle visuel, toutes les études développées utilisent pour la plupart le microscope optique ou électronique à balayage. Ce qui donne de bons résultats au laboratoire. L'objectif recherché dans ce projet est le développement d'une méthode qui peut traiter une surface d'anode entière. Cette technique doit pouvoir en temps réel donner des résultats sur la qualité des anodes. Il a donc fallu explorer d'autres pistes pour atteindre les objectifs.

## CHAPITRE 3

### MÉTHODOLOGIE

#### 3.1. Introduction

Pour mener à bien ce travail de recherche, plusieurs étapes se sont avérées nécessaires. La première a consisté à la fabrication d'anodes de laboratoire. La deuxième a été consacrée à la production d'anodes industrielles. La troisième a consisté à adopter un dispositif pour la prise d'images des anodes. Un logiciel a été développé ensuite pour l'analyse d'images de toutes les anodes fabriquées. Finalement, le développement d'une méthode spectrophotométrique a permis de déterminer le niveau de brai dans les échantillons d'anodes. Les résultats obtenus de cette étude chimique ont été comparés à ceux obtenus par l'analyse d'images.

Cette méthodologie est résumée à la Figure 3-1

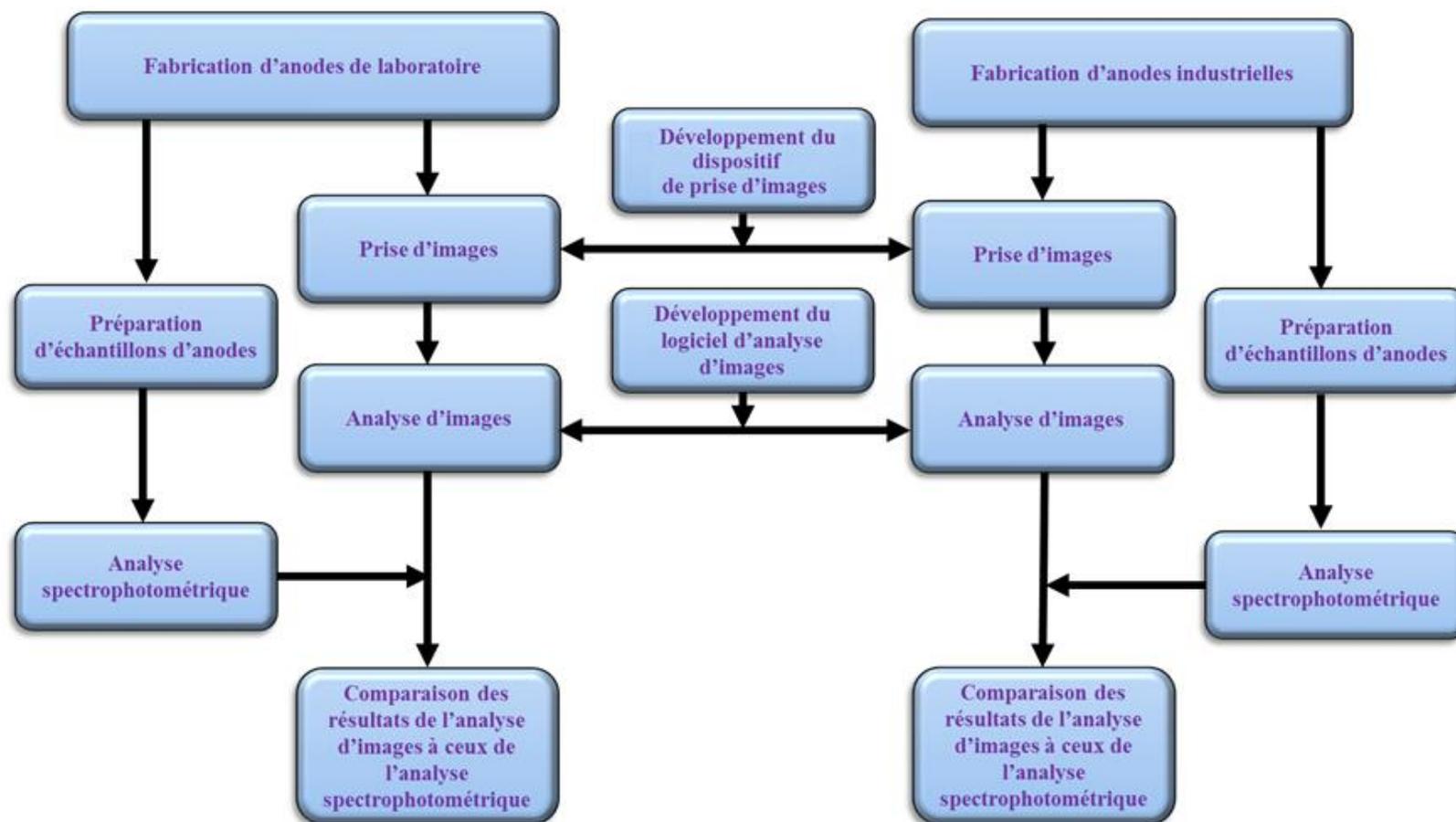


Figure 3-1: Résumé de la méthodologie

## **3.2. Fabrication des anodes**

### **3.2.1. Anodes de laboratoire**

Le processus de fabrication des anodes crues de laboratoire comprend les étapes suivantes dans l'ordre :

- Le tamisage des fractions de coke,
- La préparation de la recette,
- La fusion du brai,
- La préparation de la pâte d'anode,
- La compaction de la pâte d'anode,
- Le refroidissement de l'anode crue

Avant de décrire toutes ces étapes de façon explicite, il serait bien d'évoquer les différents éléments qui constituent la matière première.

#### **3.2.1.1. Matières premières**

Toutes les matières premières utilisées pour la fabrication des anodes de laboratoire proviennent de l'usine. Ce sont les mêmes qui sont utilisées dans la production des anodes industrielles. Ces matières premières sont principalement le brai et l'agrégat sec. Le brai agit comme un liant pour l'agrégat sec. Ce dernier est constitué de coke frais, de mégots broyés, des rejets d'anodes crues et cuites, des produits broyés nommés ballmill product (BMP) et des poussières appelées filter dust (FD). Les produits broyés (BMP) sont des

particules fines, leur utilisation peut varier en proportion [74]. Les poussières (FD) sont les particules les plus fines. Elles représentent un pourcentage très faible [74].

### 3.2.1.2. Tamisage des fractions de coke

Le tamisage permet de séparer les différentes particules de coke frais, de mégots et de rejets cuits et crus en fonction de leur taille. Pour ce faire, un appareil nommé Gilson Testing Screen (Figure 3-2) est utilisé. Cet appareil est constitué de plusieurs tamis.



Figure 3-2: Appareil Gilson Testing Screen, modèle TS-1

### 3.2.1.3. Préparation de la recette d'agrégats secs

Les différentes particules de coke frais, de mégots et de rejets cuits et crus, ainsi que les produits broyés et les poussières rentrent dans la composition d'une anode de laboratoire à des proportions bien précises en tenant compte des particularités de celle-ci. Ces proportions sont mesurées en poids à l'aide d'une balance. Les recettes sont gardées soigneusement dans des seaux bien nettoyés et fermés pour éviter toute contamination.

#### **3.2.1.4. Fusion du brai et préchauffage de la recette d'agrégats**

Le brai se trouvant à l'état solide à la température ambiante est préchauffé. Il devient donc liquide avant de le mélanger aux agrégats secs. Parallèlement, la recette d'agrégats secs est préchauffée. Cette recette est ensuite mélangée avec le brai liquide dans le mélangeur (Figure 3-3). Le préchauffage des agrégats secs évite au brai de vite se solidifier lors de la préparation de la pâte d'anode.



Figure 3-3: Mélangeur

#### **3.2.1.5. Préparation de la pâte d'anode**

Après la période de préchauffage de l'ensemble des matières premières, le brai est ajouté à la recette d'agrégats secs dans la cuve du mélangeur pour donner la pâte d'anode. Cet ensemble est mélangé pendant quelques minutes et transféré ensuite au moule du vibro-compacteur. Ce temps de malaxage s'avère très important.

En effet, un temps de malaxage faible s'avère insuffisant au brai pour pénétrer dans les pores des particules de coke ; il reste donc totalement à l'extérieur. Cela confère à

l'anode une densité faible. Par contre, si le temps de malaxage est excessif, les particules de coke se fragmentent, et tout le brai se retrouve à l'intérieur des particules de coke ; le brai ne pourra donc pas jouer totalement son rôle de liant. Ainsi, l'anode n'aura pas une résistance mécanique suffisante pour garantir son intégrité et favoriser sa manipulation car le brai doit aussi rester autour des fragments de coke pour assurer la liaison entre ces fragments.

L'agitateur et les murs de la cuve sont nettoyés juste après le transfèrement de la pâte d'anode dans le moule du vibro-compacteur.

#### **3.2.1.6. Compaction de la pâte d'anode**

La compaction de la pâte d'anode est effectuée à l'aide d'un vibro-compacteur (Figure 3-4) pour donner l'anode crue. Cette opération est effectuée sous une charge et une vitesse prédéterminées tout en gardant une amplitude bien fixée. Par ailleurs, la vitesse de compactage doit être modérée. Les anodes crues fabriquées au laboratoire ont un poids d'environ 10 kg (Figure 3-5).



Figure 3-4: Vibro-compacteur



Figure 3-5: Exemple d'anode de laboratoire

### 3.2.1.7. Refroidissement de l'anode crue

A la fin de la compaction, une durée de quelques minutes s'avère nécessaire avant de sortir l'anode du moule. Cela évite à l'anode qui se trouve dans un état fragile d'être endommagée. Le mode de refroidissement des anodes de laboratoire dans le cadre de cette étude est le refroidissement à l'air.

### 3.2.1.8. Spécificités des anodes de laboratoire

L'objectif global de cette étude est de trouver une méthode pour déterminer la répartition du brai sur la face des anodes crues par l'analyse d'images. Cependant, il est difficile de changer les paramètres de fabrication des anodes à l'usine. Pour mener à bien ce présent sujet de recherche, il a été ainsi question de fabriquer des anodes avec des défauts connus au laboratoire où il est possible de contrôler les paramètres de fabrication. Pour faciliter les comparaisons, des anodes de référence sont fabriquées pour être comparées aux autres faites avec défauts.

Les anodes fabriquées au laboratoire (**ALAB**) sont donc subdivisées en 2 groupes :

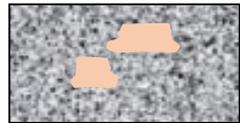
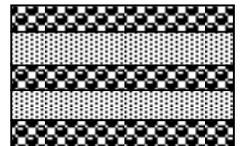
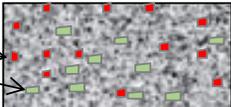
- Le premier groupe d'anodes présenté au Tableau 3-1 sont des anodes fabriquées dans des conditions standards. Il n'y a que le taux de brai qui diffère d'une anode à une autre.
- Le deuxième groupe d'anodes présenté au Tableau 3-2 sont des anodes particulières fabriquées dans des différentes conditions et avec des spécifications différentes. Ces différentes spécifications couvrent le pourcentage de brai dans les recettes, la répartition granulométrique et les différentes conditions de fabrication de l'anode crue.

Tableau 3-1: Anodes de laboratoire fabriquées dans des conditions standards

#	ANODE #	TAUX DE BRAI (VALEUR ADIMENSIONNELLE)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
1	ALAB-1	1	1,44
2	ALAB-2	1,2	1,52
3	ALAB-3	1,4	1,59
4	ALAB-4	1,7	1,63

Il est à noter que les taux de brai indiqués dans le Tableau 3-1 et le Tableau 3-2 sont des valeurs adimensionnelles. Ces valeurs sont obtenues en divisant les taux de brai réels en pourcentage des différentes anodes par le taux de brai réel le plus bas en pourcentage de ces anodes. L'anode numérotée ALAB-1 a le taux de brai le plus faible. L'anode ALAB-3 est l'anode standard.

Tableau 3-2: Anodes spécifiques de laboratoire

ANODE #	TEMPÉRATURE DU MOULE	TEMPÉRATURE DE LA PÂTE	TAUX DE BRAI	SPÉCIFICITÉS DE L'ANODE	ILLUSTRATION
ALAB-5	Température ambiante	Standard	1,4	Moule froid	
ALAB-6	Standard	Standard	1,4+0,1	Avec l'ajout du brai (0,1) pour créer des taches de brai visibles sur la face	 Brai additionnel
ALAB-7	Standard	Standard	1,4	Avec des taches d'huile sur la face	
ALAB-8	Standard	Standard	1,4	Y faire des jets d'eau sur la face	
ALAB-9	Standard	Standard	1,2	Faire deux pâtes: une avec les particules de plus de 4 mm, l'autre avec des particules de moins de 4 mm et créer des regroupements de moins de 4 mm par endroit, visibles sur la face de l'anode	 $\square < 4 \text{ mm}$ $\square > 4 \text{ mm}$
ALAB-10	Standard	Standard	1,4	Fabrique d'une anode particulière avec taille de mégots plus grosse, Les mégots sont à 50% 4 mm et 50% 8 mm tout en préservant la granulométrie normale de l'anode	 $\blacksquare 4 \text{ mm}$ $\blacksquare 8 \text{ mm}$ Mégot

### 3.2.2. Anodes industrielles

L'analyse des anodes de laboratoire donne une idée des résultats attendus dans le cadre de ce projet de recherche. Cependant, il est important de rappeler que cette étude vise les anodes industrielles. Il est donc nécessaire de fabriquer des anodes à l'usine. Il a donc été question de fabriquer des anodes industrielles (**AIND**) dans des différentes conditions et avec des spécifications différentes. Ces différentes spécifications couvrent également le pourcentage de brai dans les recettes, le vibro-compacteurs (V1, V2), le temps de vibrocompaction ( $t_0$  s,  $t_0+10$  s), la pression de ballon ( $P_0$  psi,  $P_0+2$  à  $+5$  psi). De plus une anode a été produite avec un temps optimal qui a été détecté par un logiciel de détection de la fin de compaction des anodes par le son, développé par la chaire de recherche carbone de l'UQAC. L'arrêt de la machine est fait manuellement.

Toutes ces anodes sont ensuite analysées par le logiciel d'analyse d'images avant d'être conduites au laboratoire de l'UQAC pour subir une analyse spectrophotométrique.

Le Tableau 3-3 regroupe un résumé des différentes spécificités des anodes industrielles fabriquées avec la même recette.

Tableau 3-3: Anodes industrielles (P : la pression de ballon ; t : temps de compaction ; V1 et V2 : vibro-compacteurs 1 et 2)

Anode #	Taux de brai	Spécificités de l'anode
AIND-1	1,20	$P_0$ psi, $t_0$ s, V1
AIND-2	1,20	$P_0$ psi, $t_0$ s, V1
AIND-3	1,20	$P_0$ psi, $t_0$ s, V1
AIND-4	1,21	$P_0$ psi, $t_0+10$ s, V1
AIND-5	1,20	$P_0$ psi, Commande manuelle du temps de compaction, V1
AIND-6	1,16	$P_0+5$ psi, $t_0$ s, V2
AIND-7	1,16	$P_0+2$ psi, $t_0$ s, V2
AIND-8	1,16	$P_0$ psi, $t_0$ s, V2

### 3.3. Analyse d'images

#### 3.3.1. Matériels de prise d'images

Le dispositif de prise d'images (Figure 3-6) est constitué essentiellement des équipements suivants :

- Dispositif d'éclairage pour l'éclairage uniforme de surface de l'anode,
- Une caméra numérique pour la capture des images.

Par ailleurs, il est à noter que les anodes à photographier sont tenues par un chariot.

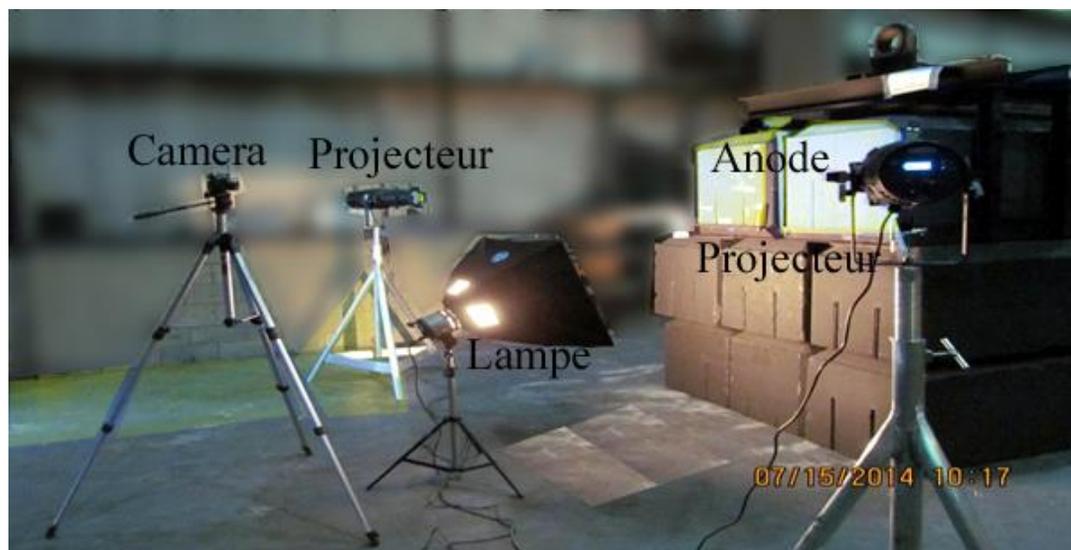


Figure 3-6: Dispositif de prise d'images à l'usine

### 3.3.2. Anodes de laboratoire

#### 3.3.2.1. Effet du taux de brai sur l'analyse d'images

Une étude comparative est faite avec les faces 1 comme indiqué à la Figure 3-7 de quatre anodes de laboratoire numérotées **ALAB-1**, **ALAB-2**, **ALAB-3** et **ALAB-4**.

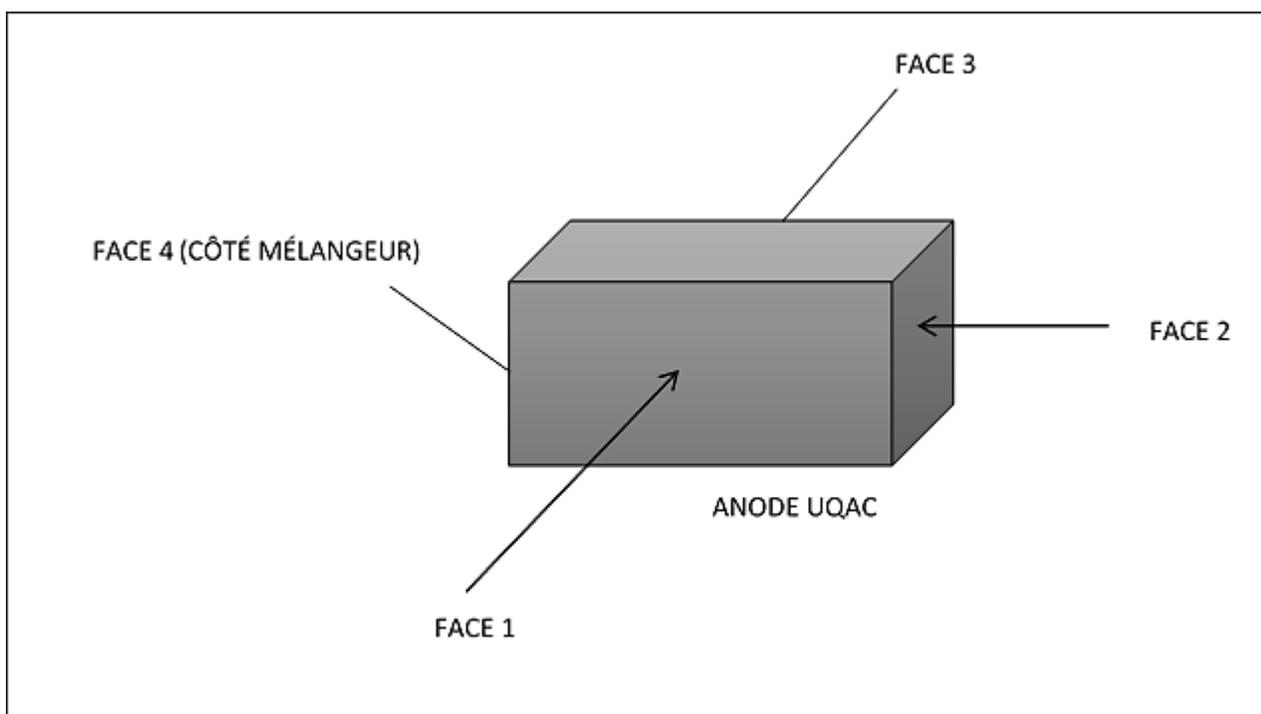


Figure 3-7: Désignation des différentes faces de l'anode de laboratoire

Le logiciel d'analyse d'images conçu est utilisé pour analyser les images de ces quatre anodes fabriquées dans des conditions identiques, mais avec des taux de brai différents comme indiqué dans le Tableau 3-1.

### **3.3.2.2. Effet des diverses spécificités de fabrication sur l'analyse d'images**

L'utilisation du logiciel d'analyse d'images pour les anodes spécifiques de laboratoire décrites au Tableau 3-2 permet d'appréhender encore une fois la fiabilité dudit logiciel.

### **3.3.3. Anodes industrielles**

Huit anodes industrielles (AIND) ont été fabriquées avec l'aide du personnel de l'usine d'anodes. Ces anodes de spécifications diverses sont décrites de façon succincte dans le Tableau 3-3. Les cinq premières anodes dans ce Tableau 3-3 sont issues du même vibro-compacteur nommé V1 et les autres d'un autre vibro-compacteur commun appelé V2.

Les quatre faces (Figure 3-8) de toutes ces anodes industrielles sont traitées dans un premier temps à l'aide du logiciel d'analyse d'images dans le but d'identifier les zones de sur-brai. Les zones indiquées en sur-brai sont ensuite traitées au spectrophotomètre pour valider ces résultats.

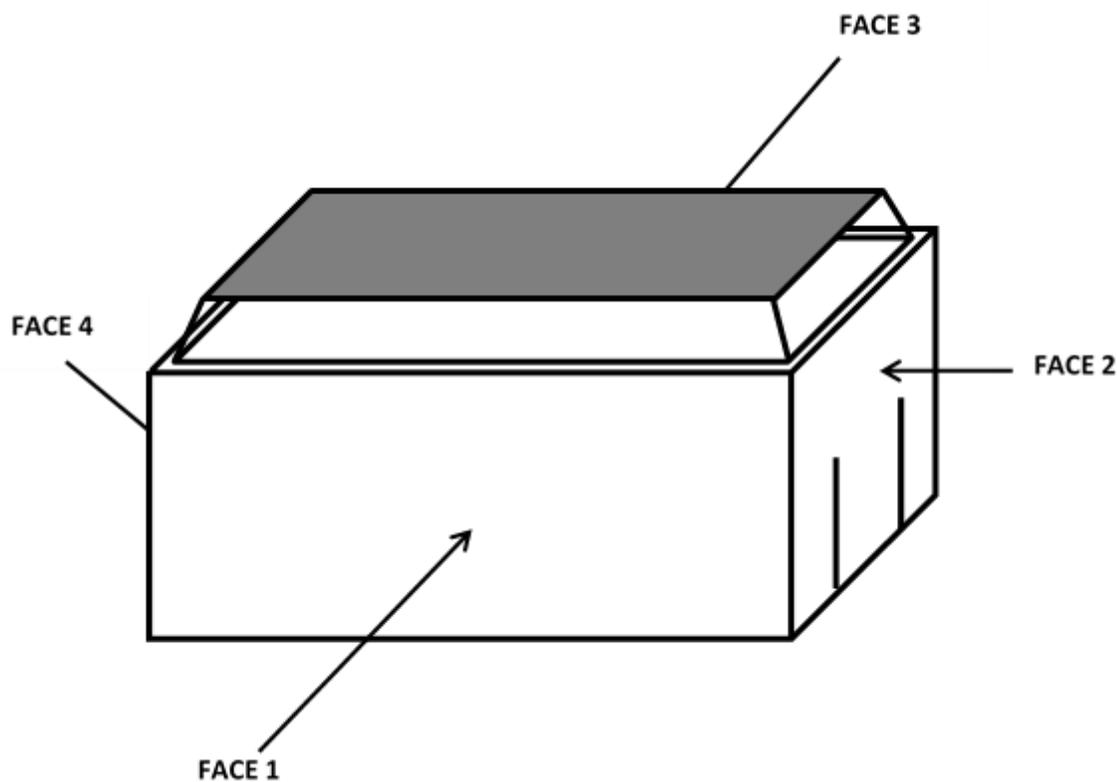


Figure 3-8: Désignation des différentes faces de l'anode industrielle

#### 3.3.4. Les étapes d'analyse d'images

Un logiciel, développé par le personnel de la chaire de carbone, permet d'effectuer l'analyse d'images. Ce logiciel utilise deux approches, comme le montre l'organigramme à la Figure 3-9. La première s'appuie sur l'état de surface de l'anode. La deuxième est basée essentiellement sur les distributions du rouge, vert et bleu dans l'image. Mais bien avant, la face de l'anode doit être uniformément éclairée pour que les images soient toutes prises dans les mêmes conditions d'éclairage.

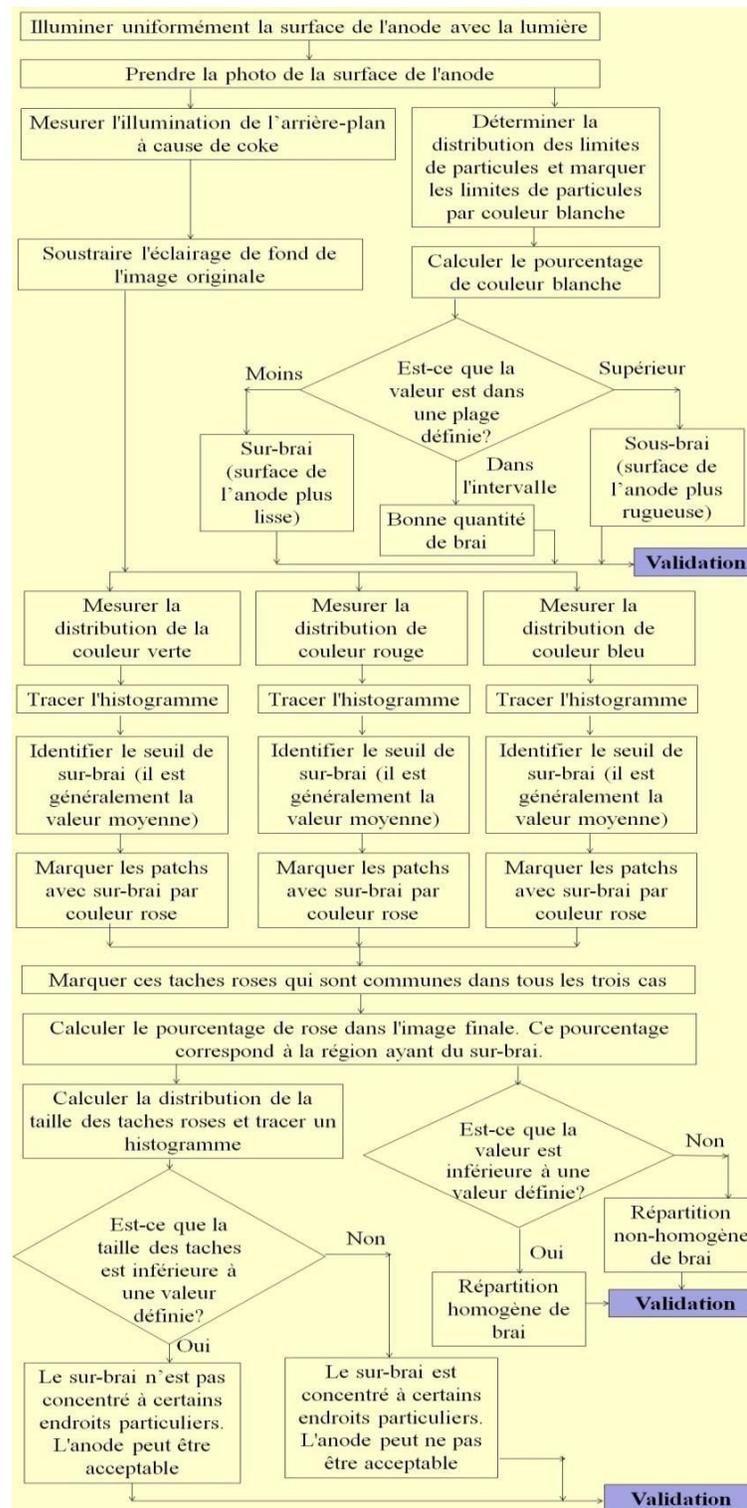


Figure 3-9: Les étapes de l'analyse d'image

### **3.3.4.1. Première approche : basée sur l'état de surface des anodes**

Cette approche, comme mentionné plutôt, est basée sur l'état de surface des anodes. Une surface plus granuleuse fait penser au manque de brai, tandis qu'une surface très lisse ferait penser à un sur-brai. Cette approche suit donc les étapes suivantes dans l'ordre chronologique :

- Déterminer la distribution des limites de particules et marquer les limites de particules par la couleur blanche. La présence de beaucoup de couleur blanche signifierait qu'il y a beaucoup de particules et donc surface granuleuse. Moins de couleur blanche indiquerait donc une surface plus lisse et donc moins granuleuse.
- Calculer le pourcentage de couleur blanche,
- Est-ce que la valeur est-elle dans une plage définie?
  - Si oui, il y a une quantité optimale de brai,
  - Si supérieure, il s'agit d'un cas de sous-brai. La surface de l'anode est plus granuleuse ; elle peut ne pas être acceptable,
  - Si inférieure, il s'agit d'un cas de sur-brai. La surface de l'anode est plus lisse ; elle peut ne pas être acceptable.

### **3.3.4.2. Deuxième approche : basée sur la distribution des couleurs primaires**

Cette deuxième approche suit les étapes suivantes dans l'ordre chronologique :

- Mesurer l'illumination de l'arrière-plan à cause du coke. En effet, plusieurs types de cokes sont utilisés pour la fabrication des anodes. Les différentes couleurs de ces cokes influent sur la couleur de l'anode. Cette étape permet d'écarter d'emblée la couleur du coke.
- Soustraire l'éclairage de fond de l'image originale. Certains facteurs comme l'huile de coupe laissent des tâches sur l'anode. La soustraction de l'éclairage de fond permettra donc de supprimer leur effet sur la couleur de l'anode.
- Mesurer la distribution de la couleur verte, ainsi que celles de la couleur rouge et du bleu,
- Tracer l'histogramme pour ces différentes composantes de l'image,
- Identifier le seuil de sur-brai pour ces différents composantes (il est généralement la valeur de mode),
- Marquer les patches avec sur-brai par couleur rose pour ces différents cas,
- Marquer les taches roses qui sont communes aux trois cas,
- Calculer le pourcentage de rose dans l'image finale. Ce pourcentage correspond aux zones en sur-brai,
  - Si le pourcentage calculé précédemment est très grand, il s'agit d'une répartition non homogène de brai. L'anode peut ne pas être acceptable.

- Si ce pourcentage est faible, il s'agit alors d'une répartition homogène de brai. L'anode peut être acceptable.
- Après avoir calculé le pourcentage de rose dans l'image finale, il serait aussi intéressant de calculer la distribution de la taille des taches roses et tracer un histogramme,
- Si la taille de certaines taches est grande, le sur-brai est concentré à certains endroits particuliers. L'anode peut ne pas être acceptable.
- Si toutes les taches sont de petites tailles, alors le sur-brai n'est pas concentré à certains endroits particuliers. L'anode peut être acceptable.

### **3.4. Analyse chimique**

L'analyse chimique des zones d'anodes crues indiquées en sur-brai par le logiciel d'analyse d'images comprend les étapes suivantes dans l'ordre :

- Découpage des sections d'anode,
- Moulinage des sections d'anode,
- Spectrophotométrie des échantillons d'anode.

#### **3.4.1. Découpage des sections d'anodes**

Le découpage de sections d'anode s'avère nécessaire avant de passer au moulinage. Le découpage de gros blocs d'anode se fait à l'aide de scie horizontale de GENERAL INTERNATIONAL; l'outil de coupe étant le diamant industriel (Figure 3-10). La scie verticale CRAFTTEX quant à elle est utilisée pour la découpe des petits blocs (Figure 3-11).



Figure 3-10: Scie horizontale GENERAL INTERNATIONAL



Figure 3-11: Scie verticale CRAFTTEX

### 3.4.2. Moulinages des sections d'anode

Le moulinage des sections d'anodes est nécessaire pour l'obtention de fines particules. Ces échantillons de fines particules d'anode sont immergés dans de l'acétone. Le moulinage est effectué à l'aide du moulin RETSCH (Figure 3-12).



Figure 3-12: Moulin RETSCH

### 3.4.3. Spectrophotométrie des échantillons d'anodes

Après avoir dissout le brai des échantillons de fines particules d'anode dans du solvant, la solution est analysé au spectrophotomètre. L'appareil utilisé se nomme ORION AQUAMATE 8000 (Figure 3-13).

Le spectrophotomètre visible mesure le niveau de transmittance ; ce qui permet de calculer le niveau de brai.

La spectrophotométrie consiste en l'usage de la lumière pour mesurer une concentration. Elle est basée sur l'absorption des radiations lumineuses. Cette absorption de la lumière est proportionnelle à la concentration. Le spectrophotomètre est réglé à 500 nm, une valeur qui se trouve dans le visible (entre 800 nm (rouge) et 400 nm (indigo)).



Figure 3-13: Appareil ORION AQUAMATE 8000

Donc, pour identifier le niveau de brai dans chaque section d'anode découpée, les échantillons sont broyés, les particules fines sont immergées dans du solvant afin de dissoudre le brai, et la solution est analysée à l'aide du spectrophotomètre. Pour déterminer la quantité du brai dans un échantillon, les étapes suivantes sont suivies :

- Calibrage du spectrophotomètre.

Il s'agit principalement du réglage du spectrophotomètre à 500 nm. Il faut souligner que la longueur d'onde de 500 nm est celle qui permet d'obtenir une absorption maximale des radiations lumineuses. Elle a été obtenue suite à un balayage.

- Préparation de la courbe d'étalonnage : le brai pur est utilisé pour préparer des solutions avec des concentrations de brai connues.
  - ✓ Initialiser le spectrophotomètre,
  - ✓ Prélever un poids X (g) de brai pur,

- ✓ Le renverser dans un bêcheur et ajouter une quantité mesurée de solvant (Il est important de souligner que cette dilution de brai pur s'est faite avec une quantité importante de solvant afin que le spectrophotomètre soit capable de lire l'absorbance de la solution),
- ✓ Remuer et attendre 30 secondes,
- ✓ Après dilution avec le solvant, 25 ml de solution a été transférée dans une cuvette,
- ✓ Introduire la cuvette dans le spectrophotomètre,
- ✓ Relever la valeur indiquée par le spectrophotomètre.
- ✓ Répéter cette étape pour certains nombre d'échantillons à différentes concentrations de brai pour établir la courbe d'étalonnage.

- Détermination de la quantité de brai dans différents échantillons :

Le même procédé, tel que décrit ci-dessus, a été utilisé pour l'analyse d'échantillons d'anode. La quantité de brai est déterminée en utilisant la courbe d'étalonnage.

#### **3.4.4. Anodes de laboratoire**

Les différentes faces des anodes de laboratoire précédentes sont sectionnées sur deux couches comme indiqué à la Figure 3-14. Les différentes sections sont ensuite broyées et immergées dans du solvant avant d'être analysées au spectrophotomètre.

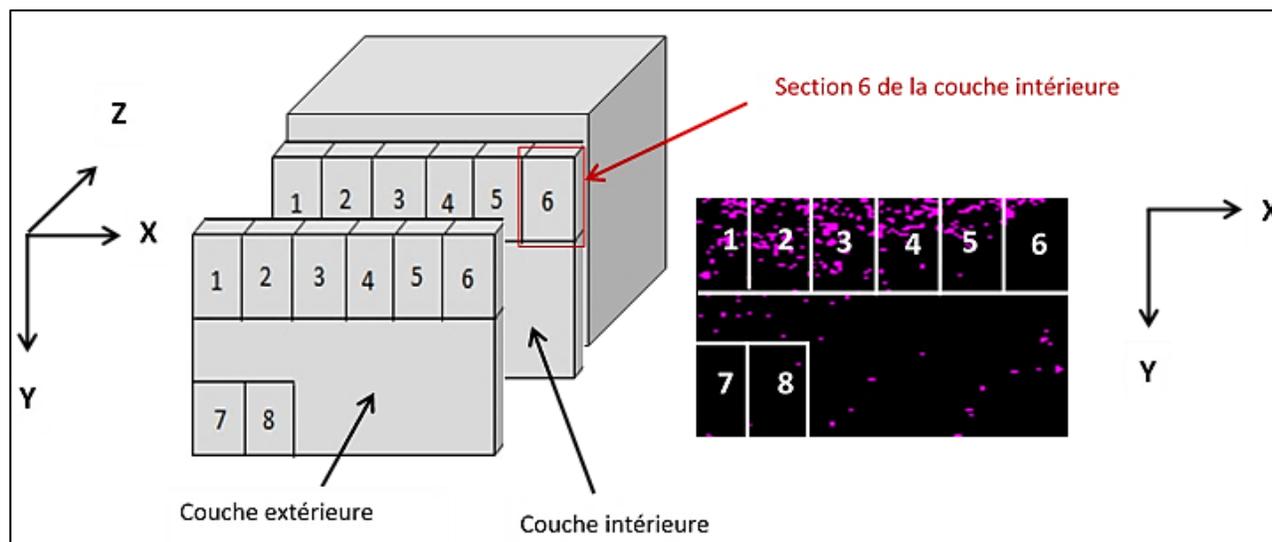


Figure 3-14: Exemples de sections d'anode

### 3.4.5. Anodes industrielles

L'analyse chimique consiste à une analyse spectrophotométrique des zones indiquées indiquées en sur-brain sur les faces des différentes anodes industrielles. Pour ce faire, des petits blocs d'anodes sont découpés comme indiqués sur la

Figure 3-15. L'analyse de sections d'anodes (Figure 3-16) prises sur les différentes faces de ces petits blocs a permis de tirer des conclusions sur la fiabilité du logiciel d'analyse d'images. Les grandes faces des blocs d'anodes donnent 6 sections chacune et les petites faces donnent 4 sections chacune.

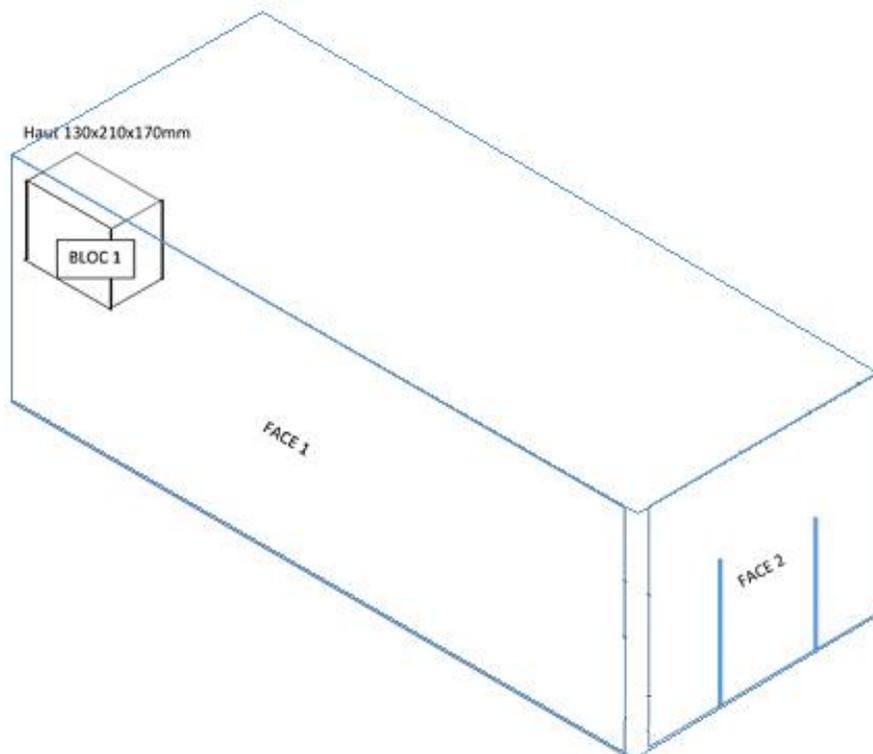


Figure 3-15: Positions de bloc d'anodes découpés pour analyse dans chaque anode

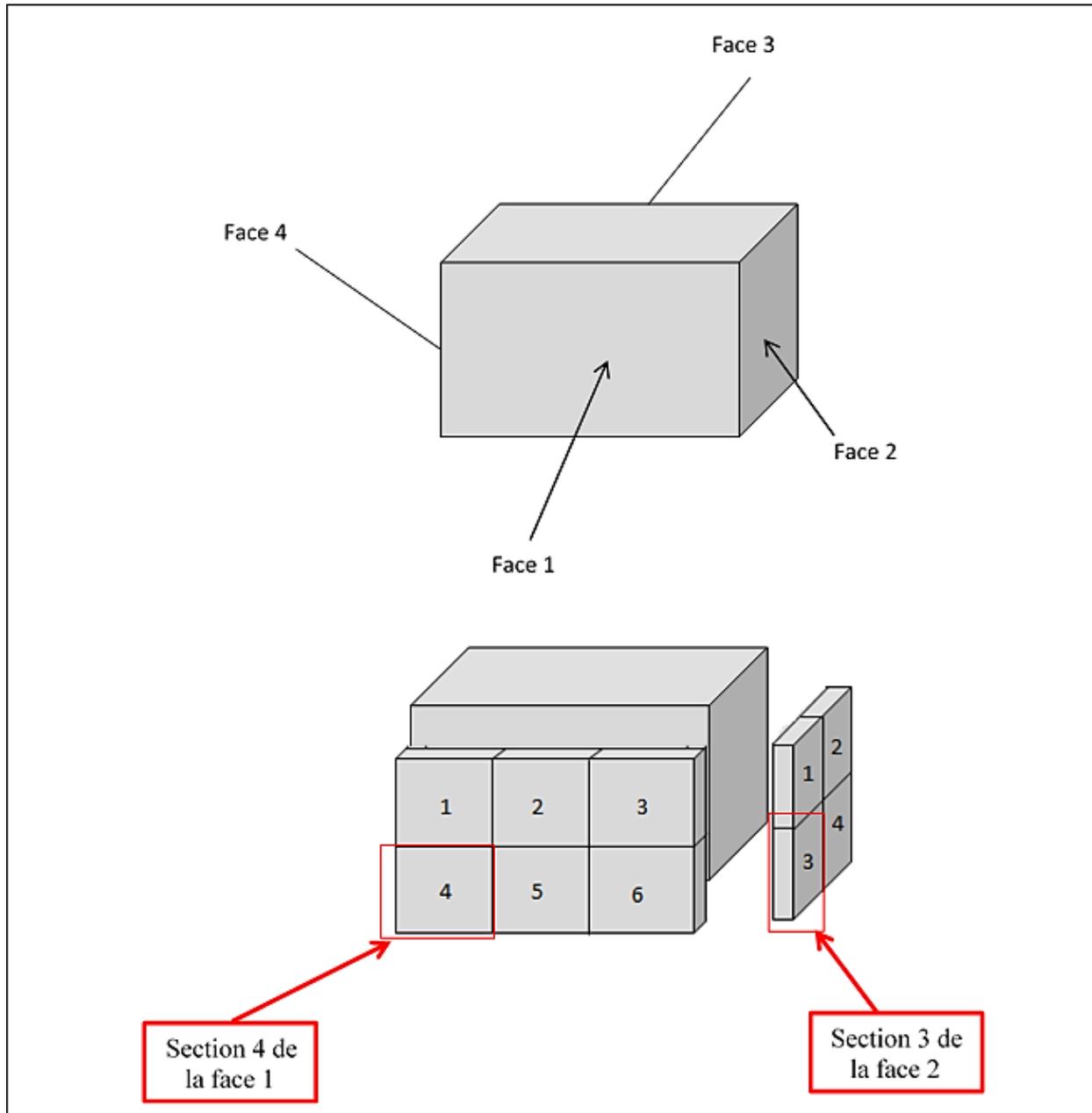


Figure 3-16: Sections d'anodes prélevées sur les différentes faces de blocs d'anodes

De manière générale, il est établi que pour la majorité des anodes industrielles, le logiciel d'analyse d'images indique que les taches de sur-brai sont bien visibles sur la face 1 et la face 4. Cela amène à considérer le bloc 1 d'anode (voir la Figure 3-15) pour l'analyse chimique par la spectrophotométrie. Il est à noter que la face 3 de l'anode **AIND-4** présente aussi beaucoup de taches de sur-brai. Le bloc 4 de cette anode (voir la Figure 3-15) est donc aussi considéré pour l'analyse chimique par la spectrophotométrie.

### **3.5. Conclusions**

Dans le cadre de ce travail de recherche, dix anodes ont été fabriquées dans un premier temps au laboratoire de l'UQAC avec des spécificités différentes couvrant le pourcentage de brai dans les recettes, la répartition granulométrique et les différentes conditions de fabrication de l'anode crue. Des anodes industrielles ont été ensuite fabriquées avec des spécificités diverses. Les différentes faces de toutes ces anodes sont par la suite photographiées à l'aide d'un dispositif de prise d'images. Les images obtenues ont été analysées à l'aide d'un logiciel d'analyse d'images.

Ce logiciel d'analyse d'images utilise deux approches :

- La première approche du logiciel d'analyse d'image basée sur l'état de surface des anodes permet d'indiquer de façon générale si l'anode est en sous-brai ou en sur-brai ou encore si cette anode contient un taux optimal de brai.

- La deuxième approche basée sur la distribution des couleurs rouge, vert et bleu quant à elle permet de détecter les taches de sur-brai sur la face de l'anode.

Après l'analyse d'images, les zones des différentes faces de toutes ces anodes susceptibles d'être en sur-brai ont été sectionnées pour subir une analyse spectrophotométrique pour confirmer les résultats donnés par le logiciel d'analyse d'images.

Par ailleurs, il est très important de souligner que la distribution du brai dans une anode peut varier selon la granulométrie, les propriétés des cokes, la non-homogénéité du coke et les conditions de fabrication de l'anode.

## **CHAPITRE 4**

### **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

#### **4.1. Introduction**

Dans ce chapitre, une analyse complète des résultats pour toutes les anodes fabriquées dans le cadre de cette étude est effectuée. La première analyse consiste à l'analyse d'images des anodes de laboratoire suivie de celle des anodes industrielles. Quant à la seconde analyse, il s'agit de la spectrophotométrie des anodes de laboratoire et des anodes industrielles.

#### **4.2. Analyse d'images**

##### **4.2.1. Anodes de laboratoire**

###### **4.2.1.1. Effet du taux de brai sur l'analyse d'images**

Les quatre anodes de laboratoire (ALAB-1, ALAB-2, ALAB-3, ALAB-4) de taux de brai différents (respectivement 1, 1,2, 1,4, 1,7, voir Tableau 3-1) mais fabriquées dans des conditions standards sont traitées par le logiciel d'analyse d'images. Les résultats issus de cette analyse sont confinés à la Figure 4-1. Les images originales des anodes viennent en première position, ensuite viennent les images traitées selon la première approche du

logiciel donnant les limites de particules, puis suivent celles traitées selon la deuxième approche révélant les taches de sur-brai. La taille des taches de sur-brai vient en dernière position. La petite figure à l'intérieur des figures dans la dernière rangée montre les tailles des taches. Les grandes lignes à droite montrent de grandes taches de sur-brai. Les petites lignes à droite montrent que l'anode peut être acceptable.

L'exploitation des pourcentages de blanc et des taches de sur-brai permet de tracer les graphes respectifs à la Figure 4-2 et à la Figure 4-3.

L'analyse de la Figure 4-1 et de la Figure 4-3 montrent que le pourcentage de taches de sur-brai augmente avec le taux de brai. La Figure 4-1 et la Figure 4-2 montrent que le pourcentage de blanc baisse par contre avec le taux de brai. Ces résultats sont conformes à la réalité. L'anode fabriquée avec un plus grand taux de brai donne le plus grand pourcentage de taches de sur-brai car le brai liquide en abondance coule en se dirigeant vers la surface lors de la compaction. Cela justifie l'abondance de grosses taches de sur-brai sur sa surface comparativement aux autres. Cette anode est par contre plus lisse, ce qui donne un pourcentage de couleur blanche faible. Les parties centrales des faces des anodes ALAB-3 et ALAB-4 (voir Tableau 3-1) sont plus lisses. Ce qui empêche de voir les contours de certaines particules sur la Figure 4-1.

Par ailleurs, les taches de sur-brai se retrouvent beaucoup plus sur la partie supérieure de la face de ces quatre anodes. Cela peut être dû aux différences de température dans le moule du vibro-compacteur. Les parties supérieures étant plus chaudes faciliteraient la plus grande fluidité du brai qui se retrouve à la partie supérieure de la face des anodes.

La température relativement plus basse de la partie inférieure empêche l'écoulement du brai vers la surface.

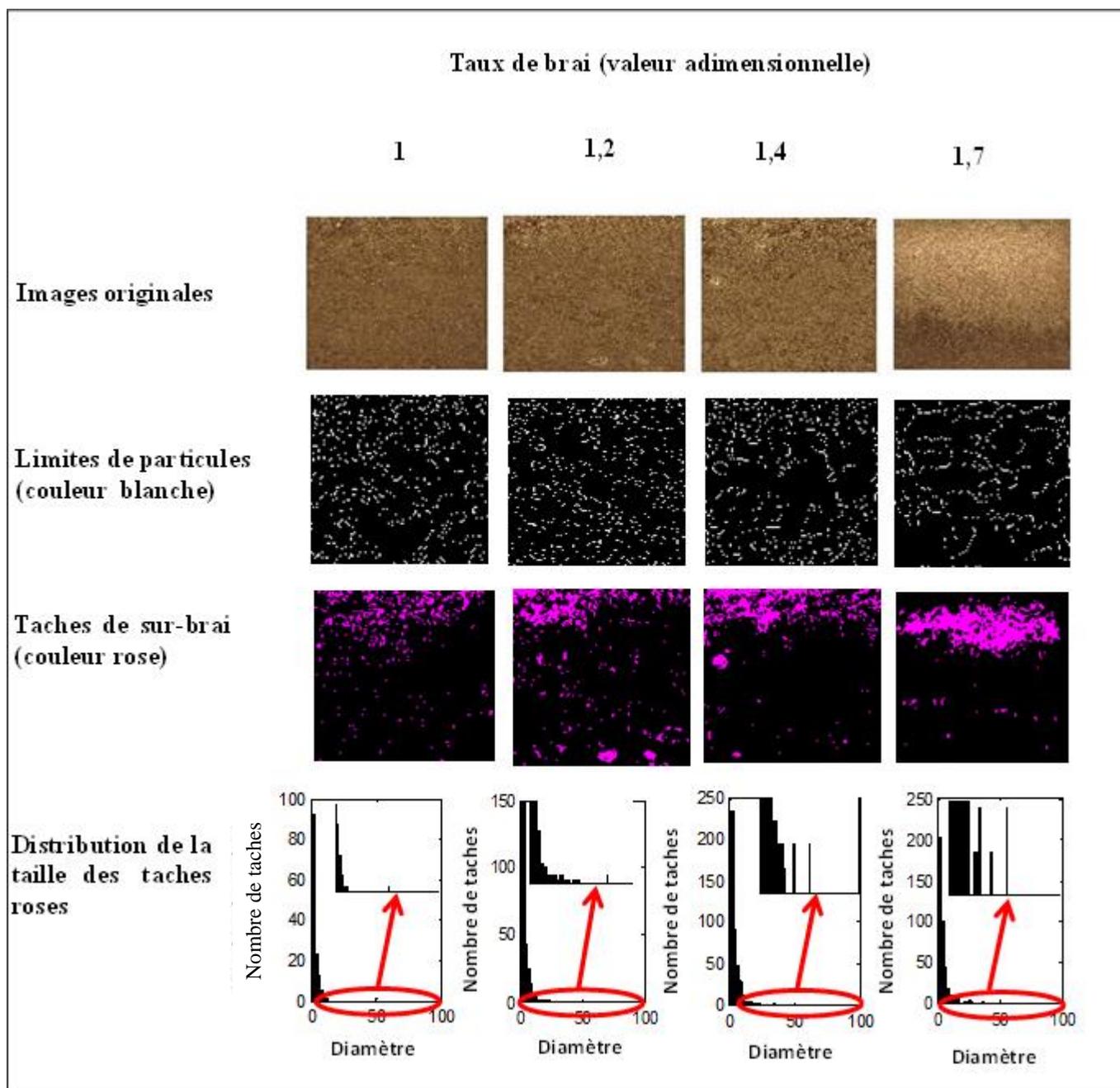


Figure 4-1: Résultat de l'analyse des faces 1 des anodes de laboratoire avec différents taux de brai

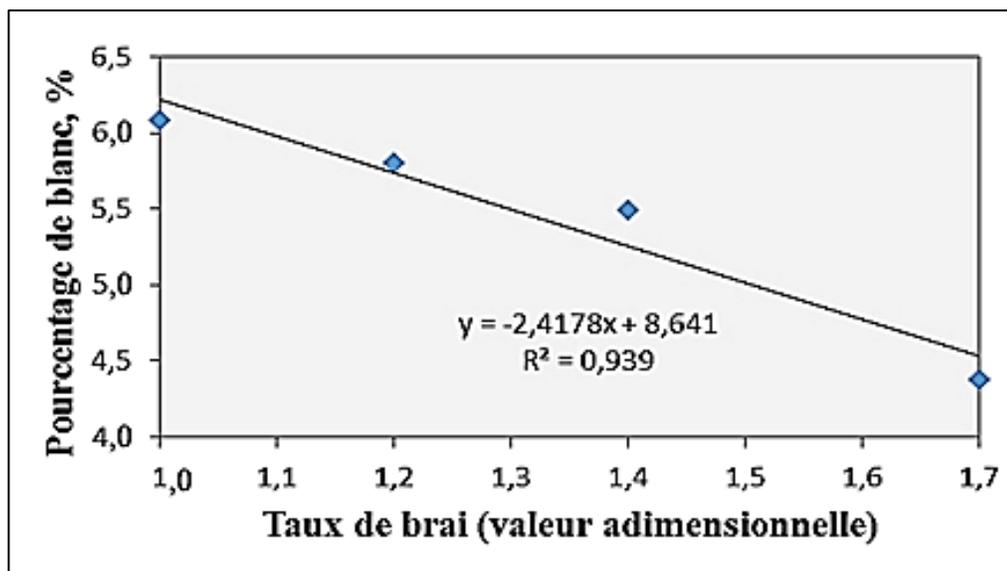


Figure 4-2: Evolution du pourcentage de blanc en fonction du taux de brai

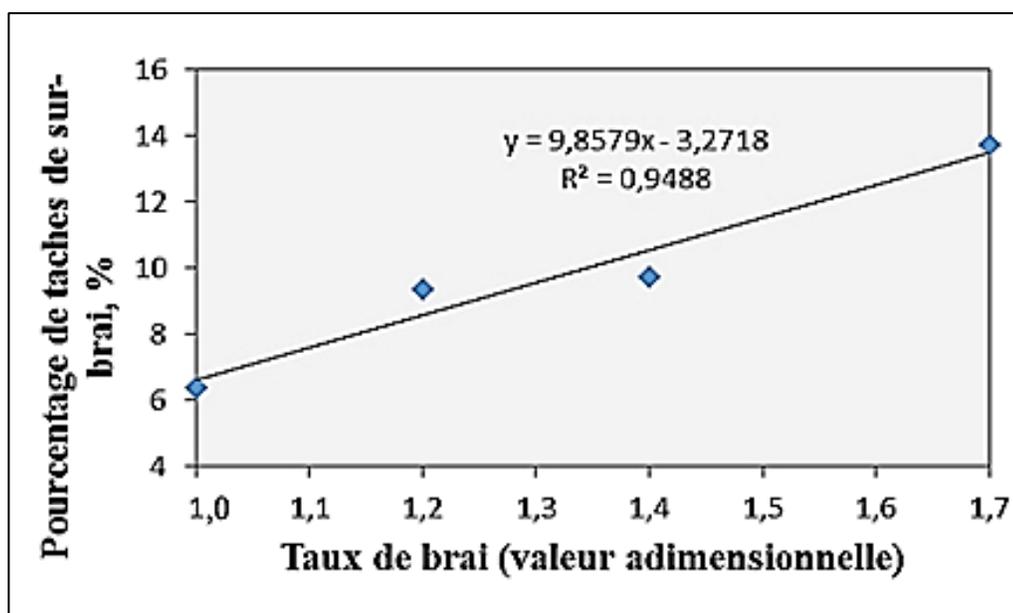


Figure 4-3: Evolution du pourcentage de taches de sur-brai en fonction du taux de brai

#### **4.2.1.2. Influence du moule du vibro-compacteur froid sur l'analyse d'images**

Les résultats obtenus suite au traitement de l'anode ALAB-5 (voir Tableau 3-2) fabriquée avec le moule froid du compacteur sont visualisés sur la Figure 4-4. La Figure 4-5 et la Figure 4-6 quant à elles situent la position du taux de brai ainsi que le pourcentage de taches de sur-brai sur les graphes de la Figure 4-2 et de la Figure 4-3. Pour cette anode, bien que le taux de brai soit optimal, la valeur du pourcentage de blanc indique une anode à face rugueuse car le moule froid refroidit le brai liquide trop rapidement. Cette rugosité pourrait donner une impression d'une surface de sous-brai lors de l'inspection visuelle. Par contre, le logiciel d'analyse d'image prédit correctement le niveau du brai, légèrement supérieur à celui de l'anode standard.

En effet, le préchauffage du brai, de l'agrégat sec et du moule permet de maintenir le brai en état liquide lors de la préparation de la pâte d'anode et pendant la compaction. Cela permet aux particules de se réorganiser lors de la compaction et au brai de remplir les pores ainsi que le vide entre eux. Dans ce présent cas où le moule est resté froid, les particules de coke près de la surface n'ont pas pu se réorganiser lors de la compaction et le brai qui s'est refroidit trop rapidement n'a donc pas pu remplir le vide entre eux. La basse densité de  $1,44 \text{ g/cm}^3$  est un bon indicateur de ce fait. Cela justifie ainsi l'état rugueux de la surface de l'anode comme s'il en manquait du brai. Le logiciel arrive à détecter les deux phénomènes en même temps, ce qui est difficile à percevoir par l'inspection visuelle.

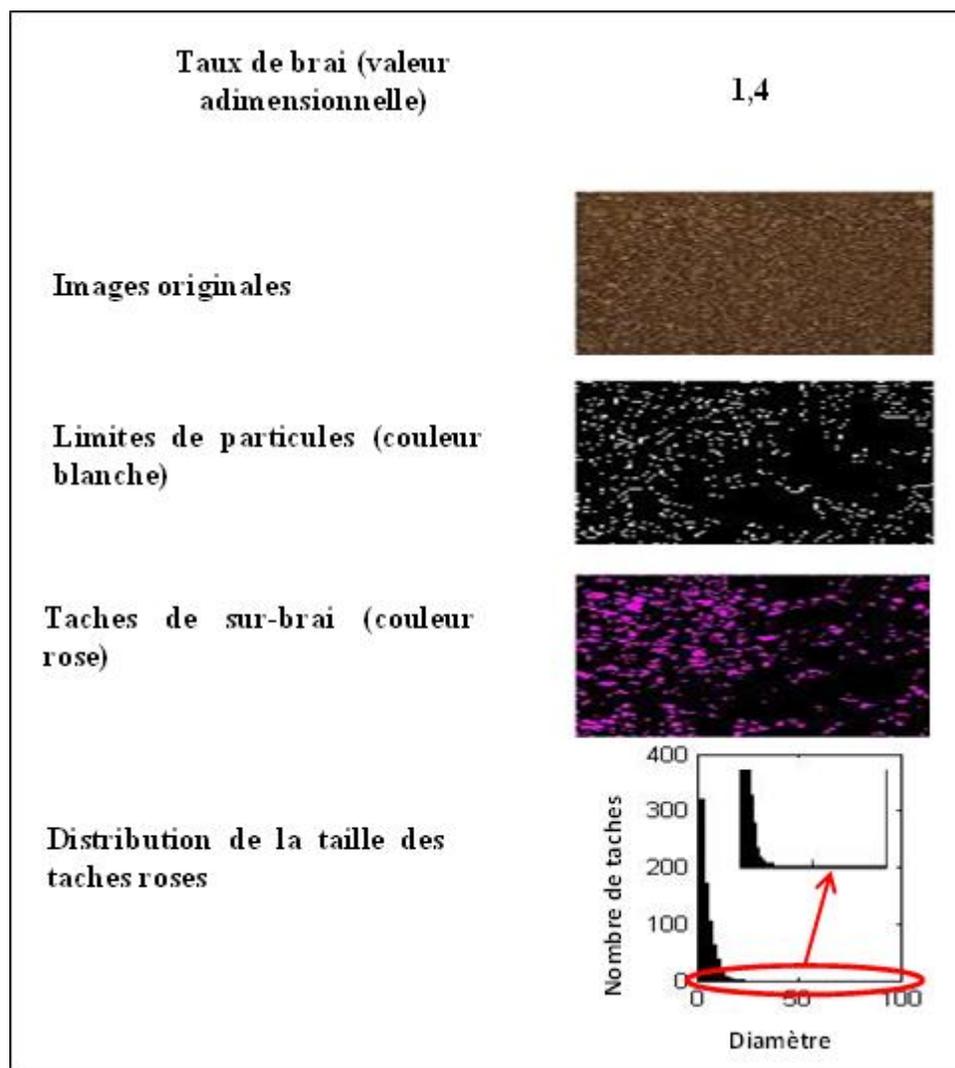


Figure 4-4: Résultat de l'analyse de l'anode avec du moule froid

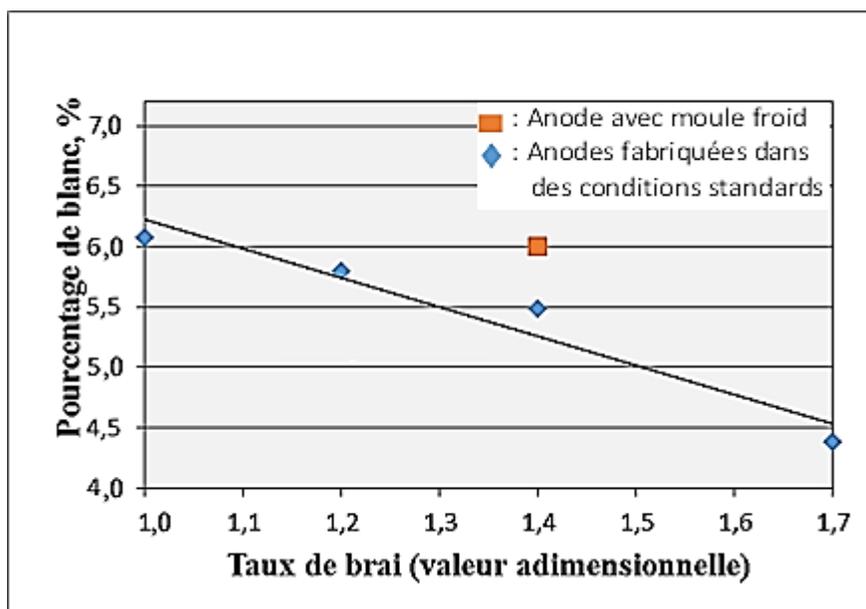


Figure 4-5: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode du moule froid

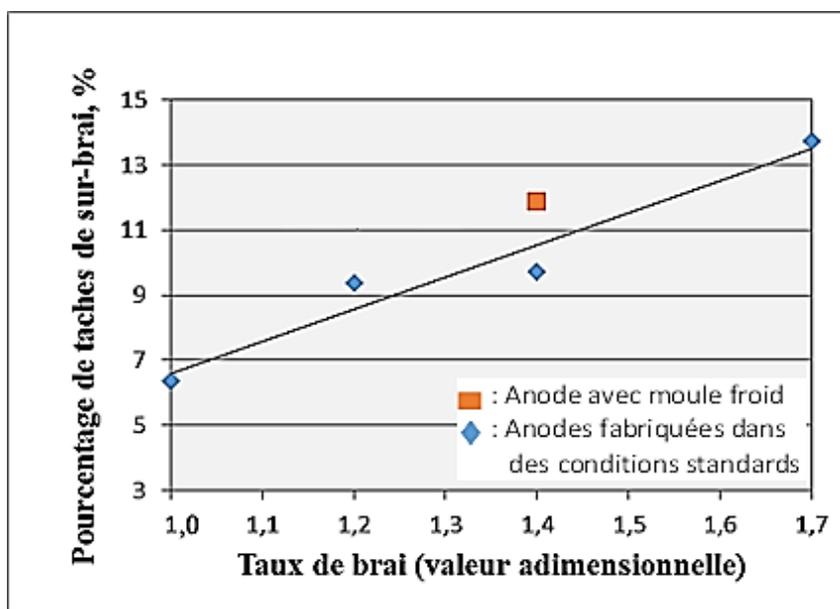


Figure 4-6: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode du moule froid

### **4.2.1.3. Influence des taches de brai grossières sur l'analyse d'images**

Les résultats obtenus suite au traitement de l'anode ALAB-6 (voir Tableau 3-2) fabriquée avec taches de brai visibles sur la face sont visualisés sur la Figure 4-7. La Figure 4-8 et la Figure 4-9 situent la position du taux de brai ainsi que le pourcentage de taches de sur-brai sur les graphes de la Figure 4-2 et de la Figure 4-3. Pour cette anode, la valeur du pourcentage de blanc est très faible, cela laisse croire qu'il s'agit d'une anode fortement en sur-brai ; cela est tout à fait normal, compte tenu de l'abondance de brai ajouté à la surface qui la rend plus lisse artificiellement. La distribution de la taille des taches roses de la Figure 4-7 confirme la présence de grosses taches de sur-brai sur la surface de cette anode.

La densité de  $1,56 \text{ g/cm}^3$  est proche de celle de l'anode standard de  $1,59 \text{ g/cm}^3$ . Étant donné que la densité du brai est plus faible que celle du coke, l'ajout du brai supplémentaire a baissé modérément la densité de l'anode en augmentant probablement le volume pour l'accommoder.

L'inspection visuelle dans ce cas pourrait indiquer une anode en sur-brai, mais le logiciel prédit correctement le niveau du brai (standard + 0,1 ; légèrement supérieur à celui de l'anode standard) et aussi le pourcentage de blanc.

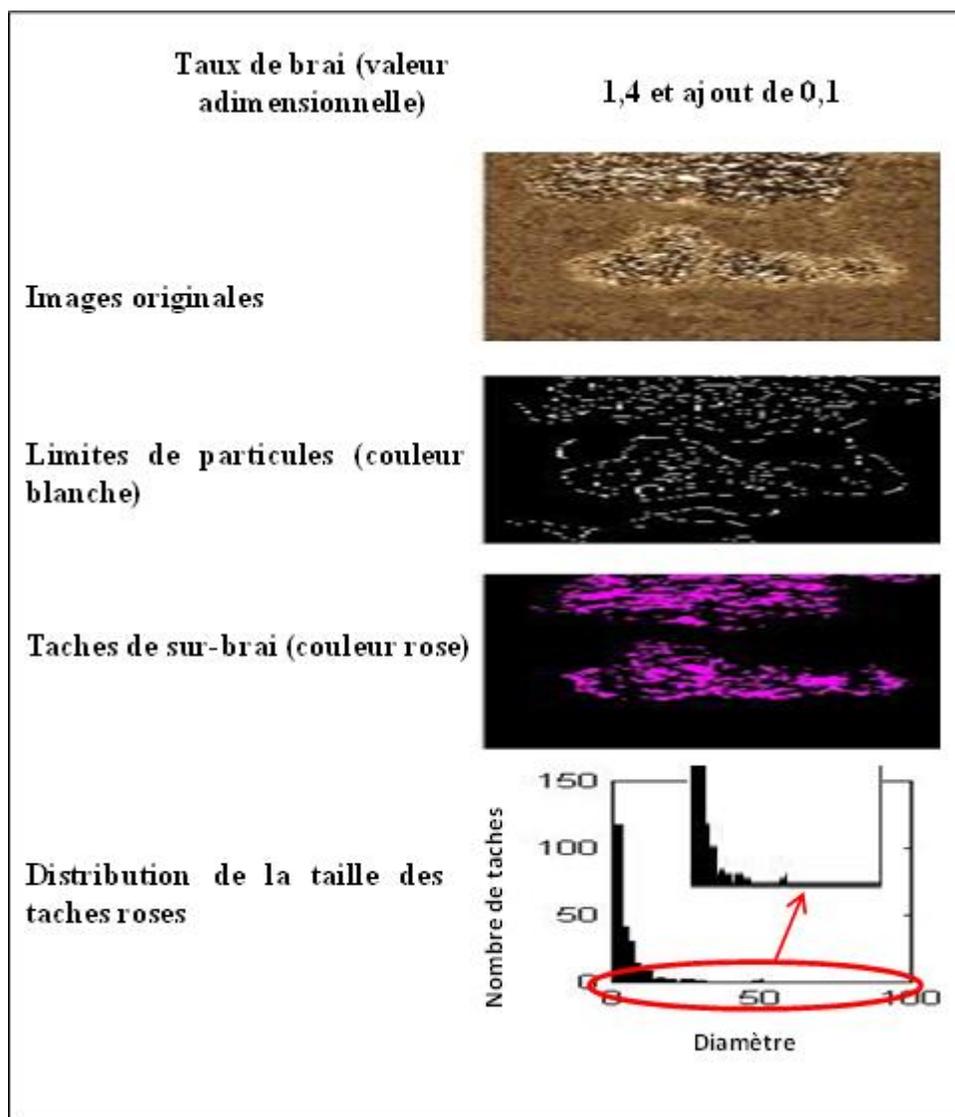


Figure 4-7: Résultat de l'analyse de l'anode avec taches de brai

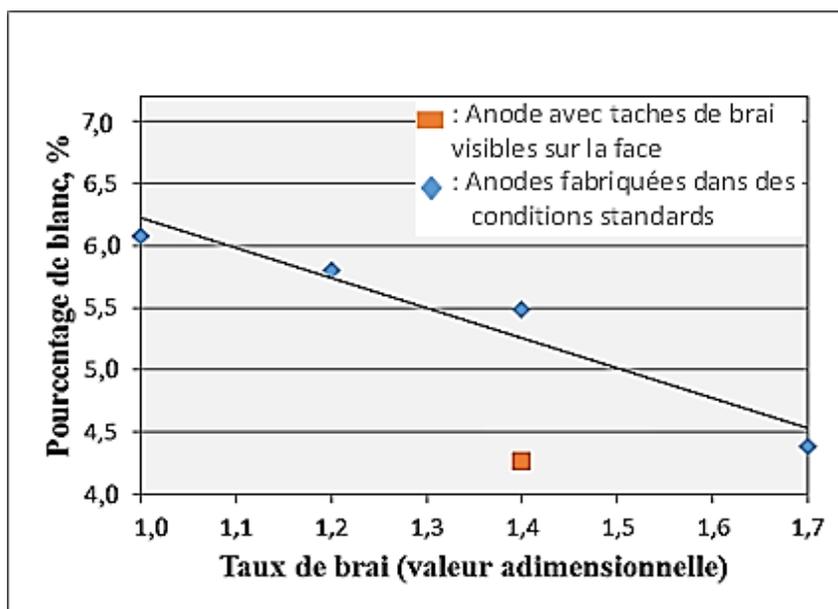


Figure 4-8: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode avec taches de brai

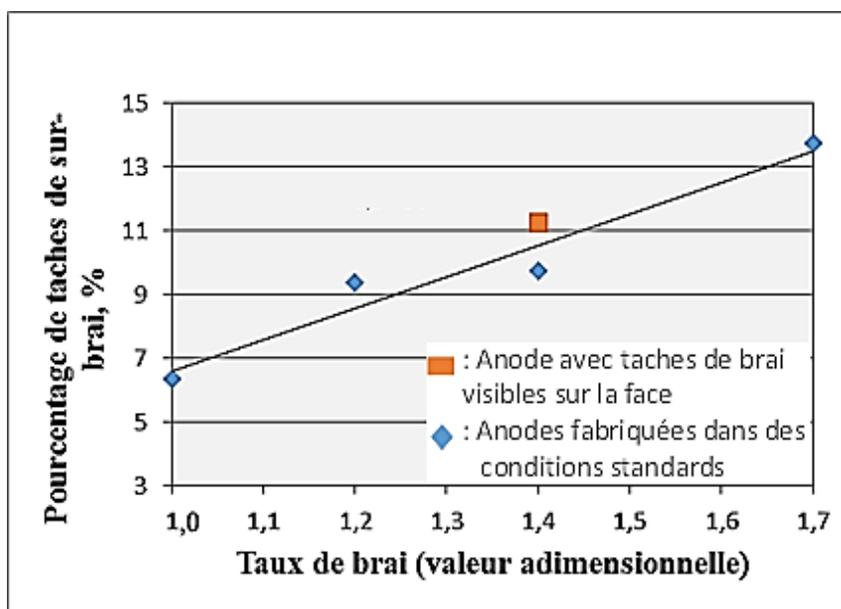


Figure 4-9: Positions sur le graphe 4-3 des pourcentages de rose que donne l'anode avec taches de brai

#### **4.2.1.4. Influence de la présence de taches d'huile à la surface de l'anode sur l'analyse d'images**

Les résultats obtenus suite au traitement de l'anode ALAB-7 (voir Tableau 3-2) fabriquée avec taches d'huile sur la face sont confinés dans la Figure 4-10. La Figure 4-11 et la Figure 4-12 situent la position du taux de brai ainsi que le pourcentage de taches de sur-brai sur les graphes de la Figure 4-2 et de la Figure 4-3. Pour cette anode, bien que le taux de brai soit optimal, la valeur du pourcentage de blanc indique une anode à face rugueuse car l'huile refroidit le moule qui à son tour refroidit le brai. Ce cas rejoint celui traité avec moule froid du vibro-compacteur, l'huile étant à la température ambiante. Toutefois, le moule ici est refroidit progressivement, ce qui n'est pas pareil dans le cas où le moule est resté froid tout le temps. Pour cette raison, la densité est de  $1,57 \text{ g/cm}^3$ , légèrement moins que celle de l'anode standard (comparée à  $1,44 \text{ g/cm}^3$  de l'anode ALAB - 5 du cas de moule froid).

L'ajout excessif de l'huile modifie aussi l'apparence de la surface et le logiciel prédit une anode en sous-brai. Le refroidissement graduel de la température dans le moule du vibro-compacteur a probablement joué un rôle aussi pour la sous-détection du niveau de brai. Les résultats montrent que si un tel cas est détecté mais le niveau de brai est normal et la densité est acceptable, il y a une forte possibilité d'un problème opérationnel dans l'usine.

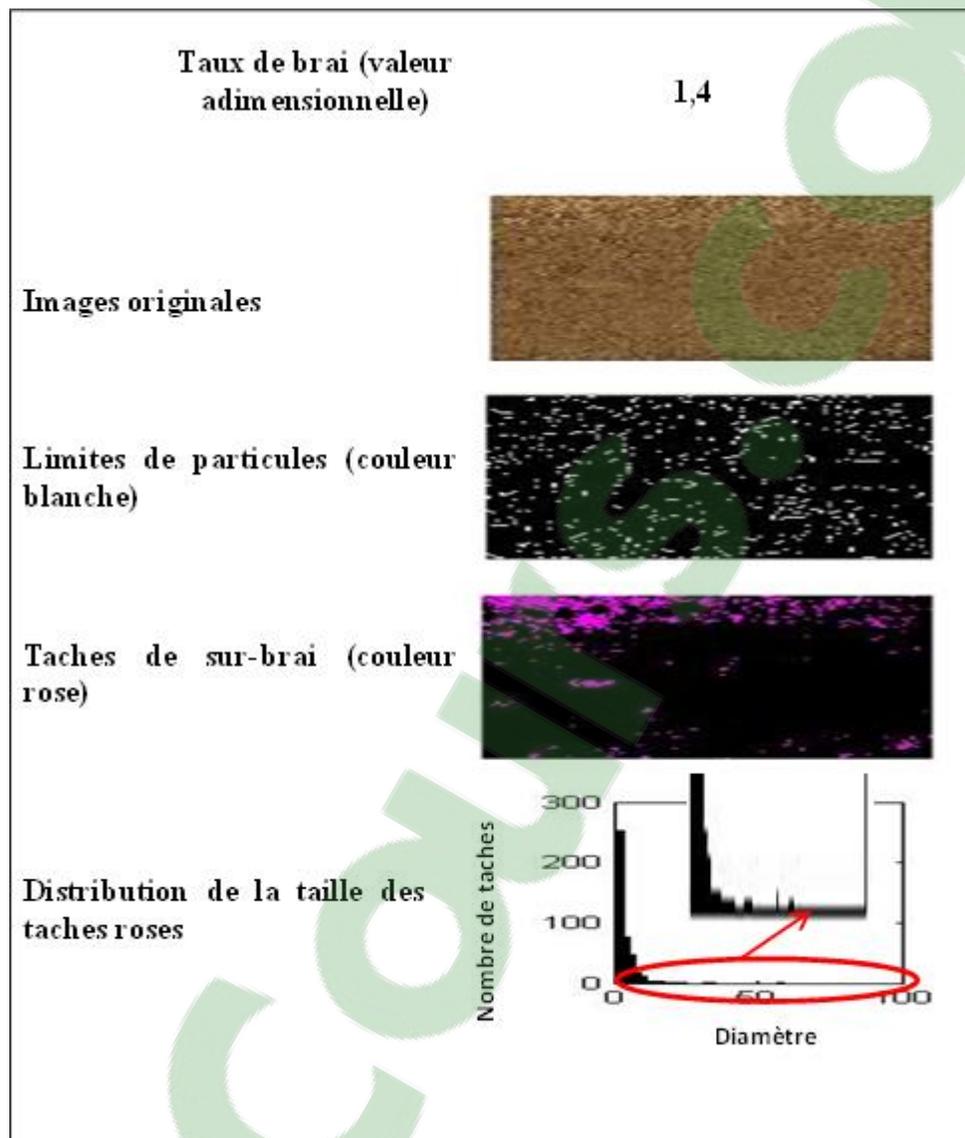


Figure 4-10: Résultat de l'analyse de l'anode avec taches d'huile sur la face

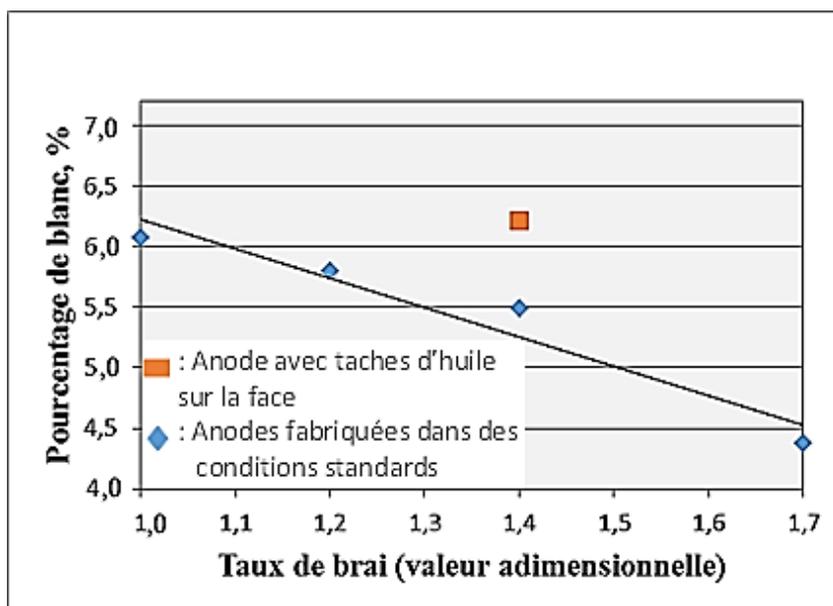


Figure 4-11: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode avec taches d'huile

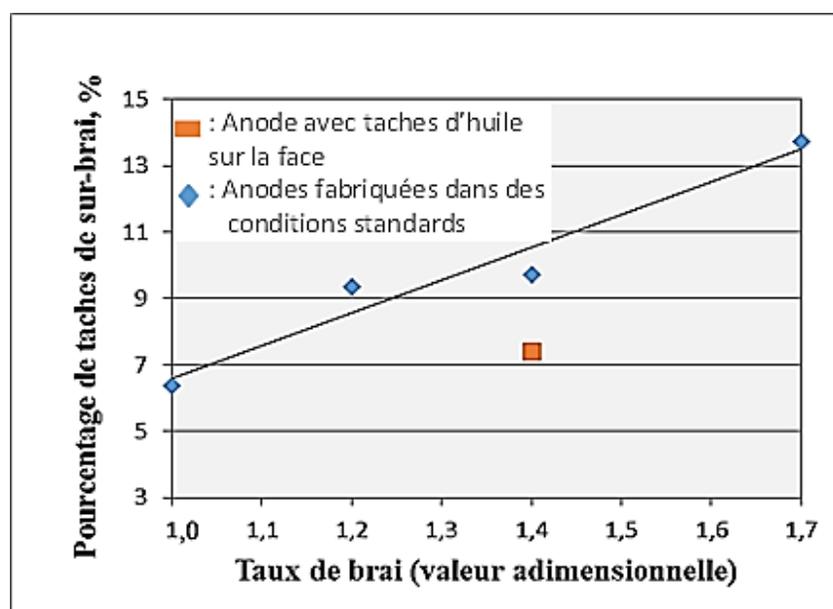


Figure 4-12: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode avec taches d'huile

#### **4.2.1.5. Influence de jets d'eau à la surface de l'anode sur l'analyse d'images**

Les résultats obtenus suite au traitement de l'anode ALAB-8 (voir Tableau 3-2) fabriquée avec jets d'eau sur la face sont visualisés sur la Figure 4-13. La Figure 4-14 et la Figure 4-15 situent la position du taux de brai ainsi que le pourcentage de taches de sur-brai sur les graphes de la Figure 4-2 et de la Figure 4-3. Pour cette anode, bien que le taux de brai soit optimal, la valeur du pourcentage de blanc indique une anode à face rugueuse car les jets d'eau refroidissent le moule qui à son tour refroidit le brai trop rapidement.

Ce cas rejoint ceux des anodes ALAB-5 fabriquée avec le moule froid et ALAB-7 où une quantité excessive d'huile est ajoutée à la surface. La densité est baissée à  $1,55 \text{ g/cm}^3$  à cause de refroidissement du moule. Mais, la température de l'eau (de robinet) étant plus froide que la température ambiante (la température de l'huile du cas ALAB-7), l'anode est plus rugueuse que celle d'ALAB-7 comme le montre la Figure 4-14. De plus, le niveau de brai est sous-estimé (voir la Figure 4-15), et cela pourrait être à cause de la basse température de l'eau qui refroidit certaines régions de la surface rapidement (l'eau étant un milieu avec des excellentes caractéristiques pour le transfert de chaleur). Ce mécanisme est probablement responsable de la présence des taches de brai aux extrémités de la surface (surtout à la partie supérieure de la surface) où le brai a pu apparaître, mais pas au milieu de la surface qui était en contact avec l'eau froide.

Encore une fois, la prédiction d'un tel cas par le logiciel avec un niveau de brai normal et une densité acceptable pourrait indiquer une anomalie dans l'opération.

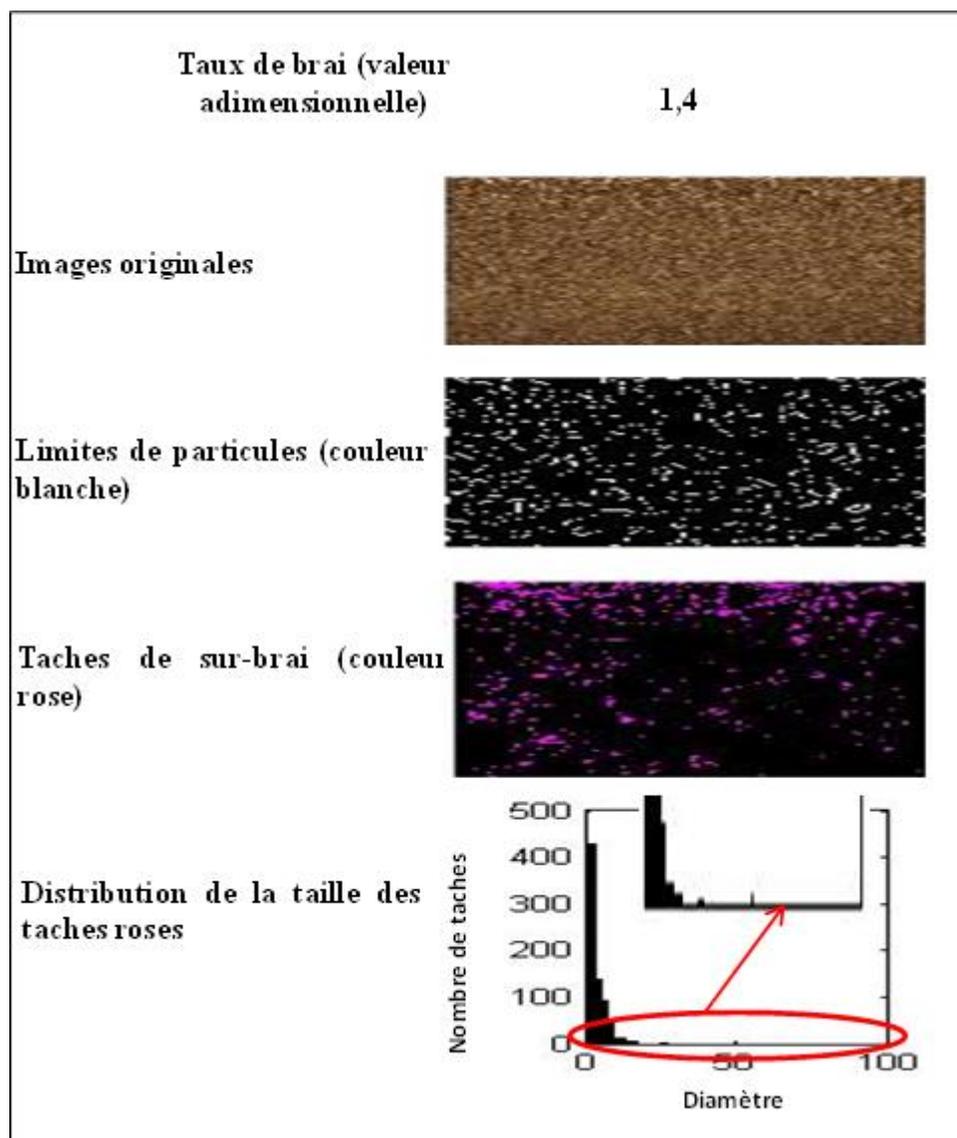


Figure 4-13: Résultat de l'analyse de l'anode avec jets d'eau sur la face

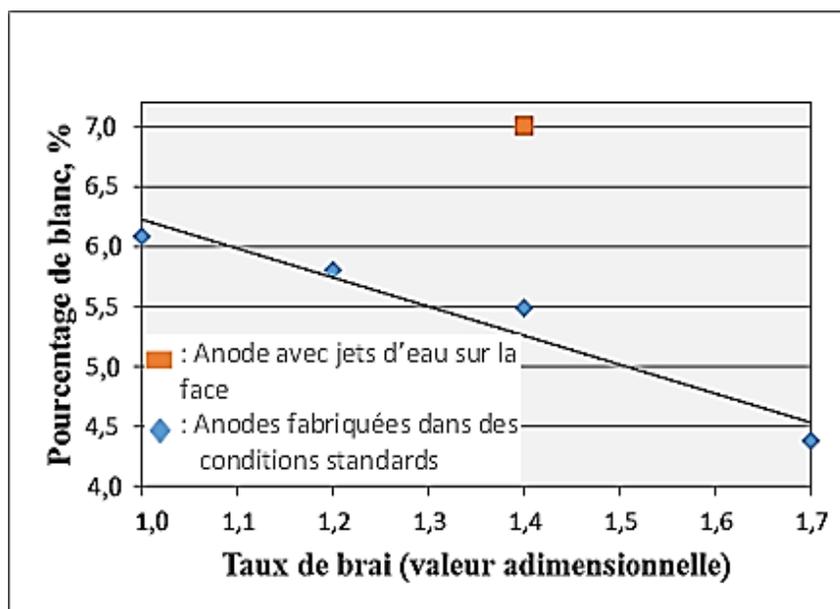


Figure 4-14: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode avec jets d'eau

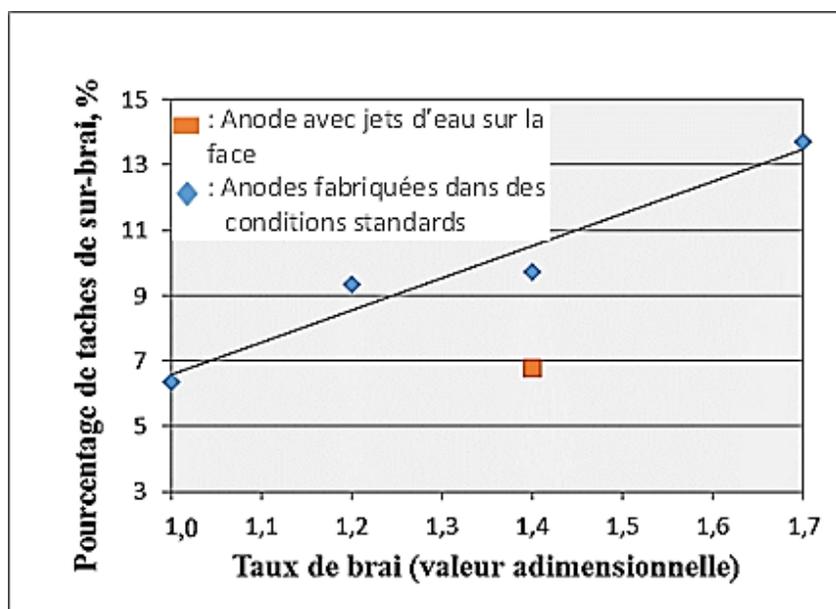


Figure 4-15: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode avec jets d'eau

#### **4.2.1.6. Influence de la granulométrie sur l'analyse d'images**

Les résultats obtenus suite au traitement de l'anode ALAB-9 (voir Tableau 3-2) non homogène sont visualisés sur la Figure 4-16. La Figure 4-17 et la Figure 4-18 situent la position du taux de brai ainsi que le pourcentage de taches de sur-brai sur les graphes de la Figure 4-2 et de la Figure 4-3. La Figure 4-16 démontre clairement la présence des couches (stratification) de différents types de particules. La densité de cette anode est certainement très basse (1,43 g/cm<sup>3</sup>). Ce cas montre clairement l'importance de la granulométrie pour la fabrication d'une anode de haute qualité.

Pour la partie de la surface où les particules fines se trouvent, l'apparence est lisse grâce au brai qui entoure ces particules; et sur la partie où les grosses particules sont présentes, une apparence rugueuse est observée dû à la porosité élevée (Figure 4-16). Un milieu des grosses particules ont beaucoup moins de blanc que celui des particules fines. Donc, l'effet global est la prédiction d'une surface plus lisse par le logiciel par rapport à une anode fabriqué normalement avec le même niveau de brai.

Pour cette anode, le taux de brai prédit est légèrement plus bas comparé à celui d'une anode avec le même niveau de brai à cause de l'anomalie créée par les conditions de fabrication discutées plus haut. Certainement, une telle anode ne serait jamais produite par l'industrie. Le logiciel prédit des résultats qui sont tout à fait raisonnables.

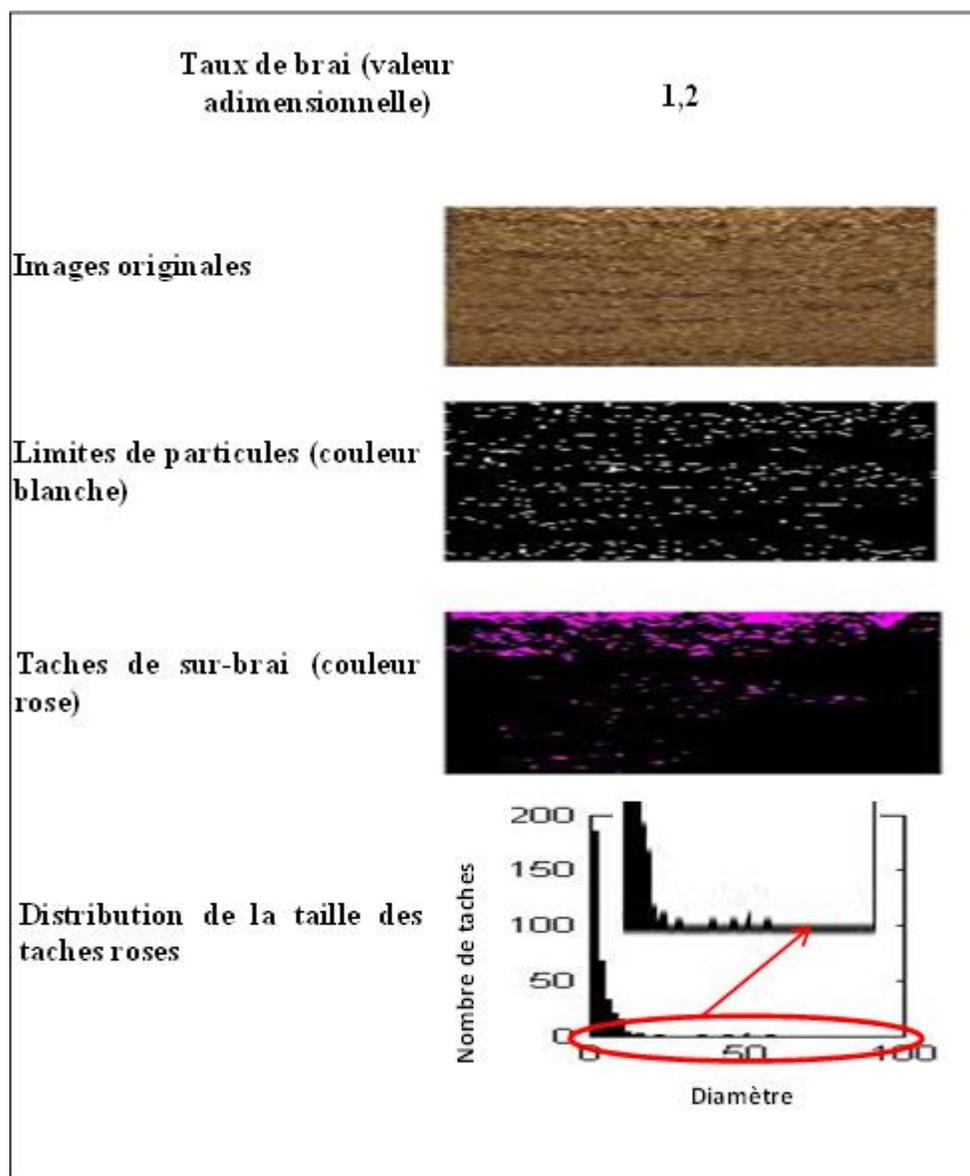


Figure 4-16: Résultat de l'analyse de l'anode faite avec séparation de particules

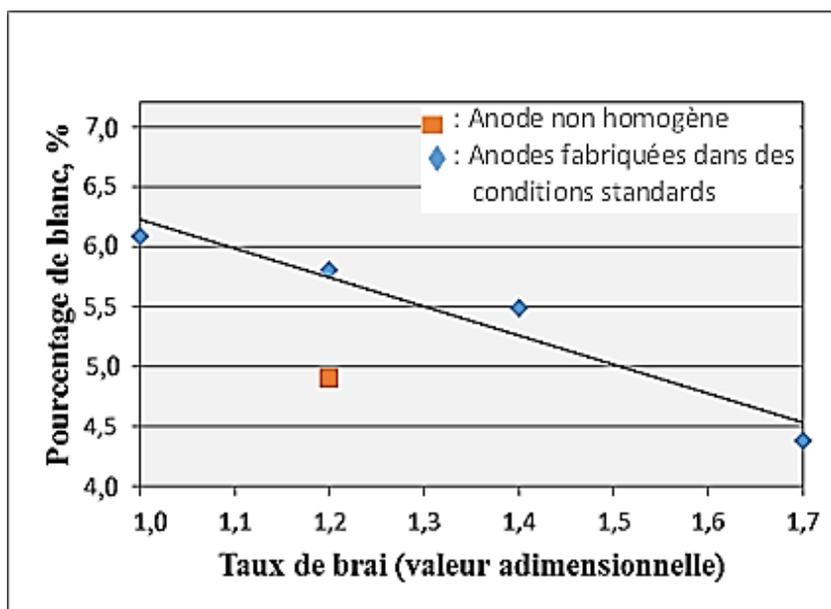


Figure 4-17: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode non homogène

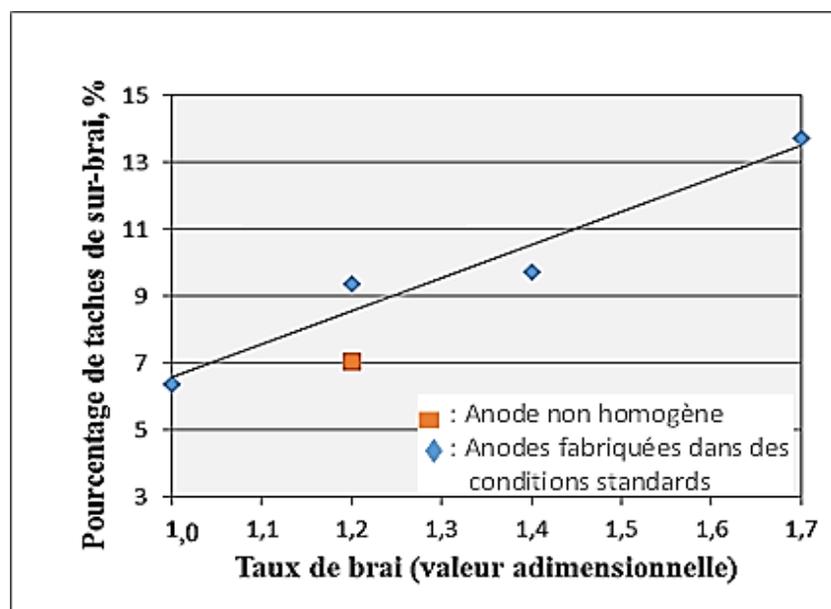


Figure 4-18: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode non homogène

#### **4.2.1.7. Influences des tailles des particules de mégots sur l'analyse d'images**

Les résultats obtenus suite au traitement de l'anode particulière ALAB-10 (voir Tableau 3-2) sont visualisés sur la Figure 4-19. La Figure 4-20 et la Figure 4-21 quant à elles situent la position du taux de brai ainsi que le pourcentage de taches de sur-brai sur les graphes de la Figure 4-2 et de la Figure 4-3. Pour cette anode, bien que le taux de brai soit optimal, la valeur du pourcentage de blanc indique une anode à face rugueuse. Le niveau de brai est aussi sous-estimé.

Le mégot est la partie recyclée de l'anode et contient du brai cokéfié. Ainsi, il est moins poreux que le coke et constitue à environ un quart de l'agrégat sec. Étant donné que la granulométrie normale est préservée, l'utilisation des particules plus grandes de mégots dans la préparation de la recette de cette anode requiert la compensation des particules plus petites de mégot par les particules de coke. Aussi, chaque fraction de particules est fixe, et cela réduit la quantité des particules de coke de grande taille. C'est bien connu que, pour une quantité égale, des petites particules offrent une plus grande surface (incluant les pores) que des grosses particules. Donc, plus de brai pénètre les particules de coke, ce qui résulte en un milieu de moins de brai que le cas standard. Le logiciel prédit une surface plus rugueuse et une anode de sous-brai comme prévu. La densité est de  $1,61 \text{ g/cm}^3$  (légèrement plus élevée que celle de l'anode standard,  $1,59 \text{ g/cm}^3$ ) à cause de la granulométrie utilisée.

La distribution du brai dans une anode peut varier selon la granulométrie, les propriétés des coques, la non-homogénéité du coke et les conditions de fabrication de l'anode que sont le malaxage et le compactage.

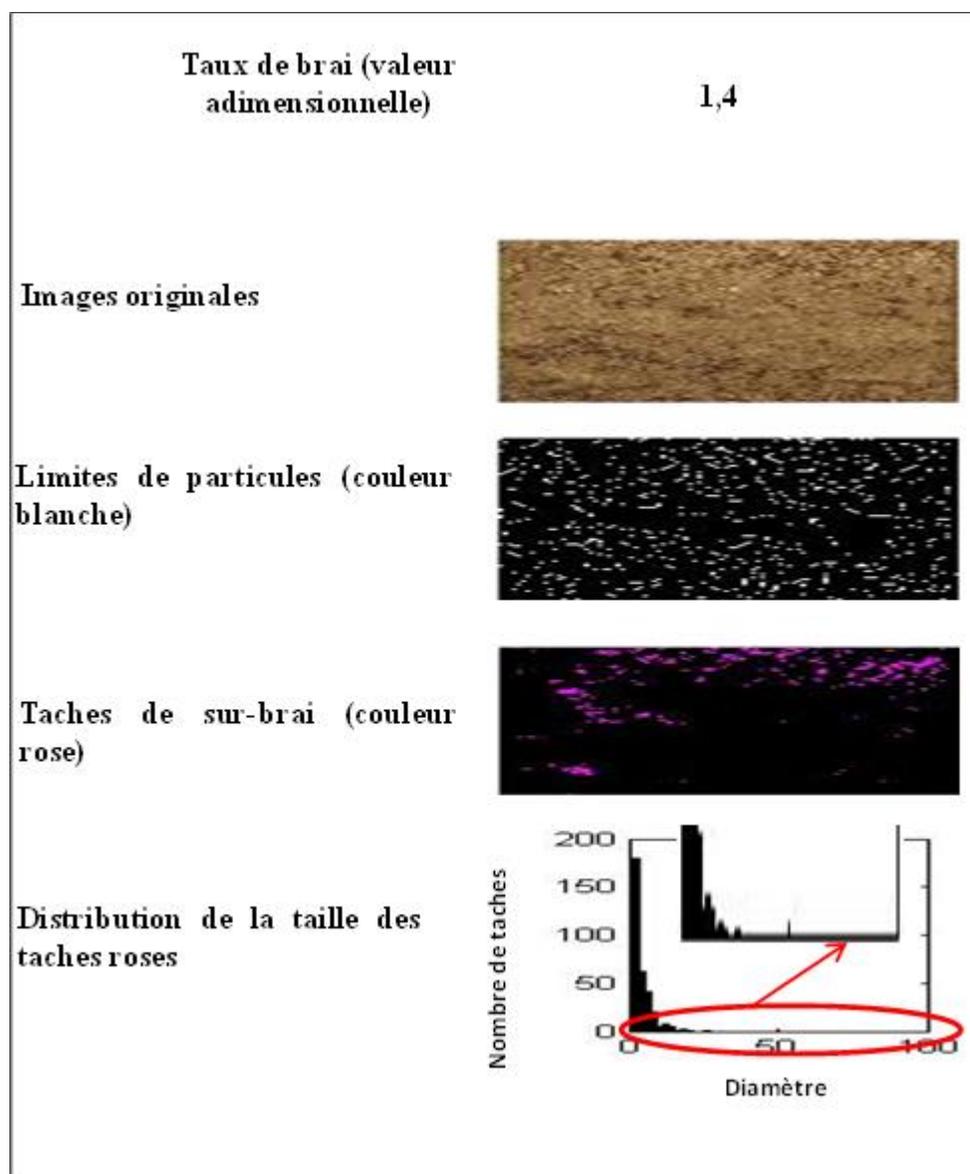


Figure 4-19: Résultat de l'analyse de l'anode faite avec de grosses particules de mégots

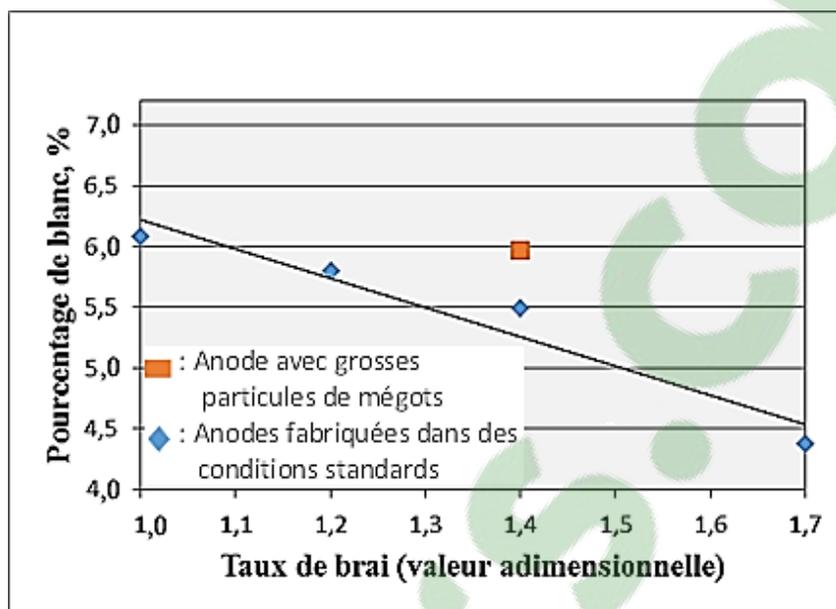


Figure 4-20: Position sur le graphe 4-2 du pourcentage de blanc que donne l'anode faite avec de grosses particules de mégots

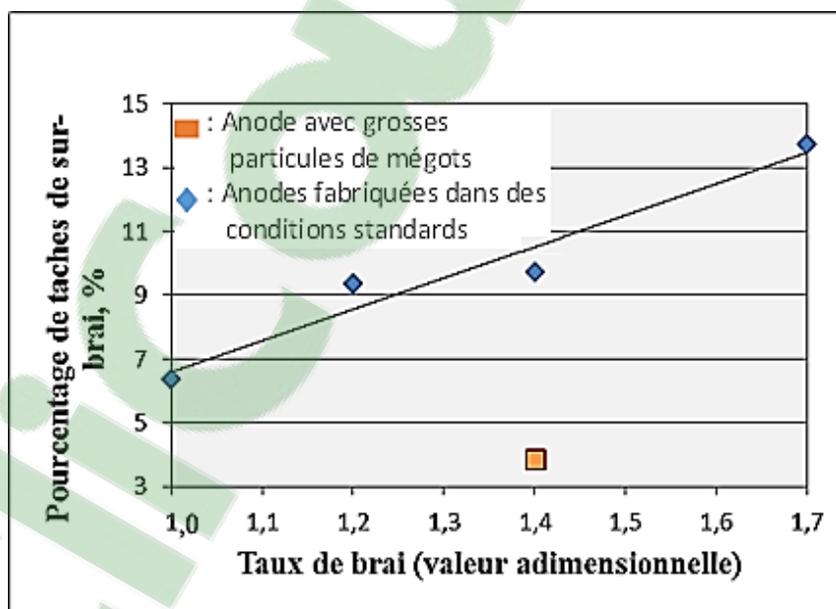


Figure 4-21: Position sur le graphe 4-3 du pourcentage de rose que donne l'anode faite avec de grosses particules de mégots

#### **4.2.1.8. Remarques**

Les résultats démontrent que :

- Les conditions d'opération durant la fabrication d'une anode affectent significativement la texture et l'apparence de sa surface,
- Les tailles des taches de sur-brai sur les anodes étudiées varient d'une anode à une autre dépendant des paramètres d'opération,
- Le logiciel prédit des résultats qui correspondent aux spécificités des anodes. Dans des conditions normales, il détecte le niveau de brai correctement. Il peut indiquer aussi des anomalies dans l'opération si le niveau de brai ne correspond pas à celui utilisé dans la recette.

Concernant le pourcentage et la taille des taches de sur-brai, il serait bien de préciser qu'une anode fabriquée avec un faible taux de brai peut cependant présenter de grosses taches de brai isolées sur la face car la distribution du brai dans une anode peut varier selon la granulométrie, les propriétés des cokes, la non homogénéité du coke et les conditions de fabrication de l'anode que sont le malaxage et le compactage [32, 45, 75-81].

#### **4.2.2. Anodes industrielles**

##### **4.2.2.1. Étude préliminaire avec une anode industrielle rejetée**

Le logiciel d'analyse d'images développé par le personnel de la chaire de carbone est utilisé pour l'analyse de la petite face d'une anode industrielle (Figure 4-22). La première approche basée sur l'état de surface de l'anode a permis d'avoir un pourcentage de blanc de 15,36%. Cette valeur indique le degré de rugosité de la face de cette anode.

La deuxième approche basée sur la distribution des couleurs primaires a permis de trouver les taches de sur-brai selon les différentes couleurs primaires que sont le rouge, vert et bleu.

La superposition des trois images obtenues permet de retenir en définitif les taches de sur-brai qui représentent pour cette anode 4,03 % de la petite surface. Pour cette deuxième approche, il faut préalablement mesurer l'illumination de l'arrière-plan à cause du coke et soustraire l'éclairage de fond de l'image originale avant de mesurer la distribution des couleurs verte, rouge et bleu et marquer ensuite les patches avec sur-brai par couleurs rose pour les différents cas.

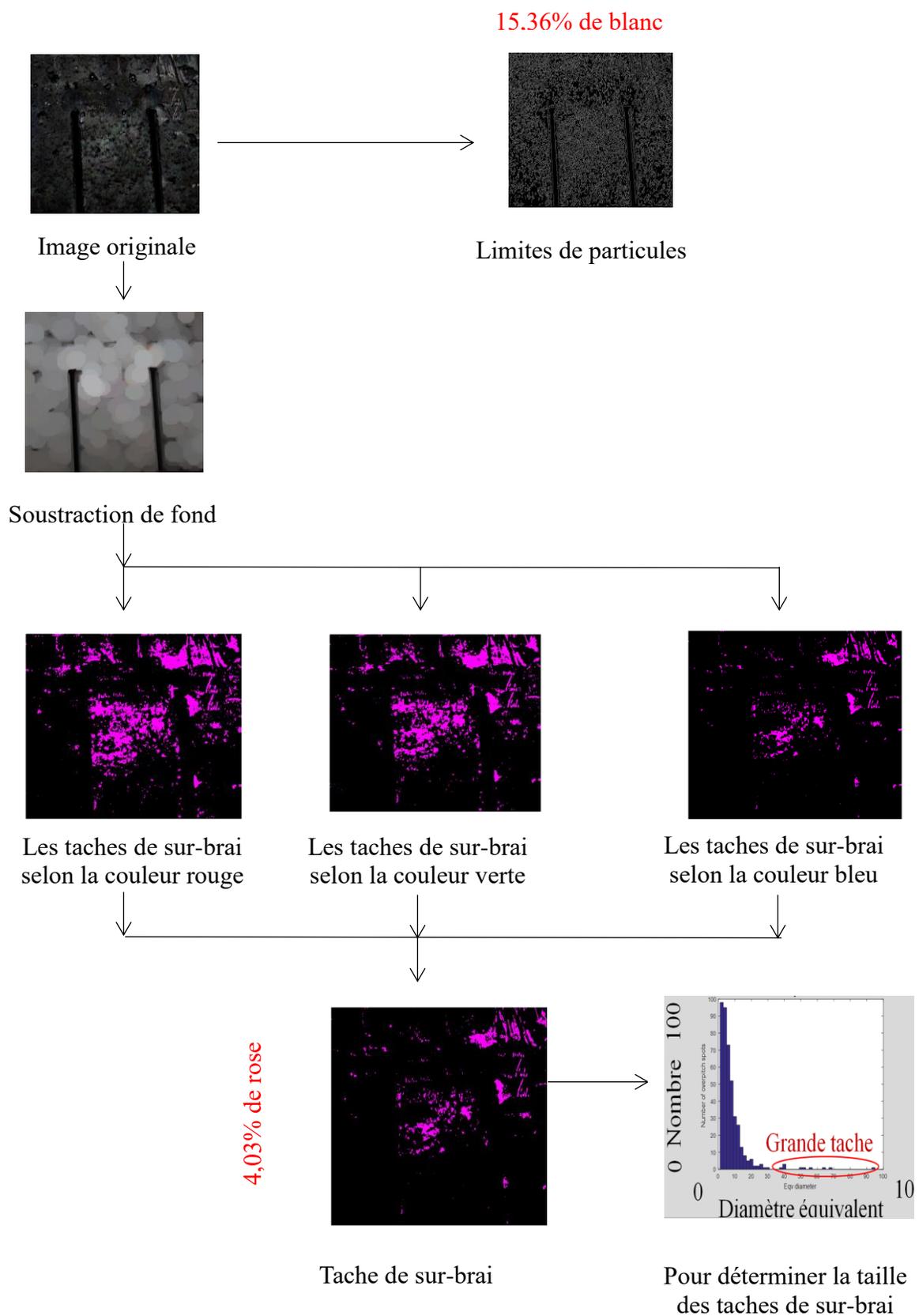


Figure 4-22: Les étapes de l'analyse d'image de la surface d'une anode industrielle

#### **4.2.2.2. Anodes issues des vibro-compacteur V1 et V2**

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces (voir Figure 3-8) de l'anode standard AIND-1 (voir Tableau 3-3) sont visualisés sur la Figure 4-23. La Figure 4-24 indique l'évolution des limites de particules selon les différentes faces de l'anode. Quant à la Figure 4-25, elle exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

Le pourcentage de couleur blanche traduisant les limites de particules varie de façon insignifiante d'une face à une autre. L'état de surface de toutes les faces de cette anode est donc quasiment identique. Cela indique possiblement que le moule du vibro-compacteur a une température globale relativement homogène sur toutes ses faces. Quant aux taches de sur-brai, il est constaté que la face 1 et la face 4 sont les plus tachetées.

Les résultats pour les autres anodes sont présentés à l'ANNEXE-1. On peut voir certaines variations de la distribution de blanc et des taches de sur-brai. Au terme de l'analyse avec le logiciel développé par la chaire de recherche sur le carbone, il ressort que la face 1 et la face 4 présentent beaucoup plus de taches de sur-brai pour les anodes issues du vibro-compacteur V1. Quant aux anodes issues du vibro-compacteur V2, les faces 1 et 2 sont celles qui présentent beaucoup plus de taches de sur-brai. La face 1 de ces anodes est celle qui est généralement la plus lisse.

Les anodes de très grandes dimensions sont non homogènes, et la distribution du brai peut varier énormément. Pour l'application du logiciel à l'usine, plusieurs essais devraient être réalisés et des critères pour la détermination des anodes en sur-brai doivent être déterminés. Après donc que ces critères de sur-brai soient déterminés, le dispositif

d'analyse d'images permettra de mettre au rebut les anodes en sur-brai avant que celles-ci ne passent à la phase de cuisson.

Par ailleurs, il ressort clairement que la distribution du brai dans une anode ainsi que l'état de surface d'une anode (sur-brai ou sous-brai) peuvent varier selon la granulométrie, les propriétés des cokes, la non-homogénéité du coke, le malaxage de la pâte, les paramètres de fonctionnement des vibro-compacteurs. Les résultats ont montré que la distribution du brai sur les surfaces des anodes industrielles est très variable. Ceci est la raison pour laquelle l'industrie a besoin d'un outil de contrôle pour détecter le sur-brai pour chaque anode en ligne.

La méthode et le logiciel développé donnent la distribution du brai et l'objectif du projet est achevé. Cependant, il faut déterminer un seuil pour rejeter des anodes qui n'ont pas une distribution de brai acceptable. Ce critère est différent pour chaque usine. Donc, les tests doivent être effectués à l'usine où cet équipement sera utilisé en ligne.

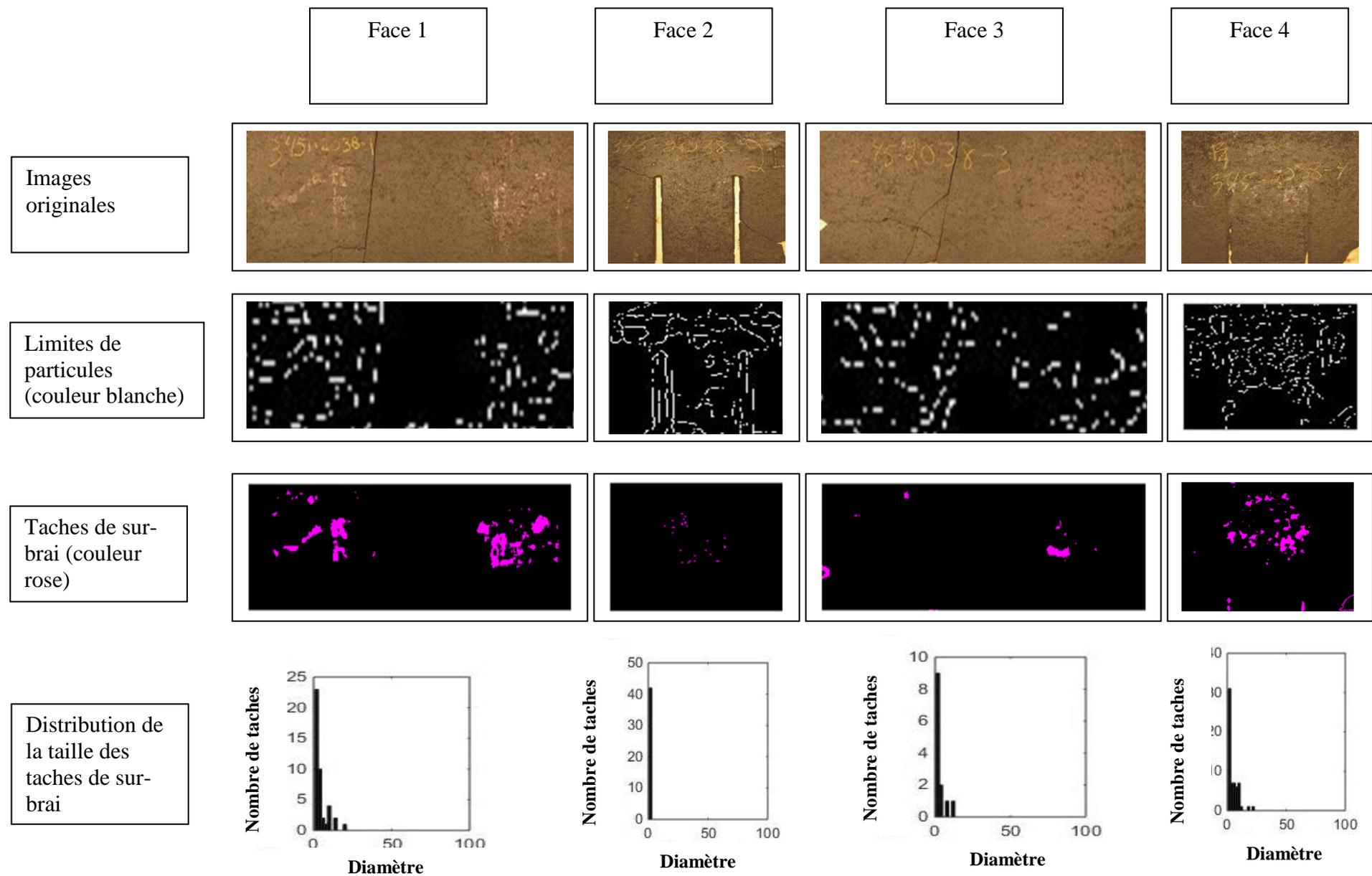


Figure 4-23: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard AIND-1

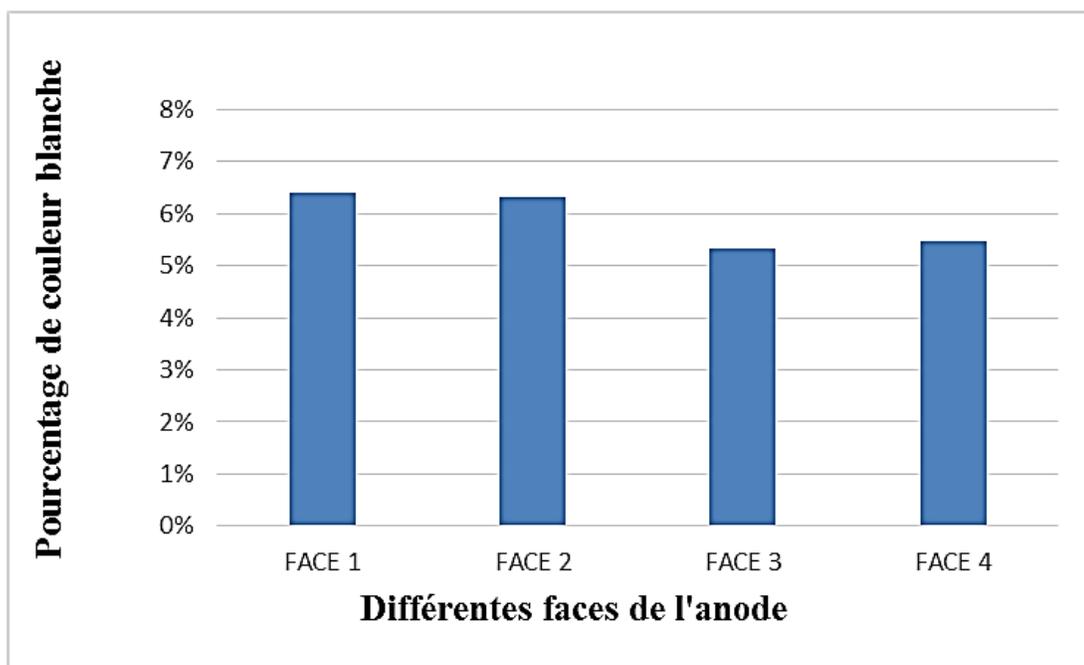


Figure 4-24: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode standard AIND-1

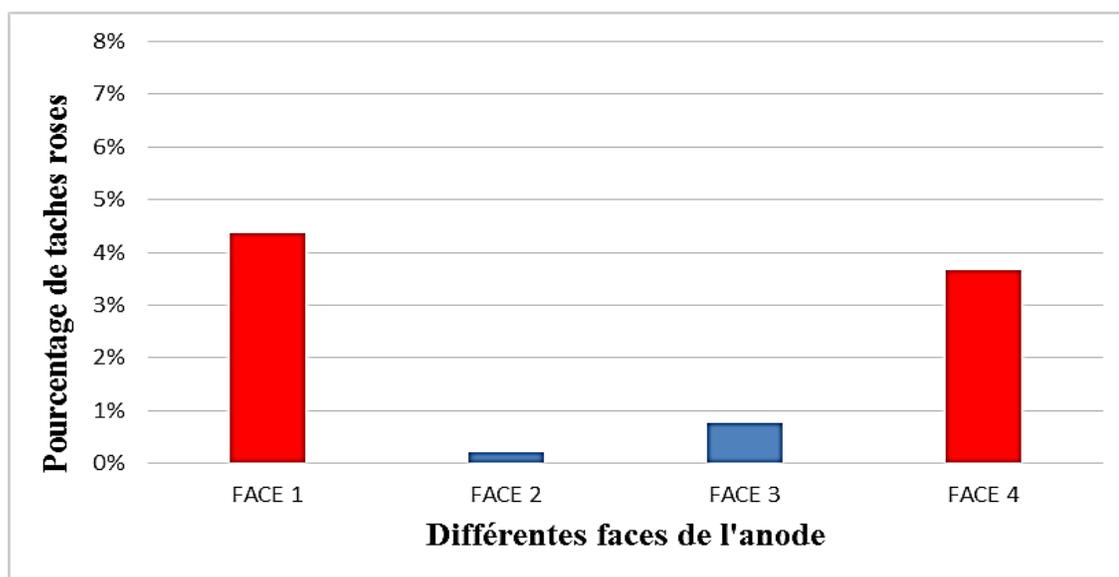


Figure 4-25: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode standard AIND-1

### **4.3. Analyse chimique**

Le premier but de cette partie est de comparer les résultats mesurés avec les résultats prédits par le logiciel développé afin de le valider. Le deuxième but est de déterminer si le taux de brai des surfaces des anodes représente le taux du brai de l'anode entière dans le cas des anodes de laboratoire.

#### **4.3.1. Anodes de laboratoire**

L'analyse spectrophotométrique est utilisée pour l'analyse des anodes ALAB-1, ALAB-2 et ALAB-3 (voir tableau 3.1) présentant des taux de brai respectifs de 1, de 1,2 et de 1,4.

Il faut toutefois rappeler que la dilution du brai pur s'est faite avec une quantité importante de solvant afin que le spectrophotomètre soit capable de lire l'absorbance de la solution obtenue. C'est cette même quantité de solvant qui est utilisée pour l'analyse de tous les échantillons d'anode. Il est à noter que la couleur de la solution de solvant contenant du brai varie en fonction du taux de brai. Elle devient plus jaunâtre quand le taux de brai est grand. Les images à la Figure 4-26, à la Figure 4-27, à la Figure 4-28 et à la Figure 4-29 donnent une idée de la variation de couleur de la solution avec et sans brai aussi bien que la solution contenant le brai pur. Il est important pour la spectrophotométrie que l'absorbance se situe dans la plage de travail de l'équipement. L'absorbance minimale est celle du solvant pure (Figure 4-26). L'absorbance maximale est lorsque le brai pur est utilisé avec le solvant (Figure 4-29). Cette absorbance maximale doit être inférieure à celle de la plage maximale de l'équipement. Cette condition peut être obtenue en ajustant la

dilution par le solvant. La valeur de l'absorbance pour un échantillon d'anode doit être comprise entre le maximum et le minimum (Figure 4-28). Il pourrait y avoir une influence des particules de coke dans l'analyse (Figure 4-27). L'effet des particules en suspension doit également être réduit par dilution.



Figure 4-26: Solvant pur dans le doseur



Figure 4-27: Solvant au coke pur dans le doseur

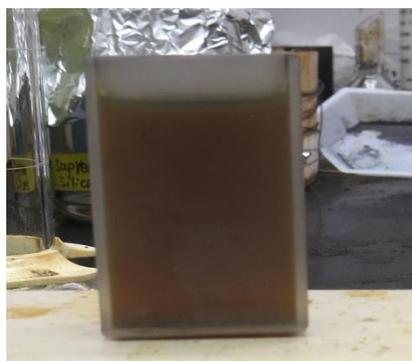


Figure 4-28: Solvant avec un échantillon d'anode de taux de brai 1,4



Figure 4-29: Solvant avec du brai pur

Le logiciel développé par la Chaire de recherche sur le carbone a permis de trouver le pourcentage de couleur rose sur la face de chaque échantillon analysé. Cette couleur rose correspond aux taches de sur-brai.

Seize sections de la face 1 de l'anode ALAB-1 comme indiqué à la Figure 4-30 sont faites et analysées au spectrophotomètre. Les valeurs obtenues pour ces différentes sections sont confinées dans le Tableau 4-1 et visualisées sur le graphe à la Figure 4-31.

Le graphe à la Figure 4-31 montre que les valeurs extérieures et intérieures sont sensiblement proches. En outre, elles subissent la même évolution que le pourcentage de taches de sur-brai trouvé à l'aide du logiciel de l'analyse d'images. Cela confirme que la répartition du brai observée sur la surface de cette anode est presque identique à celle à l'intérieur (dans la zone près de la surface).

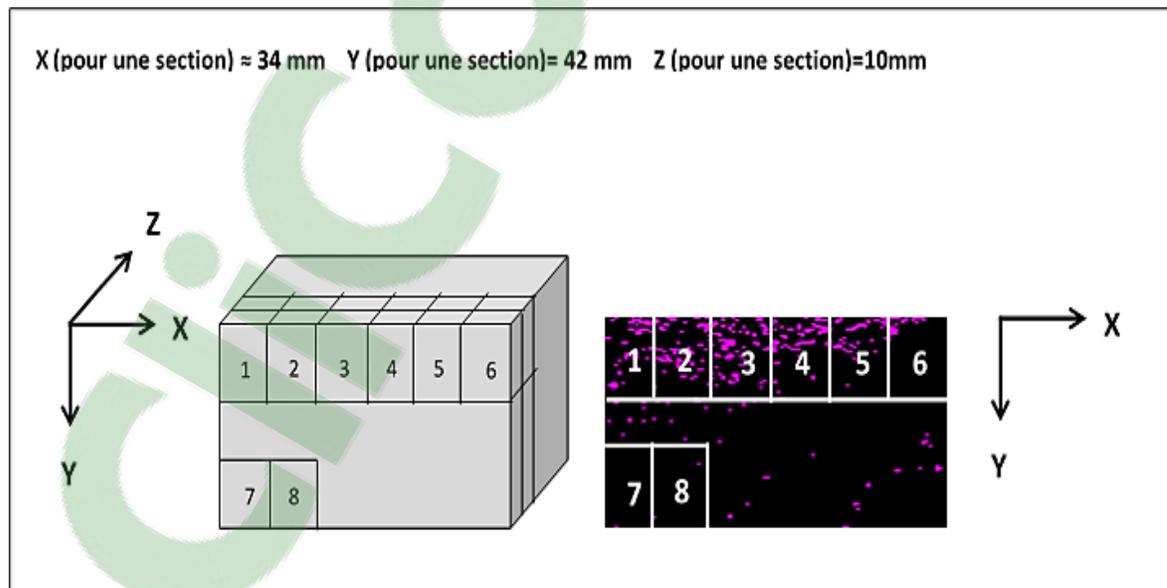


Figure 4-30: Sections à analyser pour l'anode ALAB-1 en sou-brai

Tableau 4-1: Valeurs indiquées par le spectrophotomètre pour l'anode de taux de brai 1 (ALAB-1)

Sections	Extérieur (E)	Intérieur (I)	(I-E)/E	% de rose
1	3,335	3,336	0,03%	12,270
2	3,394	3,362	-0,94%	13,611
3	3,414	3,498	2,46%	15,849
4	3,351	3,358	0,21%	12,505
5	3,300	3,327	0,82%	8,016
6	3,247	3,197	-1,54%	3,724
7	3,125	3,052	-2,34%	0,404
8	2,479	2,882	16,26%	0,270

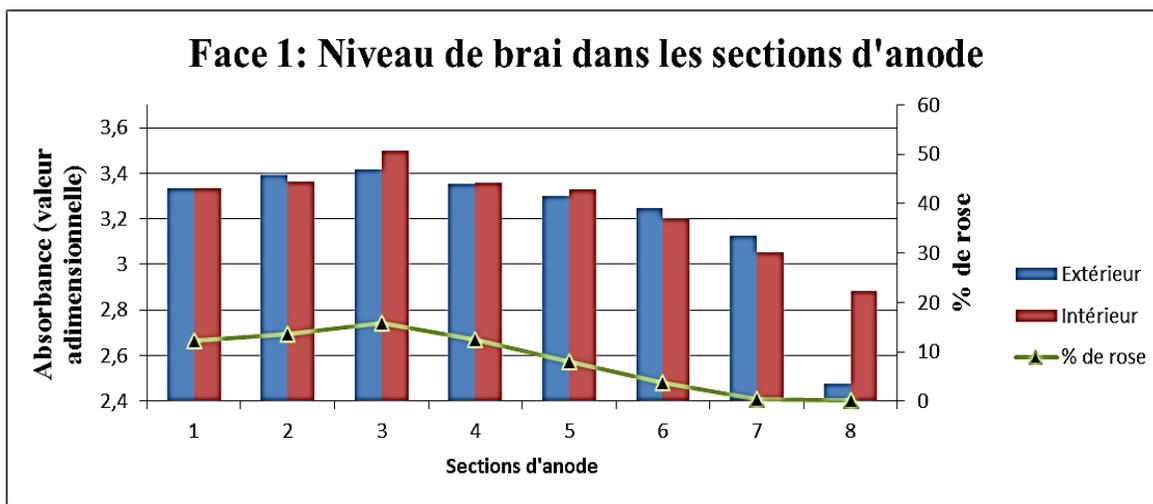


Figure 4-31: Evolution du niveau de brai pour l'anode de taux de brai 1 (ALAB-1)

Seize sections de la face 1 de l'anode ALAB-2 comme indiqué à la Figure 4-32 sont faites et analysées au spectrophotomètre. Les valeurs obtenues pour ces différentes sections sont confinées dans le Tableau 4-2 et visualisées sur le graphe à la Figure 4-33. Les mêmes tendances que celles de l'anode ALAB-1 sont observées.

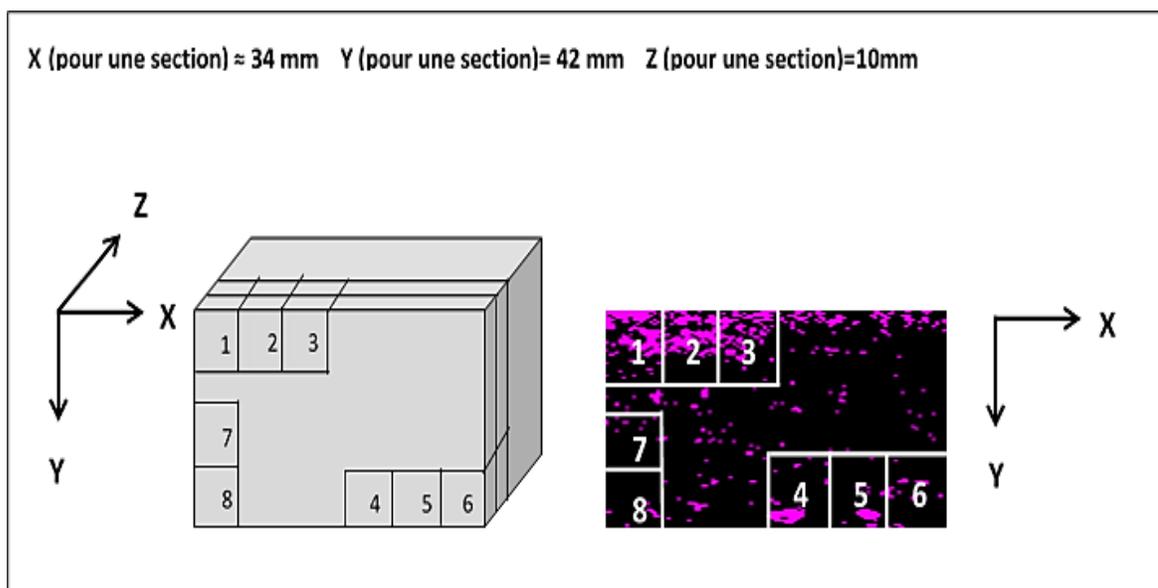


Figure 4-32: Sections à analyser pour l'anode ALAB-2 légèrement en sous-brai

Tableau 4-2: Valeurs indiquées par le spectrophotomètre pour l'anode de taux de brai 1,2 (ALAB-2)

Sections	Extérieur (E)	Intérieur (I)	(I-E)/E	% de rose
<b>1</b>	3,696	3,687	0,03%	36,981
<b>2</b>	3,663	3,664	0,41%	33,434
<b>3</b>	3,629	3,644	-0,24%	26,790
<b>4</b>	3,617	3,604	-0,36%	12,258
<b>5</b>	3,601	3,598	-0,08%	8,862
<b>6</b>	3,598	3,555	-1,20%	4,809
<b>7</b>	3,503	3,516	0,37%	3,297
<b>8</b>	3,539	3,534	-0,14%	3,382

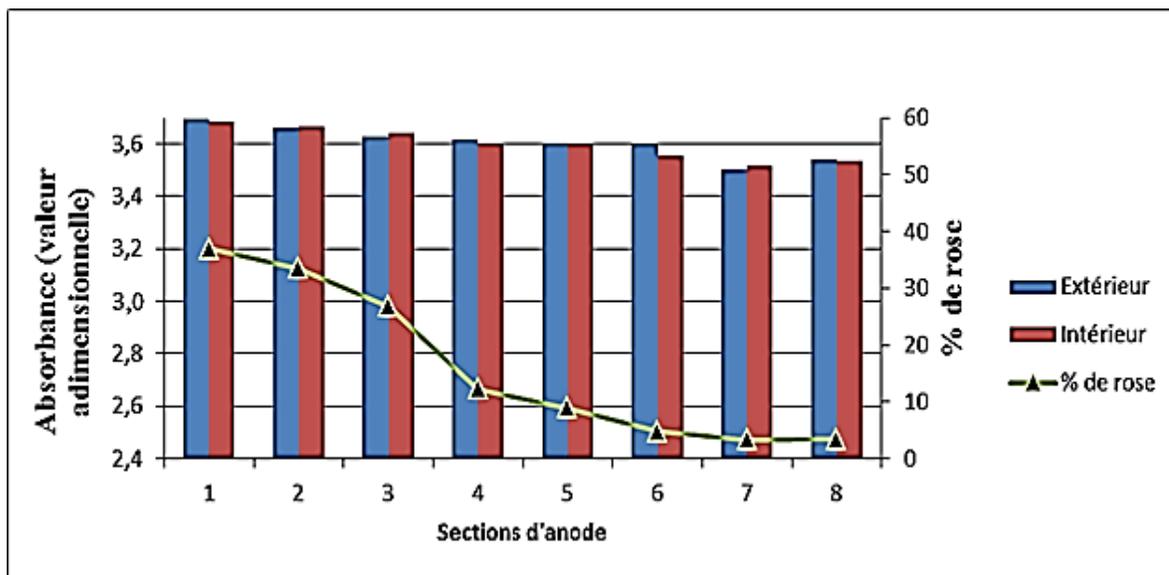


Figure 4-33: Evolution du niveau de brai pour l'anode ALAB-2 de taux de brai 1,2

Seize sections de la face 1 de l'anode ALAB-3 comme indiqué à la Figure 4-34 sont aussi faites et analysées au spectrophotomètre. Les valeurs obtenues pour ces différentes sections sont confinées dans le Tableau 4-3 et visualisées sur le graphe à la Figure 4-35. Les mêmes tendances que celles des anodes ALAB-1 et ALAB-2 sont encore observées.

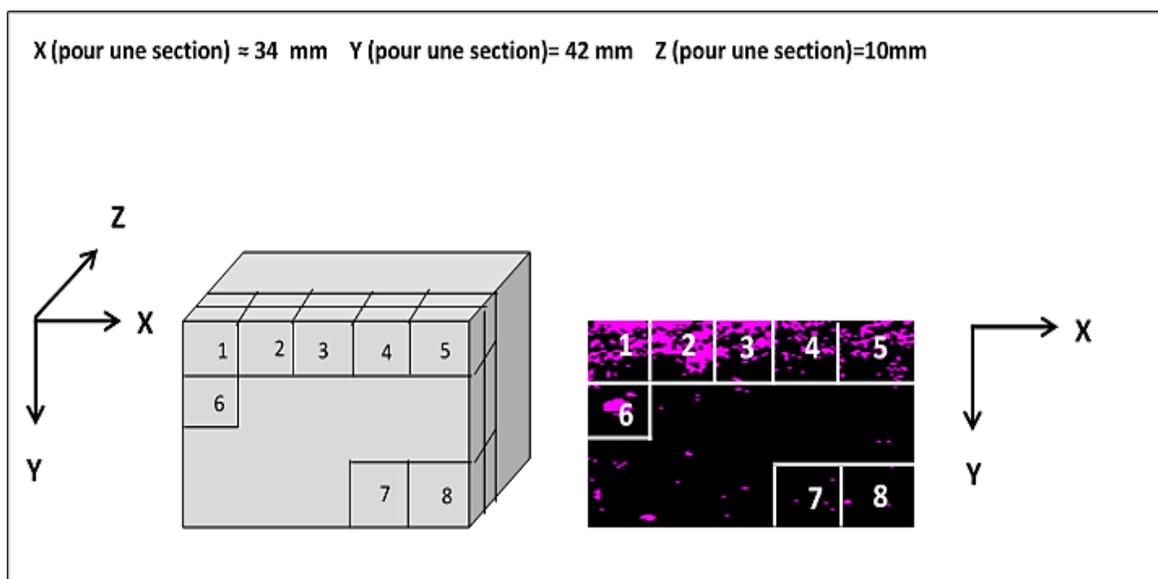


Figure 4-34: Sections à analyser pour l'anode ALAB-3 de taux de brai 1,4

Tableau 4-3: Valeurs indiquées par le spectrophotomètre pour l'anode de taux de brai 1,4 (ALAB-3)

Sections	Extérieur (E)	Intérieur (I)	(I-E)/E	% de rose
1	3,663	3,664	0,03%	38,932
2	3,696	3,687	-0,41%	50,602
3	3,644	3,629	-0,24%	31,723
4	3,601	3,598	-0,36%	19,363
5	3,617	3,604	-0,08%	21,283
6	3,555	3,598	1,21%	13,975
7	3,503	3,516	0,37%	0,930
8	3,534	3,539	0,14%	1,672

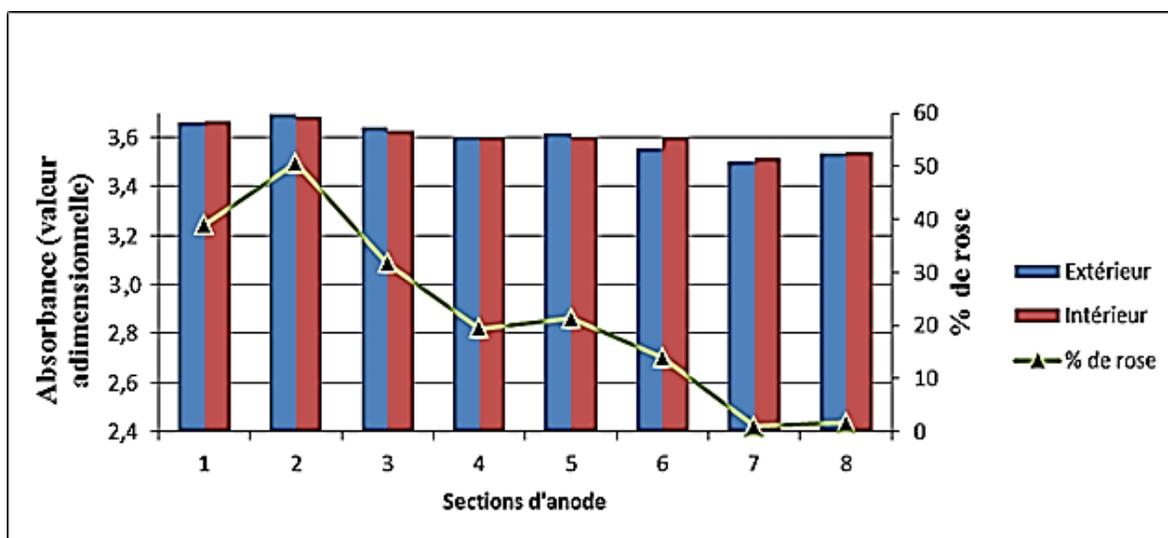


Figure 4-35: Evolution du niveau de brai pour l'anode ALAB-3 de taux de brai 1,4

Le Tableau 4-4 fait une comparaison des valeurs données par la spectrophotométrie entre les différentes anodes. Le fait marquant que révèle ce tableau est que la valeur maximale donnée par la spectrophotométrie pour une anode avec un taux de brai donné est supérieure à celle donnée pour toute anode de taux de brai inférieur. Cela est tout à fait logique car l'absorption de la lumière est proportionnelle à la concentration de brai dans l'anode.

Tableau 4-4: Comparaison des valeurs données par la spectrophotométrie entre les différentes anodes de référence

N° d'anode	ALAB-1	ALAB-2	ALAB-3
Taux de brai (valeur adimensionnelle)	1	1,2	1,4
Valeur maximale	3,498	3,696	3,996

En outre, l'analyse spectrophotométrique des anodes de laboratoire confirme les résultats obtenus par analyse d'images :

- L'absorption de la lumière est plus forte dans les sections d'anode indiquées en sur-brai par l'analyse d'image,
- Les valeurs extérieures et intérieures sont sensiblement proches. Cela confirme que la répartition du brai observée sur la surface de l'anode est proche à celle dans la zone près de la surface.

L'analyse spectrophotométrique s'étant effectuée sur deux couches, il serait judicieux d'étendre cette étude sur plusieurs couches pour une section donnée.

#### **4.3.2. Analyse spectrophotométrique complète des anodes de laboratoire**

Cette étude se porte sur les différentes couches suivant la section 3 de la face 1 des anodes de laboratoire de taux de brai différents mais fabriquées dans des conditions standards. Elle est également portée sur les différentes couches suivant la section 2 des faces 2. Les images des Figure 4-36 et Figure 4-37 indiquent comment les échantillons ont été obtenus sur plusieurs couches des anodes.

Les couches 1 et 2 pour la grande face, comme la petite face, ne sont pas visibles sur ces images des Figure 4-36 et Figure 4-37 car elles ont été préalablement sectionnées et analysées comme le stipule le paragraphe 4.3.1.



Figure 4-36: Anode découpée vue du côté de la face 1 (grande face)

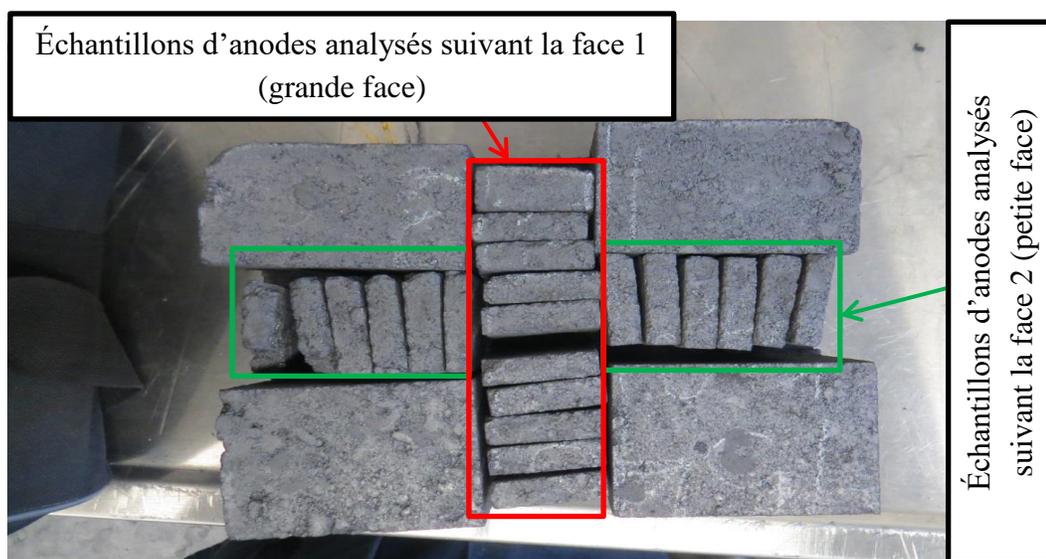


Figure 4-37: Vue de dessus d'une anode découpée

La Figure 4-38 représente le schéma simplifié des échantillons à analyser. Ces échantillons sont numérotés de G1 à G12 pour la face 1 et de P1 à P14 pour la face 2.

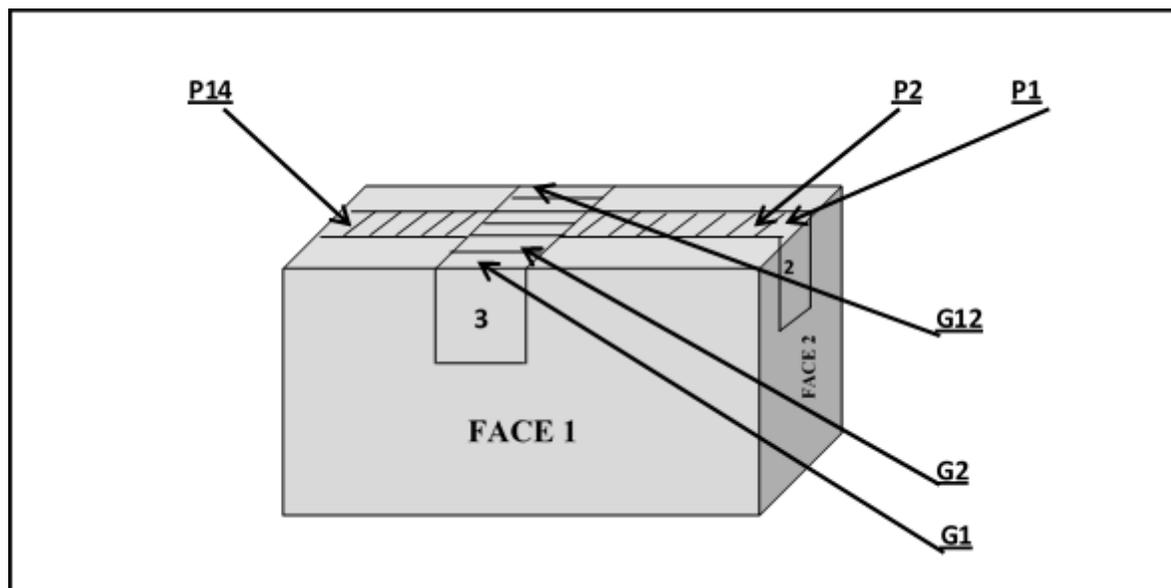


Figure 4-38: Échantillons d'anodes analysés au spectrophotomètre

Les valeurs obtenues de l'analyse spectrophotométriques des échantillons de l'anode ALAB-1 sont confinées dans le Tableau 4-5 et dans le Tableau 4-6. Les variations du niveau de brai exprimé par la spectrophotométrie des différents échantillons de cette anode sont observées sur les graphes de la Figure 4-39 et de la Figure 4-40.

À l'analyse, il ressort que pour cette anode, l'écart type (voir Tableaux 4-5 et 4-6) est plus important pour les échantillons suivant la grande face que ceux suivant la petite face. La distribution du brai dans les échantillons varie plus suivant la grande face ; tandis qu'elle est moins variable suivant la petite face.

Tableau 4-5: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la grande face de l'anode en sous brai (ALAB-1)

<b>Échantillons</b>	<b>Niveau de brai</b>
<b>G1</b>	3,414
<b>G2</b>	3,498
<b>G3</b>	3,158
<b>G4</b>	2,797
<b>G5</b>	2,575
<b>G6</b>	2,996
<b>G7</b>	3,214
<b>G8</b>	3,029
<b>G9</b>	3,130
<b>G10</b>	3,028
<b>G11</b>	2,611
<b>G12</b>	3,151
<b>Valeur Min</b>	2,575
<b>Valeur Max</b>	3,498
<b>Moyenne</b>	3,050
<b>Écart type</b>	0,282

Tableau 4-6: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la petite face de l'anode en sous brai (ALAB-1)

<b>Échantillons</b>	<b>Niveau de brai</b>
<b>P1</b>	3,214
<b>P2</b>	3,186
<b>P3</b>	3,351
<b>P4</b>	3,300
<b>P5</b>	3,335
<b>P6</b>	3,394
<b>P7</b>	3,336
<b>P8</b>	3,358
<b>P9</b>	3,327
<b>P10</b>	3,362
<b>P11</b>	3,498
<b>P12</b>	3,414
<b>P13</b>	3,061
<b>P14</b>	3,186
<b>Valeur Min</b>	3,061
<b>Valeur Max</b>	3,498
<b>Moyenne</b>	3,309
<b>Écart type</b>	0,112

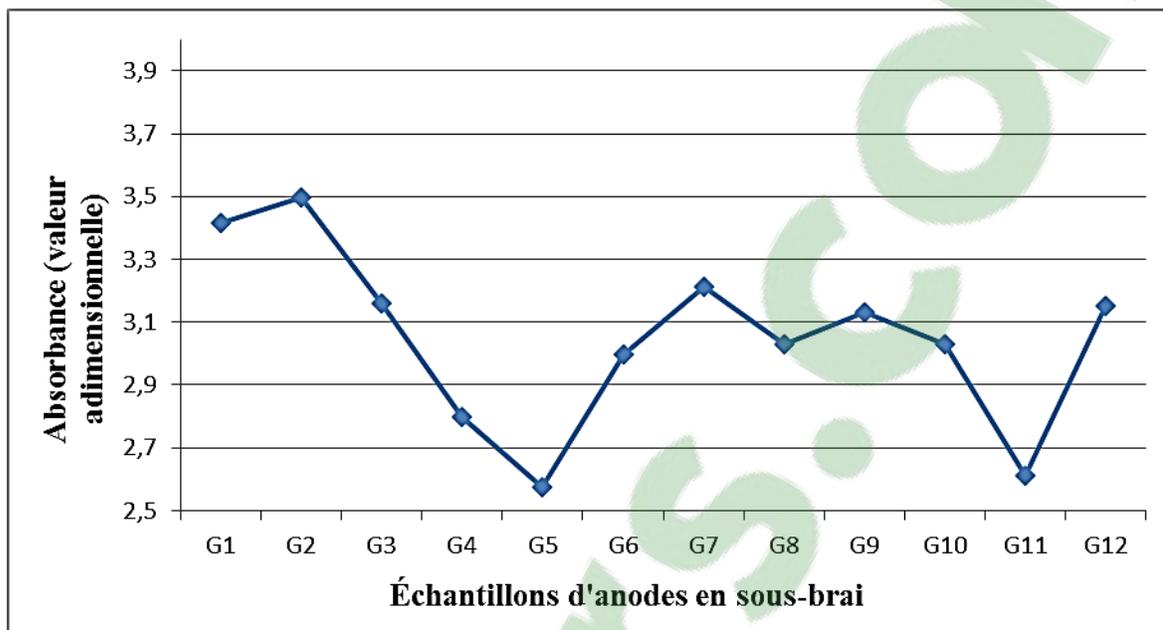


Figure 4-39: Variation du niveau de brai suivant la face 1 (grande face) de l'anode ALAB-1 en sous-brai

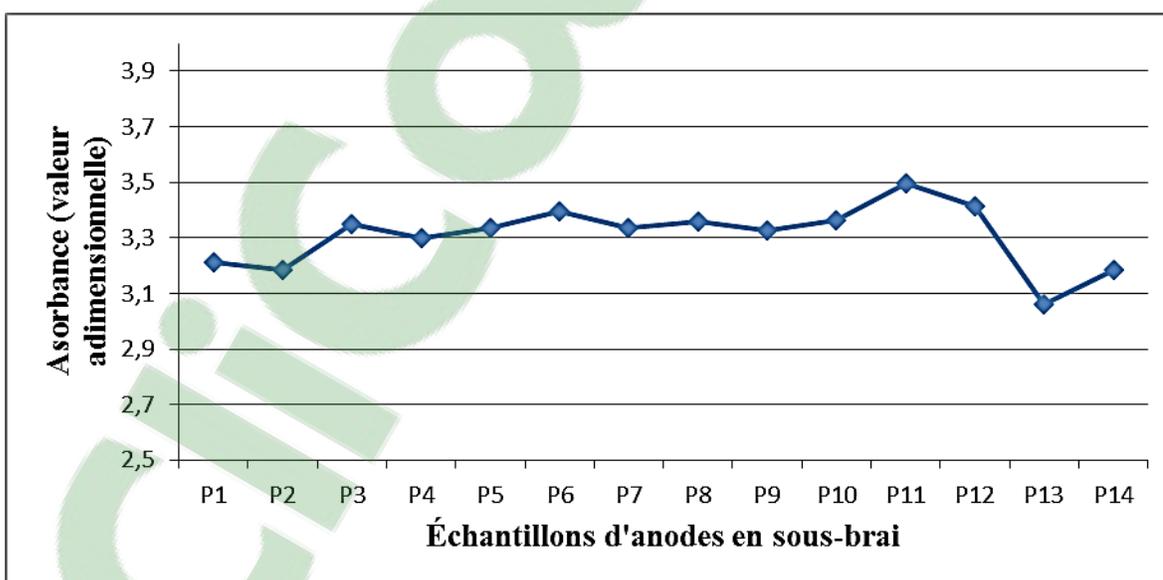


Figure 4-40: Variation du niveau de brai suivant la face 2 (petite face) de l'anode ALAB-1 en sous-brai

Les valeurs obtenues de l'analyse spectrophotométriques des échantillons de l'anode ALAB-2 sont confinées dans le Tableau 4-7 et dans le Tableau 4-8. Les variations du niveau de brai exprimé par la spectrophotométrie des différents échantillons de cette anode sont observées sur les graphes de la Figure 4-41 et de la Figure 4-42. L'écart type (voir Tableau 4-7 et 4-8) est faible pour les échantillons suivant la grande face. Il est encore plus faible pour ceux suivant la petite face. La distribution du brai dans les échantillons varie donc moins, aussi bien suivant la grande face que la petite face pour cette anode.

Tableau 4-7: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la grande face de l'anode légèrement en sous brai (ALAB-2)		Tableau 4-8: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la petite face de l'anode légèrement en sous brai (ALAB-2)	
Échantillons	Niveau de brai	Échantillons	Niveau de brai
<b>G1</b>	3,629	<b>P1</b>	3,616
<b>G2</b>	3,644	<b>P2</b>	3,647
<b>G3</b>	3,529	<b>P3</b>	3,696
<b>G4</b>	3,335	<b>P4</b>	3,601
<b>G5</b>	3,467	<b>P5</b>	3,664
<b>G6</b>	3,647	<b>P6</b>	3,617
<b>G7</b>	3,555	<b>P7</b>	3,644
<b>G8</b>	3,598	<b>P8</b>	3,663
<b>G9</b>	3,606	<b>P9</b>	3,687
<b>G10</b>	3,577	<b>P10</b>	3,604
<b>G11</b>	3,347	<b>P11</b>	3,629
<b>G12</b>	3,604	<b>P12</b>	3,598
<b>Valeur Min</b>	3,335	<b>P13</b>	3,616
<b>Valeur Max</b>	3,647	<b>P14</b>	3,600
<b>Moyenne</b>	3,545	<b>Valeur Min</b>	3,598
<b>Écart type</b>	0,108	<b>Valeur Max</b>	3,696
		<b>Moyenne</b>	3,634
		<b>Écart type</b>	0,033

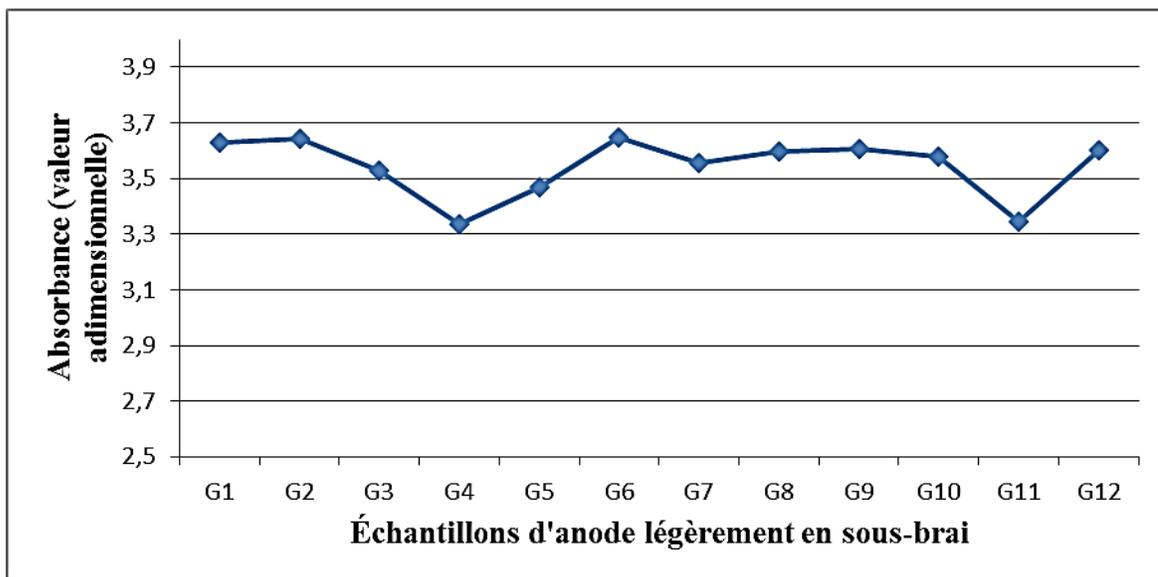


Figure 4-41: Variation du niveau de brai suivant la face 1 (grande face) de l'anode légèrement en sous-brai (ALAB-2)

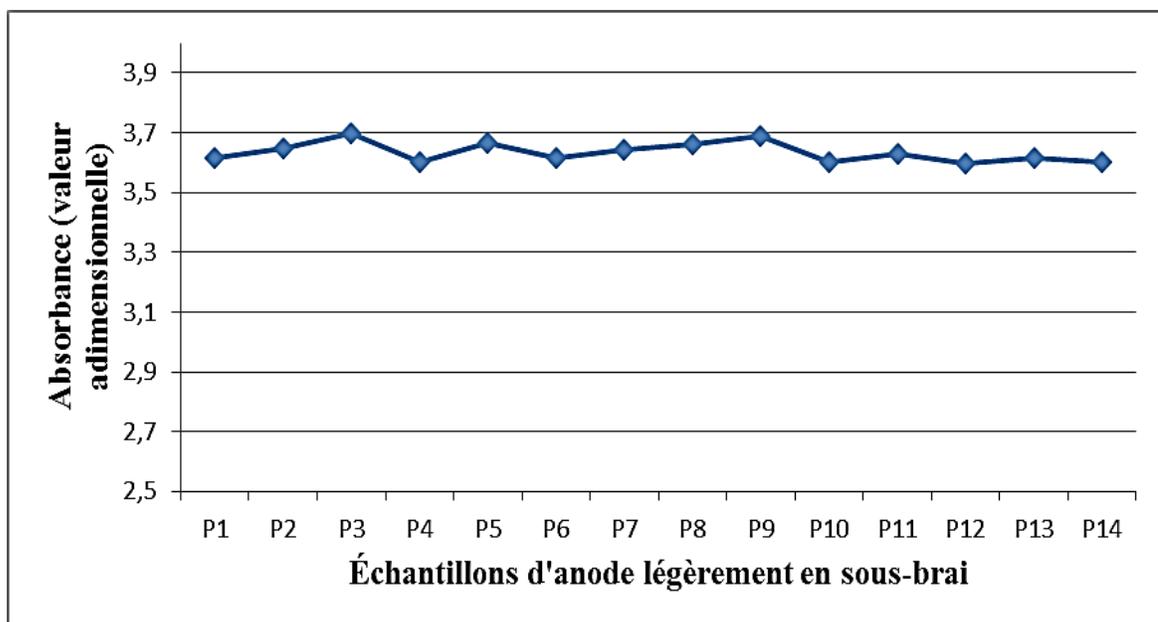


Figure 4-42: Variation du niveau de brai suivant la face 2 (petite face) de l'anode légèrement en sous-brai (ALAB-2)

Les valeurs obtenues de l'analyse spectrophotométriques des échantillons de l'anode ALAB-3 sont confinées dans le Tableau 4-9 et dans le Tableau 4-10. Les variations du niveau de brai exprimé par la spectrophotométrie des différents échantillons de cette anode sont observées sur les graphes de la Figure 4-43 et de la Figure 4-44. On observe la même tendance que de celle de l'anode ALAB-2. Mais, l'écart type (voir Tableau 4-9 et 4-10) est cette fois-ci légèrement faible pour les échantillons suivants la grande face.

Tableau 4-9: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la grande face de l'anode taux de brai optimal (ALAB-3)		Tableau 4-10: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des échantillons suivant la petite face de l'anode taux de brai optimal (ALAB-3)	
Échantillons	Niveau de brai	Échantillons	Niveau de brai
<b>G1</b>	3,644	<b>P1</b>	3,604
<b>G2</b>	3,629	<b>P2</b>	3,606
<b>G3</b>	3,925	<b>P3</b>	3,958
<b>G4</b>	3,708	<b>P4</b>	3,943
<b>G5</b>	3,801	<b>P5</b>	3,892
<b>G6</b>	3,793	<b>P6</b>	3,884
<b>G7</b>	3,831	<b>P7</b>	3,875
<b>G8</b>	3,891	<b>P8</b>	3,936
<b>G9</b>	3,917	<b>P9</b>	3,948
<b>G10</b>	3,831	<b>P10</b>	3,996
<b>G11</b>	3,805	<b>P11</b>	3,876
<b>G12</b>	3,799	<b>P12</b>	3,872
<b>Valeur Min</b>	3,629	<b>P13</b>	3,773
<b>Valeur Max</b>	3,925	<b>P14</b>	3,690
<b>Moyenne</b>	3,780	<b>Valeur Min</b>	3,604
<b>Écart type</b>	0,096	<b>Valeur Max</b>	3,996
		<b>Moyenne</b>	3,847
		<b>Écart type</b>	0,128

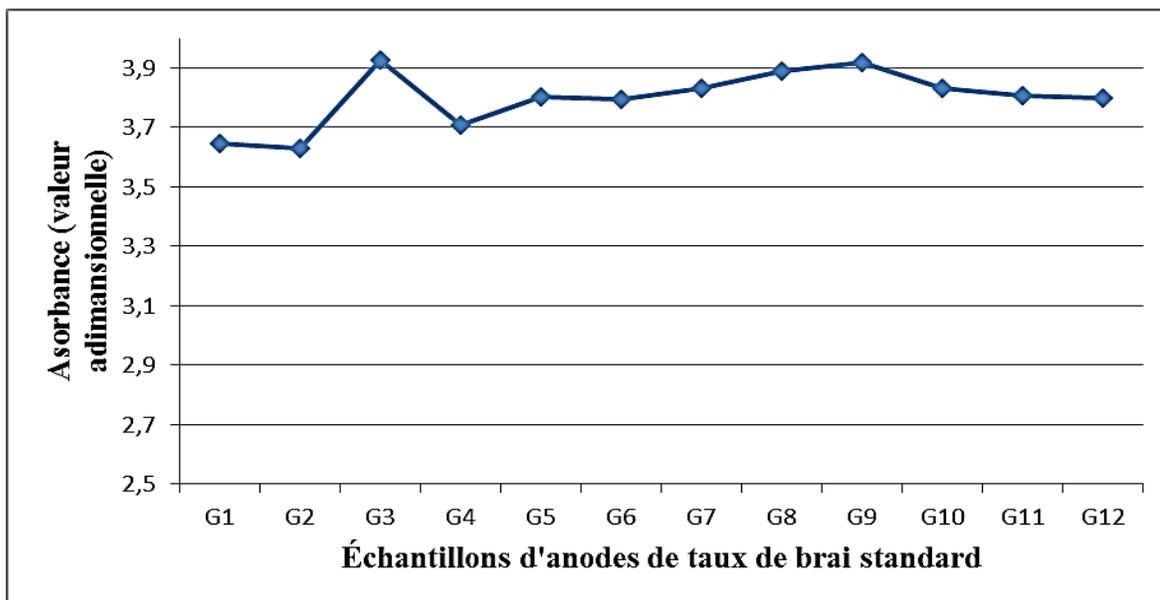


Figure 4-43: Variation du niveau de brai suivant la face 1 (grande face) de l'anode de taux de brai optimal (ALB-3)

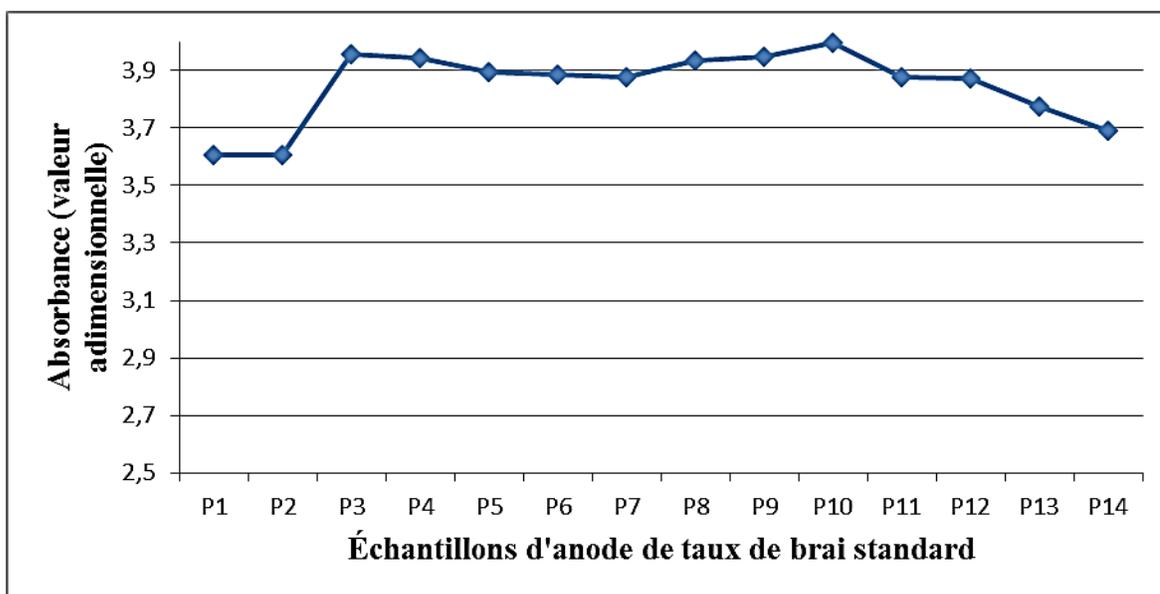


Figure 4-44: Variation du niveau de brai suivant la face 2 (petite face) de l'anode de taux de brai optimal (ALAB-3)

Une synthèse de l'analyse spectrophotométrique de tous les échantillons des différentes anodes de référence est faite à travers la Figure 4-45 et la Figure 4-46. Il ressort de cette synthèse que la distribution du brai à l'intérieur des anodes n'est pas homogène. Cependant, pour les anodes ALAB-1 et ALAB-2 étudiées, la distribution du brai varie moins suivant la petite face. Cette tendance est inversée pour l'anode ALAB-3. Il serait toutefois imprudent d'établir une corrélation entre le taux de brai observé à la surface d'une anode et celui de tout l'intérieur.

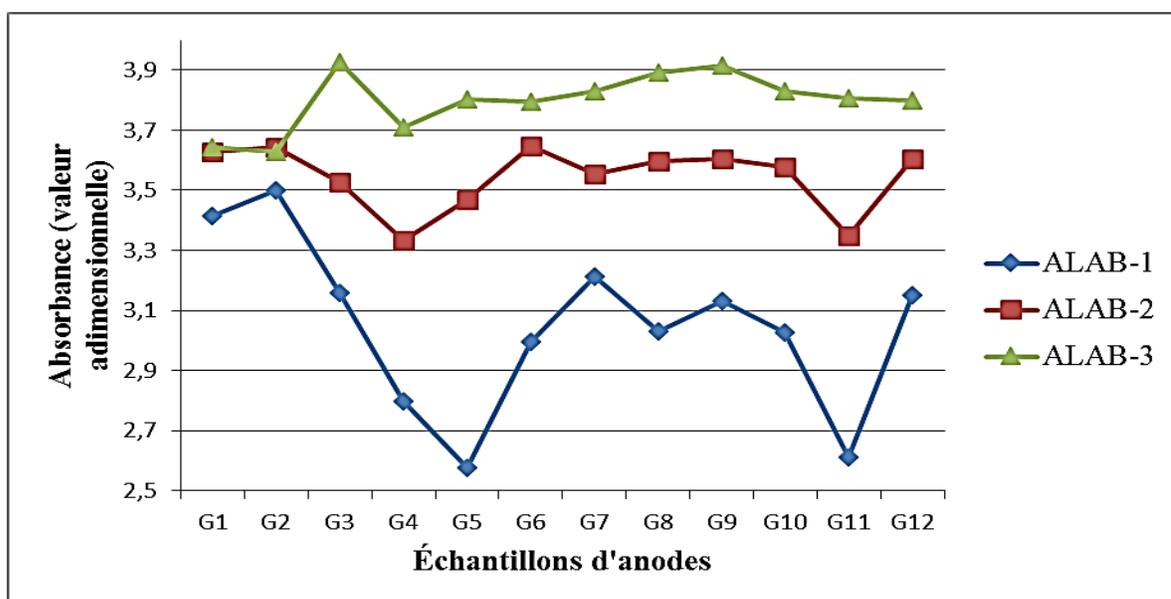


Figure 4-45: Synthèse de l'évolution du taux de brai suivant la grande face de l'anode

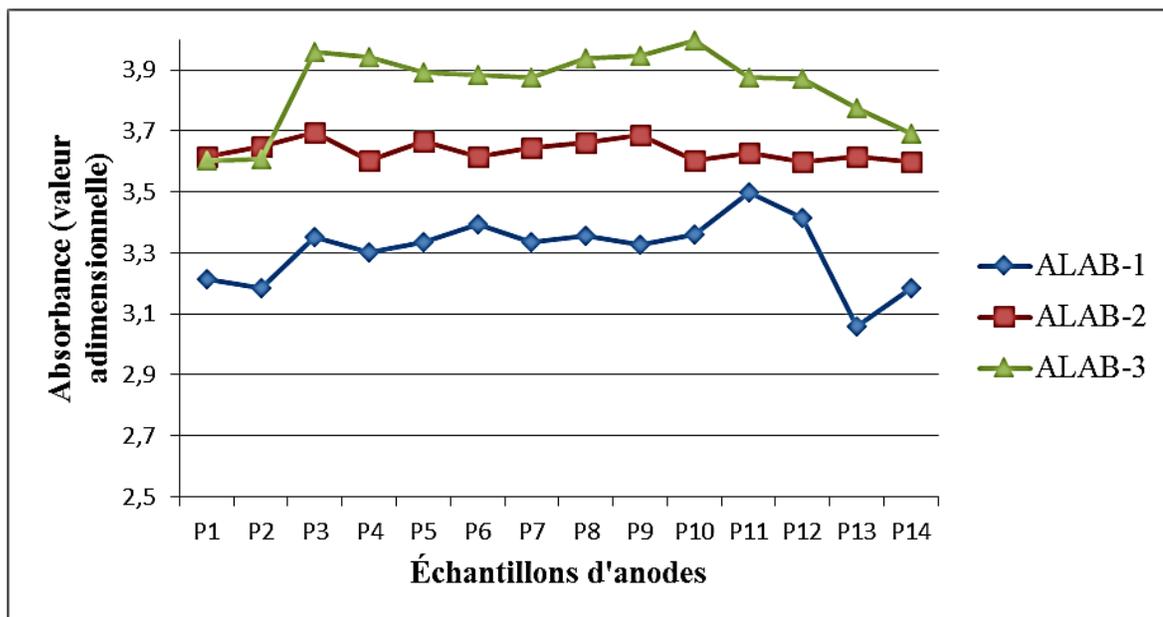


Figure 4-46: Synthèse de l'évolution du taux de brai suivant la petite face de l'anode

### 4.3.3. Anodes industrielles

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode standard AIND-1 (voir Tableau 3-3) est résumée dans le groupe de Tableau 4-11.

Tableau 4-11: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode standard AIND-1

Face 1		Face 3	
Section 1	3,811	Section 1	3,938
Section 2	3,730	Section 2	3,437
Section 3	3,673	Section 3	3,955
Section 4	3,827	Section 4	3,439
Section 5	3,726	Section 5	3,444
Section 6	3,685	Section 6	3,941
Moyenne	3,742	Moyenne	3,692
Face 2		Face 4	
Section 1	3,569	Section 1	3,938
Section 2	3,695	Section 2	3,537
Section 3	3,433	Section 3	3,955
Section 4	3,564	Section 4	3,449
Moyenne	3,565	Moyenne	3,720

Le graphe à la Figure 4-47 fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique avec le pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard **AIND-1**.

Cette comparaison indique clairement que le pourcentage du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique subit la même évolution que le pourcentage de sur-brai donné par le logiciel d'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard **AIND-1**.

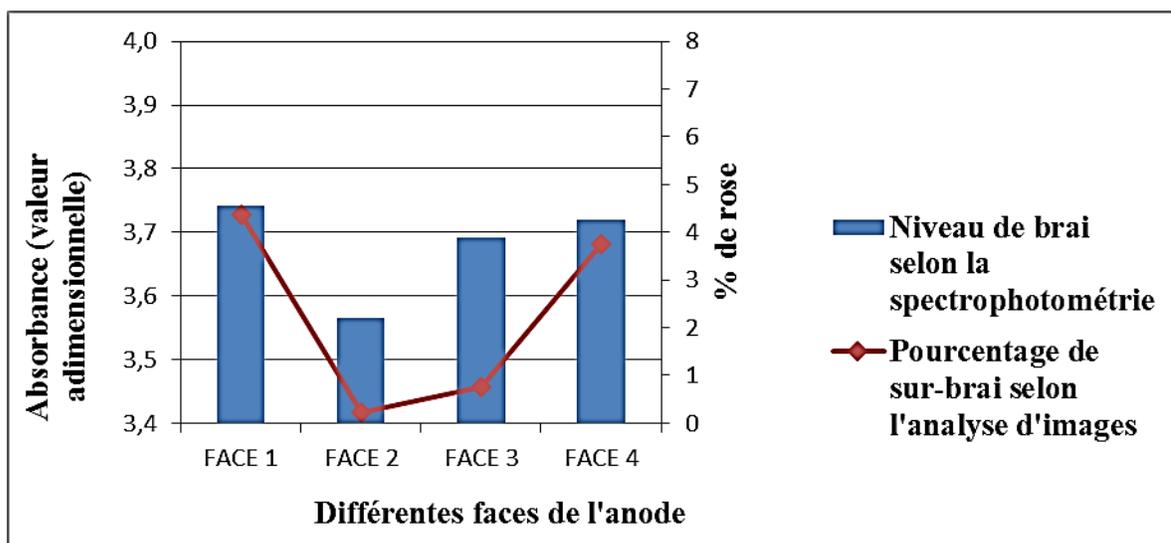


Figure 4-47: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode standard AIND-1

Les résultats pour les autres anodes industrielles sont présentés à l'ANNEXE-2. On peut voir clairement que le logiciel prédit la même tendance que celle obtenue par l'analyse chimique.

#### 4.4. Conclusions

Après l'analyse d'images et l'analyse chimique des anodes crues de laboratoire et des anodes crues industrielles, ces conclusions se dégagent :

- ✓ Le logiciel d'analyse d'images développé peut rapidement déterminer la répartition du brai sur la surface aussi bien de l'anode de laboratoire que de l'anode industrielle. Il détecte les taches de sur-brai sur les faces des anodes.
- ✓ Ce logiciel peut déterminer si les surfaces des anodes de laboratoire et des anodes industrielles sont en sur-brai ou en sous-brai.
- ✓ L'analyse spectrophotométrique des échantillons d'anode confirme les résultats donnés par le logiciel d'analyse d'images.
- ✓ La distribution du brai à l'intérieur des anodes de laboratoire est relativement homogène. Les anodes industrielles n'ont pas été testées pour cette distribution ; mais, une telle homogénéité est difficile à atteindre à cause des grandes dimensions de ces anodes.
- ✓ La qualité des anodes est largement influencée par la granulométrie et le taux de brai ainsi que par le processus de fabrication représentant le malaxage et le vibro-compactage [43].

## CHAPITRE 5

### CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

#### 5.1. Conclusions

La revue de littérature effectuée avant d'entamer véritablement ce travail de recherche a permis de savoir que l'analyse d'images est une méthode utilisée dans multiples domaines. Pour la qualité des anodes, les études développées utilisent pour la plupart le microscope électronique à balayage, ce qui donne de bons résultats au laboratoire. Mais, l'objectif recherché ici est que le banc d'essai pour l'analyse d'images doit être installé au sein de l'usine. Ce banc doit pouvoir en temps réel donner des résultats sur la qualité des anodes.

Pour atteindre cet objectif, un dispositif de prise d'images composé essentiellement de caméra et de lampes d'éclairage a été mis au point. Ce dispositif permet d'obtenir des images des anodes crues. Ces images sont ensuite traitées par un logiciel développé par la Chaire de recherche sur le carbone qui permet de détecter les zones de sur-brai sur les surfaces des anodes. Ce logiciel permet aussi de savoir si le taux de brai contenu dans les anodes est normal ou pas. Pour chaque usine, un seuil doit être établi après certains tests en place.

Par la suite, des anodes de laboratoire ainsi que des anodes industrielles ont été fabriquées avec diverses spécificités. Ces différentes spécifications couvrent le pourcentage de brai dans les recettes, la répartition granulométrique et les différentes conditions de fabrication de l'anode crue. Le logiciel d'analyse d'images a été utilisé pour analyser toutes ces anodes. Cela a permis de connaître les influences que peuvent avoir le taux de brai dans les recettes, la répartition granulométrique et les conditions de fabrication sur la qualité des anodes. Quelques-unes de ces influences sont les suivantes :

- Un moule froid du vibro-compacteur produit des anodes à faces granuleuses, ce qui ferait penser à des anodes en sous-brai.
- Des taches grossières sur les faces des anodes permettent d'obtenir des anodes à faces lisses. Cela fait penser à des anodes en sur-brai.
- L'huile de coupe en abondance refroidit le moule du vibro-compacteur. Cela donne des anodes granuleuses, faisant penser aux anodes en sous-brai.
- La répartition granulométrique a une influence considérable sur l'aspect des anodes. Les anodes ont des surfaces lisses lorsque les particules sont petites et les faces sont plus rugueuses lorsque les particules sont grosses.

Par ailleurs, les zones indiquées en sur-brai sur toutes les anodes par le logiciel d'analyse d'images ont été traitées à la spectrophotométrie pour confirmer les résultats obtenus. Cette analyse spectrophotométrique a consisté à découper dans un premier les sections d'anodes. Ces sections ont ensuite été broyées. Un solvant a permis par la suite de dissoudre le brai dans ces sections broyées avant de passer au spectrophotomètre.

Il ressort de toutes ces analyses que le logiciel d'analyse d'images mis au point peut rapidement déterminer la répartition du brai sur la surface des anodes crues de laboratoire et des anodes industrielles. Ce logiciel détermine aussi si la surface de l'anode est en sur-brai ou en sous-brai.

## **5.2. Recommandations**

Il s'agira de rendre effective l'installation du banc d'essai à l'usine qui aidera à contrôler la qualité des anodes crues avec plus de précision et évitera de faire passer les anodes de mauvaise qualité à la cuisson qui en outre est l'étape la plus longue et coûteuse dans la procédure de production de l'aluminium primaire. Pour cette installation, il faut continuer de faire des tests à l'usine pour établir un seuil.

Poursuivre des travaux de recherche dans le but d'établir une corrélation entre le niveau de brai à la surface des anodes et celui de l'intérieur de celles-ci serait intéressant pour mieux comprendre l'impact des différents paramètres sur la distribution de brai dans l'anode que sont: la granulométrie, les propriétés des cokes, la non-homogénéité du coke, le malaxage de la pâte, et les paramètres de fonctionnement des vibro-compacteurs.

## REFERENCES

- [1] S. Pereck, (2012-2013, 13 juillet 2014), "Les éléments chimiques", Available: <http://www.elementschimiques.fr/?fr/proprietes/abondances/abondance-dans-la-croûte-terrestre>
- [2] L'Institut pour l'histoire de l'aluminium (IHA), (13 juillet 2014), "Histoire de l'aluminium", Available: <http://www.histalu.org/iha-rubrique-article.php?rub=4&srub=8&art=32Histoire>
- [3] M. W. Meier, "Cracking Behaviour of Anodes", Sierre, Switzerland: R&D Carbon Ltd., 1996.
- [4] A. Charette, Y. S. Kocaefe, and D. Kocaefe, "Le carbone dans l'industrie de l'aluminium", Chicoutimi (Québec): Les presses de l'aluminium, 2012.
- [5] I. Grinbert, P. Griset, and P. Le Roux, "Cent ans d'innovation dans l'industrie aluminium", Montréal [CANADA]: L'Harmattan, 1997.
- [6] I. Nuta, "Etude par RMN a haute temperature de liquides fluores dans le systeme cryolithe/aluminium", Thèse de doctorat, Université d'Orléans, Orléans, 2005.
- [7] Y. Lu, "Effect of pitch properties on anode properties", Maîtrise en ingénierie, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, Québec, CANADA, 2016.
- [8] K. L. Hulse, "Anode manufacture : raw materials, formulation and processing parameters", Sierre [Suisse]: R & D Carbon Ltd., 2000.
- [9] A. M. Amir, M. Collard, G. Savard, S. Young, D. Shannon, and N. Steward, "Interaction Study of the Paste Plant Production Parameters on VS Söderberg Anode Paste Fluidity and Baked Anode Performance", Light Metals, pp. 619-624, 1995.
- [10] A. N. Adams, J. P. Mathews, & H. H. Schobert, "The use of image analysis for the optimization of pre-baked anode formulation", Light Metals, pp. 547-552, 2002.
- [11] S. Helle, "Developpement de materiaux d'anodes inertes pour la production d'aluminium", Thèse de doctorat en sciences de l'énergie et de matériaux, Université du Québec INRS (Energies, Matériaux et Télécommunications), Montréal et Varennes, 2014.

- [12] D. Bhattacharyay, D. Kocaefe, Y. Kocaefe, and B. Morais, "Determination of Coke, Pitch and Pores/Cracks in Green Anode by Image Analysis ", *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology*, volume 3, pp. 1-6, 2013.
- [13] J. Okada and Y. Takeuchi, "Dependence of the Density and Other Properties of Bonded Carbon on the Binder", *Fourth Conference on Carbon*, pp. 657-669, 1960.
- [14] A. Proulx, "Optimum binder content for prebaked anodes", *Light Metals*, pp. 657-661, 1993.
- [15] E. R. McHenry, J. T. Baron, and K. C. Krupinski, "Development of anode binder pitch laboratory characterization methods", *Light Metals*, pp. 769-774, 1998.
- [16] W. Fischer and R. Perruchoud, "Pitch evaluation," *Anodes for the aluminium industry*, pp. 141-148, 1995.
- [17] P. J. Rhedey, L. Castonguay, & S. K. Nadkarni, "Maximum Density Anodes for Aluminum Reduction Cells", *18th Biennial Conference on Carbon*, Worcester, MA, pp. 262-263, 1978.
- [18] A. Odok and W. Fischer, "Application of Pilot Plant Work in Prebaked Anode Manufacturing", *Light Metals*, pp. 269-286, 1978.
- [19] W. K. Fischer, F. Keller, and U. Mannweiler, "The Changing world of anode raw materials: Can today's carbon technology cope with it?", *ARABAL Conference*, 1999.
- [20] A. Sarkar, D. Kocaefe, Y. Kocaefe, D. Bhattacharyay, B. Morais, and M. Pouliot, "Characterization of petroleum coke and butts used in anode manufacturing in aluminum industry", *COM*, Montréal, (QC), oct. 27-31, 2013
- [21] U. Suriyaphadilok, P. Halleck, A. Grader, and J. M. Andresen, "Physical, chemical and X-Ray Computed Tomography characterization of anode butt cores", *Light Metals*, pp. 617-622, 2005.
- [22] D. Belitskus, "Effect of carbon recycle materials on properties of bench scale prebaked anodes for aluminum smelting", *Metallurgical Transactions B*, vol. 12, pp. 135-139, 1981.

- [23] C. L. Lagacé, "Réactivité de l'anode et desulfuration: effet du niveau de calcination du coke", Mémoire de Maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, Québec, Canada, 2012.
- [24] H. B. He, "Behaviour and material properties of the grain boundary on the surface of an anode during the formation of a Dense Layer", Applied Mechanics and Materials, vol. 508, ed, 2014, pp. 61-65.
- [25] L. Edwards, "The History and Future Challenges of Calcined Petroleum Coke Production and Use in Aluminum Smelting", JOM, vol. 67, pp. 308-321, 2015.
- [26] A. Gagnon, "Facteurs influençant la consommation anodique", Mémoire de Maîtrise, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, Québec, Canada, 2011.
- [27] A. Rađenović, "Properties of carbon anode components for aluminium production", Nafta, vol. 63, pp. 111-114, 2012.
- [28] R. J. Tosta and E. M. Hizunza, "Structural evaluation of coke of petroleum and coal tar pitch for the elaboration of anodes in the industry of the aluminum", Light Metals, pp. 887-892, 2008.
- [29] R. H. Wombles and J. T. Baron, "Laboratory anode comparison of Chinese modified pitch and vacuum distilled pitch", Light Metals, pp. 537-540, 2006.
- [30] T. A. Golubic, S. A. McKinney, and R. H. Wombles, "High Softening Point Coal Tar Pitch as Anode Binder Pitch", Light Metals, pp. 909-911, 2010.
- [31] Y. Kravtsova, A. Tayanchin, and M. V. Frizorger, "Procedure for testing infiltration property of pitches", Light Metals, pp. 629-633, 2005.
- [32] Ø. Gundersen, "Modelling of Structure and Properties of Soft Carbons with Application To Carbon Anode Baking", Thèse de doctorat, Department of Engineering Cybernetics, Norwegian University of Science and Technology, pp. 172-173, 1998.
- [33] U. Mannweiler and F. Keller, "The design of a new anode technology for the aluminum industry", JOM, vol. 46, pp. 15-21, 1994.
- [34] A. Kaiser, "New plant for anode paste conditioning and anode pressing with a hydraulic vacuum press", Light Metals, pp. 561-567, 2003.

- [35] R. C. Perruchoud, M. W. Meier, and W. Fischer, "Worldwide Pitch Quality for Prebaked Anodes", *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, pp. 167-176, 2013.
- [36] J. Patrick, "The influence of pitch quality on anode carbon gasification," Commission of the European Communities, Luxembourg 1018-5593, 1998.
- [37] B. Majidi, K. Azari, H. Alamdari, M. Fafard, & D. Ziegler, (2012). Discrete element method applied to the vibration process of coke particles. In *Light Metals 2012* (pp. 1273-1277). Springer International Publishing.
- [38] S. Wilkening, "Maintaining Consistent Anode Density Using Varying Carbon Raw Materials", *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, pp. 156-162, 2013.
- [39] P. Rhedey and S. Nadkarni, "Carbon Raw Material Effects on Aluminum Reduction Cell Anodes", *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, pp. 53-58, 2013.
- [40] D. Mannweiler, D. Rodriguez, D. Schmidt-Hatting, and D. Maitland, "High Vanadium Venezuelan Petroleum Coke, A Rawmaterial for the Aluminum Industry?," *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, pp. 30-35, 1989.
- [41] L. Edwards, P. C. Carbon, and A. Calcination, "Quality and Process Performance of Rotary Kilns and Shaft Calciners", *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, pp. 24-29, 2013.
- [42] R. W. Peterson, "Aggregate Optimization Using a Y-Blender", *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, pp. 307-312, 1982.
- [43] F. Rebaïne, "Étude de l'influence des paramètres de vibro-compaction sur les propriétés mécaniques des anodes crues en carbone", Thèse de doctorat, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, Québec, Canada, 2015.
- [44] Y. Xie, "Correlation between anode manufacturing process and anode reactivity for CHALCO plant in Guizhou, China", *Maîtrise en ingénierie*, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, Québec, CANADA, 2012.

- [45] D. Sulaiman, M. Toorani, and R. Garg, "Baked anode quality improvement through optimization of green anode plant ultra fine content in ball mill product and process parameters", *Light Metals*, pp. 1165-1167, 2012.
- [46] D. Sulaiman and R. Garg, "Use of under calcined coke to produce baked anodes for aluminium reduction lines", *Light Metals*, pp. 1147-1151, 2012.
- [47] K. Khaji and H. Abbas, "Baked anode density improvement through optimization of green anode dry aggregate composition", *Light Metals*, pp. 1027-1030, 2010.
- [48] H. F. Xu, L. J. Fan, Y. Zhang, Y. Sun, and Y. H. Cui, "Baked anode quality improvement through optimization of green anode processing", *Light Metals* 2012, pp. 1169-1172, 2012.
- [49] B. Patra and R. K. Barik, "Studies on the impact of calcined petroleum coke from different sources on anode quality", *Light Metals* 2012, pp. 1213-1217, 2012.
- [50] R. A. Sole, J. A. Vina, J. Bermejo, R. Garcia, and S. R. Moinelo, "Low volatile PAH coal tar pitches used in the aluminium production", Shanxi: Shanxi Science & Technology Press, 1999.
- [51] A. Pinoncely, J. F. Andre, C. Jouault, Y. El Ghaoui, J. C. Rotger, and C. Dreyer, "The SCAP-Rhodax (R) process for dry mix preparation in anodes plants", *Light Metals*, pp. 669-674, 2005.
- [52] V. Piffer, P. Miotto, C. Kato, M. A. Silva, M. Meier, R. Perruchoud, et al., "Process optimization in bake furnace", *Light Metals*, pp. 959-964, 2007.
- [53] H. P. Dias and R. R. de Moura, "The use of transversal slot anodes at Albras smelter," *Light Metals*, pp. 341-344, 2005.
- [54] Z. Cus and A. Sibila, "20 Years of continues improvements in TALUM Smelter", *Light Metals*, pp. 467-471 2008.
- [55] J. Lauzon-Gauthier, C. Duchesne, J. Tessier, K. Cantin, and I. Petit, "Multivariate monitoring of the prebaked anode manufacturing process and anode quality", *Light Metals*, pp. 967-972, 2011.
- [56] Y. L. Meur, "Analyse automatique de la qualité des images issues de détecteurs plats à rayons X", Thèse de Doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble, Grenoble, France, 2009.

- [57] L. Su, M. Ahmadi, and M. Shridhar, "A Morphological Approach to Text String Extraction from Regular Periodic Overlapping Text/Background Images", *CVGIP: Graphical Models and Image Processing*, vol. 56, pp. 402-413, 1994.
- [58] C. P. Reip, R. Flender, and M. Frommert, "EBSD analysis of complex microstructures of CSP (R) processed low carbon micro-alloyed steels", *Characterization of Minerals, Metals, and Materials*, pp. 11-18, 2012.
- [59] K. Ledford, S. Lin, and J. Nadler, "Processing and microstructural control of copper foams for thermal wick material systems", *Characterization of Minerals, Metals, and Materials*, pp. 69-75, 2012.
- [60] K. Solyman, F. Madai, and D. Papanastassiou, "Effect of bauxite microstructure on beneficiation and processing," *Light Metals*, pp. 47-52, 2005.
- [61] V. Martinent-Catalot, J. M. Lamerant, and S. Favet-Cossoul, "A new method for smelting grade alumina (SGA) characterization", *Light Metals*, pp. 87-92, 2004.
- [62] S. Swillo, M. Perzyk, and Tms, "Automated vision system for inspection of surface casting defects based on advanced computer techniques," in *TMS 2012 141st Annual Meeting & Exhibition - Supplemental Proceedings, Vol 2: Materials Properties, Characterization, and Modeling*, ed Warrendale: Minerals, Metals & Materials Soc, 2012, pp. 387-394.
- [63] D. Kupperman, K. Reimann, and J. Abrego-Lopez, "Ultrasonic NDE of cast stainless steel", *Ndt International*, vol. 20, pp. 145-152, 1987.
- [64] T. Nelligan, "Ultrasonic testing of nonferrous castings", *Die Casting Engineer*, vol. 36, pp. 14-16, 1992.
- [65] D. Mery, T. Jaeger, and D. Filbert, "A review of methods for automated recognition of casting defects", *Insight-wigston then northampton-*, vol. 44, pp. 428-436, 2002.
- [66] F. Herold, K. Bavendiek, and R. Grigat, "A third generation automatic defect recognition system," *Proceedings of the 16th World Conference on Non-Destructive Testing (WCNDT-2004)*, 2004.
- [67] S. Rorvik, A. P. Ratvik, and T. Foosnaes, "Characterization of green anode materials by image analysis", *Light Metals 2006, Vol 3: Carbon Technology*, T. J.

- Galloway, Ed., ed Warrendale: Minerals, Metals & Materials Soc, 2006, pp. 553-558.
- [68] S. Rorvik, H. A. Oye, and M. Sorlie, "Characterization of porosity in cokes by image analysis", *Light Metals*, pp. 603-609, 2001.
- [69] S. Rørvik and H. A. Øye, "A method for characterization of anode pore structure by image analysis", *Light Metals*, pp. 561-568, 1996.
- [70] J. Tessier, C. Duchesne, C. Gauthier, and G. Dufour, "Image analysis for estimation of anode cover material composition", *Light Metals 2008*, D. H. DeYoung, Ed., ed, 2008, pp. 293-298.
- [71] R. Bowers, S. Ningileri, D. C. Palmlund, B. Vitichus, and F. Cannova, "New Analytical Methods to Determine Calcined Coke Porosity, Shape, and Size", *Light Metals 2008*, D. H. DeYoung, Ed., ed Warrendale: Minerals, Metals & Materials Soc, 2008, pp. 875-880.
- [72] S. Rorvik, L. P. Lossius, & H. A. Oye, "Classification of pores in prebake anodes using automated optical microscopy", *Light Metals*, pp. 531-534, 2003.
- [73] C. Saravanan and I. C. Society, "Color Image to Grayscale Image Conversion", *Second International Conference on Computer Engineering and Applications: Iccca 2010*, Proceedings, Vol 2, pp. 196-199, 2010.
- [74] S. Amrani, "Impact de la préparation des anodes crues et des conditions de cuisson sur la fissuration dans des anodes denses", *Thèse de doctorat*, Université du Québec à Chicoutimi, Chicoutimi, Québec, Canada, 2015.
- [75] N. E. Saue, J. O. Ystgaard, J.-I. Johannessen, M. W. Meier, and R. C. Perruchoud, "Improvement of Anode Paste Quality and Performance of Alcoa Lista", *Light Metals*, pp. 1159-1163, 2012.
- [76] T. Vidvei and R. Pedersen, "Laboratory and full scale experiments to improve quality of the vs soderberg secondary anode", *Light Metals-Warrendale-Proceedings-*, 2004, pp. 523-526.
- [77] C. Vanvoren, "Recent Improvement in Paste Plant Design," *Essential Readings in Light Metals: Electrode Technology for Aluminum Production*, Volume 4, pp. 358-364, 2013.

- [78] B. A. Sadler, "Diagnosing Anode Quality Problems Using Optical Microscopy", *Light Metals*, pp. 1289-1292, 2012.
- [79] X. Huang, D. Kocaefe, Y. Lu, D. Bhattacharyay, Y. Kocaefe, and P. Coulombe, "Investigation on the structure of carbonized pitch and calcined coke-carbonized pitch interface in carbon anodes by etching", *Journal of Materials Research*, vol. 31, pp. 3513-3521, 2016.
- [80] A. Sarkar, D. Kocaefe, Y. Kocaefe, D. Bhattacharyay, D. Sarkar, and B. Morais, "Effect of Crystallinity on the Wettability of Petroleum Coke by Coal Tar Pitch", *Energy & Fuels*, vol. 30, pp. 3549-3558, 2016.
- [81] Y. Lu, D. Kocaefe, Y. Kocaefe, X.-A. Huang, D. Bhattacharyay, and P. Coulombe, "Study of the Wettability of Coke by Different Pitches and Their Blends", *Energy & Fuels*, vol. 30, pp. 9210-9216, 2016.

## **ANNEXES**

## ANNEXE-1

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces de l'anode standard AIND-2 (voir Tableau 3-3) sont visualisés sur la Figure A1-1. La Figure A1-2 indique l'évolution des limites de particules selon les différentes faces de l'anode. Quant à la Figure A1-3, elle exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces de l'anode standard AIND-3 (voir Tableau 3-3) sont visualisés sur la Figure A1-4. La Figure A1-5 indique l'évolution des limites de particules selon les différentes faces de l'anode. Quant à la Figure A1-6, elle exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces de l'anode AIND-4 compactée à  $t_0+10$  secondes sont visualisés sur la Figure A1-7. La Figure A1-8 indique l'évolution des limites de particules selon les différentes faces de l'anode. La Figure A1-9 exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces de l'anode AIND-5 avec commande manuelle du temps de compaction sont visualisés sur la Figure A1-10. Il est à noter que ce temps de compaction est le temps de compaction optimal obtenu par le logiciel mis en place par la même chaire de recherche dans le cadre d'un autre projet de recherche. La Figure A1-11 indique l'évolution des limites de particules selon les

différentes faces de l'anode. La Figure A1-12, exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces de l'anode AIND-6 compactée à  $P_0+5$  psi comme pression de ballon, sont visualisés sur la Figure A1-13. La Figure A1-14 indique l'évolution des limites de particules selon les différentes faces de l'anode. Quant à la Figure A1-15, elle exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces de l'anode AIND-7 compactée à  $P_0+2$  psi comme pression de ballon, sont visualisés sur la Figure A1-16. La Figure A1-17 indique l'évolution des limites de particules selon les différentes faces de l'anode tandis que la Figure A1-18, elle exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

Les résultats obtenus suite au traitement des images des quatre faces de l'anode AIND-8 compactée à  $P_0$  psi comme pression de ballon, sont visualisés sur la Figure A1-19. La Figure A1-20 indique l'évolution des limites de particules selon les différentes faces de l'anode. Quant à la Figure A1-21, elle exprime l'évolution des taches de sur-brai selon les différentes faces de l'anode.

En outre, les Figure A1-22, Figure A1-23, Figure A1-24, et Figure A1-25 font une comparaison des taux de sur-brai entre chacune des quatre faces des cinq anodes issues du vibro-compacteur V1. La Figure A1-26 par contre fait une comparaison de la moyenne des taux de sur-brai sur l'ensemble des quatre faces de ces mêmes anodes. La Figure A1-27

complète cette étude comparative en indiquant la moyenne des limites de particules présentes sur l'ensemble des 4 faces des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V1.

Les Figure A1-28, Figure A1-29, Figure A1-30, et Figure A1-31 font une comparaison des taux de sur-brai entre chacune des quatre faces des cinq anodes issues du vibro-compacteur V2. La Figure A1-32 par contre fait une comparaison des taux de sur-brai sur l'ensemble des quatre faces de ces mêmes anodes. Et la Figure A1-33 complète cette étude comparative en indiquant les limites de particules présentes sur l'ensemble des 4 faces des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V2.

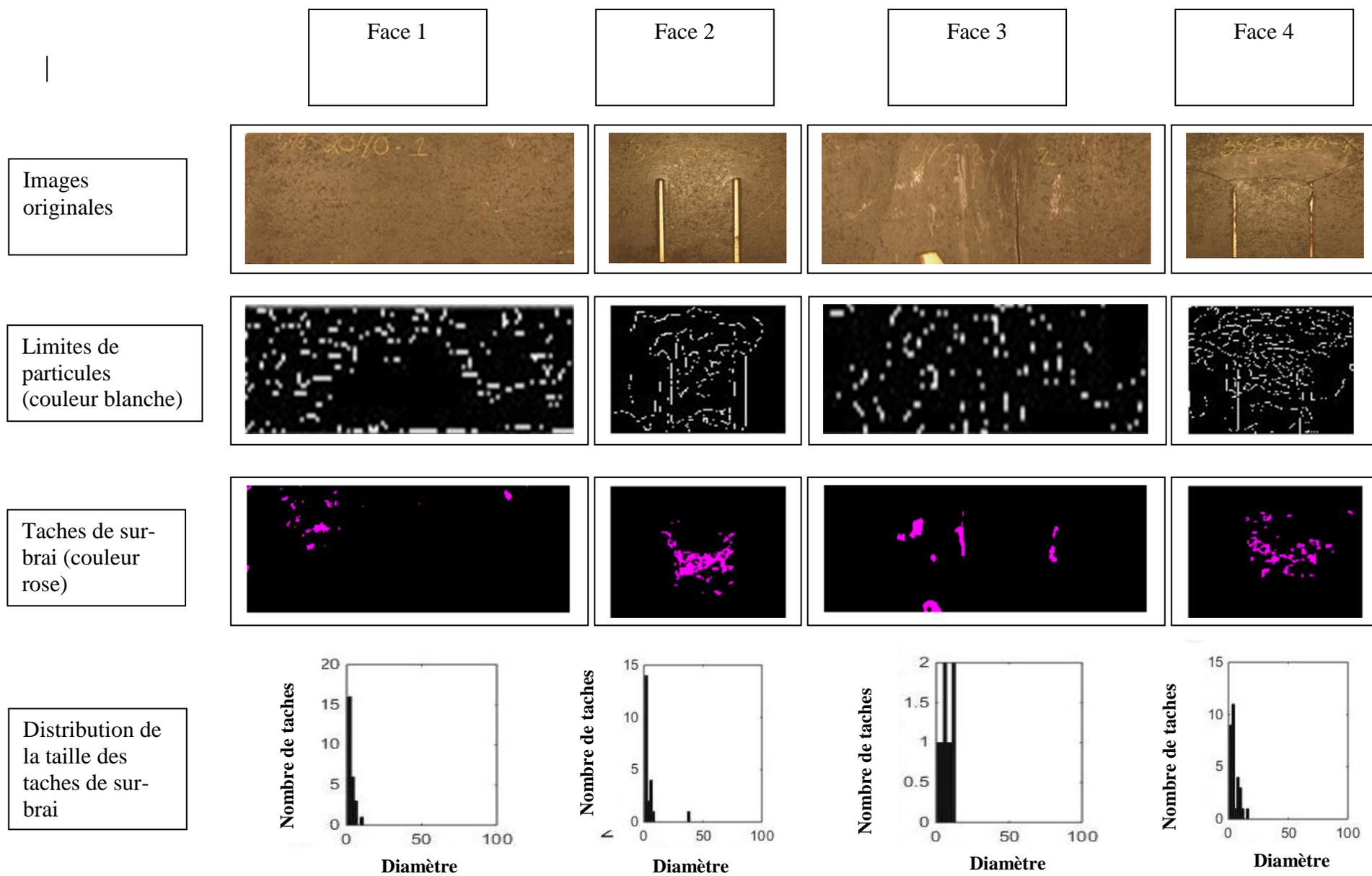


Figure A1-1: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard AIND-2

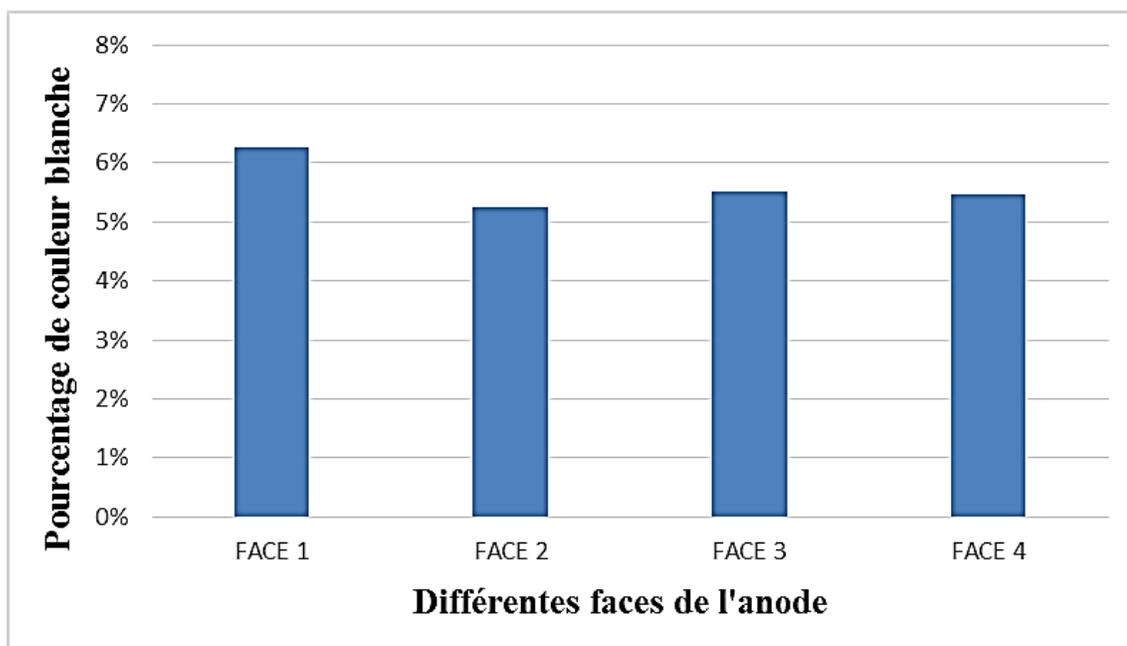


Figure A1-2: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode standard AIND-2

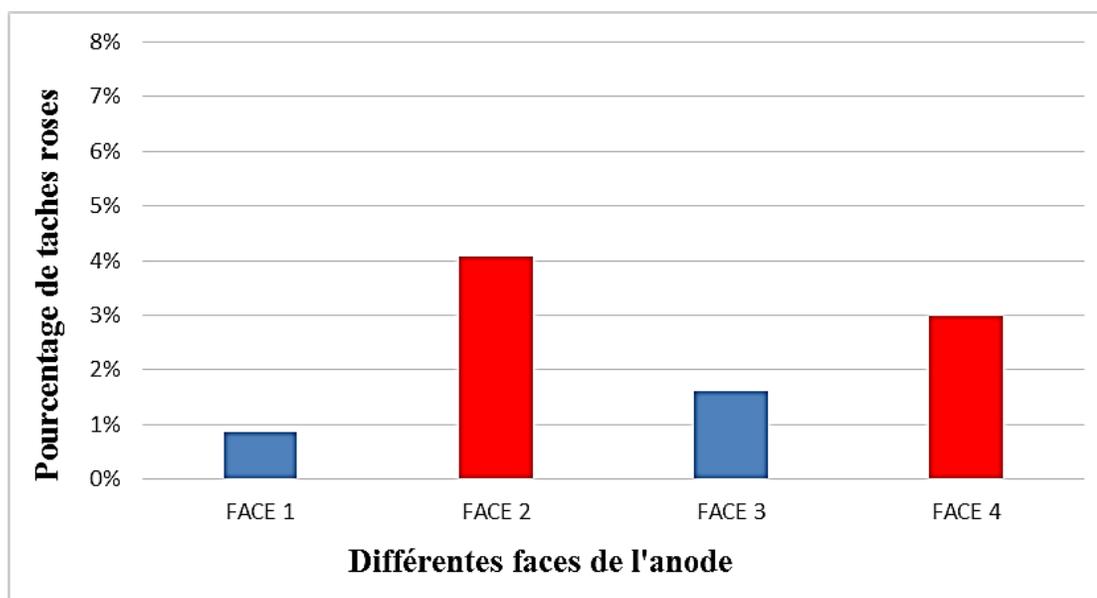


Figure A1-3: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode standard AIND-2

Face 1

Face 2

Face 3

Face 4

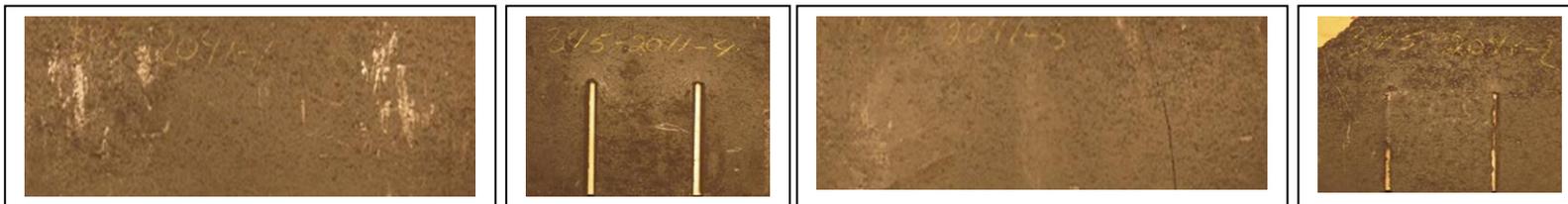
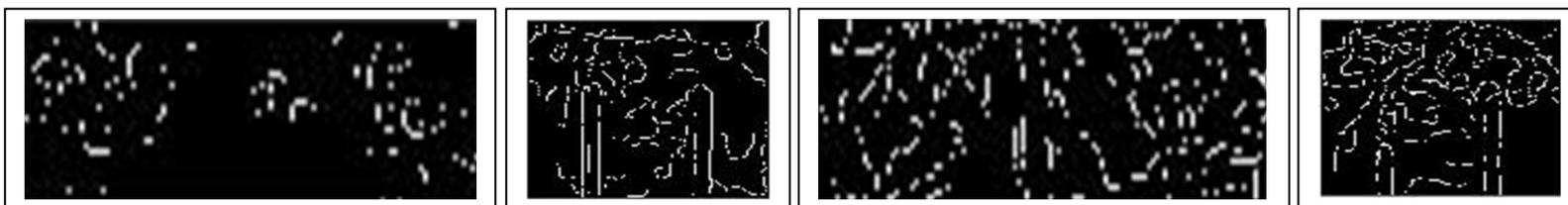
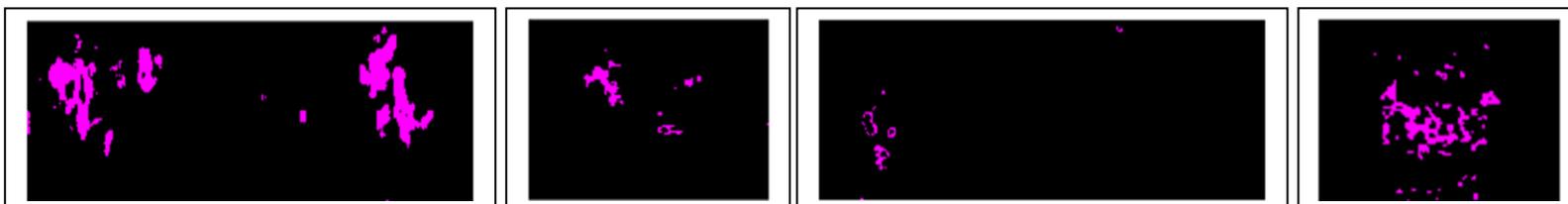
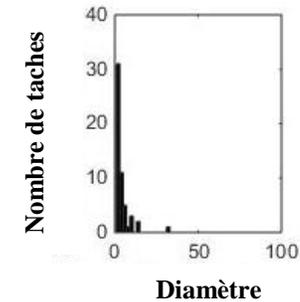
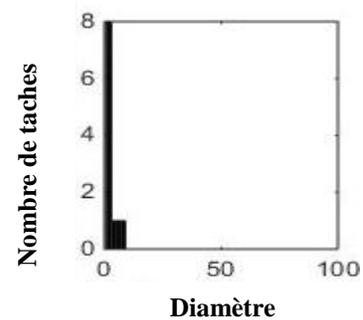
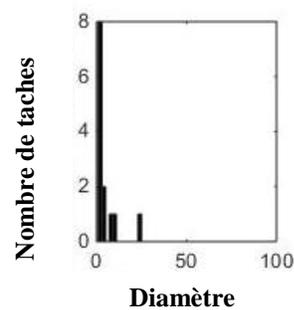
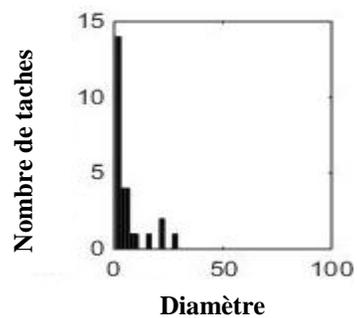
Images  
originalesLimites de  
particules  
(couleur blanche)Taches de sur-  
brai (couleur  
rose)Distribution de  
la taille des  
taches de sur-  
brai

Figure A1-4: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard AIND-3

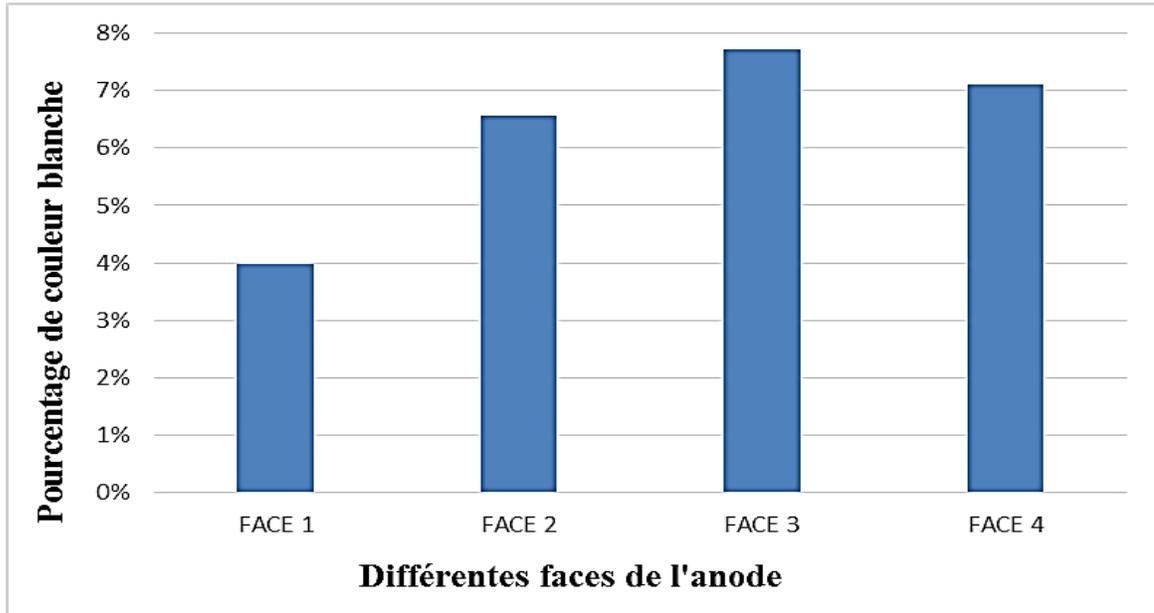


Figure A1-5: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode standard AIND-3

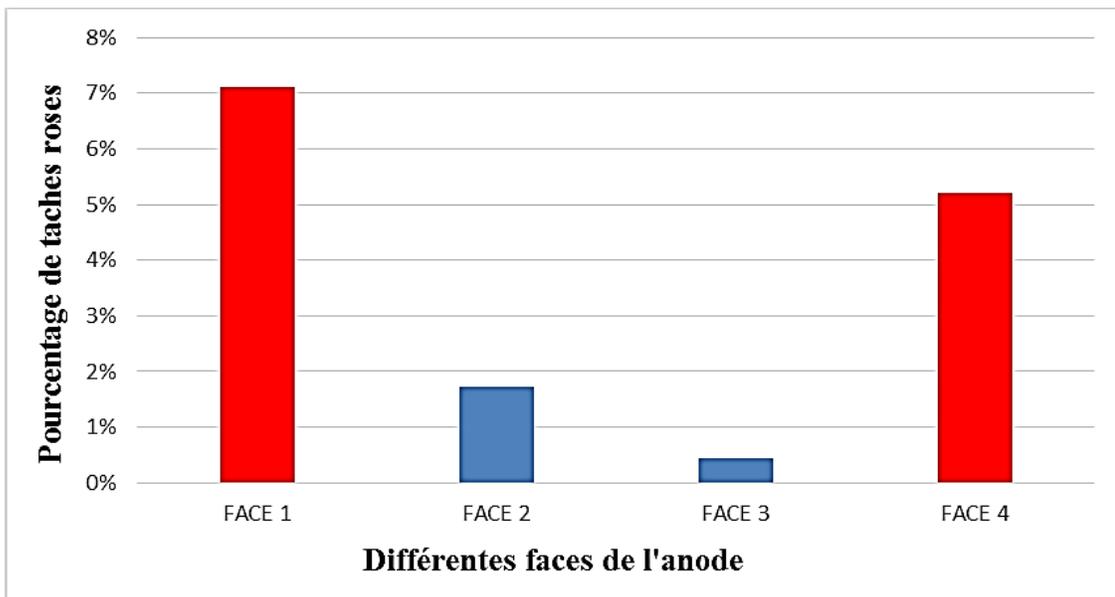


Figure A1-6: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode standard AIND-3

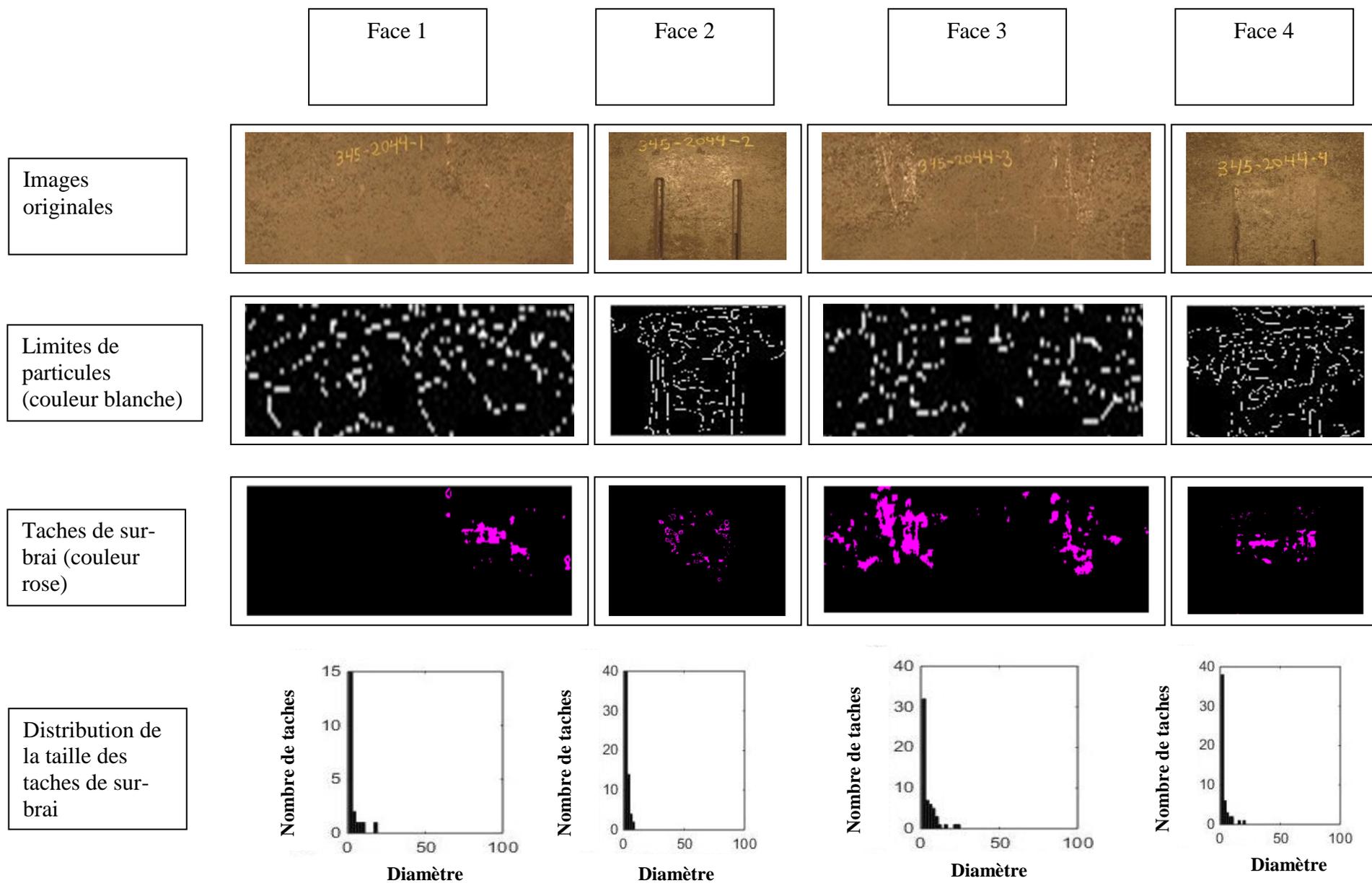


Figure A1-7: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-4 avec temps de compaction 40 secondes

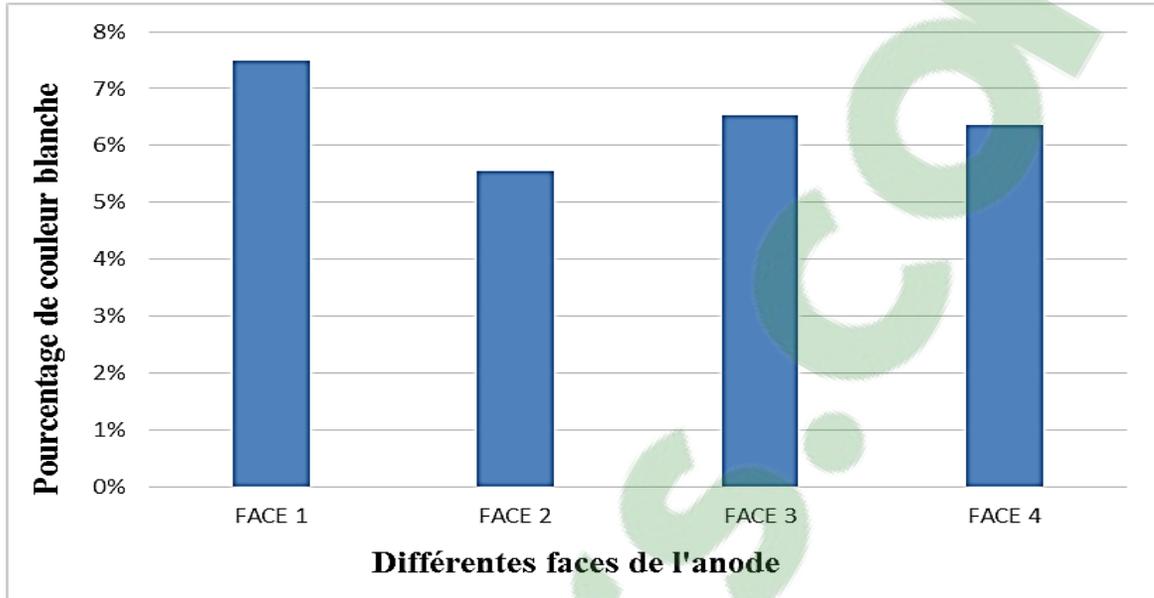


Figure A1-8: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode AIND-4 avec temps de compaction  $t_0+10$  secondes

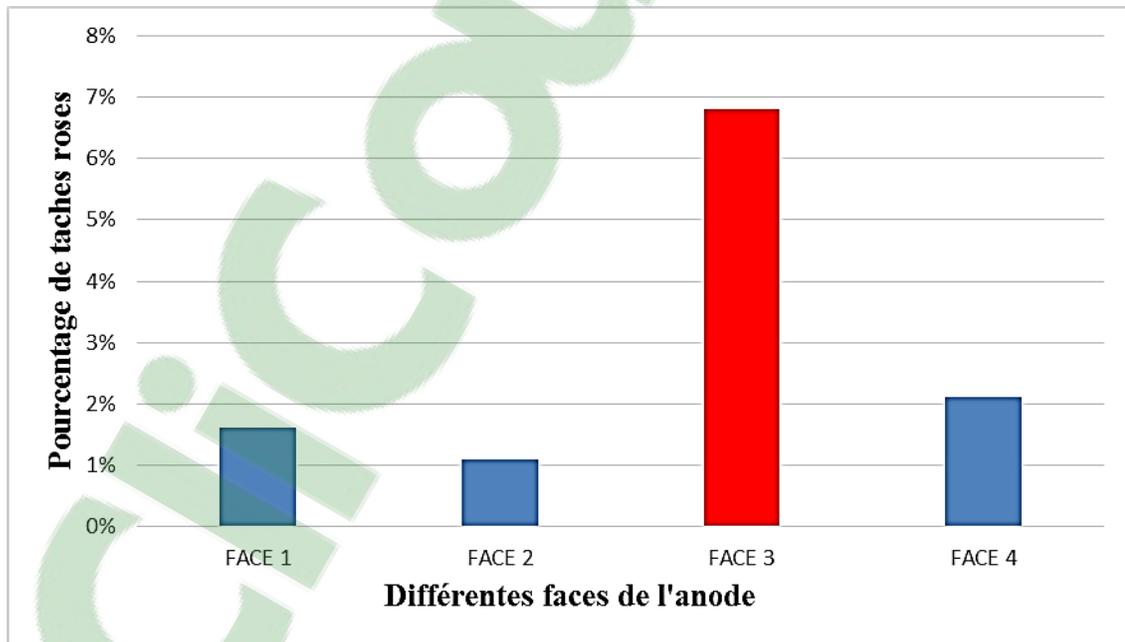


Figure A1-9: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode AIND-4 avec temps de compaction  $t_0+10$  secondes

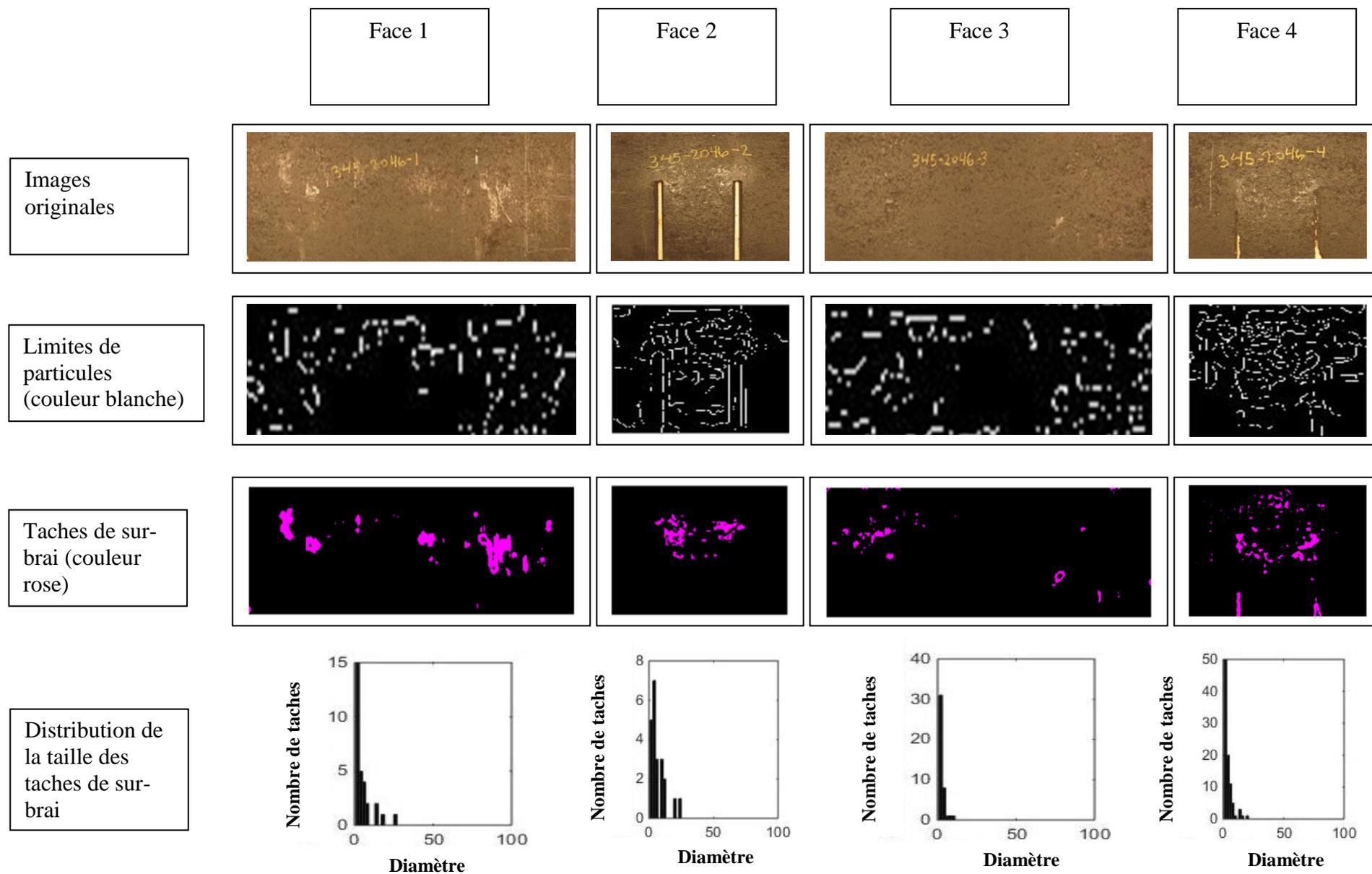


Figure A1-10: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-5 avec commande manuelle du temps de compaction

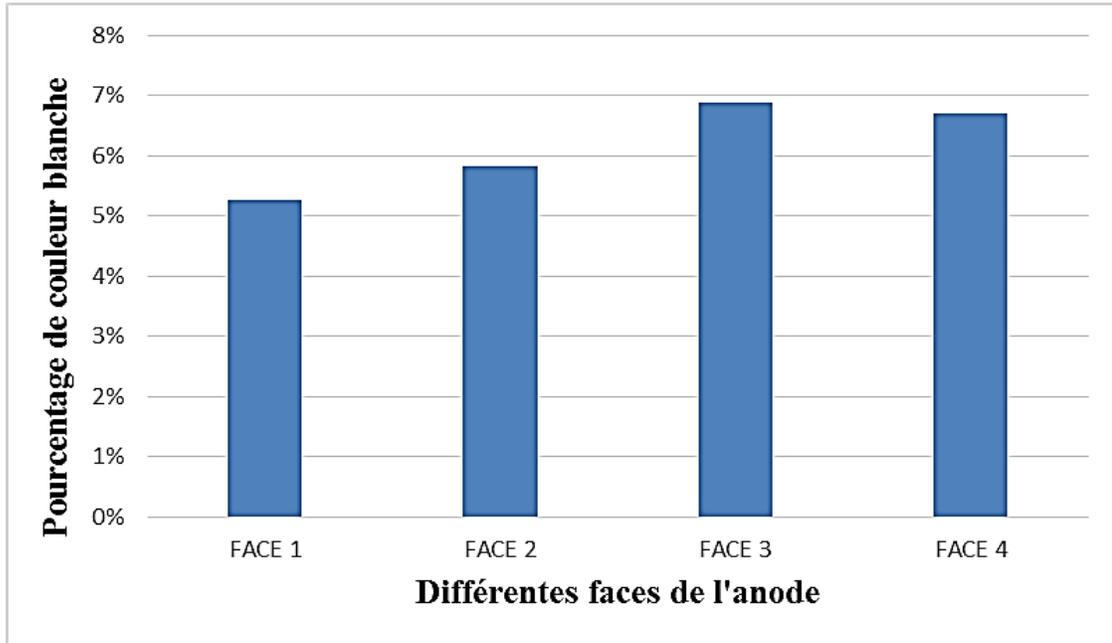


Figure A1-11: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode AIND-5 avec commande manuelle du temps de compaction

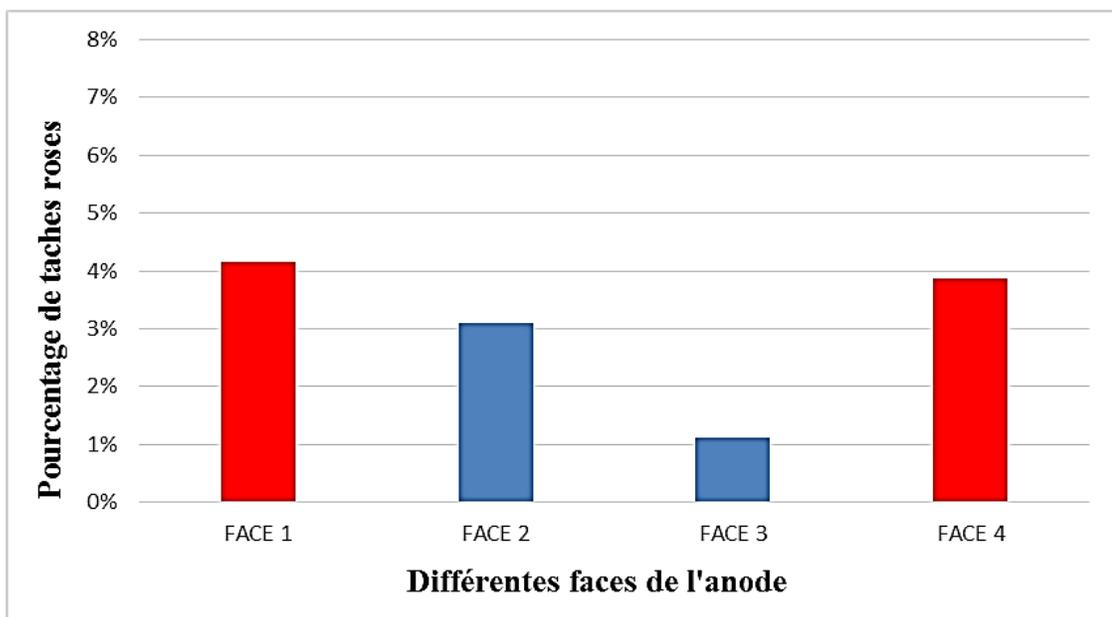


Figure A1-12: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode AIND-5 avec commande manuelle du temps de compaction

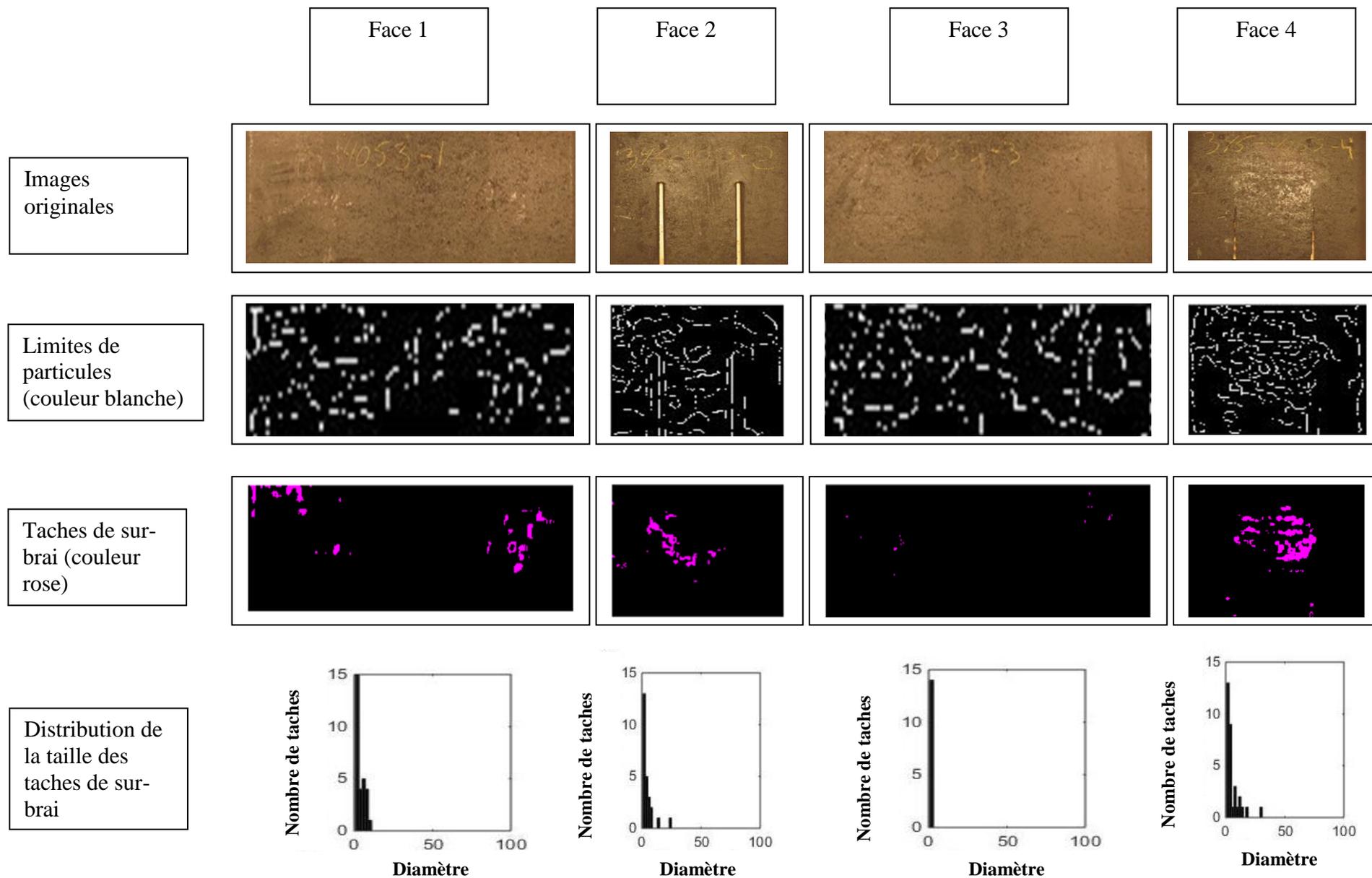


Figure A1-13: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-6 compactée avec pression de ballon P<sub>0</sub>+5 psi

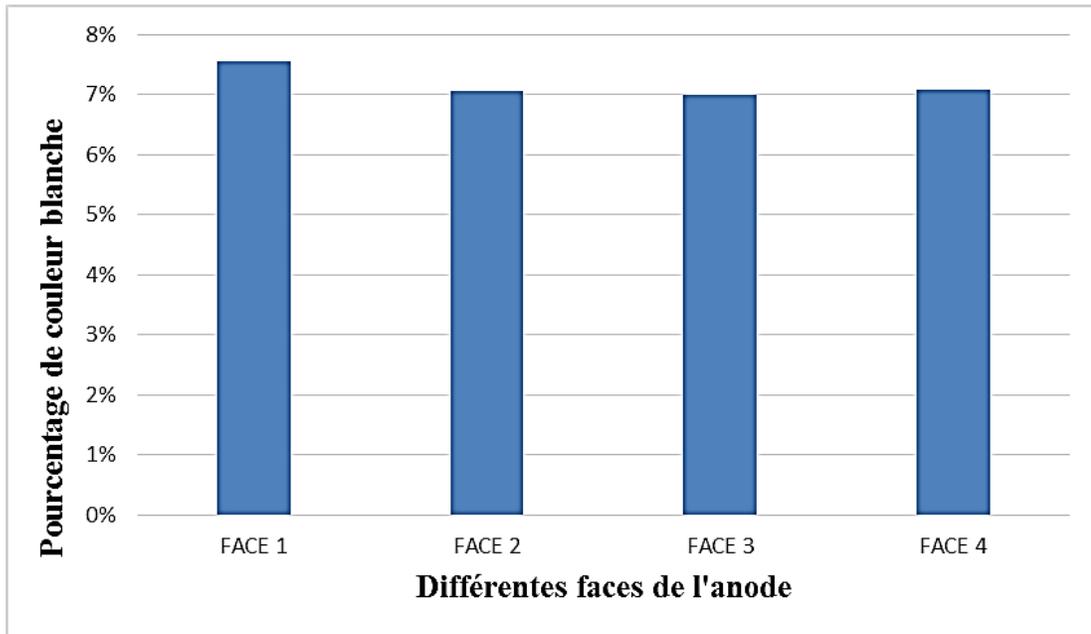


Figure A1-14: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode AIND-6 compactée avec pression de ballon P<sub>0</sub>+5 psi

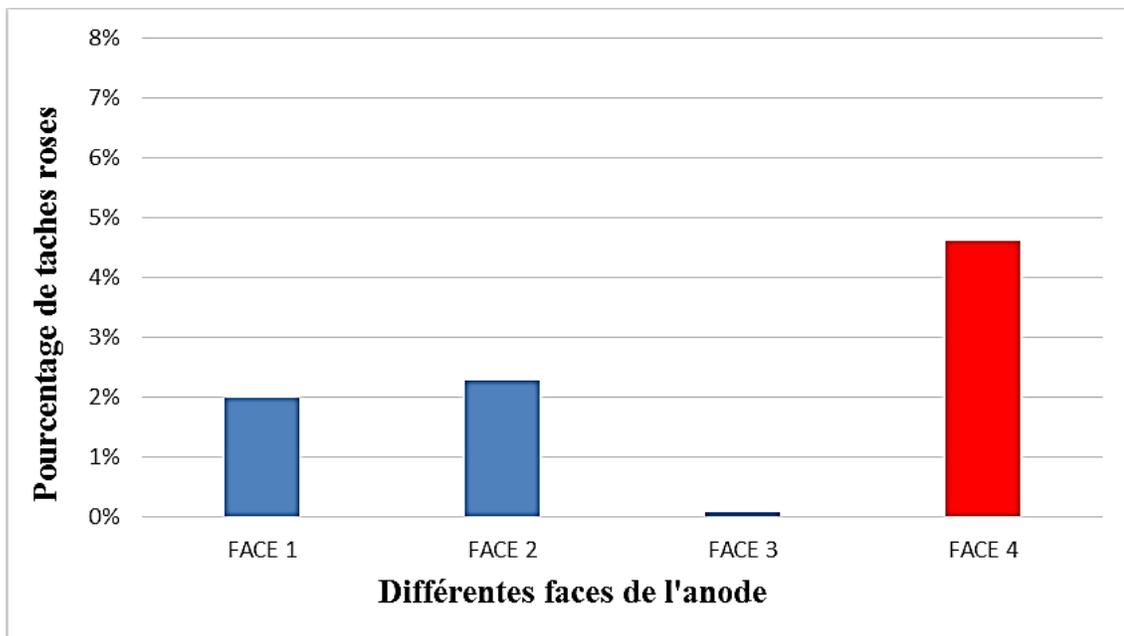


Figure A1-15: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode AIND-6 compactée avec pression de ballon P<sub>0</sub>+5 psi

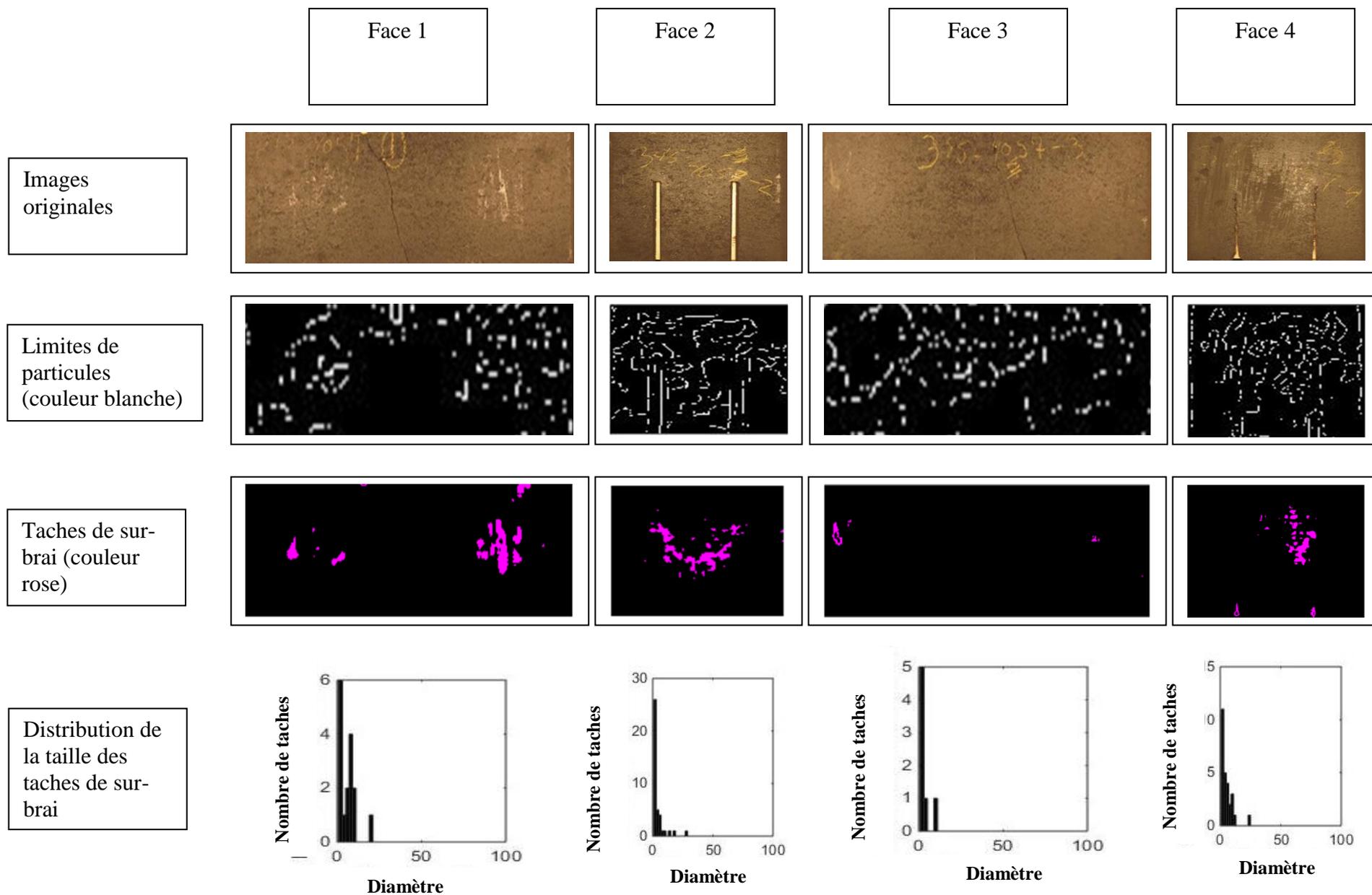


Figure A1-16: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-7 compactée avec pression de ballon  $P_0+2$  psi

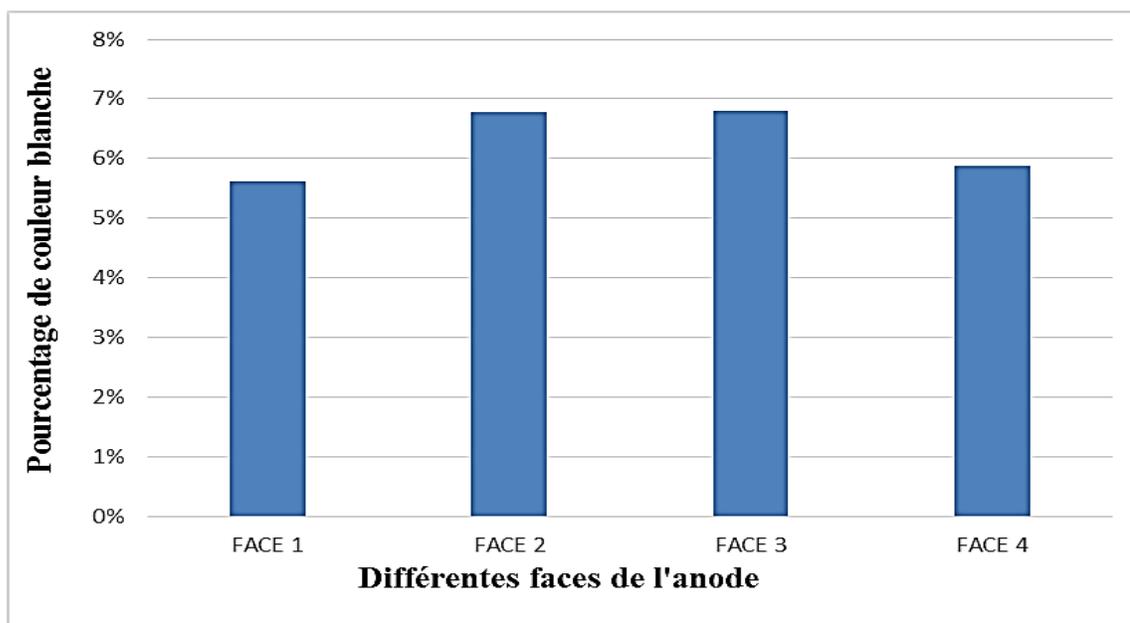


Figure A1-17: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode AIND-7 compactée avec pression de ballon  $P_0+2$  psi

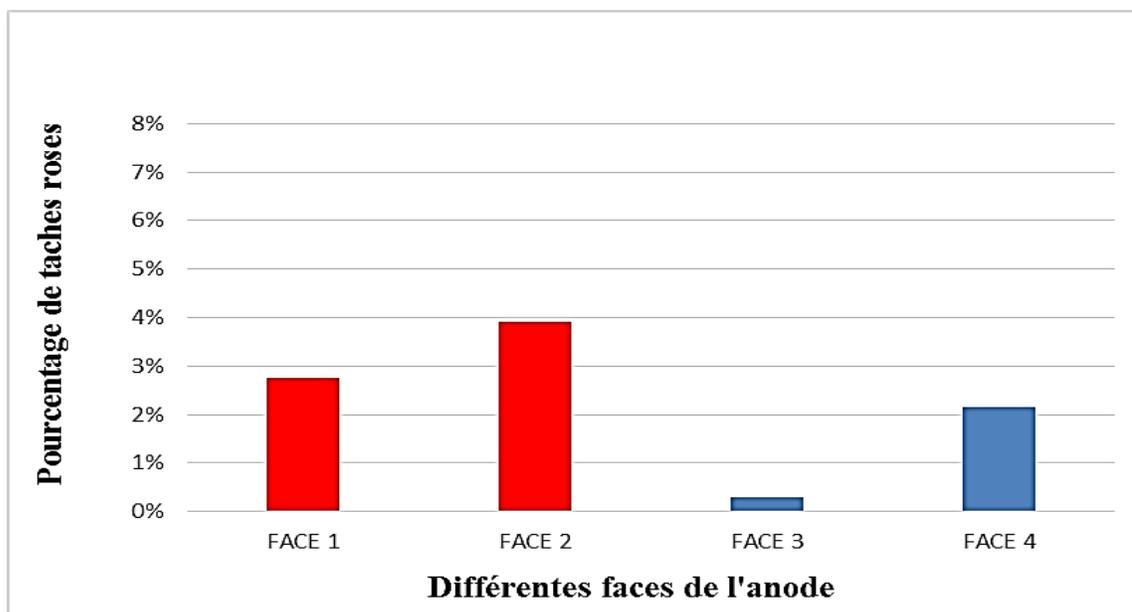


Figure A1-18: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode AIND-7 compactée avec pression de ballon  $P_0+2$  psi

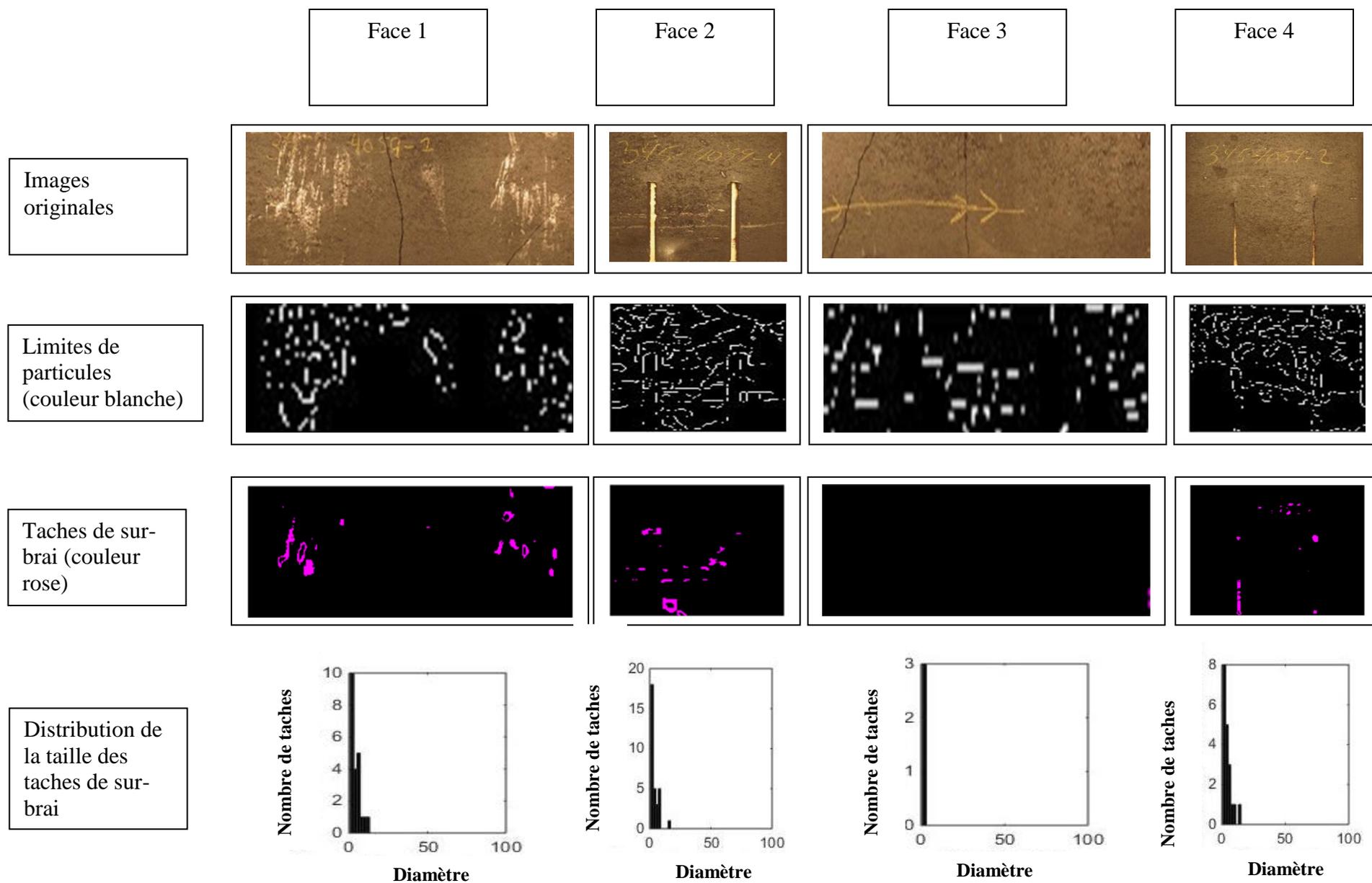


Figure A1-19: Résultats de l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-8 compactée avec pression de ballon  $P_0$  psi

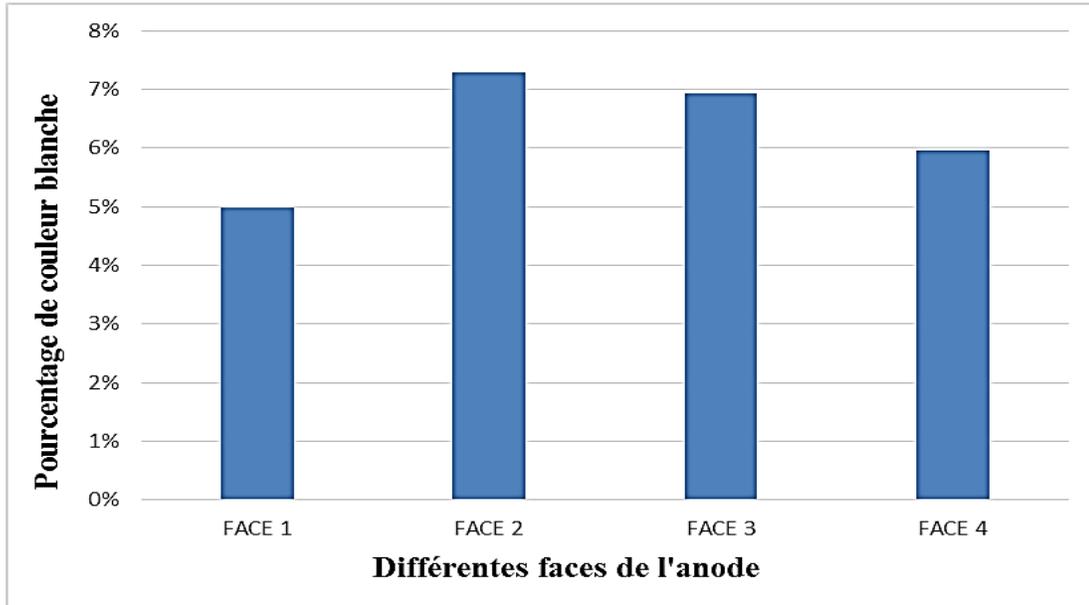


Figure A1-20: Pourcentage de limites de particules sur les faces de l'anode AIND-8 compactée avec pression de ballon  $P_0$  psi

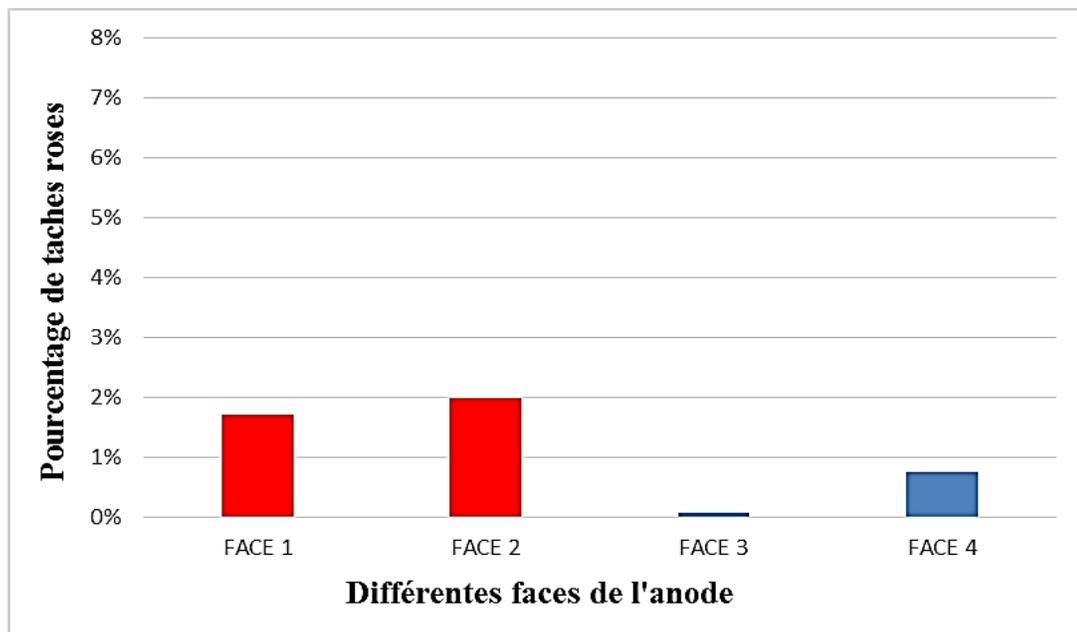


Figure A1-21: Pourcentage de taches de sur-brai sur les faces de l'anode AIND-8 compactée avec pression de ballon  $P_0$  psi

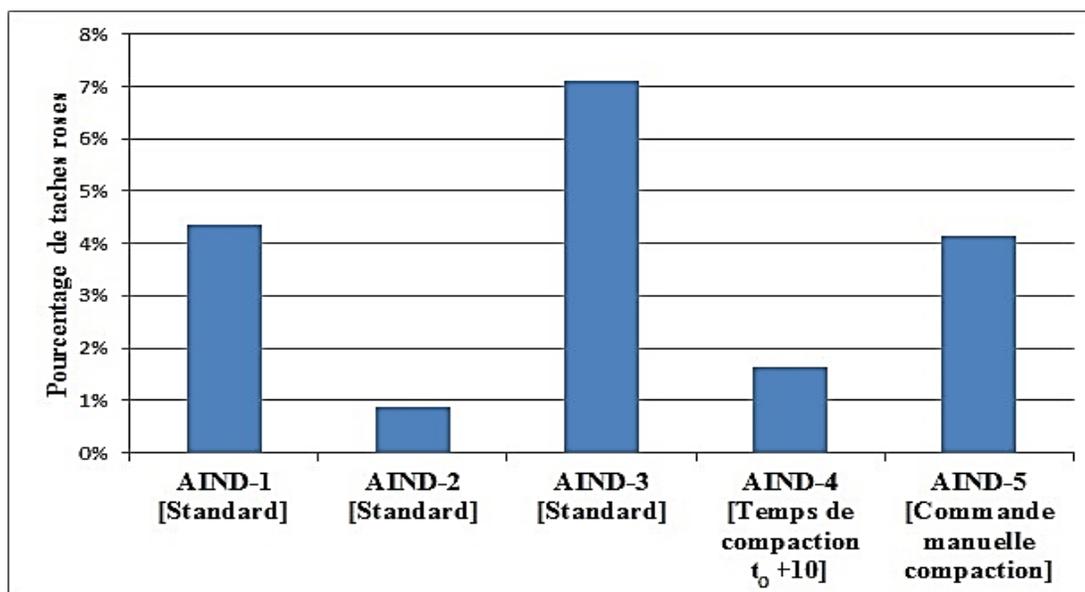


Figure A1-22: Taux de sur-brai sur les faces 1 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V1

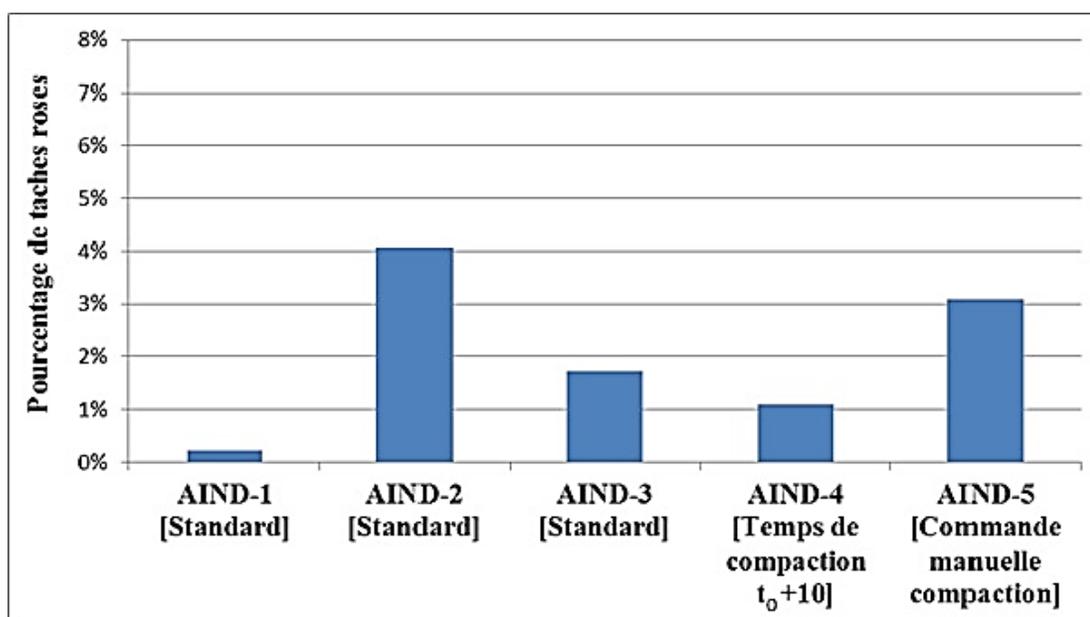


Figure A1-23: Taux de sur-brai sur les faces 2 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V1

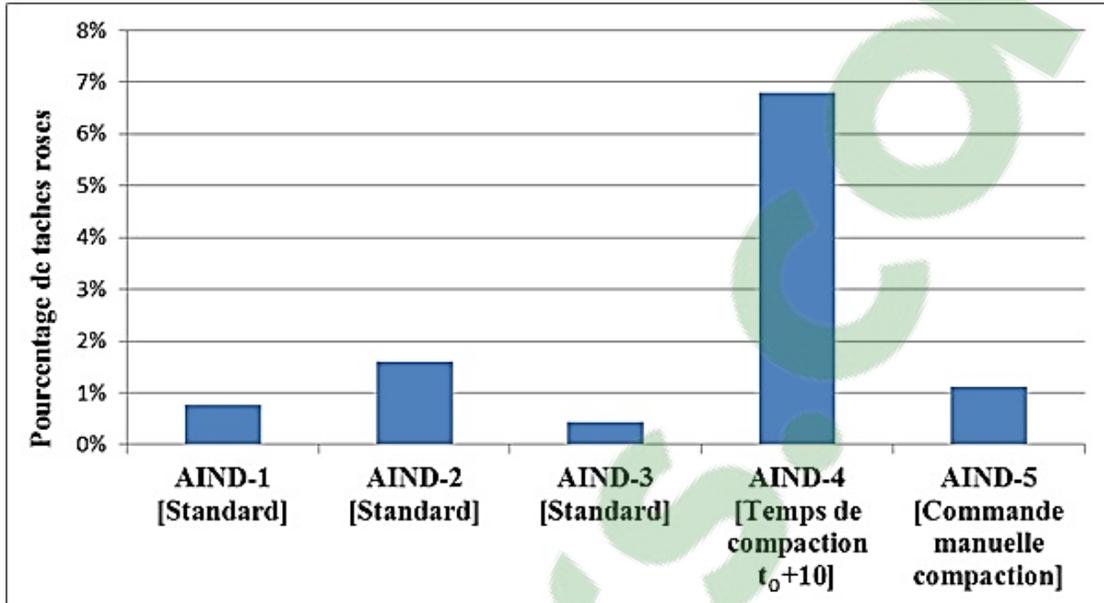


Figure A1-24: Taux de sur-brai sur les faces 3 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V1

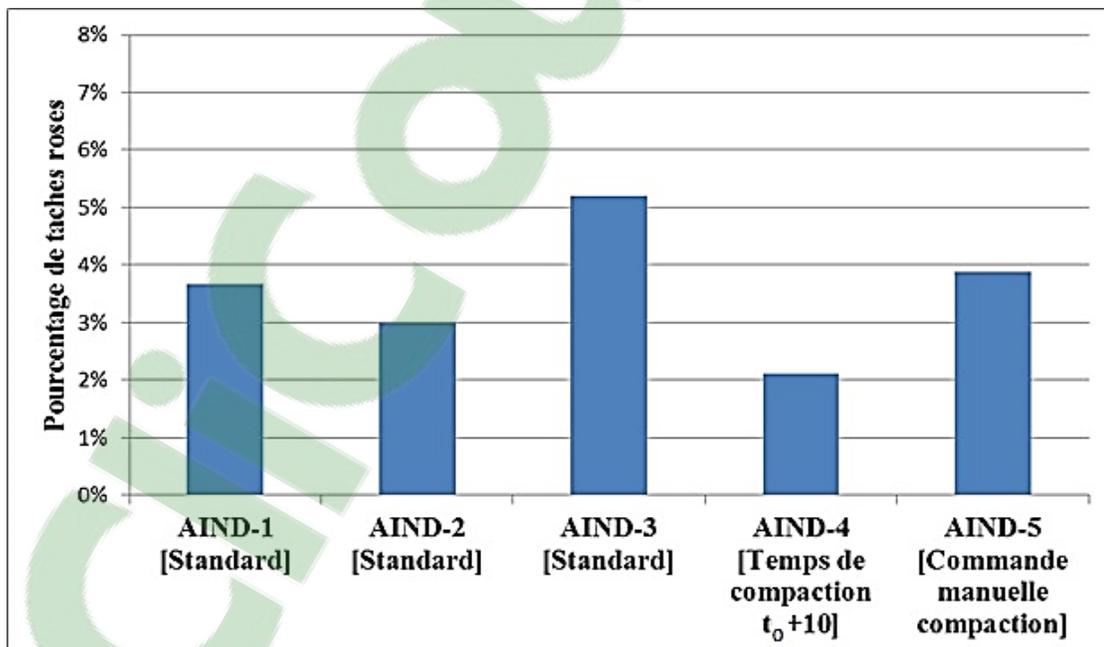


Figure A1-25: Taux de sur-brai sur les faces 4 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V1

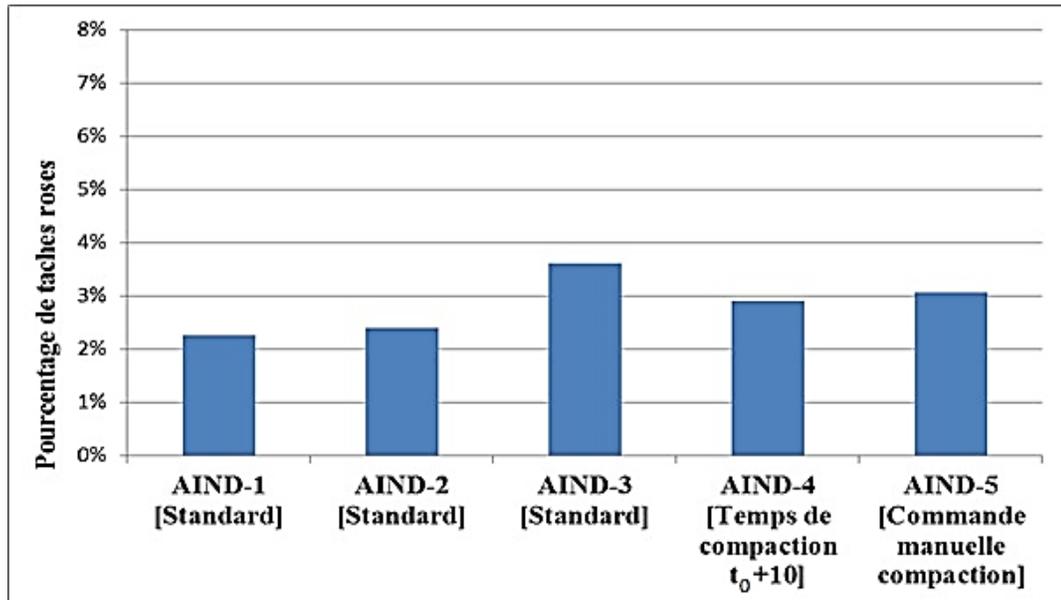


Figure A1-26: Moyenne des taux de sur-brai présent sur l'ensemble des quatre faces des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V1

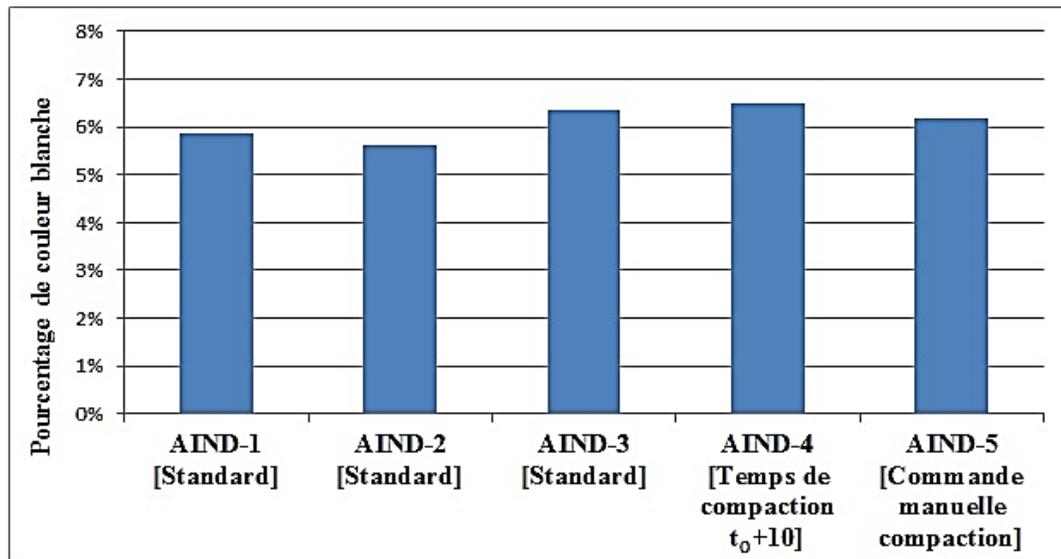


Figure A1-27: Moyenne des limites de particules présentes sur l'ensemble des quatre faces des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V1

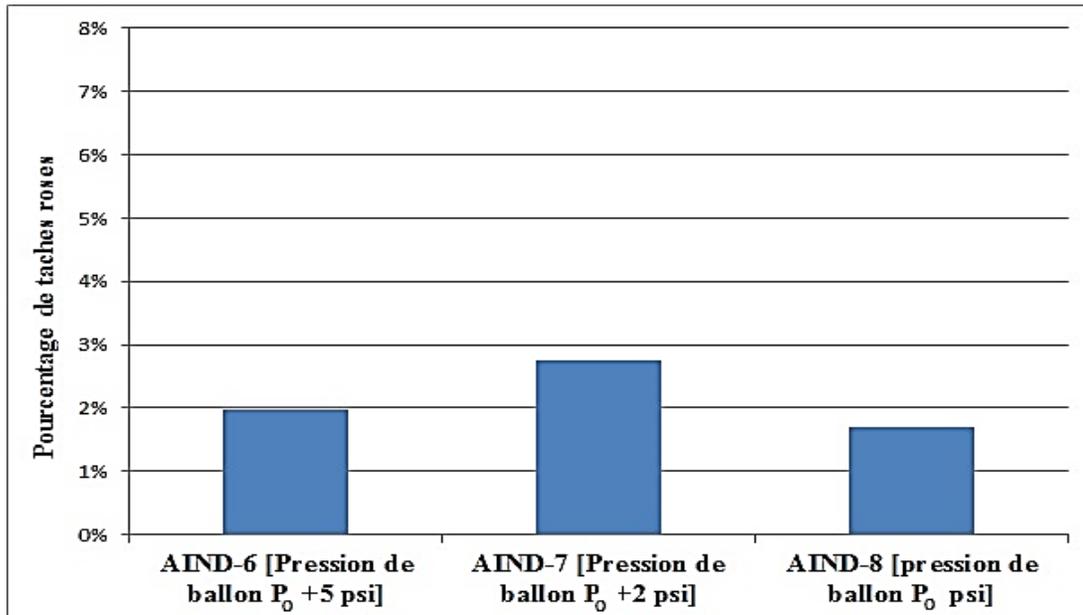


Figure A1-28: Taux de sur-brai sur les faces 1 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V2

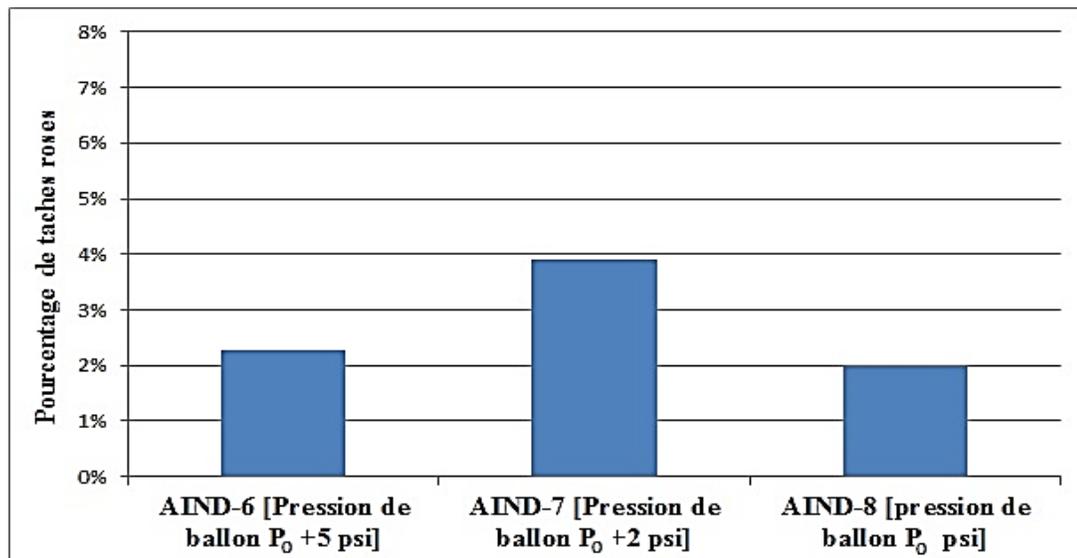


Figure A1-29: Taux de sur-brai sur les faces 2 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V2

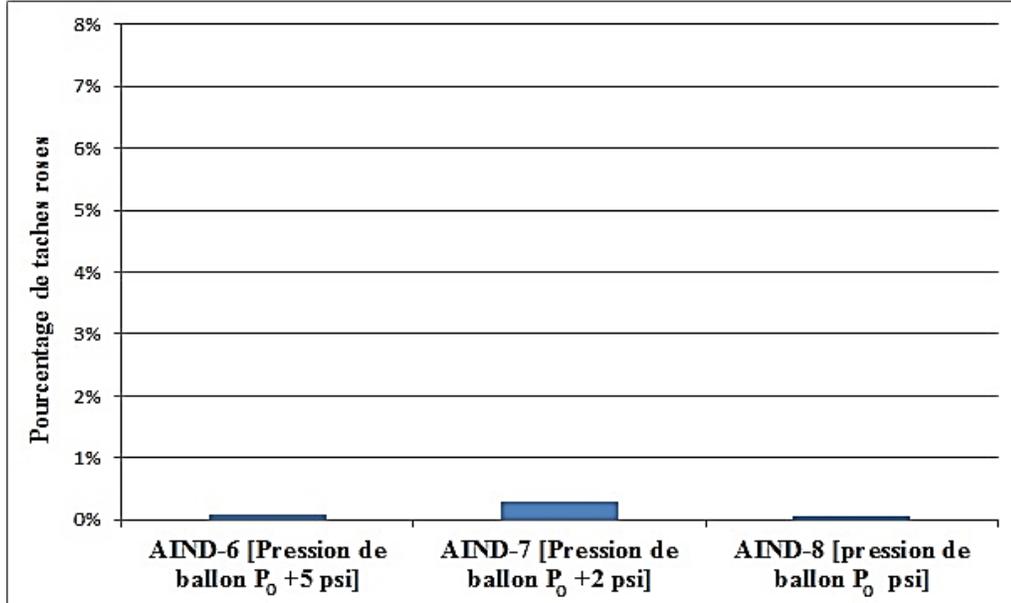


Figure A1-30: Taux de sur-brai sur les faces 3 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V2

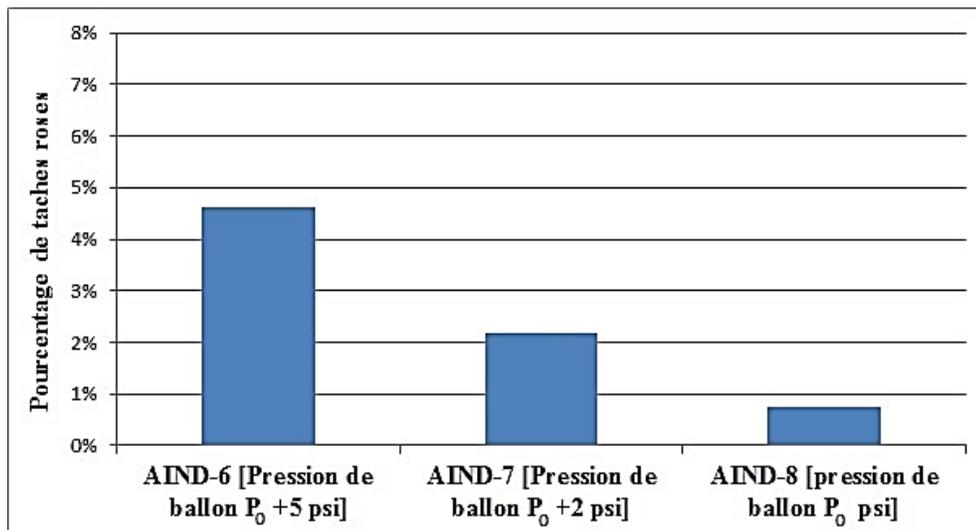


Figure A1-31: Taux de sur-brai sur les faces 4 des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V2

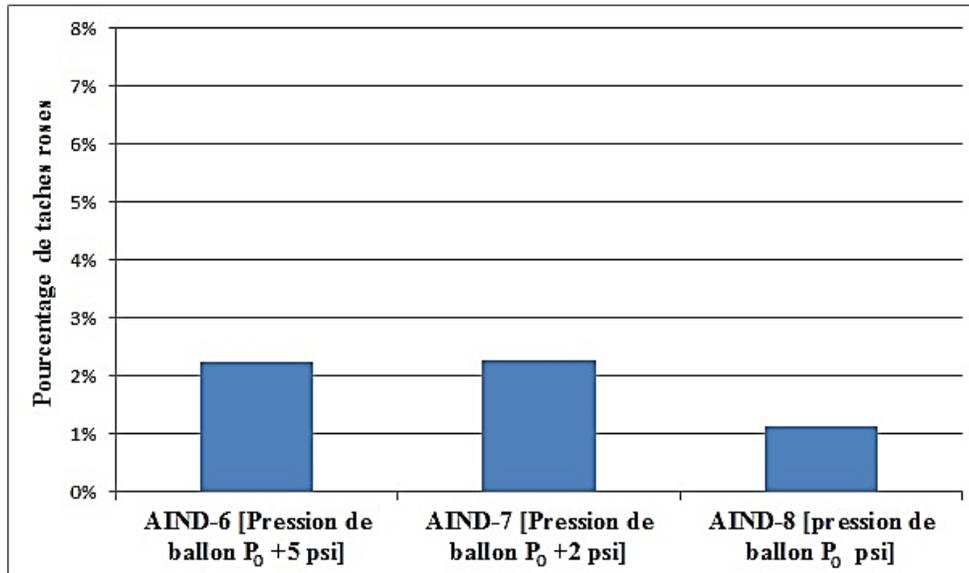


Figure A1-32: Moyenne des taux de sur-brai présent sur l'ensemble des quatre faces des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V2

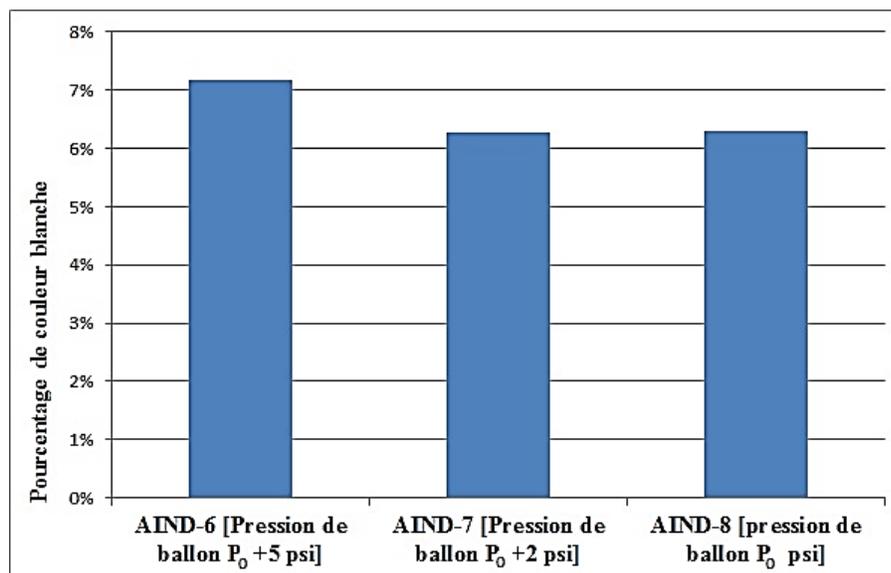


Figure A1-33: Moyenne des limites de particules présentes sur l'ensemble des quatre faces des différentes anodes industrielles issues du vibro-compacteur V2

## ANNEXE-2

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode standard AIND-2 est résumée dans le groupe de Tableau A2-1.

Tableau A2-1: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode standard AIND-2

<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2" style="text-align: center;">Face 1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: left;">Section 1</td> <td style="text-align: center;">3,382</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 2</td> <td style="text-align: center;">3,596</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 3</td> <td style="text-align: center;">3,648</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 4</td> <td style="text-align: center;">3,378</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 5</td> <td style="text-align: center;">3,579</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 6</td> <td style="text-align: center;">3,652</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Moyenne</td> <td style="text-align: center;">3,539</td> </tr> </tbody> </table>	Face 1		Section 1	3,382	Section 2	3,596	Section 3	3,648	Section 4	3,378	Section 5	3,579	Section 6	3,652	Moyenne	3,539	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2" style="text-align: center;">Face 3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: left;">Section 1</td> <td style="text-align: center;">3,748</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 2</td> <td style="text-align: center;">3,576</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 3</td> <td style="text-align: center;">3,469</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 4</td> <td style="text-align: center;">3,759</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 5</td> <td style="text-align: center;">3,565</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 6</td> <td style="text-align: center;">3,456</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Moyenne</td> <td style="text-align: center;">3,596</td> </tr> </tbody> </table>	Face 3		Section 1	3,748	Section 2	3,576	Section 3	3,469	Section 4	3,759	Section 5	3,565	Section 6	3,456	Moyenne	3,596
Face 1																																	
Section 1	3,382																																
Section 2	3,596																																
Section 3	3,648																																
Section 4	3,378																																
Section 5	3,579																																
Section 6	3,652																																
Moyenne	3,539																																
Face 3																																	
Section 1	3,748																																
Section 2	3,576																																
Section 3	3,469																																
Section 4	3,759																																
Section 5	3,565																																
Section 6	3,456																																
Moyenne	3,596																																
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2" style="text-align: center;">Face 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: left;">Section 1</td> <td style="text-align: center;">3,713</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 2</td> <td style="text-align: center;">3,642</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 3</td> <td style="text-align: center;">3,703</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 4</td> <td style="text-align: center;">3,644</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Moyenne</td> <td style="text-align: center;">3,676</td> </tr> </tbody> </table>	Face 2		Section 1	3,713	Section 2	3,642	Section 3	3,703	Section 4	3,644	Moyenne	3,676	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th colspan="2" style="text-align: center;">Face 4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: left;">Section 1</td> <td style="text-align: center;">3,590</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 2</td> <td style="text-align: center;">3,740</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 3</td> <td style="text-align: center;">3,586</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Section 4</td> <td style="text-align: center;">3,657</td> </tr> <tr> <td style="text-align: left;">Moyenne</td> <td style="text-align: center;">3,643</td> </tr> </tbody> </table>	Face 4		Section 1	3,590	Section 2	3,740	Section 3	3,586	Section 4	3,657	Moyenne	3,643								
Face 2																																	
Section 1	3,713																																
Section 2	3,642																																
Section 3	3,703																																
Section 4	3,644																																
Moyenne	3,676																																
Face 4																																	
Section 1	3,590																																
Section 2	3,740																																
Section 3	3,586																																
Section 4	3,657																																
Moyenne	3,643																																

Le graphe à la Figure A2-1 fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique avec le pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard AIND-2.

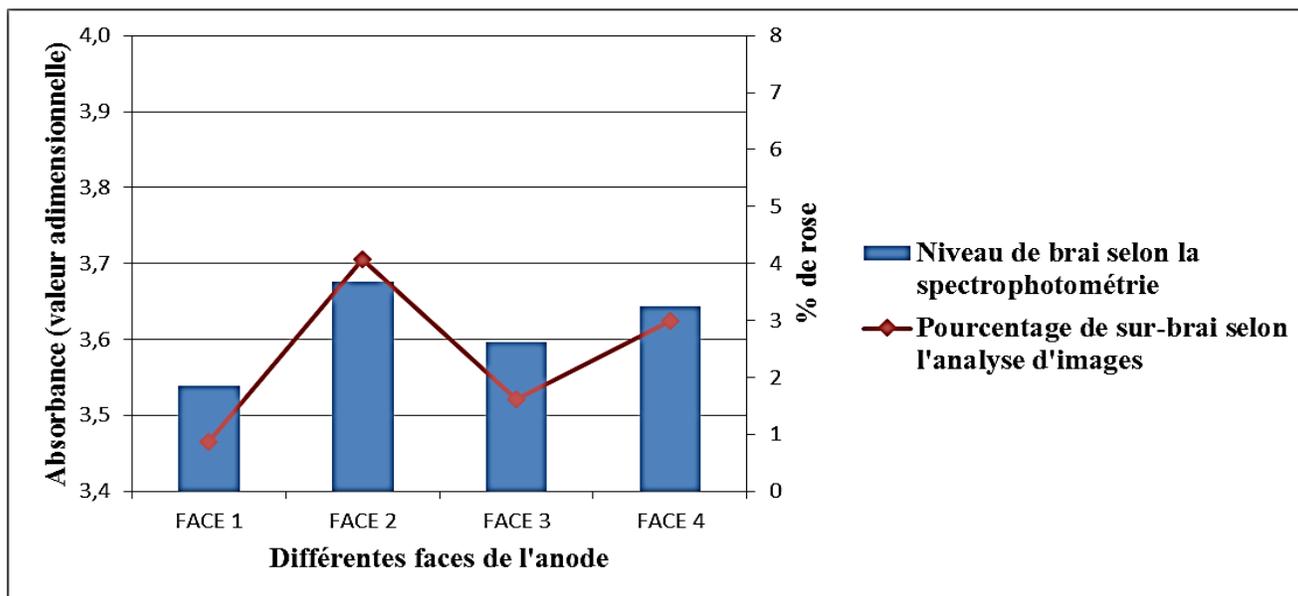


Figure A2-1: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode standard AIND-2

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode standard AIND-3 est résumée dans le groupe de Tableau A2-2.

Tableau A2-2: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode standard AIND-3

<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,413</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,815</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,638</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,425</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,811</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,648</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,625</td> </tr> </tbody> </table>		Face 1		Section 1	3,413	Section 2	3,815	Section 3	3,638	Section 4	3,425	Section 5	3,811	Section 6	3,648	Moyenne	3,625	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,555</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,369</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,554</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,554</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,349</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,536</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,486</td> </tr> </tbody> </table>		Face 3		Section 1	3,555	Section 2	3,369	Section 3	3,554	Section 4	3,554	Section 5	3,349	Section 6	3,536	Moyenne	3,486
Face 1																																			
Section 1	3,413																																		
Section 2	3,815																																		
Section 3	3,638																																		
Section 4	3,425																																		
Section 5	3,811																																		
Section 6	3,648																																		
Moyenne	3,625																																		
Face 3																																			
Section 1	3,555																																		
Section 2	3,369																																		
Section 3	3,554																																		
Section 4	3,554																																		
Section 5	3,349																																		
Section 6	3,536																																		
Moyenne	3,486																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,588</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,559</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,486</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,449</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,521</td> </tr> </tbody> </table>		Face 2		Section 1	3,588	Section 2	3,559	Section 3	3,486	Section 4	3,449	Moyenne	3,521	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,478</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,590</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,497</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,580</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,536</td> </tr> </tbody> </table>		Face 4		Section 1	3,478	Section 2	3,590	Section 3	3,497	Section 4	3,580	Moyenne	3,536								
Face 2																																			
Section 1	3,588																																		
Section 2	3,559																																		
Section 3	3,486																																		
Section 4	3,449																																		
Moyenne	3,521																																		
Face 4																																			
Section 1	3,478																																		
Section 2	3,590																																		
Section 3	3,497																																		
Section 4	3,580																																		
Moyenne	3,536																																		

Le graphe à la Figure A2-2 fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique au pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode standard AIND-3.

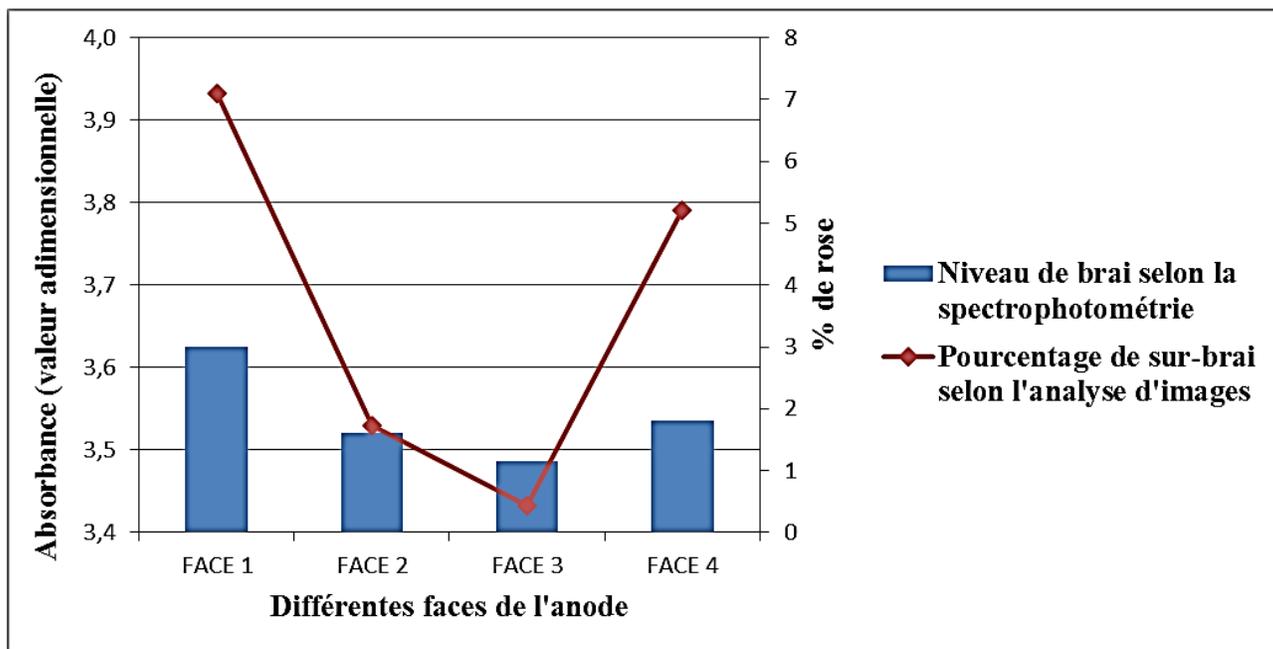


Figure A2-2: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode standard AIND-3

Pour l'anode AIND-4, deux blocs prélevés ont subi une analyse spectrophotométrique : il s'agit du bloc 1 et du bloc 4 car l'analyse d'images révèle une quantité importante de taches de sur-brai sur la face 3 également.

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode AIND-4 (voir Tableau 3-3) compactée à  $t_0+10$  s est résumée dans le groupe de Tableau A2-3; tandis que celle du bloc 4 se retrouve dans le groupe de Tableau A2-4.

Tableau A2-3: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode AIND-4 compactée à  $t_0+10$  s

<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,483</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,691</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,626</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,489</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,706</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,695</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,615</td> </tr> </tbody> </table>		Face 1		Section 1	3,483	Section 2	3,691	Section 3	3,626	Section 4	3,489	Section 5	3,706	Section 6	3,695	Moyenne	3,615	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,663</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,694</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,781</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,604</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,779</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,598</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,687</td> </tr> </tbody> </table>		Face 3		Section 1	3,663	Section 2	3,694	Section 3	3,781	Section 4	3,604	Section 5	3,779	Section 6	3,598	Moyenne	3,687
Face 1																																			
Section 1	3,483																																		
Section 2	3,691																																		
Section 3	3,626																																		
Section 4	3,489																																		
Section 5	3,706																																		
Section 6	3,695																																		
Moyenne	3,615																																		
Face 3																																			
Section 1	3,663																																		
Section 2	3,694																																		
Section 3	3,781																																		
Section 4	3,604																																		
Section 5	3,779																																		
Section 6	3,598																																		
Moyenne	3,687																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,494</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,632</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,484</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,618</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,557</td> </tr> </tbody> </table>		Face 2		Section 1	3,494	Section 2	3,632	Section 3	3,484	Section 4	3,618	Moyenne	3,557	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,681</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,604</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,679</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,598</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,641</td> </tr> </tbody> </table>		Face 4		Section 1	3,681	Section 2	3,604	Section 3	3,679	Section 4	3,598	Moyenne	3,641								
Face 2																																			
Section 1	3,494																																		
Section 2	3,632																																		
Section 3	3,484																																		
Section 4	3,618																																		
Moyenne	3,557																																		
Face 4																																			
Section 1	3,681																																		
Section 2	3,604																																		
Section 3	3,679																																		
Section 4	3,598																																		
Moyenne	3,641																																		

Tableau A2-4: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 4 de l'anode AIND-4 compactée à  $t_0+10$  s

Face 1		Face 3	
Section 1	3,628	Section 1	3,611
Section 2	2,925	Section 2	3,519
Section 3	3,334	Section 3	3,681
Section 4	3,615	Section 4	3,614
Section 5	2,918	Section 5	3,510
Section 6	3,339	Section 6	3,675
Moyenne	3,293	Moyenne	3,602
Face 2		Face 4	
Section 1	3,091	Section 1	3,468
Section 2	3,259	Section 2	3,471
Section 3	3,197	Section 3	3,466
Section 4	3,180	Section 4	3,452
Moyenne	3,182	Moyenne	3,464

Le graphe à la Figure A2-3 fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 et du bloc 4 selon l'analyse spectrophotométrique avec le pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-4 compactée à  $t_0+10$  s secondes.

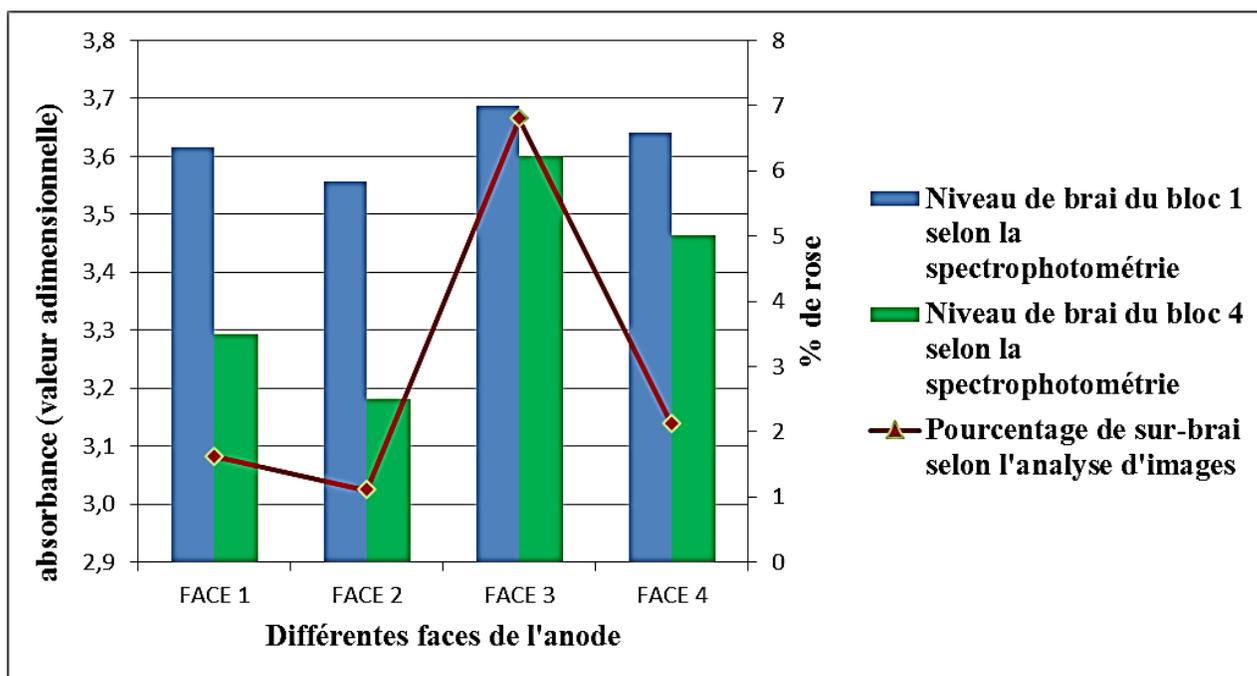


Figure A2-3: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode AIND-4 compactée à  $t_0+10$  secondes

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode AIND-5 avec commande manuelle de la compaction est résumée dans le groupe de Tableau A2-5.

Tableau A2-5: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode AIND-5 avec commande manuelle de la compaction

<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,876</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,884</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,878</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,888</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,888</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,891</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,884</td> </tr> </tbody> </table>		Face 1		Section 1	3,876	Section 2	3,884	Section 3	3,878	Section 4	3,888	Section 5	3,888	Section 6	3,891	Moyenne	3,884	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,624</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,617</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,463</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,605</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,684</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,466</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,577</td> </tr> </tbody> </table>		Face 3		Section 1	3,624	Section 2	3,617	Section 3	3,463	Section 4	3,605	Section 5	3,684	Section 6	3,466	Moyenne	3,577
Face 1																																			
Section 1	3,876																																		
Section 2	3,884																																		
Section 3	3,878																																		
Section 4	3,888																																		
Section 5	3,888																																		
Section 6	3,891																																		
Moyenne	3,884																																		
Face 3																																			
Section 1	3,624																																		
Section 2	3,617																																		
Section 3	3,463																																		
Section 4	3,605																																		
Section 5	3,684																																		
Section 6	3,466																																		
Moyenne	3,577																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,528</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,772</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,518</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,745</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,641</td> </tr> </tbody> </table>		Face 2		Section 1	3,528	Section 2	3,772	Section 3	3,518	Section 4	3,745	Moyenne	3,641	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,837</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,687</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,914</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,679</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,779</td> </tr> </tbody> </table>		Face 4		Section 1	3,837	Section 2	3,687	Section 3	3,914	Section 4	3,679	Moyenne	3,779								
Face 2																																			
Section 1	3,528																																		
Section 2	3,772																																		
Section 3	3,518																																		
Section 4	3,745																																		
Moyenne	3,641																																		
Face 4																																			
Section 1	3,837																																		
Section 2	3,687																																		
Section 3	3,914																																		
Section 4	3,679																																		
Moyenne	3,779																																		

Le graphe à la Figure A2-4 fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique au pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-5.

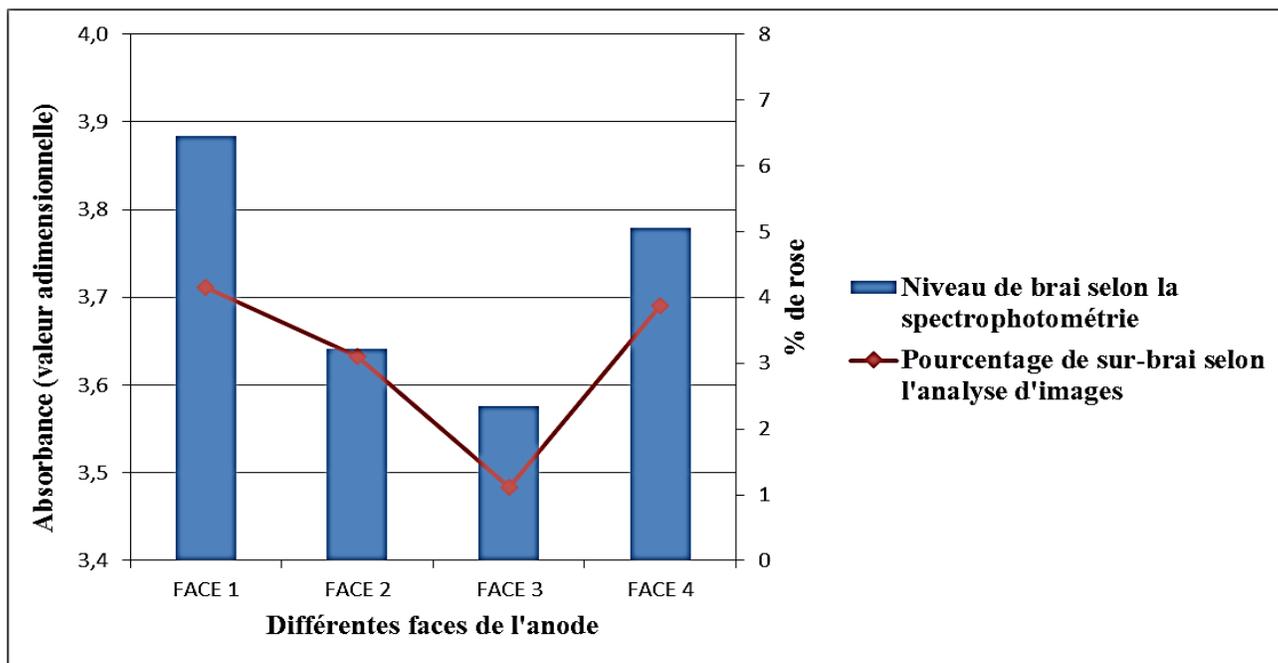


Figure A2-4: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode AIND-5 avec commande manuelle de la compaction

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode AIND-6 fabriquée avec  $P_0+5$  psi comme pression de ballon est résumée dans le groupe de Tableau A2-6.

Tableau A2-6: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode AIND-6 faite avec  $P_0+5$  psi comme pression de ballon

<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,665</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,694</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,699</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,677</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,681</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,710</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,688</td> </tr> </tbody> </table>		Face 1		Section 1	3,665	Section 2	3,694	Section 3	3,699	Section 4	3,677	Section 5	3,681	Section 6	3,710	Moyenne	3,688	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,753</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,698</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,496</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,766</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,715</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,470</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,650</td> </tr> </tbody> </table>		Face 3		Section 1	3,753	Section 2	3,698	Section 3	3,496	Section 4	3,766	Section 5	3,715	Section 6	3,470	Moyenne	3,650
Face 1																																			
Section 1	3,665																																		
Section 2	3,694																																		
Section 3	3,699																																		
Section 4	3,677																																		
Section 5	3,681																																		
Section 6	3,710																																		
Moyenne	3,688																																		
Face 3																																			
Section 1	3,753																																		
Section 2	3,698																																		
Section 3	3,496																																		
Section 4	3,766																																		
Section 5	3,715																																		
Section 6	3,470																																		
Moyenne	3,650																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,887</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,829</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,801</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,847</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,841</td> </tr> </tbody> </table>		Face 2		Section 1	3,887	Section 2	3,829	Section 3	3,801	Section 4	3,847	Moyenne	3,841	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>4,016</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,950</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>4,007</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,955</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,982</td> </tr> </tbody> </table>		Face 4		Section 1	4,016	Section 2	3,950	Section 3	4,007	Section 4	3,955	Moyenne	3,982								
Face 2																																			
Section 1	3,887																																		
Section 2	3,829																																		
Section 3	3,801																																		
Section 4	3,847																																		
Moyenne	3,841																																		
Face 4																																			
Section 1	4,016																																		
Section 2	3,950																																		
Section 3	4,007																																		
Section 4	3,955																																		
Moyenne	3,982																																		

Le graphe à la Figure A2-5 fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique avec le pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-6.

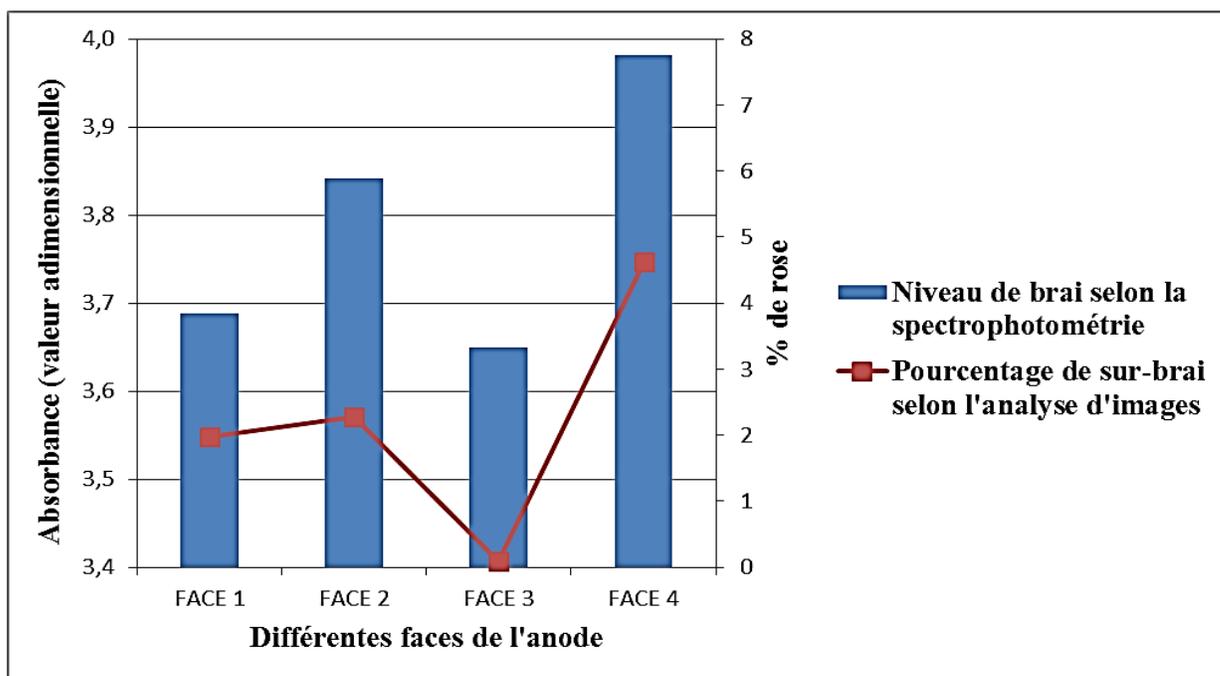


Figure A2-5: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode AIND-6 faite avec P<sub>0</sub>+5 psi comme pression de ballon

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode AIND-7 faite avec  $P_{0+2}$  psi comme pression de ballon est résumée dans le groupe de Tableau A2-7.

Tableau A2-7: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode AIND-7 faite avec  $P_{0+2}$  psi comme pression de ballon

<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,780</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,684</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,584</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,761</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,694</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,591</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,682</td> </tr> </tbody> </table>		Face 1		Section 1	3,780	Section 2	3,684	Section 3	3,584	Section 4	3,761	Section 5	3,694	Section 6	3,591	Moyenne	3,682	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,591</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,559</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,563</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,580</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,563</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,574</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,572</td> </tr> </tbody> </table>		Face 3		Section 1	3,591	Section 2	3,559	Section 3	3,563	Section 4	3,580	Section 5	3,563	Section 6	3,574	Moyenne	3,572
Face 1																																			
Section 1	3,780																																		
Section 2	3,684																																		
Section 3	3,584																																		
Section 4	3,761																																		
Section 5	3,694																																		
Section 6	3,591																																		
Moyenne	3,682																																		
Face 3																																			
Section 1	3,591																																		
Section 2	3,559																																		
Section 3	3,563																																		
Section 4	3,580																																		
Section 5	3,563																																		
Section 6	3,574																																		
Moyenne	3,572																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,821</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,630</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,838</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,636</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,731</td> </tr> </tbody> </table>		Face 2		Section 1	3,821	Section 2	3,630	Section 3	3,838	Section 4	3,636	Moyenne	3,731	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,685</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,616</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,591</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,584</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,619</td> </tr> </tbody> </table>		Face 4		Section 1	3,685	Section 2	3,616	Section 3	3,591	Section 4	3,584	Moyenne	3,619								
Face 2																																			
Section 1	3,821																																		
Section 2	3,630																																		
Section 3	3,838																																		
Section 4	3,636																																		
Moyenne	3,731																																		
Face 4																																			
Section 1	3,685																																		
Section 2	3,616																																		
Section 3	3,591																																		
Section 4	3,584																																		
Moyenne	3,619																																		

Le graphe à la Figure A2-6 fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique au pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-7.

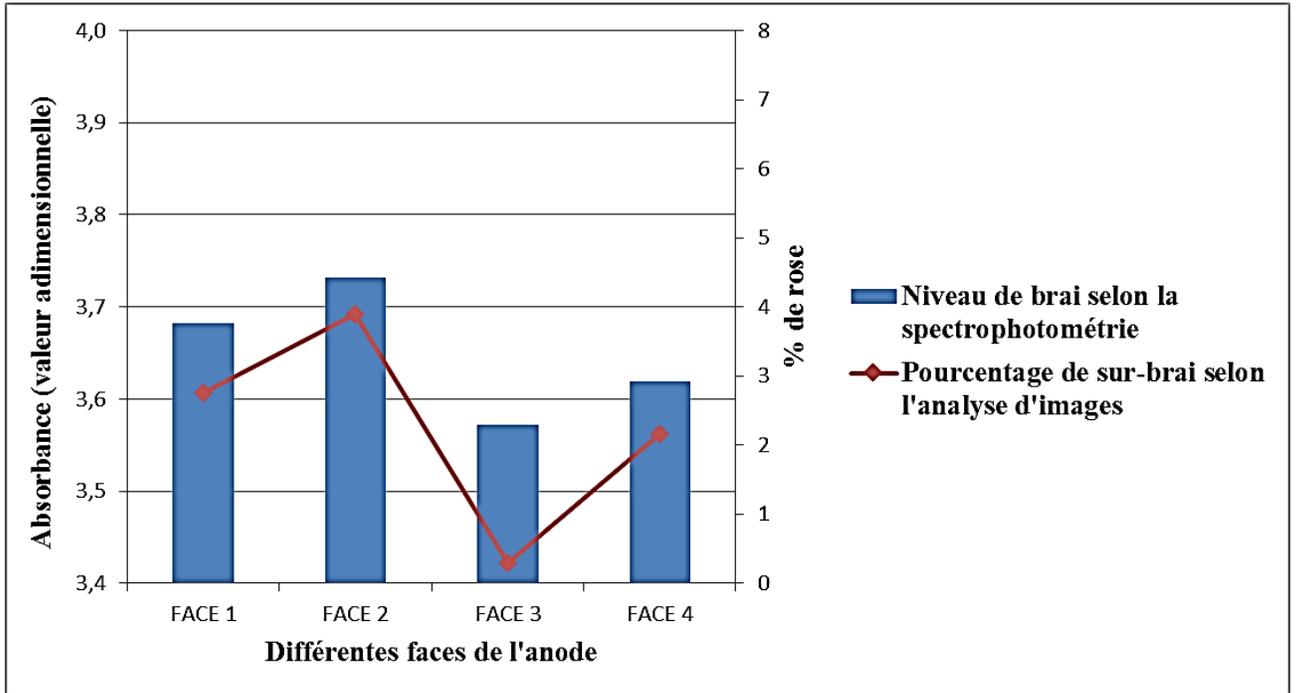


Figure A2-6: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode AIND-7 faite avec  $P_0+2$  psi comme pression de ballon

L'analyse spectrophotométrique des différentes sections prélevées sur les quatre faces du bloc 1 de l'anode AIND-8 faite avec  $P_0$  psi comme pression de ballon est résumée dans le groupe de **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Tableau A2-8: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des sections prélevées sur les différentes faces du bloc 1 de l'anode AIND-8 faite avec  $P_0$  psi comme pression de ballon

<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 1</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,625</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,610</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,621</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,629</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,604</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,628</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,620</td> </tr> </tbody> </table>		Face 1		Section 1	3,625	Section 2	3,610	Section 3	3,621	Section 4	3,629	Section 5	3,604	Section 6	3,628	Moyenne	3,620	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,589</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,284</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,782</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,576</td> </tr> <tr> <td>Section 5</td> <td>3,269</td> </tr> <tr> <td>Section 6</td> <td>3,770</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,545</td> </tr> </tbody> </table>		Face 3		Section 1	3,589	Section 2	3,284	Section 3	3,782	Section 4	3,576	Section 5	3,269	Section 6	3,770	Moyenne	3,545
Face 1																																			
Section 1	3,625																																		
Section 2	3,610																																		
Section 3	3,621																																		
Section 4	3,629																																		
Section 5	3,604																																		
Section 6	3,628																																		
Moyenne	3,620																																		
Face 3																																			
Section 1	3,589																																		
Section 2	3,284																																		
Section 3	3,782																																		
Section 4	3,576																																		
Section 5	3,269																																		
Section 6	3,770																																		
Moyenne	3,545																																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,691</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,628</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,691</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,643</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,663</td> </tr> </tbody> </table>		Face 2		Section 1	3,691	Section 2	3,628	Section 3	3,691	Section 4	3,643	Moyenne	3,663	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2">Face 4</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Section 1</td> <td>3,607</td> </tr> <tr> <td>Section 2</td> <td>3,602</td> </tr> <tr> <td>Section 3</td> <td>3,603</td> </tr> <tr> <td>Section 4</td> <td>3,602</td> </tr> <tr> <td>Moyenne</td> <td>3,604</td> </tr> </tbody> </table>		Face 4		Section 1	3,607	Section 2	3,602	Section 3	3,603	Section 4	3,602	Moyenne	3,604								
Face 2																																			
Section 1	3,691																																		
Section 2	3,628																																		
Section 3	3,691																																		
Section 4	3,643																																		
Moyenne	3,663																																		
Face 4																																			
Section 1	3,607																																		
Section 2	3,602																																		
Section 3	3,603																																		
Section 4	3,602																																		
Moyenne	3,604																																		

Le graphe à la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** fait une comparaison de l'évolution du niveau de brai sur les différentes faces du bloc 1 selon l'analyse spectrophotométrique au pourcentage de sur-brai selon l'analyse d'images des différentes faces de l'anode AIND-8.

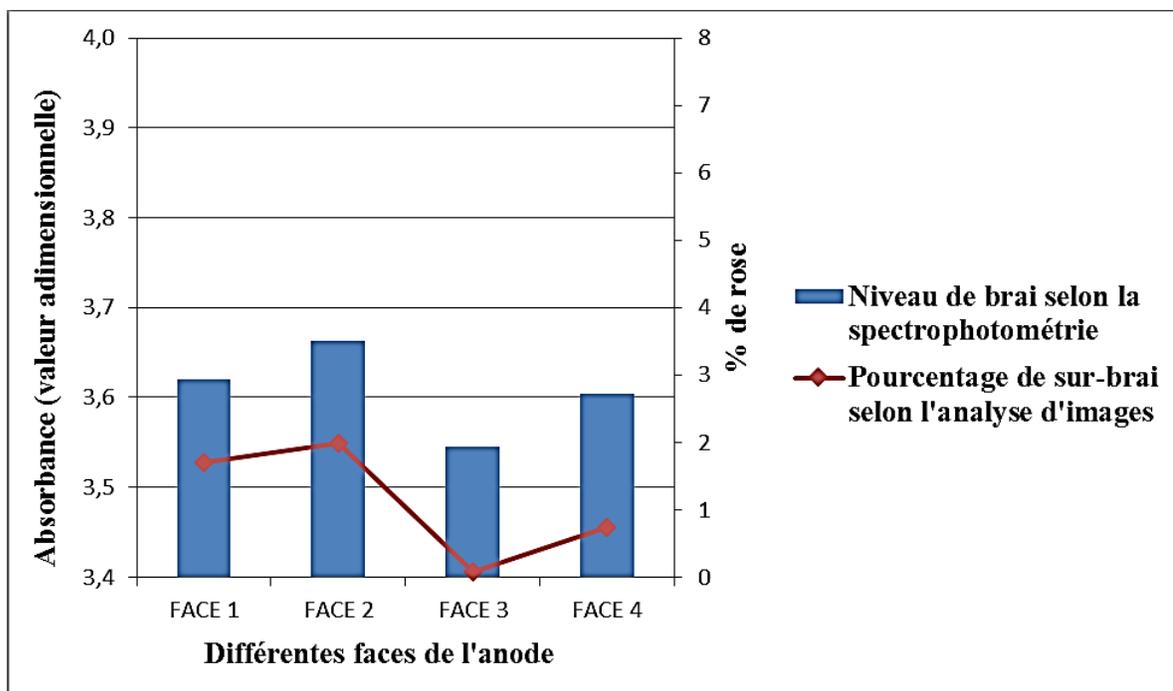


Figure A2-7: Comparaison de l'évolution du niveau de brai selon la spectrophotométrie aux pourcentages de sur-brai selon l'analyse d'images pour l'anode AIND-8 faite avec  $P_0$  psi comme pression de ballon