

UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE

Faculté de génie

Département de génie chimique

MISE EN PLACE D'UN PROTOCOLE ET D'UN TEST
POUR ÉVALUER LES PROPRIÉTÉS ANTICORROSIVES
ET ANTIADHÉRENTES DES REVÊTEMENTS FACE À
L'ALUMINIUM EN FUSION

Mémoire de maîtrise

Spécialité : génie chimique

Pierre-Olivier LANGLOIS

Sherbrooke (Québec) Canada

Automne 2020

Membres du Jury

Comité d'encadrement
Directeur de recherche : François Gitzhofer
Membre : James Aluha Lulizi

Membres du Jury
Évaluateur : Samuel Fawzy Hosny
Rapporteur : Nicolas Abatzoglou

Remerciements

Plusieurs personnes ont permis de faire en sorte que ce projet se réalise. Tout d'abord, j'aimerais remercier le professeur François Gitzhofer pour son offre de projet de maîtrise, mais aussi pour ses encouragements et son support tout au long de ce projet. D'autre part, j'aimerais aussi remercier James Aluha Lulizi pour son aide et son implication dans le projet. Mes remerciements s'adressent aussi aux autres étudiantes du projet MéLiMo : Marie-Claude Fournier et Faranak Barandehfard pour les discussions et le travail qu'elles ont consacré à mon projet.

D'autre part, j'aimerais remercier l'équipe de Pyrotek : Alain Simard, Jean Morin, Jonathan Levac et Pierre-André Garneau qui ont travaillé et contribué à la réalisation de ce projet.

Je tiens à remercier Pyrotek, Alcoa, le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie, le Centre québécois de recherche et développement de l'aluminium et l'Université de Sherbrooke d'avoir fourni un support financier dans ce projet.

Finalement, j'aimerais aussi remercier le personnel d'enseignement et d'administration du Département de génie-chimique et biotechnologique de la Faculté de génie de l'Université de Sherbrooke pour leur soutien continu dans mon cheminement.

Résumé

L'aluminium est un matériau qui est devenu très populaire vers la fin du 19^e siècle en raison de ses bonnes propriétés mécaniques et de sa basse densité. L'émergence des alumineries a fait en sorte que l'industrie des matériaux qui résistent au contact de l'aluminium en fusion s'est beaucoup développée (p. ex., pièce d'équipement baignant dans l'aluminium en fusion dans les alumineries). Le projet MéLiMo (Métal Liquide Mouillé) a comme but de développer des revêtements à propriétés anticorrosives et antiadhérentes pour l'industrie de l'aluminium en fusion. L'objectif à atteindre dans le cadre de ce projet est de développer un protocole ainsi que des tests qui pourront simuler différents effets de l'écoulement de l'aluminium en fusion comme l'érosion, la corrosion et le mouillage sur différents revêtements afin de déterminer lequel convient le mieux. Au niveau de la méthodologie, une revue des matériaux ayant des propriétés qui résistent à l'aluminium en fusion ainsi qu'une revue sur les tests dans l'aluminium en fusion seront complétées. Par la suite, plusieurs échantillons seront testés en créant un test qui sera basé sur les comparaisons entre les normes de test: *ASTM C768 – Standard Practice for Drip Slag Testing Refractory Materials at High Temperature* et *ASTM C874 – Standard Test Method for Rotary Slag Testing of Refractory*. De plus, plusieurs tests qui ne sont pas normés seront considérés dans la conception du test novateur. Parmi ces tests non normés, on retrouve le Disc Test, le Finger Test, le Rotary Disc Test, le Pyrotek Disc Test et des tests d'immersions statiques. Le résultat anticipé est d'effectuer la conception et la caractérisation du test qui sera développé en fonction des test existants ce qui permettra de mettre en place un protocole pour tester des revêtements. L'objectif du projet MéLiMo est de protéger un rotor qui est utilisé dans le procédé de mise en forme de l'aluminium à l'usine d'ALCOA à Deschambault. Ce rotor est en fonte et il a une durée de vie limitée à cause de l'agressivité de l'aluminium en fusion. La pertinence de ce projet de recherche est liée à l'objectif d'augmenter la durée de vie des pièces à durée de vie fixe dans le but de diminuer l'empreinte environnementale ainsi que diminuer les coûts associés au changement de ces pièces.

Table des matières

1. INTRODUCTION	1
1.1 Mise en contexte et problématique.....	1
1.2 Problématique.....	2
1.3 Hypothèses de recherche	2
1.4 Objectif général	2
1.5 Objectifs spécifiques	3
2. ÉTAT DE L'ART	4
2.1 Revue de la littérature scientifique.....	4
2.2 Tests dans l'aluminium en fusion.....	4
2.3 Tests statiques	4
2.3.1 Bellyband Test	4
2.3.2 ALCAN Immersion Test.....	6
2.3.3 ALCOA 72 Hour Cup Test.....	7
2.4 Tests dynamiques	8
2.4.1 ASTM C768 – Standard Practice for Drip Slag Testing Refractory Materials at High Temperature	8
2.4.2 ASTM C874 – Standard Test Method for Rotary Slag Testing of Refractory Materials	9
2.4.3 Rotary Disc Test	10
2.4.4 Rotary Finger Test	11
2.4.5 Pyrotek Disc Test.....	12
2.5 Matériaux qui résistent à l'aluminium en fusion.....	13
2.6 Précautions et critiques.....	13
3. DÉVELOPPEMENT	14
3.1 Test d'immersion ALCAN.....	15
3.1.1 Fonte grise du rotor du TAC.....	16
3.1.2 Fonte grise d'un fournisseur externe.....	19
3.1.3 Graphite.....	20
3.1.4 Acier SS316	22
3.1.5 Titane	23

3.1.6	Acier H13.....	26
3.1.7	Niobium	27
3.1.8	Tungstène.....	29
3.1.9	Molybdène	30
3.2	Technique de nettoyage des échantillons	33
3.3	Conception d'un mécanisme de support	36
3.4	Validation du mécanisme de support	38
3.5	Conception du porte-échantillons.....	41
3.6	Simulation COMSOL Multiphysics.....	43
3.6.1	Première simulation	43
3.6.2	Deuxième simulation	47
3.7	Essai du porte-échantillons rotatif dans l'aluminium en fusion.....	49
3.8	Essais de la reproductibilité du test sur la fonte à différentes pressions hydrostatiques	54
3.8.1	Essais sur l'influence de la géométrie des échantillons sur la perte de masse.....	55
3.9	Essais sur plusieurs matériaux à différentes pressions hydrostatiques	55
3.9.1	Titane	56
3.9.2	Acier 316SS	57
3.9.3	Graphite.....	57
3.9.4	Fonte Grise.....	57
3.9.5	Différence entre la fonte grise et le 316SS	57
3.9.6	Influence du profil de température dans le creuset d'aluminium en fusion.....	57
3.10	Essais sur le temps d'immersion du test.....	58
3.11	Test statique sous forme de plaque.....	60
4.	CONCLUSION.....	62

Liste des figures

Figure 2.1: Vue intérieure du montage pour le Bellyband Test ³	5
Figure 2.2: Observations pour le Bellyband Test ³	5
Figure 2.3: Vue en coupe d'un creuset avec 2 échantillons submergés pour l'ALCAN Immersion Test ⁶	6
Figure 2.4: Illustration des dimensions du montage pour l'ALCOA 72 Hour Cup Test ⁷	7
Figure 2.5: Image d'une tige de scorie qui coule sur un échantillon selon la norme ASTM C768 ⁸	
Figure 2.6: À gauche, vue en coupe du montage, à droite photo du montage ⁸	9
Figure 2.7 : Vue transverse du montage pour le Rotary Disc Test ⁹	10
Figure 2.8: Vue transverse du montage pour le Rotary Finger Test ¹¹	11
Figure 2.9: Illustration du montage pour le Pyrotek Disc Test.....	12
Figure 3.1 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Al-Fe	16
Figure 3.2 : Image au MEB de l'interface intermétallique de la fonte du TAC (Gauche) avec l'EDS (Droite).....	16
Figure 3.3 : Analyse de l'imagerie à l'aide de l'EDS du MEB de l'interface intermétallique de la fonte du TAC	17
Figure 3.4 : Diagramme de phase Fe-Al ⁹	18
Figure 3.5 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Al-C	21
Figure 3.6 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Ti/Al.....	23
Figure 3.7 : Photos de l'échantillon après (Gauche) et avant (Droite) le test.....	24
Figure 3.8 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Fe/Al pour l'acier H13	26
Figure 3.9 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Ni/Al pour le niobium.....	28
Figure 3.10 : Image des fragments de tungstène dans l'échantillon d'aluminium au MEB couplé à l'EDS.....	29
Figure 3.11 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (1).....	31
Figure 3.12 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (2).....	32
Figure 3.13 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (3).....	32
Figure 3.14 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (4).....	33
Figure 3.15 : Étapes de la technique de nettoyage des échantillons	34
Figure 3.16 : Échantillons de fonte préparés pour la validation de la technique de nettoyage.....	35

Figure 3.17 : Dessin du mécanisme de support des échantillons sous forme de pastille.....	37
Figure 3.18 : Assemblage du montage pour le mécanisme de support avant le test ALCAN.....	38
Figure 3.19 : Désassemblage du montage à la suite du test ALCAN.....	39
Figure 3.20 : Désassemblage du montage à la suite du deuxième test ALCAN	40
Figure 3.21 : Bague en graphite après le deuxième test ALCAN.....	40
Figure 3.22 : Premier concept du porte-échantillons	41
Figure 3.23 : Première version du porte-échantillons.....	42
Figure 3.24 : Maillage utilisé pour la première simulation.....	43
Figure 3.25 : Profil de température dans l'aluminium, le cylindre de graphite et l'air, 1 ^{er} résultat	45
Figure 3.26 : Profil de température dans l'aluminium, le cylindre en graphite et l'air, 2 ^{ième} résultats	46
Figure 3.27 : Maillage de la simulation du rotor dans un creuset, 2 ^{ième} simulation.....	47
Figure 3.28 : Profil de vitesse dans le creuset d'aluminium qui se fait agiter par le rotor	48
Figure 3.29 : Échantillon long (Gauche) et échantillon plat (Droite).....	50
Figure 3.30 : Niveaux d'immersion des échantillons dans le creuset d'aluminium en fusion	50
Figure 3.31 : Montage pour faire effectuer une rotation à des échantillons dans l'aluminium en fusion.....	51
Figure 3.32 : Porte-échantillons avec ses échantillons de fonte grise avant le premier essai.....	52
Figure 3.33 : Porte-échantillons après le test d'immersion de 96h.....	52
Figure 3.34 : Échantillons plats (Gauche) et long (Droite) après une immersion de 4h à 23cm de profondeur.....	53
Figure 3.35 : Perte de masse pour la fonte à différentes pressions hydrostatiques avec duplicatas	54
Figure 3.36 : Perte de masse de matériaux à différentes profondeurs en immersion dans l'aluminium en fusion.....	56
Figure 3.37 : Perte de masse à différentes profondeurs en immersion durant 2h, 4h et 8h dans l'aluminium en fusion.....	59
Figure 3.38 : Plaque machiné pour le test statique	60
Figure 3.39 : Plaque machiné avec échantillons dans les orifices pour le test statique.....	61

Figure 3.40 : La plaque machinée avec les échantillons recouverte d'une goutte d'aluminium pour le test statique..... 61

Liste des équations

Équation 3.1 : Réaction du HCl avec le Cu	34
Équation 3.2 : Réaction du CuCl_2 avec l' Al_2O_3	34
Équation 3.3 : Réaction de l'Al avec l'HCl	34
Équation 3.4 : Flux de chaleur liquide-solide	44
Équation 3.5 : Équation d'énergie	44

Liste de tableaux

Tableau 3.1 : Mesures et bilan de matière pour le test ALCAN de la fonte du TAC.....	18
Tableau 3.2 : Mesures et bilan de matière pour le test ALCAN de la fonte externe	20
Tableau 3.3 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le graphite.....	21
Tableau 3.4 : Concentration de Fe dans la pastille d'aluminium après le test ALCAN.....	22
Tableau 3.5 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le titane	26
Tableau 3.6 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour l'acier H13.....	27
Tableau 3.7 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le niobium.....	28
Tableau 3.8 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le molybdène	30
Tableau 3.9 : Perte de masse suite au nettoyage à l'acide sur les échantillons de fonte.....	35
Tableau 3.10 : Dilatation thermique de différents matériaux testés ⁴⁹	36

1. INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte et problématique

L'aluminium est un matériau qui est connu à cause de ses propriétés de résistance à la corrosion, sa faible densité et sa facilité de mise en forme. De plus, sa nature réactive fait de lui un additif important dans l'industrie chimique. Dans le monde, la Chine est le premier producteur mondial d'aluminium, après la Russie et le Canada. Au Canada, plus particulièrement au Québec, il y a une production d'aluminium importante en raison du tarif d'électricité qui est bas. De plus, dans le domaine automobile, il est possible d'observer une vaste augmentation du nombre de voitures qui utilisent une carrosserie en aluminium. Le transport est donc le domaine principal dans lequel l'aluminium est utilisé comme matériaux finis. Cette grande demande d'aluminium crée aussi une demande pour des matériaux qui auront des propriétés qui résistent à la corrosion de l'aluminium en fusion, qui résistent aux chocs thermiques, qui résistent à l'érosion et qui offrent également des propriétés antiadhérentes face à l'aluminium en fusion.

L'aluminium est produit dans les fonderies. Le procédé Hall-Héroult est le procédé principal de production d'aluminium dans le monde. Le procédé consiste à faire l'électrolyse de l'alumine (Al_2O_3) qui se trouve dans la bauxite, un minerai présent dans la croûte terrestre. L'aluminium en fusion est cependant très agressif au niveau de la corrosion, de l'érosion, des hautes températures et des infiltrations par mouillage ce qui requiert des matériaux réfractaires qui pourront résister à l'agressivité de l'aluminium. Ces matériaux réfractaires sont en contact avec l'aluminium et assurent le confinement de l'aluminium en fusion dans des enceintes et dans des fours.

Cependant, remplir un grand four dans une fonderie de céramiques réfractaires entraîne un gros volume de matériaux réfractaire à remplacer en fin de vie, ce qui peut engendrer des coûts et des travaux importants. C'est la raison pour laquelle les revêtements sont un avantage pour protéger les matériaux réfractaires, ils permettront d'allonger la durée de vie des équipements qui sont en contact avec l'aluminium en fusion ainsi que de diminuer le temps des travaux pour le remplacement des matériaux réfractaires dans les fonderies.

Le projet Métal Liquide Mouillé (MéLiMo) qui met en partenariat ALCOA, Pyrotek et l'Université de Sherbrooke a comme objectif de développer des revêtements à propriétés

anticorrosives et antiadhérentes en utilisant une approche combinatoire. Ces revêtements seront composés de plusieurs couches et seront appliqués par un jet de plasma. La problématique pour laquelle ce projet est développé est pour le Treatment in Aluminum Crucible (TAC). Le TAC est une technologie qui permet de purifier l'aluminium en fusion avec du trifluorure d'aluminium avant de faire la mise en forme. Le TAC est donc composé d'un rotor en fonte grise qui agite l'aluminium en fusion et le trifluorure d'aluminium.

Afin de tester ces revêtements et de déterminer lequel est le meilleur, un test doit être mis en place afin de tester la tenue des différents revêtements face à l'aluminium en fusion. Cependant vu que les échantillons peuvent être générés de manière automatique dans les chambres à plasma et qu'il est possible d'en générer un très grand nombre, le test doit pouvoir tester un grand nombre d'échantillons à la fois. De plus il sera aussi très important de développer un protocole qui permettra de quantifier les propriétés de résistance à la corrosion et d'anti-adhérence des échantillons dans l'aluminium en fusion pour chacun des échantillons testés.

1.2 Problématique

La problématique de ce projet est d'effectuer un test dynamique dans l'aluminium en fusion avec une très grande quantité d'échantillons. Il est difficile d'avoir un grand nombre d'échantillons à cause des manipulations qu'il faut faire avec les échantillons dans l'aluminium en fusion.

1.3 Hypothèses de recherche

La composition du bain d'aluminium en fusion sera fixée à 5% de magnésium parce que c'est le milieu le plus agressif qui est disponible au centre de recherche de Pyrotek.

Les échantillons en fonte seront utilisés pour cette recherche parce que ce matériau est facilement usinable et a une bonne tenue face à l'aluminium en fusion.

1.4 Objectif général

Développer une unité de test ainsi que faire la conception et la caractérisation de cette unité de test qui pourra tester un grand nombre d'échantillons à la fois.

1.5 Objectifs spécifiques

1. Déterminer les critères de conception d'un porte-échantillon
2. Déterminer le choix des matériaux et la géométrie du test
3. Conception et réalisation du montage du test
4. Effectuer la caractérisation détaillée du test
5. Mise en place de protocoles pour tester les échantillons

2. ÉTAT DE L'ART

2.1 Revue de la littérature scientifique

Dans le cadre de ce projet de maîtrise, une revue de la littérature scientifique a été effectuée sur tout ce qui touchait au test dans l'aluminium en fusion et aux matériaux qui résistent à l'aluminium en fusion. Une brève description de chaque test sera effectuée ainsi qu'une courte énumération des matériaux qui résistent bien à l'aluminium en fusion

2.2 Tests dans l'aluminium en fusion

Pour ce qui est des tests dans l'aluminium en fusion, deux revues de la littérature avaient été faites dans le passé, une en 2000 et une autre dans les années 1940. M. Rigaud de l'école Polytechnique de Montréal a publié en 2000 dans le Ulich's corrosion handbook 2nd edition sa revue de littérature sur les tests de corrosion avec du métal fondu.¹ T.L. Hurst et E.B. Read ont publié en 1942 dans le Journal of American Ceramic Society une revue de la littérature sur les tests avec scorie pour les matériaux réfractaires². Une revue de littérature récente a donc été effectuée dans le cadre de ce projet sur les articles qui concernaient les tests dans l'aluminium en fusion et une classification de ceux-ci comme étant statique ou dynamique a été réalisée. Les articles qui concernent les tests statiques sont les articles 14 à 39 et les articles qui concernent les tests dynamiques sont les articles 40 à 48 dans la section bibliographique.

2.3 Tests statiques

2.3.1 Bellyband Test

Le Bellyband Test a été conçu par ALCAN pour simuler la corrosion des matériaux réfractaires sur la ligne métallique des fours de l'industrie de l'aluminium. Le montage utilisé pour faire ce test est présenté dans la Figure 2.1. Pour ce test, on utilise un four de type « bottom-loading » pour réussir à atteindre une température de 900-1100°C de manière uniforme dans le four illustré à la Figure 2.1. On laisse l'aluminium dans le creuset pendant 4 jours au four à 900°C. À la fin du test, le métal liquide qui se trouve dans le creuset est récolté afin de procéder à des analyses chimiques du métal. Quesnel, Allaire et Afshar ont utilisé ce test dans leurs études pour

déterminer des critères de sélection pour le matériau réfractaire qui constituera la doublure du four.³ Ils ont utilisé un score qualitatif qui dépendait d'une inspection visuelle de la section au-dessus et au-dessous de la ligne de métal. Les scores qualitatifs sont présentés dans la Figure 2.2.³

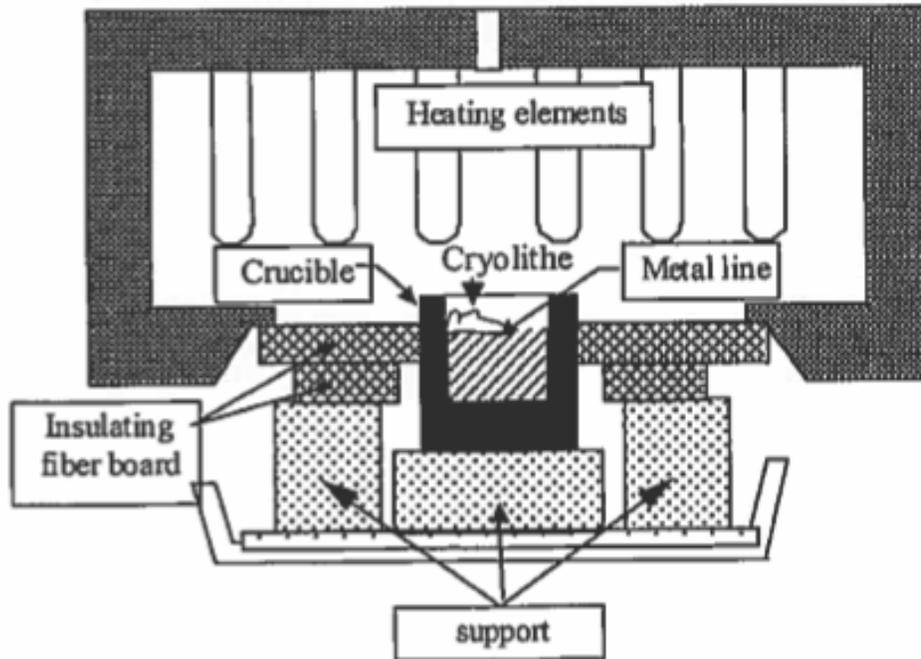


Figure 2.1: Vue intérieure du montage pour le Bellyband Test³

Rating	Category	Observations (above / below) the metal line
1	"GOOD" resistance	- Weak adherence - No infiltration
2	"Good to Moderate" resistance	- No brittleness and / or cracking - Strong adherence - No infiltration
3	"Moderate" resistance	- No brittleness and / or cracking - Strong adherence - Limited infiltration
4	"Moderate to Poor" resistance	- No brittleness and / or cracking - Strong adherence - Deep infiltration
5	"Poor" resistance	- No brittleness and / or cracking - Strong adherence - Deep infiltration
6	"No" resistance	- Minor brittleness and / or cracking - Strong adherence - Deep infiltration - Major brittleness and / or cracking

Figure 2.2: Observations pour le Bellyband Test³

2.3.2 ALCAN Immersion Test

L'ALCAN Immersion Test a été conçu pour tester la résistance à la corrosion sous la ligne d'aluminium, lorsque l'échantillon est complètement immergé. Afshar et Allaire ont utilisé ce test pour évaluer la corrosion sur des céramiques réfractaires⁴. Le test consiste à mettre deux échantillons dans un creuset contenant 2 kg d'aluminium pendant 4 jours. Le creuset est ensuite chauffé à une température de 850°C à un taux de 120°C/hr. Pour ce test, on choisit d'utiliser un creuset de carbure de silice puisque ceux-ci résistent très bien à l'aluminium en fusion⁵. Un ajout de magnésium de 40g se fait quotidiennement pour avoir une concentration de 4.5% en magnésium pour la durée complète du test. L'ajout de magnésium sert à combler la perte de magnésium causé par évaporation durant le test. Une fois les tests terminés, une inspection visuelle de la corrosion est effectuée après avoir coupé les échantillons en deux de manière longitudinale pour observer l'étendue de la corrosion.⁶

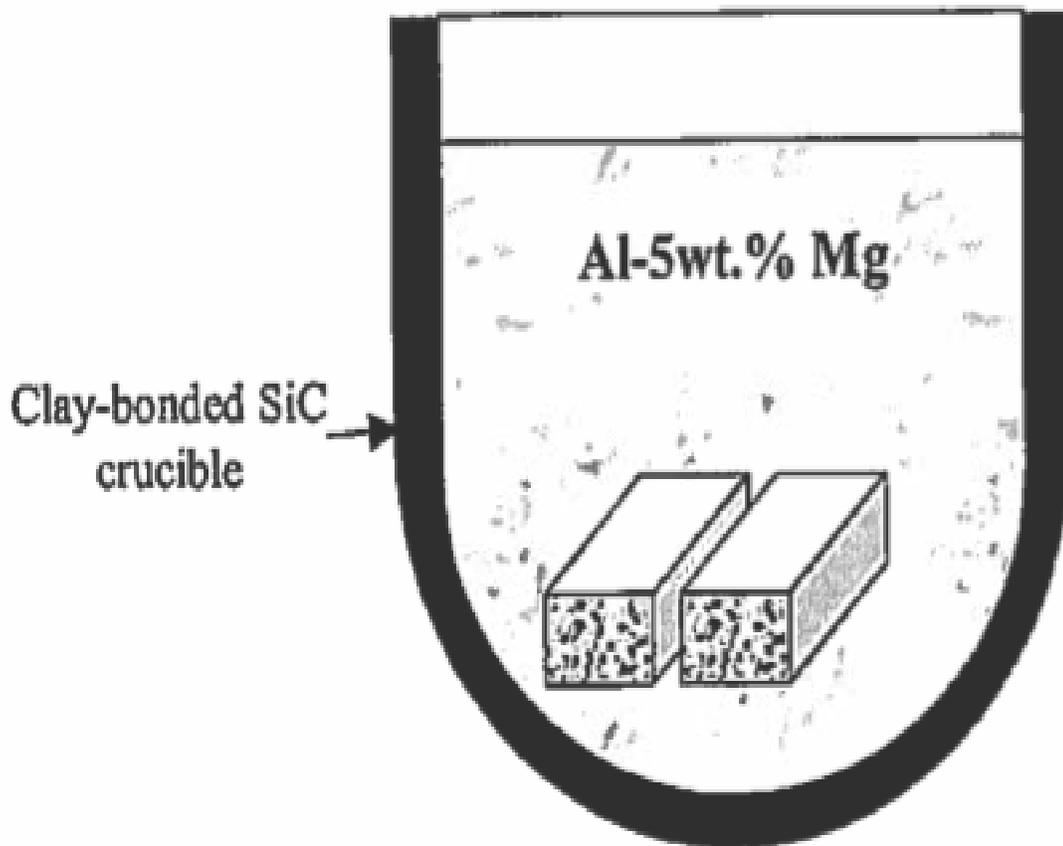


Figure 2.3: Vue en coupe d'un creuset avec 2 échantillons submergés pour l'ALCAN Immersion Test⁶

2.3.3 ALCOA 72 Hour Cup Test

Ce test est utilisé pour déterminer la résistance à la corrosion d'échantillons en céramique réfractaire et aussi pour déterminer les impuretés amassées dans l'aluminium. Pour préparer le test, il faut couper à l'aide d'une scie de 14 pouces de diamètre une encoche dans une brique qui mesure 9 pouces de long. Par la suite, on verse de l'aluminium en fusion dans la cavité de manière à ce que le niveau d'aluminium soit à 1/8 pouces du haut de de la brique. On monte alors la température jusqu'à 850 °C pour une durée de 72 heures. Lorsque le test est terminé, on prend un échantillon de l'aluminium pour faire des analyses chimiques afin de déterminer si le niveau d'impureté amassé est trop élevé. Par exemple, pour les impuretés de silice et le fer, leurs seuils maximaux de tolérance est de 0.5% et 0.1% de concentration dans l'aluminium respectivement. On peut alors faire une comparaison de l'aluminium avant et après le test et il est possible de déterminer quels matériaux se dissolvent le plus rapidement dans l'aluminium. Sur la Figure 2.4, les dimensions du montage de la brique avec la rainure sont illustrées.⁷

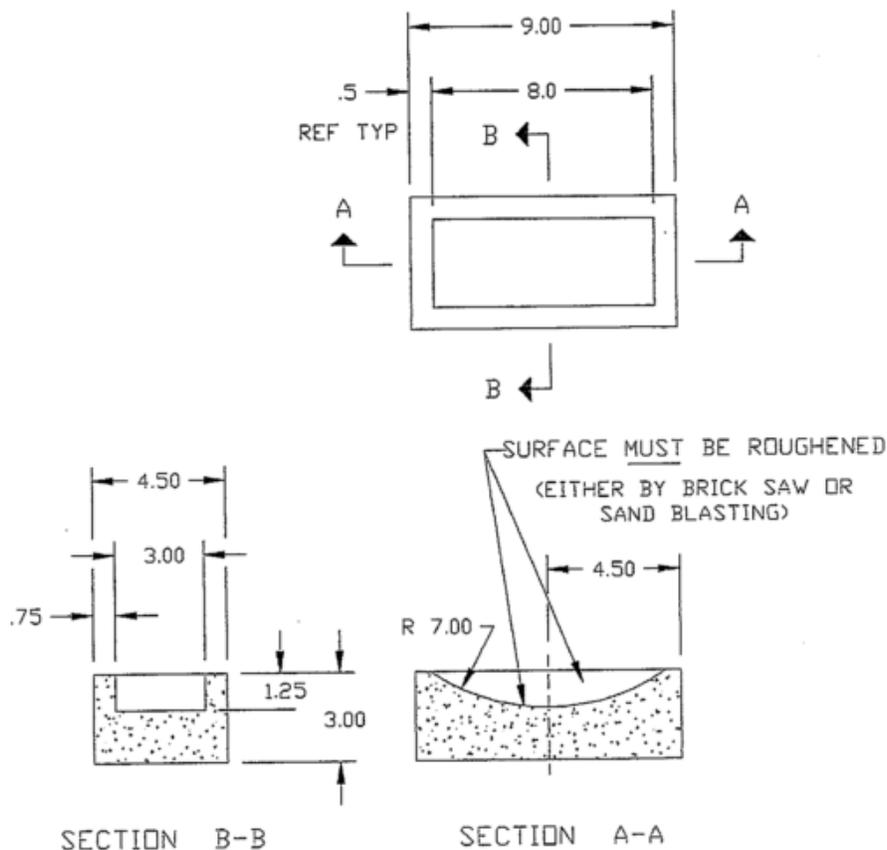


Figure 2.4: Illustration des dimensions du montage pour l'ALCOA 72 Hour Cup Test⁷

2.4 Tests dynamiques

2.4.1 ASTM C768 – Standard Practice for Drip Slag Testing Refractory Materials at High Temperature

Ce test a été normé pour tester un matériau réfractaire face à un écoulement d'aluminium constant sur un point précis sur l'échantillon. Cependant, en 2004, ASTM a retiré la norme de son inventaire et elle n'est plus disponible. Cependant, Rigaud a effectué une revue en 2000 sur les différents tests possibles qui peuvent être réalisés avec la scorie et il a explicité les paramètres de la norme ASTM C768. Selon Rigaud, des tiges de scorie à l'état solide sont alimentées par un trou dans le four de manière à ce que la scorie coule sur l'échantillon comme on peut le voir sur la Figure 2.5. La base du four doit être conçue de manière à ce qu'il y ait une base pour soutenir les échantillons. La durée du test peut varier de 5 à 8 heures et la température est variable dépendamment du type de scorie avec laquelle on effectue le test. La quantité de corrosion dans ce test est déterminée en mesurant la quantité de pâte à modeler ou de sable fin qui est nécessaire afin de remplir la cavité là où se trouvait la coulée de scorie. Cependant les échantillons de ce test sont aussi l'objet de corrosion par oxydation à haute température puisque l'environnement ambiant de l'échantillon est de l'air.⁸

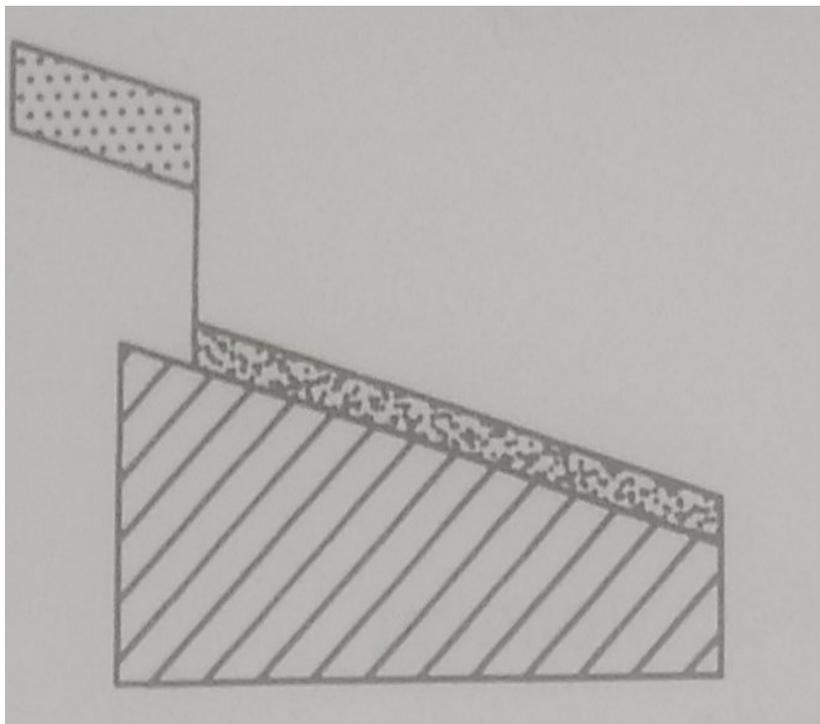


Figure 2.5: Image d'une tige de scorie qui coule sur un échantillon selon la norme ASTM C768⁸

2.4.2 ASTM C874 – Standard Test Method for Rotary Slag Testing of Refractory Materials

Une coquille cylindrique est montée sur un système avec des roues et un moteur. L'aluminium en fusion sera en mouvement dans l'enceinte lorsque la coquille fera une rotation sur elle-même. Ce test permet d'évaluer l'érosion du matériau qui forme l'enceinte de la paroi. Rigaud a effectué une revue de la littérature et a beaucoup abordé ce test. De plus, T. Hurst et E. Read ont aussi discuté de ce test dans leur revue de littérature en 1942.² La doublure en réfractaire est composée de 8 échantillons comme il est possible de le voir sur la Figure 2.6⁸. On ajoute aussi 2 bouchons pour les embouts du four rotatif pour refermer l'enceinte du four. La vitesse de rotation est d'environ 2-3 tours/minutes. Durant le test, des quantités de métal doivent être ajoutées afin de renouveler le métal dans le four. L'apport énergétique pour faire fondre le métal est effectué par une torche à gaz naturel. Un inconvénient de ce test est que chaque échantillon doit avoir une résistance à l'érosion qui est similaire à celle des autres échantillons parce que si un échantillon s'érode plus rapidement que les autres, le test devient beaucoup moins significatif. De plus, il est à retenir que ce test se déroule à atmosphère ambiante donc dans une atmosphère qui contient de l'oxygène. Il peut donc y avoir de l'oxydation à haute température en plus des phénomènes d'érosion et de corrosion.⁸

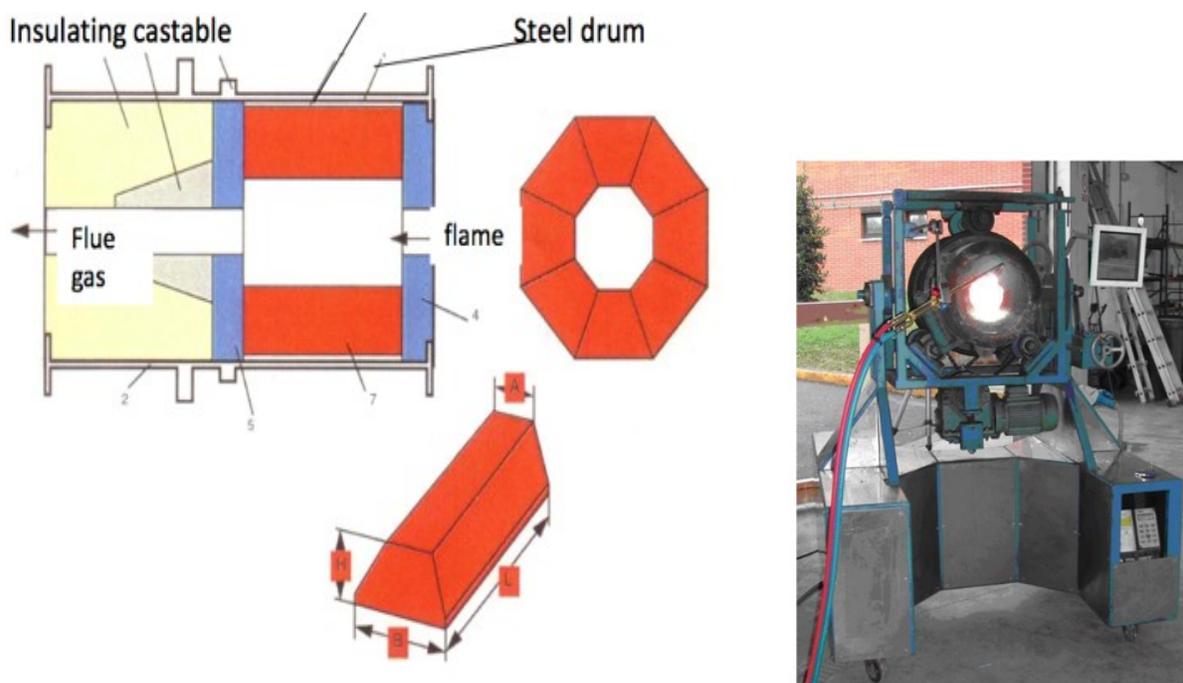


Figure 2.6: À gauche, vue en coupe du montage, à droite photo du montage⁸

2.4.3 Rotary Disc Test

Le rotary disc test consiste à faire tourner un disque sur lequel plusieurs échantillons sont posés dans un creuset rempli d'aluminium en fusion afin d'évaluer la tenue des échantillons face à la corrosion et à l'érosion par l'aluminium en fusion.⁹ M. Rigaud et Hurst & Read abordent ce test dans leurs revues de littérature respectives. Cependant une étude réalisée dans le cadre d'un doctorat par M. Sidhu qui abordait la corrosion par l'aluminium en fusion de l'acier a très bien décrit ce test.⁹ De plus, Montford et Glover ont publié les résultats de leurs études qui étaient similaires à celle de Sidhu et ils ont utilisé un appareillage très similaire pour réaliser leur étude¹⁰. Dans son montage qui est illustré sur la Figure 2.7, on obtient pour les échantillons des conditions d'écoulement dynamique, une géométrie expérimentale équilibrée puisque les 6 échantillons du disque tournent à la même vitesse et son sujet aux mêmes conditions d'écoulement.⁹ De plus, le liquide est le même pour tous les échantillons, donc il se fait contaminer lorsque les échantillons s'érodent en tournant dans le bain d'aluminium.⁹

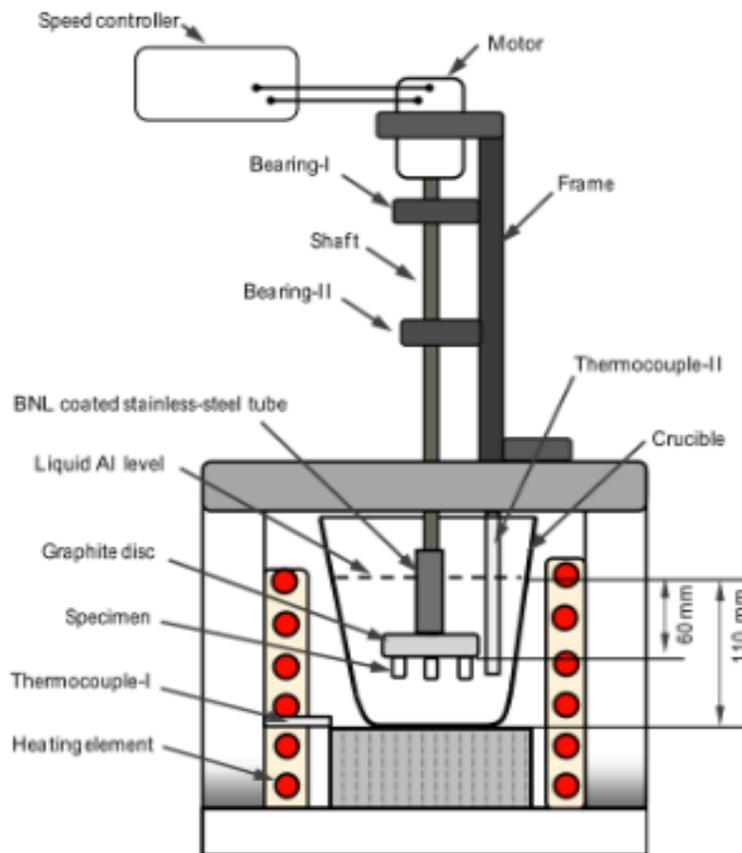


Figure 2.7 : Vue transverse du montage pour le Rotary Disc Test⁹

2.4.4 Rotary Finger Test

Le Rotary Finger Test consiste à faire tourner un échantillon sous forme de doigt dans un creuset rempli d'aluminium en fusion afin d'évaluer la tenue de l'échantillon face à la corrosion et à l'érosion par l'aluminium en fusion. M. Rigaud et Hurst & Read abordent ce test dans leurs revues de littérature respectives. De plus, Gao utilise ce test dans une de ses publications avec le CIREF de l'école Polytechnique de Montréal qui porte sur la cinétique de corrosion des réfractaires par l'aluminium en fusion.¹¹ Gao a construit un montage expérimental pour son test qui ressemble à celui présenté à la Figure 2.8. Le test consiste à faire la mise en forme d'un doigt en réfractaire ou en métal qui formera l'échantillon principal ainsi que l'arbre de rotation du montage expérimental. Selon Gao, les vitesses de rotation variaient entre 200 et 400 tours/minutes pour une durée de 4 jours.¹¹ De plus, il est à retenir que ce test se déroule dans une atmosphère ambiante qui contient de l'oxygène donc il peut y avoir de l'oxydation à haute température en plus des phénomènes d'érosion et de corrosion.⁸ Cependant, il est possible de faire le test sans avoir d'oxydation en utilisant une atmosphère contrôlée. M. Chen a publié un article sur un appareillage pour les tests qui peut tester les échantillons sous atmosphère contrôlée.¹² Ce test est très similaire au montage de Gao mais il est différent puisqu'il est muni d'une cloche qui permet de garder une atmosphère contrôlée avec de l'azote ou de l'argon donc il permet d'éviter les phénomènes d'oxydation.¹²

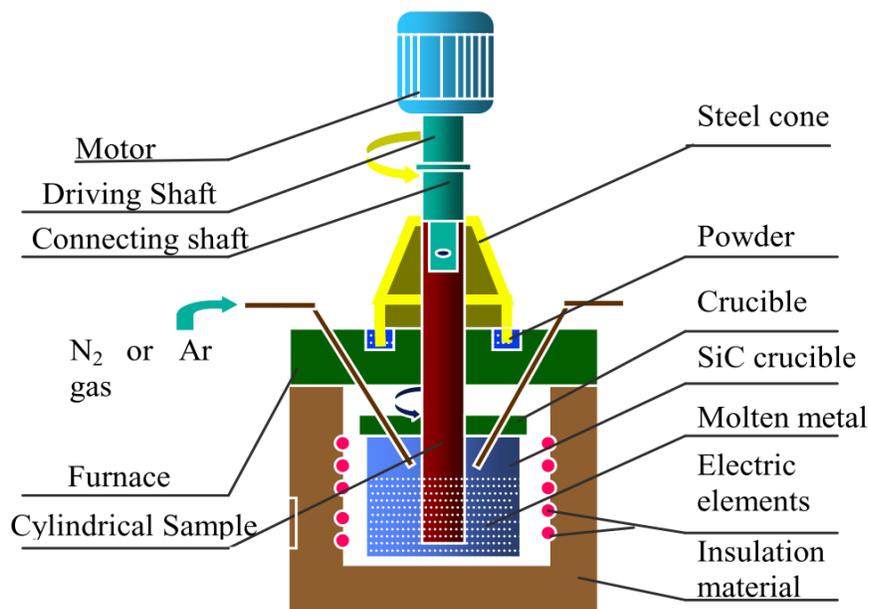


Figure 2.8: Vue transverse du montage pour le Rotary Finger Test¹¹

2.4.5 Pyrotek Disc Test

Le Pyrotek Disc Test est un test qui a été développé par Pyrotek au centre de recherche et développement de Sherbrooke. Pour le moment ce n'est pas un test que Pyrotek a publié. Le test consiste à faire tourner à l'aide d'un moteur et d'un arbre de rotation, un disque de matériau réfractaire dans un creuset rectangulaire rempli d'aluminium en fusion comme illustré sur la Figure 2.9. Ce test permet d'évaluer la corrosion sur le disque dans des situations où une pièce serait en contact avec l'aluminium en fusion et qu'elle serait par la suite en contact avec une atmosphère oxydante. Ce test permet donc de bien évaluer les phénomènes d'oxydation au-dessus de la ligne d'aluminium. Vu que ce test est privé et qu'il n'y a eu aucune publication à son sujet, l'information sur les méthodes de caractérisation après le test ne sont pas disponibles.

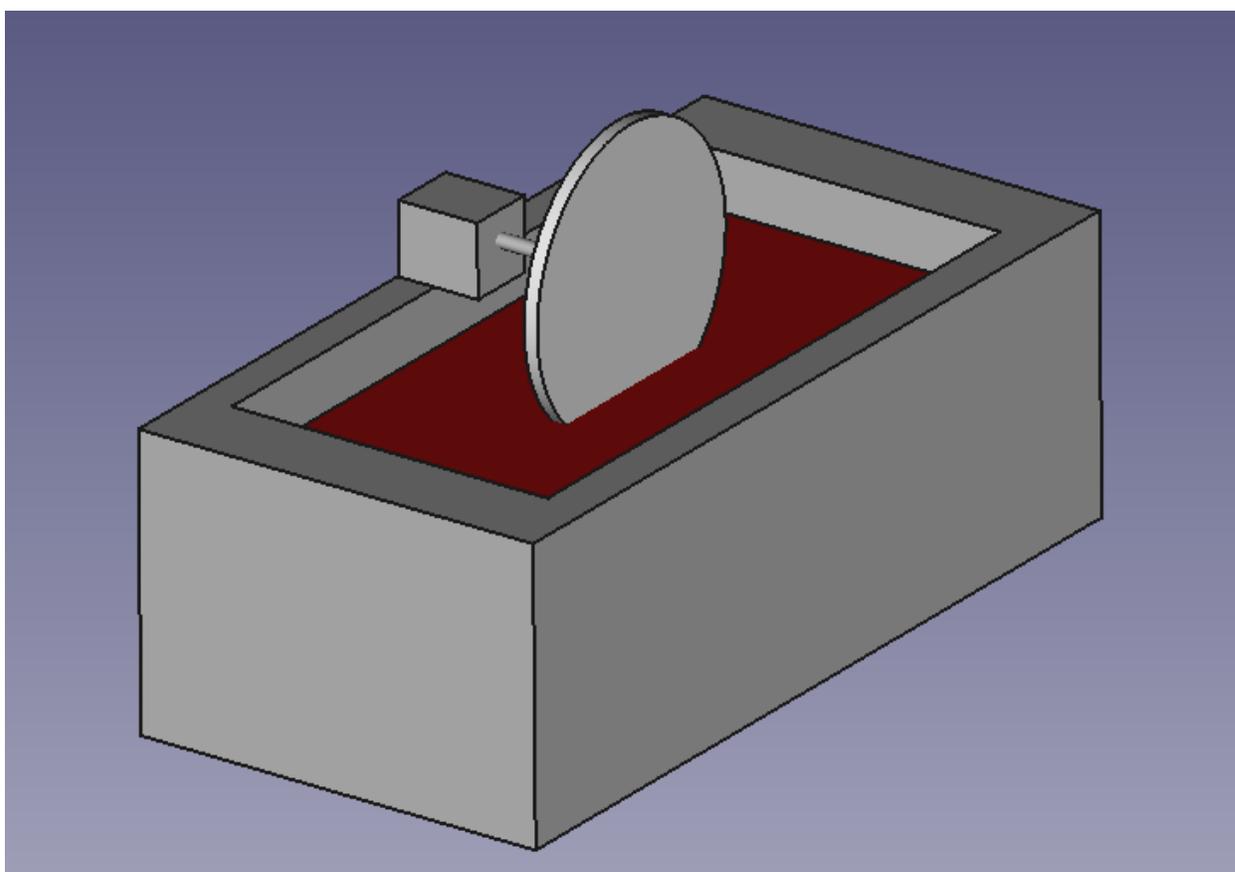


Figure 2.9: Illustration du montage pour le Pyrotek Disc Test

2.5 Matériaux qui résistent à l'aluminium en fusion

Une revue de la littérature sur la durabilité des matériaux dans l'aluminium en fusion a été effectuée en 2001 par M. Yan et Z. Fan.¹³ Selon la revue de littérature qui a été effectuée, les céramiques sont les meilleurs matériaux pour résister à la corrosion et l'érosion de l'aluminium en fusion.¹³ Parmi ces céramiques, on y retrouve le graphite, le SIALON, réfractaire d'aluminosilicate et l'alumine. Certains métaux résistent aussi à l'aluminium en fusion, mais de manière générale, moins bien que les céramiques. Parmi ces métaux, on y retrouve le titane et le niobium. Yan et Fan ont aussi abordé les effets des revêtements protecteurs sur les surfaces qui sont en contact avec l'aluminium en fusion. Ils affirment que les revêtements sont en général composés de céramiques. Cependant, il y a des problèmes au niveau de la durée de vie de ces revêtements puisque dans les applications dynamiques ou il y a de l'érosion, il y aura souvent du craquement et de la perte de revêtement. De plus, ils ont rapporté que l'effet de la taille des grains est limité au niveau de la durabilité des matériaux dans l'aluminium en fusion. Par exemple pour les céramiques à haute résistivité à la corrosion, l'interface entre les grains peut être un chemin préférentiel pour la diffusion peu importe la taille des grains de la céramique.¹³

2.6 Précautions et critiques

Plusieurs précautions sont à prendre au niveau de la significativité des tests qui ont été étudiés. Par exemple, certains tests ne prennent pas en compte les phénomènes d'oxydation qui se produisent au-dessus de la ligne d'aluminium. Ainsi certains échantillons dans certains tests auront des défaillances qui ne seront pas causées par l'érosion ou la corrosion dans l'aluminium en fusion, mais par l'oxydation qui se passe au-dessus de la ligne d'aluminium. Il faut donc bien comprendre les phénomènes d'oxydation dans l'aluminium en fusion pour concevoir un test novateur.¹³

D'autre part, il est important que la géométrie expérimentale du test soit efficace. Par exemple, lors de la conception du test, il est important de tenir compte du positionnement des échantillons les uns par rapport aux autres de manière que chaque échantillon se fasse cisailier à pression et température égale par l'aluminium en fusion. Il est à noter que la température dans un creuset est supérieure dans le bas et inférieure dans le haut à cause des échanges thermiques avec son environnement. Il est donc important de connaître le profil de température dans le creuset qui servira au test afin de pouvoir affirmer si chaque échantillon est sujet à des conditions identiques.

3. DÉVELOPPEMENT

Pour effectuer la conception du test qui doit être mis en place dans le but de tester la tenue des différents revêtements face à l'aluminium en fusion, un cheminement a été fait afin de se familiariser avec différents tests existants et aussi sur les différents matériaux qui offrent des propriétés de résistances face à l'aluminium en fusion.

Premièrement, des tests d'immersion ALCAN ont été réalisés sur plusieurs types de matériaux afin d'évaluer leur résistance face à l'aluminium en fusion. Ces tests ont servi à bien cibler les matériaux qui pourraient être utilisés dans la conception du porte-échantillons et aussi qui présentaient de bonnes propriétés pour être des précurseurs dans le développement de revêtements appliqués par plasma. D'autre part, dans le but de quantifier la perte de masse occasionnée par l'érosion et la corrosion de l'aluminium en fusion sur les échantillons immergés, des techniques ont été établies pour retirer la couche d'aluminium résiduelle sur les échantillons. Cette technique permet d'effectuer le bilan de masse sur les échantillons en immersion dans l'aluminium en fusion et d'obtenir des résultats de perte de masse.

Pour donner suite à ces essais préliminaires, un mécanisme qui permet de tenir un échantillon en place qui résiste aux environnements à haute température ainsi que dans l'aluminium en fusion a été conceptualisé, fabriqué et testé. Pour ce faire, un mécanisme de support a d'abord été testé afin de s'assurer que le montage allait pouvoir tenir les échantillons en place lors du test. Par la suite des essais ont été effectués sur un matériau muni d'un imprégnant anti-oxydant dans le but de valider si le matériau avait tenu face à l'oxydation à haute température. Une fois la validation du mécanisme de support et de l'imprégnant antioxydant validé, la conception d'un porte-échantillons pour immerger plusieurs échantillons à la fois dans l'aluminium en fusion a été effectué.

Suite à la conception du porte-échantillons, les essais de caractérisation du test ont commencé. Tout d'abord, un essai du porte-échantillons sans échantillon a été effectué en immergeant celui-ci dans un bassin d'aluminium en fusion et en lui faisant effectuer une rotation. Suite à ces premiers essais, plusieurs matériaux ont été testés avec le porte-échantillons. Par la suite, un essai avec des échantillons immergés à différentes profondeurs a été effectué dans le but d'évaluer l'influence de la pression hydrostatique sur la résistance des matériaux immergés dans

l'aluminium en fusion. Finalement, un essai a été effectué pour valider que le test développé était reproductible.

3.1 Test d'immersion ALCAN

Les tests d'immersions ALCAN ont été effectués sur plusieurs types de matériaux afin d'évaluer leur résistance face à l'aluminium en fusion. Les matériaux qui ont été testés ont été comparés afin de déterminer lesquels allaient être utilisés dans la conception du porte-échantillons. D'autres matériaux ont été testés dans le but de trouver des précurseurs qui procureraient une bonne résistance face à l'érosion, le mouillage et la corrosion de l'aluminium en fusion dans le but de les utiliser pour faire des revêtements à l'aide de la technologie du plasma.

Les tests ALCAN ont été effectués en utilisant un alliage d'aluminium 5182 qui contient 4.5% de magnésium. Deux (2) kilogrammes de cet alliage ont été fondus à 850°C dans des creusets de carbure de silicium. Les échantillons ont été immergés dans ces creusets durant une période de 96 heures et une quantité de 40 grammes d'un alliage à 50% de magnésium et 50% d'aluminium a été ajouté à chaque 24 heures dans le but de conserver la concentration de magnésium dans l'alliage en fusion à 4.5%.

Dépendamment du résultat des tests ALCAN, plusieurs types d'analyses ont été effectués sur les échantillons afin de les caractériser à la suite du test. Les techniques de caractérisation qui ont été utilisés sur les échantillons de différents tests ALCAN sont : le bilan de masse avec dimensions, le microscope optique (Keyence VHX Digital Microscope), MEB (Microscope Électronique à Balayage – PRAM MEB) ainsi que l'OES (Optical Emission Spectroscopy - SpectroMAXx).

Les matériaux qui ont été testés sont les suivants :

- Fonte grise du rotor du TAC
- Fonte grise d'un fournisseur externe
- Graphite
- Acier SS316
- Titane
- Acier H13
- Niobium

- Tungstène
- Molybdène

3.1.1 Fonte grise du rotor du TAC

Deux morceaux de fonte grise du rotor du TAC de 1"x1"x2" ont été pesés et mesurés avant le test ALCAN. La fonte grise du TAC a une composition inconnue pour des raisons de confidentialité du partenaire ALCOA. Cependant il est connu que cette fonte contient de 2.5% à 4% de carbone. Suite au test ALCAN, un des échantillons a été coupé en deux afin d'observer l'interface fonte-aluminium au microscope optique et au MEB. L'autre échantillon a été nettoyé à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse.

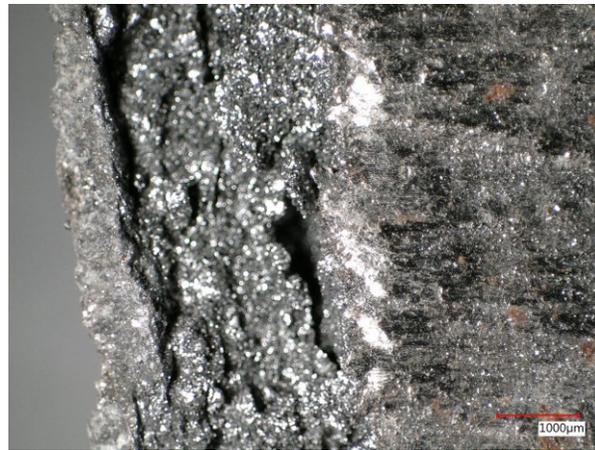


Figure 3.1 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Al-Fe

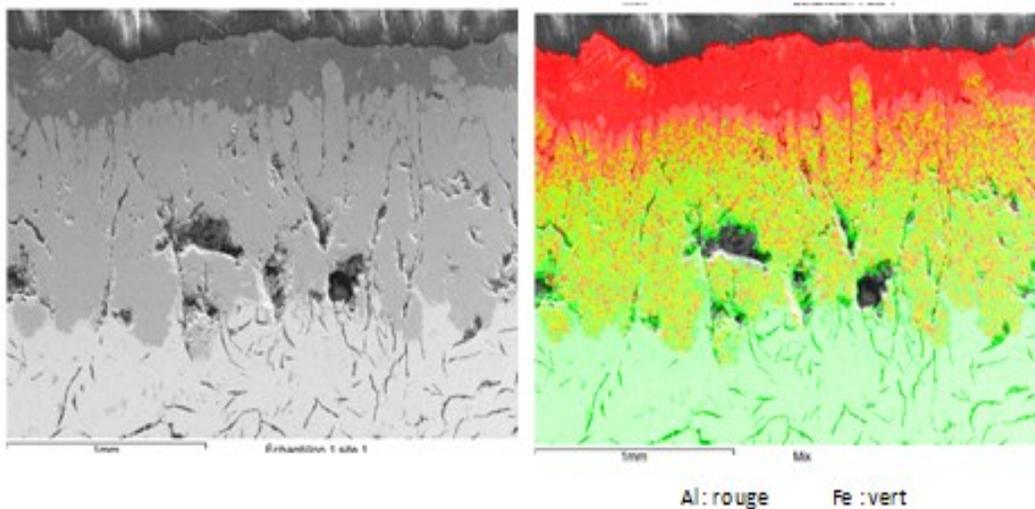


Figure 3.2 : Image au MEB de l'interface intermétallique de la fonte du TAC (Gauche) avec l'EDS (Droite)

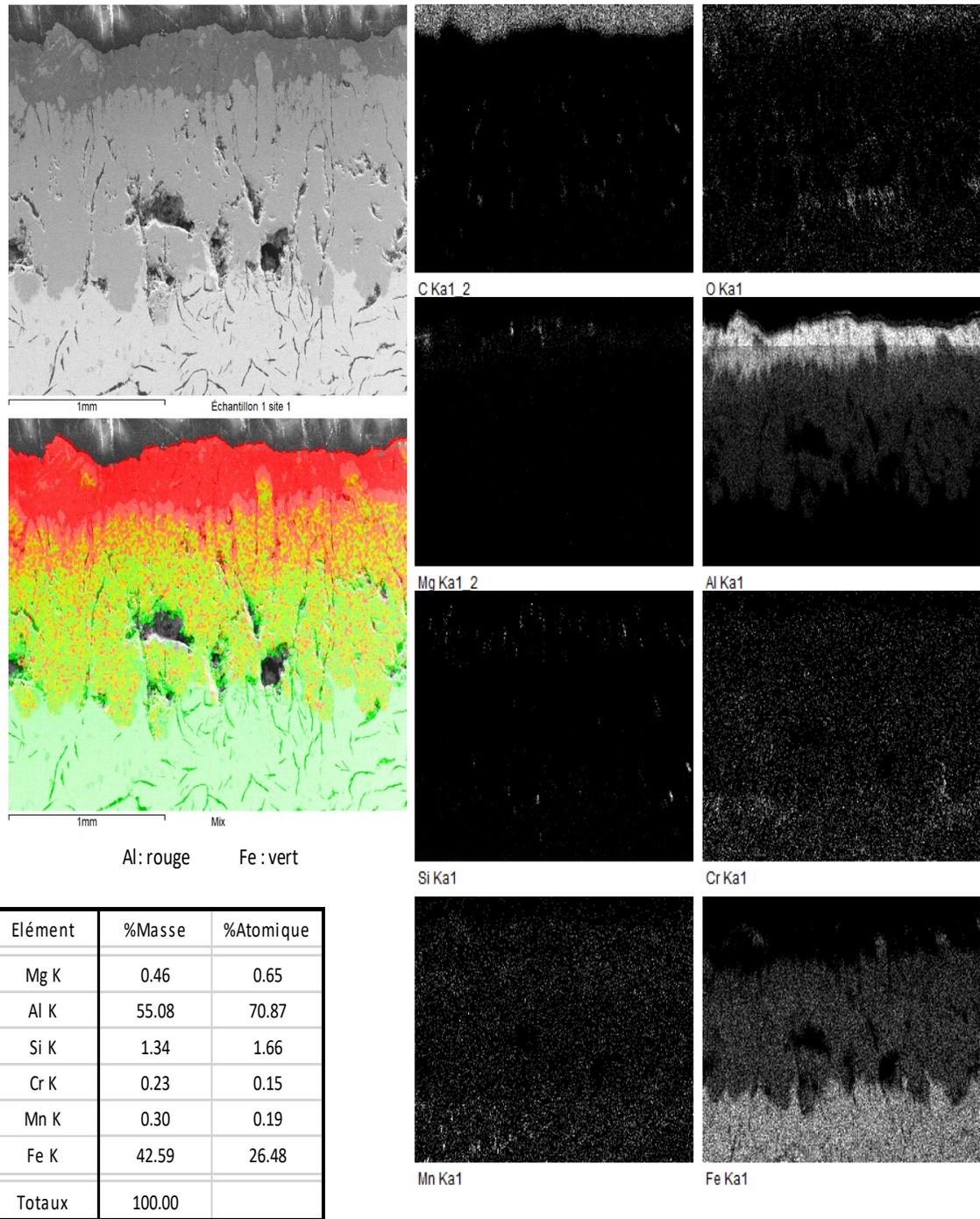


Figure 3.3 : Analyse de l'imagerie à l'aide de l'EDS du MEB de l'interface intermétallique de la fonte du TAC

Tableau 3.1 : Mesures et bilan de matière pour le test ALCAN de la fonte du TAC

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)	Poids (g)
Avant	50.85	25.16	25.53	229.30
Après	50.96	26.39	26.61	189.52
Perte (%)	-0.22%	-4.89%	-4.23%	17.35%

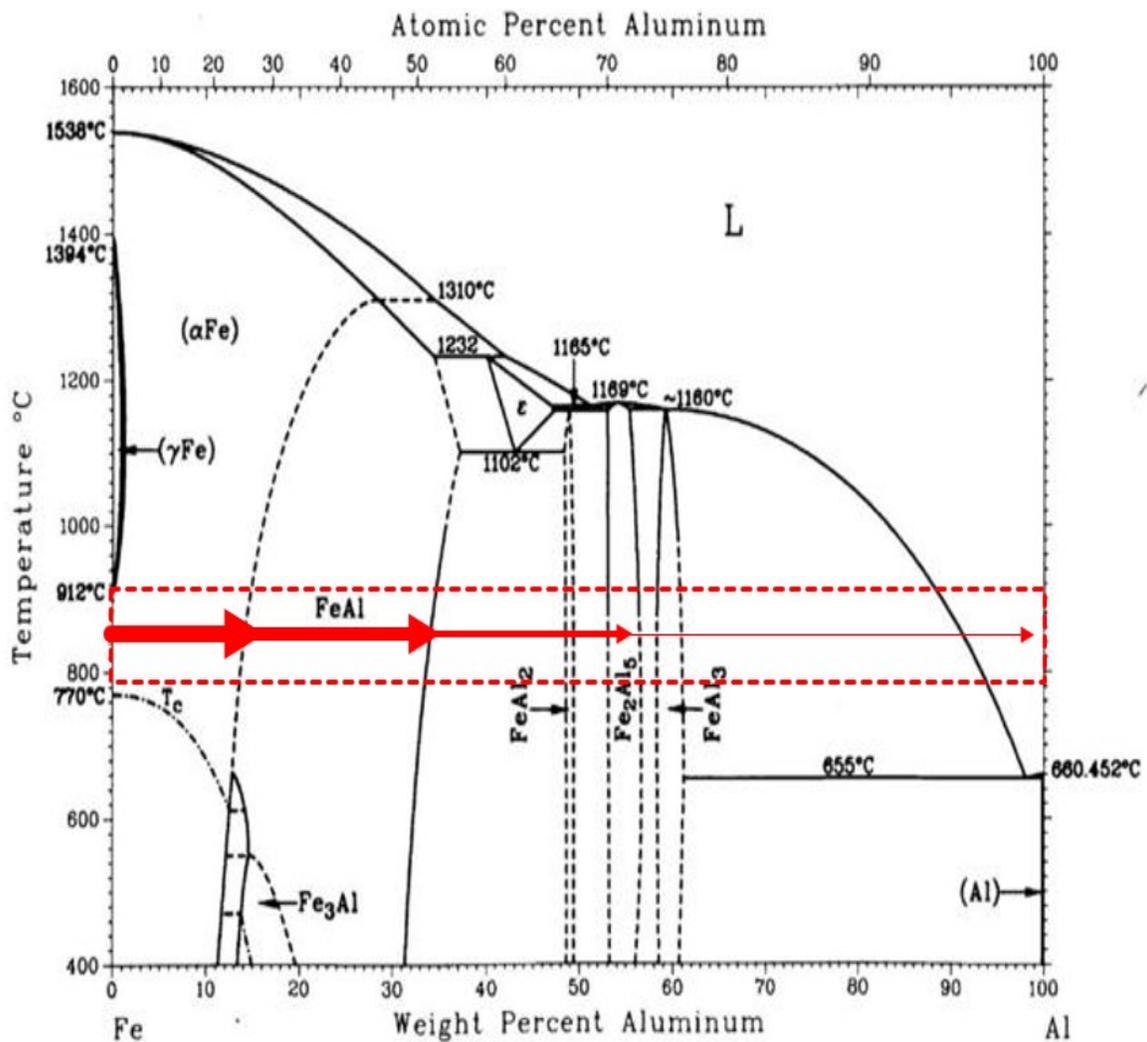


Figure 3.4 : Diagramme de phase Fe-Al⁹

Sur la Figure 3.1, il est possible d'observer la couche d'aluminium à gauche, l'interface intermétallique dans la section du milieu et la fonte à droite. La Figure 3.4 illustre bien le mécanisme de corrosion des alliages de fer. L'interface intermétallique est constituée d'intermétalliques de fer et d'aluminium qui sont formés au fur et à mesure que l'aluminium en fusion diffuse à travers la fonte durant le test ALCAN. Le fer est alors dissous et le front de diffusion de l'aluminium en fusion chemine vers le cœur de l'échantillon de fer.

La Figure 3.2 présente l'image obtenue à l'aide du MEB couplé avec l'EDS. La Figure 3.3 présente l'analyse de l'image du MEB à l'EDS de l'interface intermétallique de la fonte grise du rotor du TAC. La Figure 3.2 et la Figure 3.3 présente les résultats de la même observation. Sur la Figure 3.2, la couche d'aluminium se retrouve en haut, l'interface métallique est au milieu et la fonte est en dessous. Les résultats de l'EDS montrent que l'aluminium est présent dans la couche intermétallique, ce qui vient appuyer l'explication du mécanisme de corrosion en se basant sur le diagramme de phase Fe-Al de la Figure 13. Les résultats montrent aussi qu'il n'y a pas d'aluminium dans l'échantillon de fonte au-delà de la couche intermétallique Al-Fe. Il est aussi possible d'affirmer en se basant sur l'analyse à l'EDS que la concentration en aluminium dans la couche intermétallique est supérieure à l'interface avec l'aluminium qu'avec l'interface avec la fonte.

Le Tableau 3.1 contient les mesures prises avant et après le test ALCAN sur l'échantillon de fonte grise du TAC. Les résultats indiquent que l'échantillon a pris de l'expansion puisque la longueur, la largeur et la hauteur de l'échantillon ont augmenté. Cependant il y a eu perte de matériau de l'échantillon et les mesures ne permettent pas de bien visualiser la perte qui était présente aux coins et aux arrêtes de l'échantillon. Cette perte de matériaux est alors mieux quantifiée en termes de poids, soit de 17.35% pour la fonte grise du rotor du TAC.

3.1.2 Fonte grise d'un fournisseur externe

Deux morceaux de fonte grise d'un fournisseur externe de 1"x1"x2" ont été pesés et mesurés avant le test ALCAN. Cette fonte a été testée puisque la composition était connue et il était nécessaire de comparer les résultats du test ALCAN de cette fonte avec ceux de la fonte grise du rotor du TAC dans le but de déterminer s'il y avait une différence. Suite au test ALCAN, l'échantillon a été nettoyé à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse.

Tableau 3.2 : Mesures et bilan de matière pour le test ALCAN de la fonte externe

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)	Poids (g)
Avant	50.66	25.51	25.32	233.30
Après	50.66	27.60	26.13	205.91
Perte (%)	0.00%	-8.19%	-3.20%	11.74%

Le Tableau 3.2 contient les mesures prises avant et après le test ALCAN sur l'échantillon de fonte du fournisseur externe. Les résultats indiquent que l'échantillon a pris de l'expansion puisque la longueur, la largeur et la hauteur de l'échantillon ont augmenté. Cependant il y a eu perte de matériau de l'échantillon et les mesures ne permettent pas de bien visualiser la perte qui était présente aux coins et aux arrêtes de l'échantillon. Cette perte de matériaux est alors mieux quantifiée en termes de poids, soit de 11.74% pour la fonte grise du fournisseur externe. Puisqu'il y a une différence entre la perte de masse occasionnée par le test ALCAN sur les deux types de fonte comparés, il n'est pas possible d'affirmer que la fonte grise du fournisseur externe a la même composition que la fonte grise du rotor du TAC.

3.1.3 Graphite

Deux morceaux de graphite de 1"x1"x2" ont été pesés et mesurés avant le test ALCAN. Le graphite a été testé parce que selon la littérature¹³, c'est un matériau qui résiste bien à la corrosion de l'aluminium en fusion. Pour donner suite au test ALCAN, un des échantillons a été coupé en deux afin d'observer l'interface carbone-aluminium et l'autre échantillon a été nettoyé à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse.

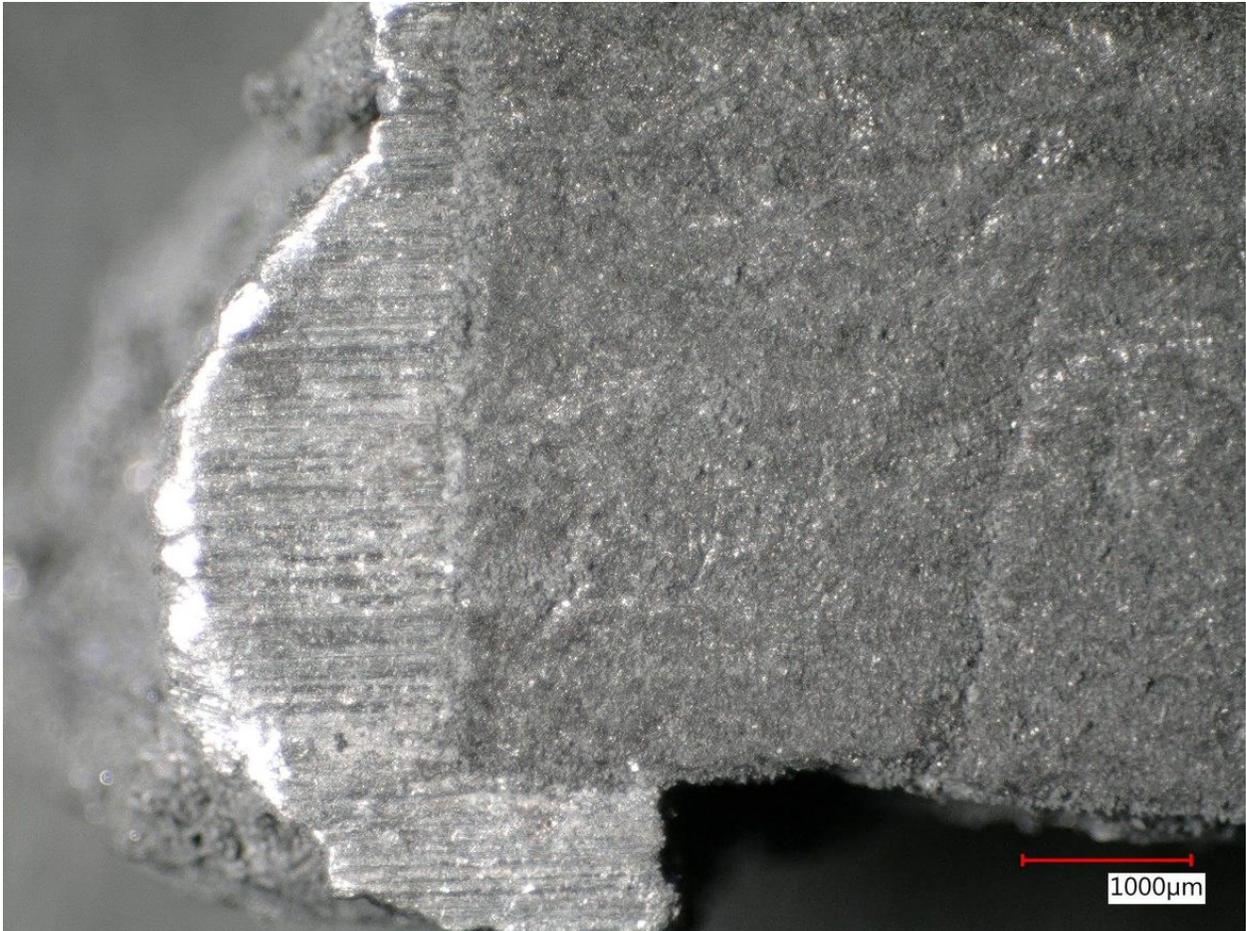


Figure 3.5 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Al-C

Sur la Figure 3.5 il est possible d'observer la couche d'aluminium qui enrobe l'échantillon de graphite. Il est possible de distinguer le coin ou l'arrête de l'échantillon qui avait une forme rectangulaire avant le test ce qui prouve que c'est un matériau qui résiste très bien au niveau de la corrosion et de l'érosion face à l'aluminium en fusion.

Tableau 3.3 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le graphite

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)	Poids (g)
Avant	51.30	25.22	25.48	49.00
Après	52.40	23.65	23.71	49.35
Perte (%)	2.10%	6.23%	6.95%	-0.72%

Le Tableau 3.3 contient les mesures prises avant et après le test ALCAN sur l'échantillon de graphite. Les résultats indiquent que l'échantillon a effectué un retrait puisque la longueur, la largeur et la hauteur de l'échantillon ont diminué. Cependant la perte de masse de l'échantillon est considérée comme négligeable puisqu'elle est de 0,72%. Il est possible que le traitement à l'acide ait retiré une mince couche de carbone sur le graphite ce qui pourrait expliquer le retrait de l'échantillon de carbone à la suite du test.

Le graphite est un excellent matériau au niveau de la résistance au contact à l'aluminium en fusion ce qui en fait un candidat de choix pour la conception du porte-échantillons.

3.1.4 Acier SS316

Deux morceaux d'acier SS316 d'un fournisseur externe de 1"x1"x2" ont été pesés et mesurés avant le test ALCAN. Cependant les échantillons n'ont pas été retrouvés dans le creuset d'aluminium après le test ALCAN. Le spinelle ($MgAl_2O_4$) était présent dans le creuset d'aluminium pour donner suite au test et il n'a pas été possible de retrouver les échantillons de SS316. Le spinelle est un oxyde de magnésium et d'aluminium. Celui-ci se forme durant le test ALCAN dans le creuset parce qu'il y a présence de magnésium dans l'alliage 5182. À chaque jour, la quantité de spinelle dans le creuset augmente parce qu'il y a un ajout de magnésium afin de garder la concentration en magnésium dans l'alliage d'aluminium à 4.5%. Ainsi, après 96 heures, il n'a pas été possible de retrouver les échantillons de SS316 à cause de la quantité de spinelle présente qui a possiblement enrobé les échantillons au point de ne pas pouvoir les retrouver. Une pastille d'aluminium a été récupérée dans le but de l'analyser afin de retrouver des traces de l'alliage SS316. Une analyse à l'OES a été réalisée sur l'échantillon dans le but de retrouver du fer de l'alliage SS316 dissous dans l'aluminium. Quatre (4) endroits sur la pastille ont été analysés afin d'obtenir une moyenne représentative de l'analyse. Les résultats pour la concentration de Fe dans l'aluminium est présenté au Tableau 3.4.

Tableau 3.4 : Concentration de Fe dans la pastille d'aluminium après le test ALCAN

Échantillon #	Fe %
1	4.11
2	3.91
3	4.02
4	3.96
Moyenne	4

La concentration de Fe dans la pastille est de 4%. Sachant que 2 kilogrammes d'aluminium ont été fondus dans le creuset et que les deux échantillons pesaient au total 500 grammes, il est possible d'affirmer que les échantillons n'ont pas été dissous entièrement et que les échantillons ont dû se faire enrober dans la matrice de spinelle. Selon l'analyse OES, environ 80 grammes de Fe ont été dissous, ce qui veut dire qu'une partie de l'échantillon était toujours présent dans le creuset après le test. Ainsi, il n'a pas été possible de retrouver les échantillons pour l'acier SS316.

3.1.5 Titane

Deux morceaux de titane de 1"x1"x2" ont été et mesurés avant le test ALCAN. Le grade du titane est de « l'Ultra-Corrosion Resistant Grade 2 » et il est pur à 99%. C'est un grade de titane qui est utilisé pour les équipements de procédés chimiques ainsi que les applications à hautes températures. Pour donner suite au test ALCAN, un des échantillons a été coupé en deux afin d'observer l'interface titane-aluminium et l'autre échantillon a été nettoyé à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse.

La photo au microscope optique de l'interface titane/aluminium est présentée à la Figure 3.6. Il est possible de clairement distinguer sur la photo le titane à gauche et l'aluminium à droite.

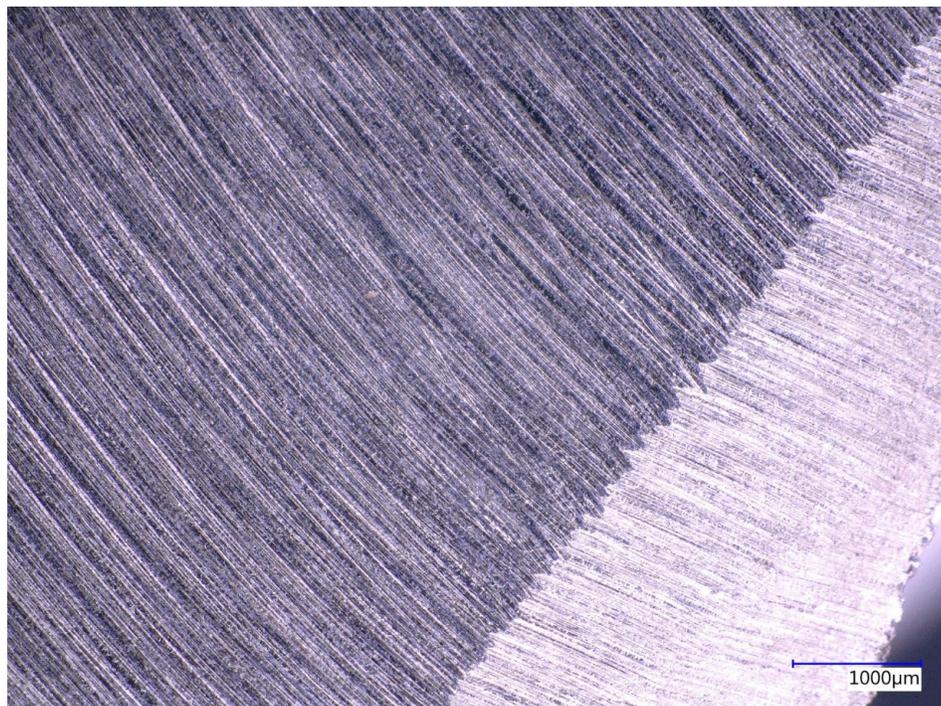


Figure 3.6 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Ti/Al

Une propriété intéressante du titane a été observée après le nettoyage à l'acide. Les échantillons se sont fait attaquer de manière à ce que l'échantillon a conservé l'angle initial de 90° de ses arrêtes qu'il avait avant le test ALCAN. Une photo de l'échantillon après et avant le test est présentée à la Figure 3.7. C'est une propriété ou plutôt une manière de se faire attaquer par l'aluminium en fusion atypique et intéressante.

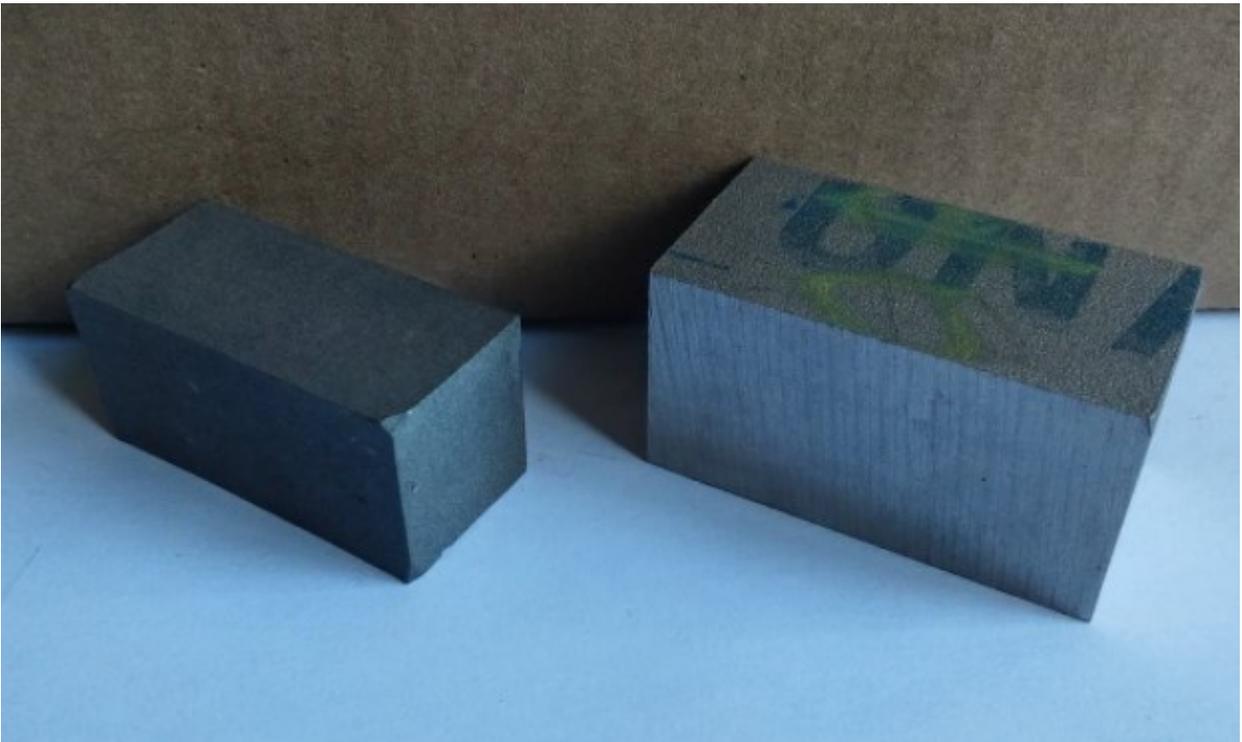


Figure 3.7 : Photos de l'échantillon après (Gauche) et avant (Droite) le test

Le

Tableau 3.5 contient les mesures prises avant et après le test ALCAN sur l'échantillon de titane. La perte de masse est d'environ 90% pour le titane après le test ALCAN. C'est le matériau qui a le moins bien résisté à l'immersion dans l'aluminium en fusion durant le test ALCAN. Un matériau comme le titane qui perd 90% de sa masse lors d'une immersion dans l'aluminium en fusion ne pourra être considéré pour la conception du porte-échantillons.

Tableau 3.5 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le titane

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)	Poids (g)
Avant	50.65	26.67	19.90	117.90
Après	36.55	26.62	6.20	12.01
Perte (%)	27.84%	0.19%	68.84%	89.81%

3.1.6 Acier H13

Deux morceaux de d'acier H13 de 1"x1"x2" ont été pesés et mesurés avant le test ALCAN. L'acier H13 est un alliage de fer contenant du chrome, du molybdène et du vanadium. C'est un acier qui résiste très bien aux contraintes mécaniques à haute température et au chocs thermiques. Il est beaucoup utilisé pour l'outillage dans l'industrie de la production l'aluminium. Suite au test ALCAN, un des échantillons a été coupé en deux afin d'observer l'interface fer-aluminium au microscope optique. L'autre échantillon a été nettoyé à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse.

La photo au microscope optique de l'interface fer/aluminium est présenté à la Figure 3.8. Il est possible de clairement distinguer sur la photo le H13 au-dessous et l'aluminium en dessus.

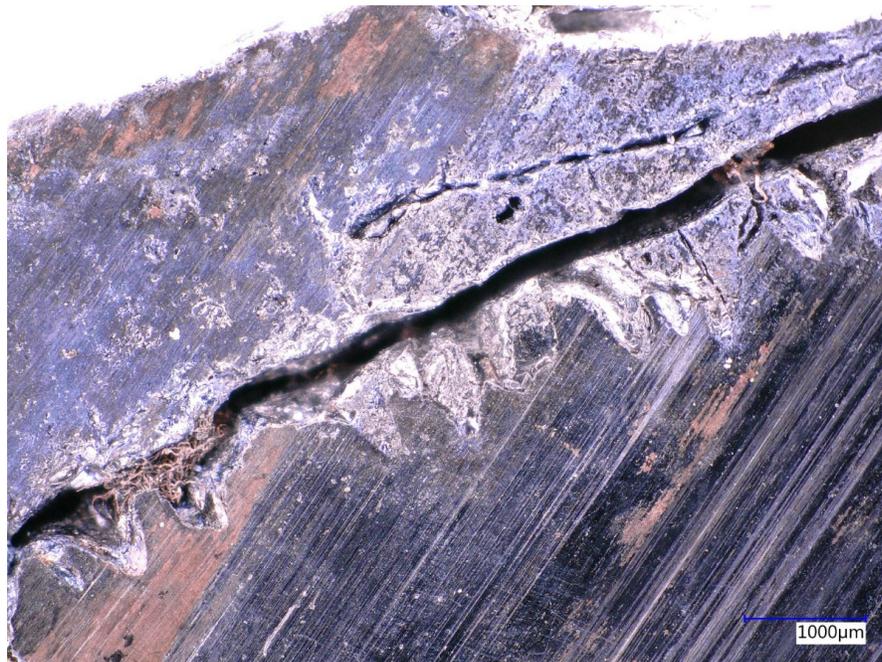


Figure 3.8 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Fe/Al pour l'acier H13

Le Tableau 3.6 contient les mesures prises avant et après le test ALCAN sur l'échantillon d'acier H13. La perte de masse est d'environ 20% pour l'acier H13 après le test ALCAN. La perte de masse occasionné sur les échantillons d'acier H13 par le test ALCAN ressemble aux autres aciers qui ont été testés, soit la fonte du rotor du TAC et la fonte du fournisseur externe qui se situe entre 10% et 20%.

Tableau 3.6 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour l'acier H13

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)	Poids (g)
Avant	50.85	25.26	25.61	259.30
Après	53.05	25.32	25.79	207.00
Perte (%)	-4.33%	-0.24%	-0.70%	20.17%

3.1.7 Niobium

Deux morceaux cylindriques de niobium ont été pesés et mesurés avant le test ALCAN. La raison pour laquelle les échantillons ne sont pas rectangulaires et ne mesuraient pas 1"x1"x2 est que les échantillons de niobium qui étaient disponibles avaient tous une forme cylindrique et qu'il était plus simple de procéder au test sans avoir à machiner les échantillons. Des échantillons avec des dimensions de 30mm de diamètre et 8.75mm de hauteur ont été choisis. Vu le prix des échantillons de niobium et les contraintes budgétaires, il n'a pas été possible d'obtenir un échantillon avec une taille plus grande. À la suite du test ALCAN, un des échantillons a été coupé en deux afin d'observer l'interface niobium-aluminium et l'autre échantillon a été nettoyé à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse. La photo au microscope optique de l'interface Niobium/Aluminium est présentée à la Figure 3.9. Il est possible de clairement distinguer sur la photo le niobium au-dessus et l'aluminium en dessous.

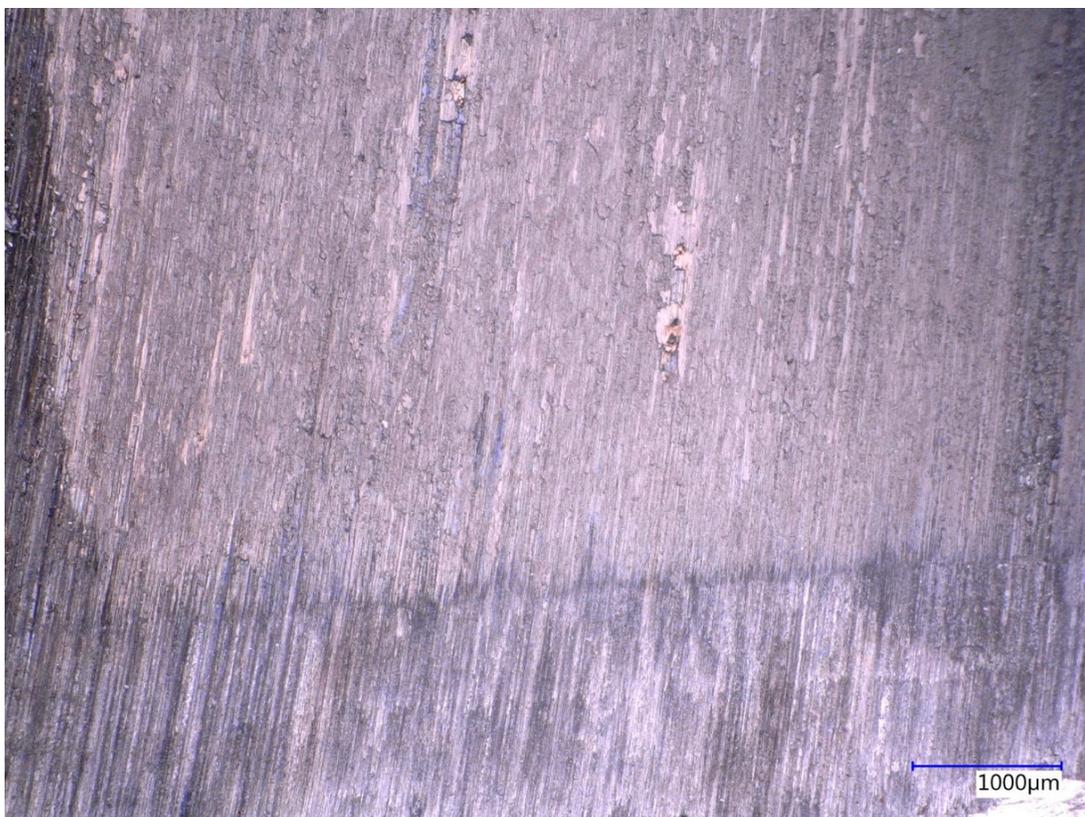


Figure 3.9 : Observation au microscope optique (50X) de l'interface Ni/Al pour le niobium

Le Tableau 3.7 contient les mesures prises avant et après le test ALCAN sur l'échantillon de niobium. La perte de masse est de 13.52% pour le niobium après le test ALCAN. Le niobium a perdu peu de poids et offre une bonne résistance à l'immersion dans l'aluminium en fusion du test ALCAN.

Le niobium a été testé parce que c'est un candidat potentiel pour être utilisé comme agent précurseur dans le développement de nouveaux revêtements appliqué par plasma dans le cadre du projet MéLiMo.

Tableau 3.7 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le niobium

	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)	Poids (g)
Avant	30.2	8.75	54.00
Après	29.64	8.4	46.70
Perte (%)	1.85%	4.00%	13.52%

3.1.8 Tungstène

Pour le projet MéLiMo, le tungstène est considéré comme précurseur potentiel pour les revêtements appliqués par plasma. Bien que le tungstène ne soit pas utilisé dans la conception du porte-échantillons, il a été testé dans le but d'évaluer ses propriétés de résistance à la corrosion dans l'aluminium en fusion. Pour le test ALCAN, la disponibilité et le prix du tungstène n'ont pas permis d'avoir des échantillons de 1"x1"x2". L'échantillon était donc beaucoup plus petit que ce qui est conseillé dans la norme du test ALCAN. La composition du tungstène était de 99%.

À la suite du test ALCAN, il n'était pas possible de retrouver l'échantillon de tungstène dans l'aluminium en fusion. Un échantillon d'aluminium a été prélevé et celui-ci a été analysé à l'OES dans le but de mesurer une concentration de tungstène dans l'échantillon d'aluminium. Sans succès, l'OES disponible n'était pas en mesure de détecter le tungstène dans les alliages d'aluminium. L'échantillon d'aluminium a alors été analysé au MEB couplé à l'EDS dans le but de retrouver des traces de tungstène dans l'alliage d'aluminium.

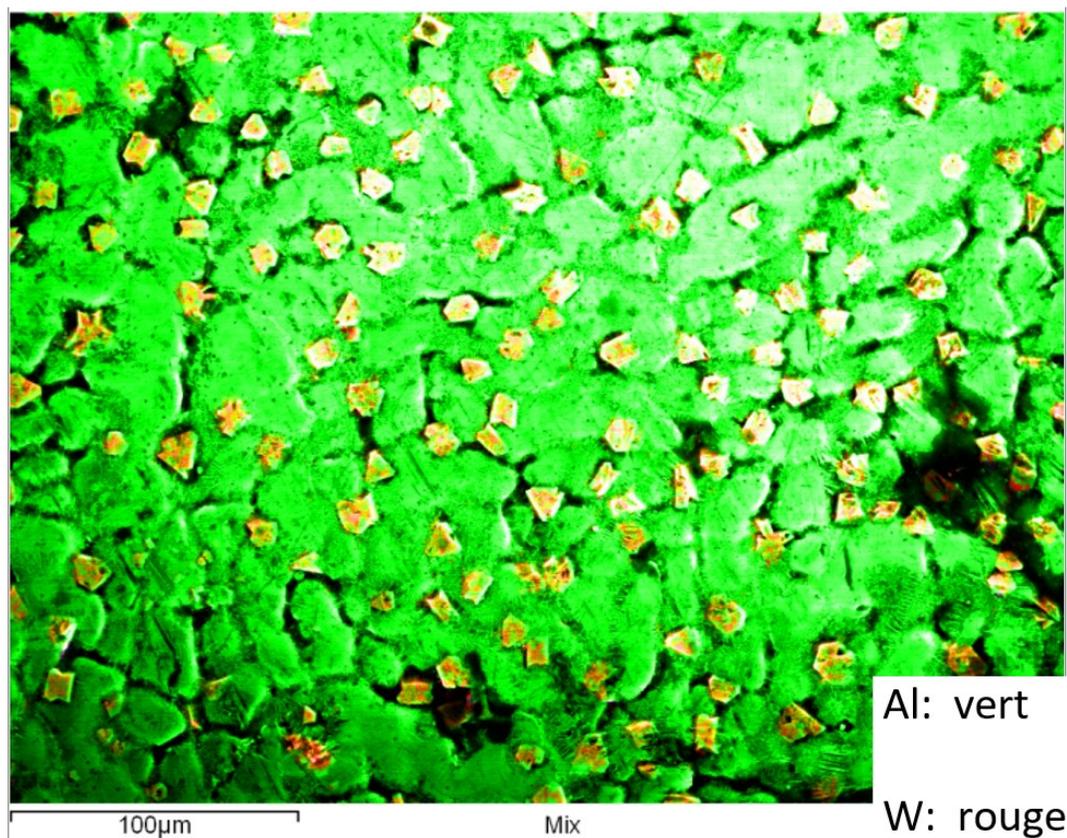


Figure 3.10 : Image des fragments de tungstène dans l'échantillon d'aluminium au MEB couplé à l'EDS

La Figure 3.10 illustre en vert l'échantillon d'aluminium et en jaune/rouge les fragments de tungstène qui ont été dissous dans l'aluminium en fusion. La pureté de l'échantillon était de 99% mais un agent liant a été utilisé pour effectuer la mise en forme de l'échantillon de tungstène et celui-ci s'est fait attaquer par l'aluminium en fusion. Il restait donc dans l'aluminium des petits fragments de tungstènes utilisés lors de la mise en forme de l'échantillon de tungstène. Il est cependant possible d'affirmer que le tungstène n'a pas réagi directement avec l'aluminium en fusion puisque selon les résultats de l'EDS, on ne retrouve pas de tungstène dissous dans l'alliage de l'aluminium, mais bien des fragments de tungstène entier dispersé dans la matrice d'aluminium. Le tungstène promet une résistance face à l'attaque de l'aluminium en fusion s'il est pur et sans agents liants. C'est donc un candidat de choix pour fabriquer des revêtements qui résisteront à l'aluminium en fusion.

3.1.9 Molybdène

Deux morceaux cylindriques de Molybdène ont été pesés et mesurés avant le test ALCAN. La raison pour laquelle les échantillons ne sont pas rectangulaires et ne mesuraient pas 1"x1"x2 est que les échantillons de molybdènes qui étaient disponibles avait tous une forme cylindrique et qu'il était plus simple de procéder au test sans avoir à machiner les échantillons de molybdène. Dans le but de faire un test qui est bien représentatif au niveau de la surface de contact de l'échantillon avec l'aluminium, des échantillons avec des dimensions de 45mm de diamètre et 25mm de hauteur ont été choisis. À la suite du test ALCAN, un des échantillons a été coupé en deux afin d'observer l'interface Molybdène-Aluminium et l'autre échantillon a été nettoyé à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse. Le Tableau 3.8 contient les mesures prises avant et après le test ALCAN sur l'échantillon de niobium.

Tableau 3.8 : Mesures et bilan de matière avant et après le test ALCAN pour le molybdène

	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)	Poids (g)
Avant	44.28	25.44	396.30
Après	41.27	24.78	315.13
Perte (%)	6.80%	2.59%	20.48%

Selon le bilan de masse, une perte de masse de 20,48% est occasionné sur le molybdène par le test ALCAN. Le diamètre et la hauteur de l'échantillon ont diminué suite au test, ce qui était

attendu avec une perte de masse de 20%. Cependant, lors de la découpe de l'échantillon dans le but d'observer l'interface molybdène-aluminium, une propriété très intéressante du molybdène a été découverte. La couche d'aluminium qui enrobait l'échantillon de molybdène à la suite du test ALCAN s'est décollée sans tirer ou imposer une force à la couche d'aluminium. Le molybdène présente donc des propriétés d'anti-collage face à l'aluminium en fusion ce qui en fait un candidat intéressant pour faire des revêtements à l'aide de plasma. D'autres membres de l'équipe MÉLiMo ont poursuivi des travaux sur le molybdène à la suite de ce test dans le but de développer des revêtements qui résistent à l'aluminium en fusion. Des photos au microscope optique ont été obtenue pour bien visualiser l'interface qui se décolle entre l'aluminium et le molybdène. Ces photos sont présentées aux Figure 3.11, Figure 3.12, Figure 3.13 et Figure 3.14.

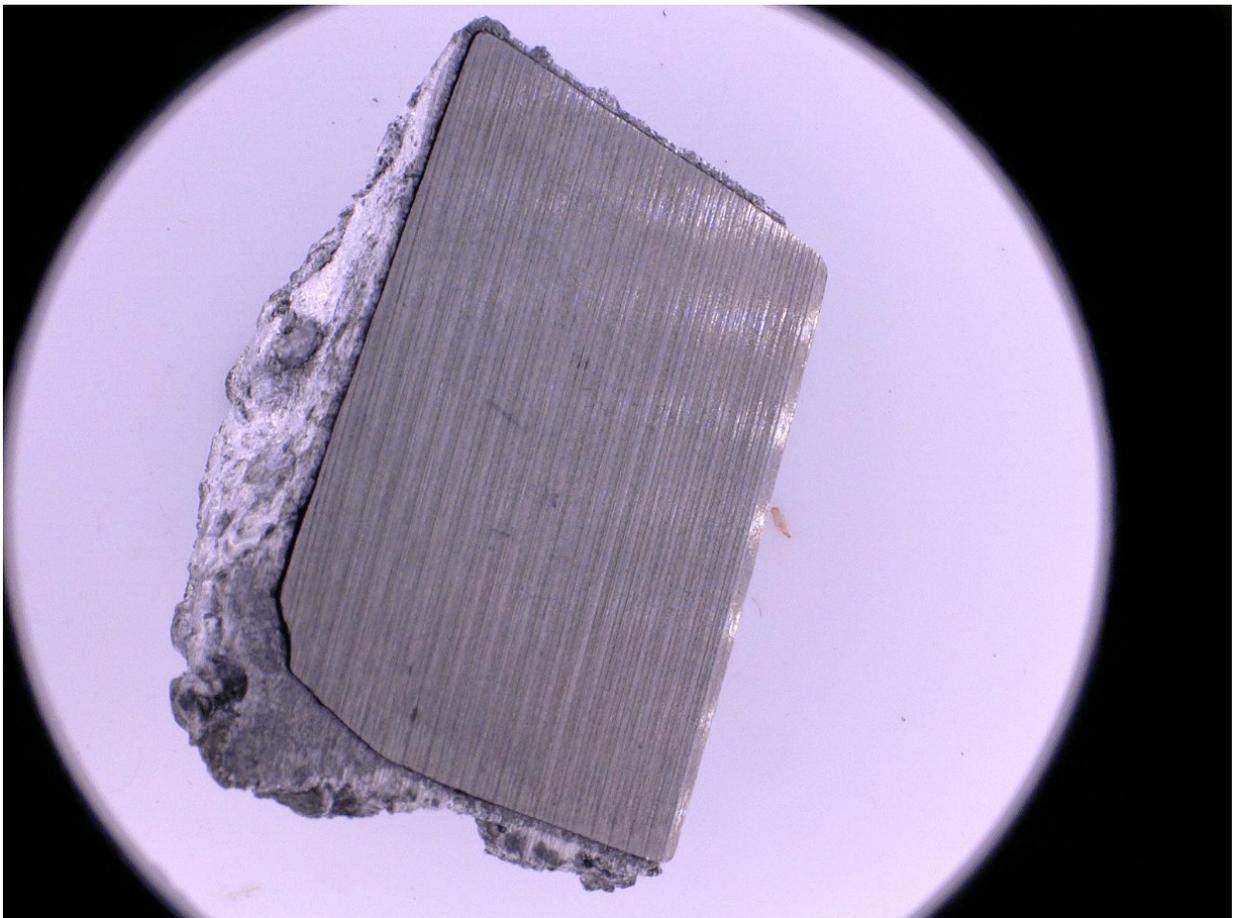


Figure 3.11 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (1)

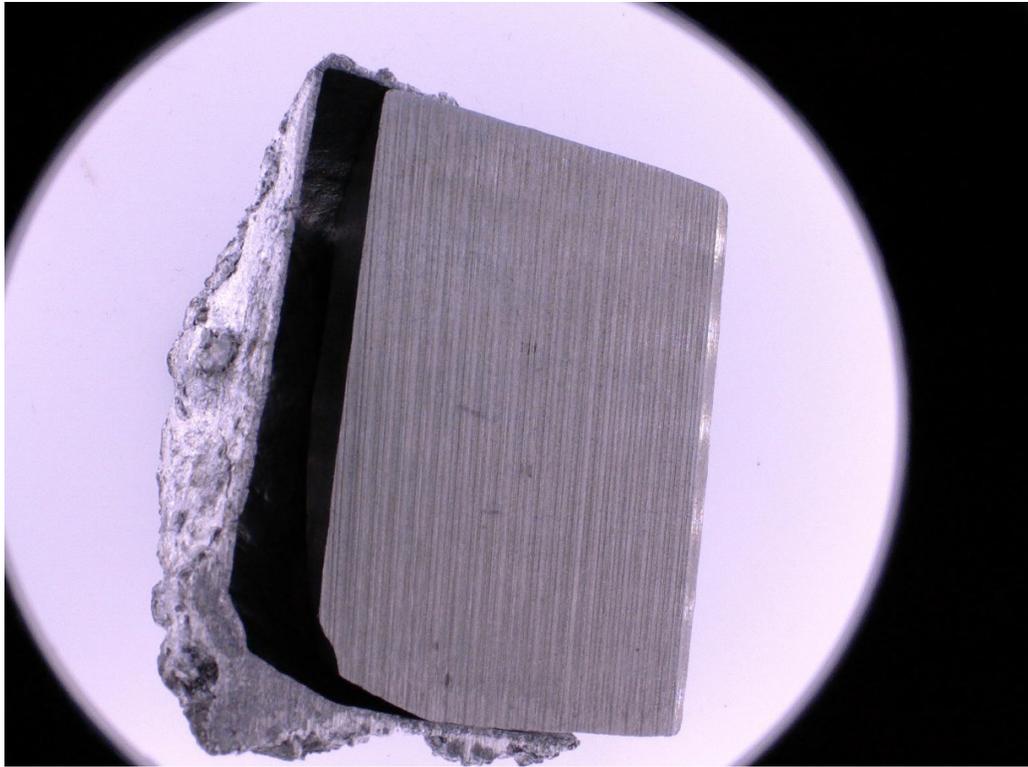


Figure 3.12 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (2)

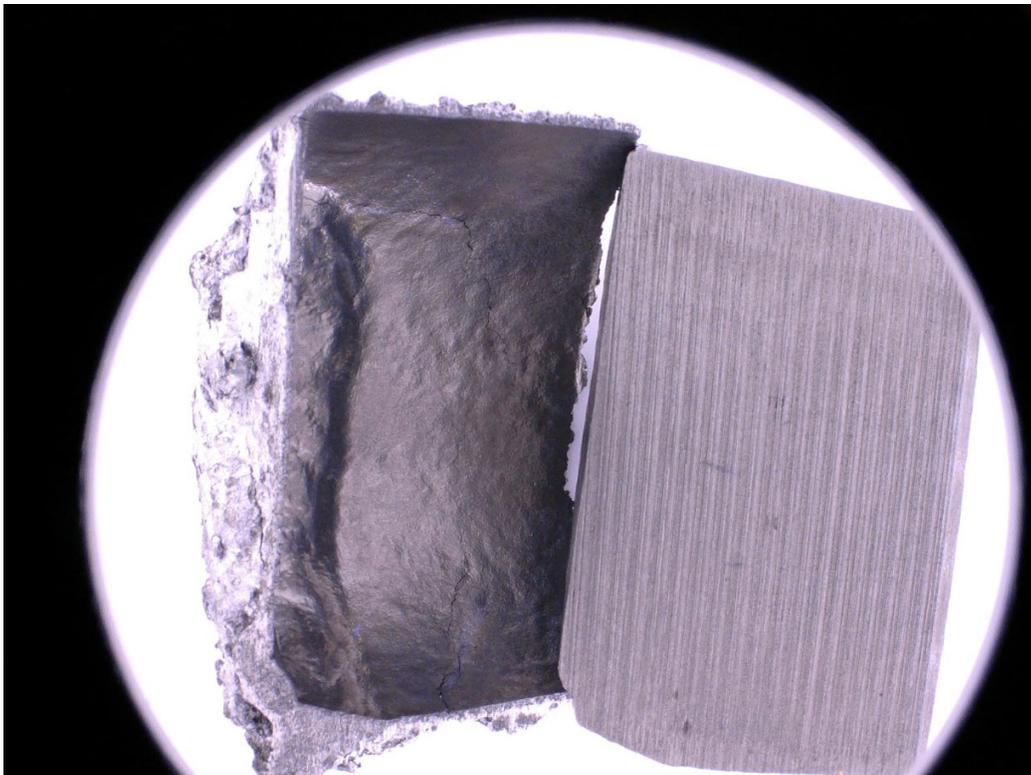


Figure 3.13 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (3)

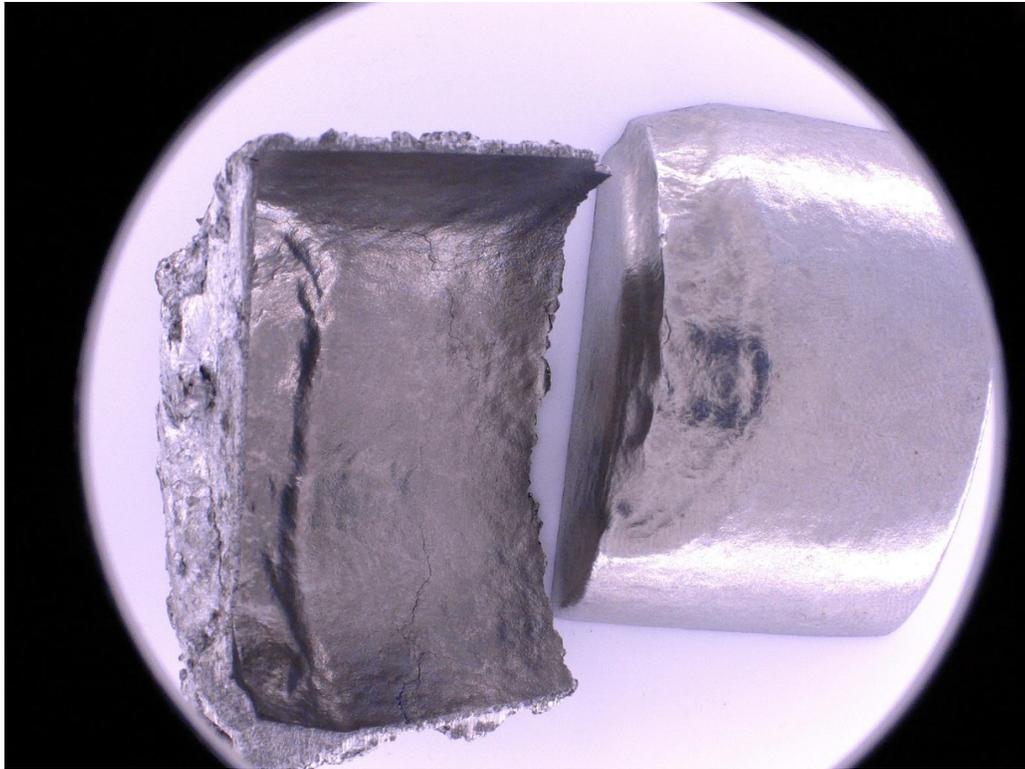


Figure 3.14 : Photo de l'interface Aluminium-Molybdène (4)

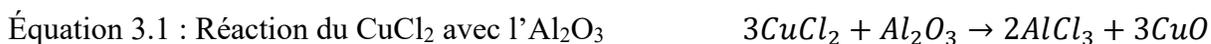
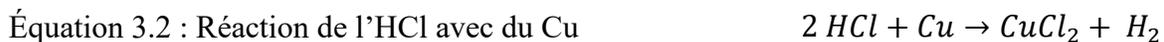
3.2 Technique de nettoyage des échantillons

Dans le but de quantifier la perte de masse occasionnée par l'érosion et la corrosion de l'aluminium en fusion sur les échantillons immergés, une technique a été établie pour retirer la couche d'aluminium résiduelle sur les échantillons. Cette technique permet d'effectuer le bilan de masse sur les échantillons en immersion dans l'aluminium en fusion et d'obtenir des résultats de perte de masse.

La technique consiste à faire réagir l'aluminium collé en surface de l'échantillon avec de l'acide chlorhydrique et du cuivre. On immerge tout d'abord des copeaux de cuivre dans un béccher d'acide chlorhydrique dans le but de former du dichlorure de cuivre. Le dichlorure de cuivre aura plus de facilité que l'acide chlorhydrique à faire réagir la couche d'alumine sur la paroi externe de l'aluminium collé en surface de l'échantillon à nettoyer. On immerge par la suite les échantillons recouverts d'une couche d'aluminium dans le béccher contenant de l'acide chlorhydrique et du cuivre. L'objectif est de faire réagir l'aluminium en trichlorure d'aluminium

et de le faire précipiter au fond du bécher. Par la suite les échantillons peuvent être récupérés sans présence de la couche d'aluminium.

Les réactions sont les suivantes :



Les étapes de la technique de nettoyage des échantillons sont illustrées dans la Figure 3.15. Les étapes numérotées sont les suivantes :

- 1) L'échantillon est recouvert d'une couche d'aluminium
- 2) Des copeaux de cuivre sont obtenus
- 3) Les copeaux sont immergés dans l'acide chlorhydrique
- 4) L'échantillon recouvert d'aluminium est immergé dans le bécher d'acide
- 5) Réaction entre l'acide et l'aluminium
- 6) Récupération de l'échantillon sans aluminium

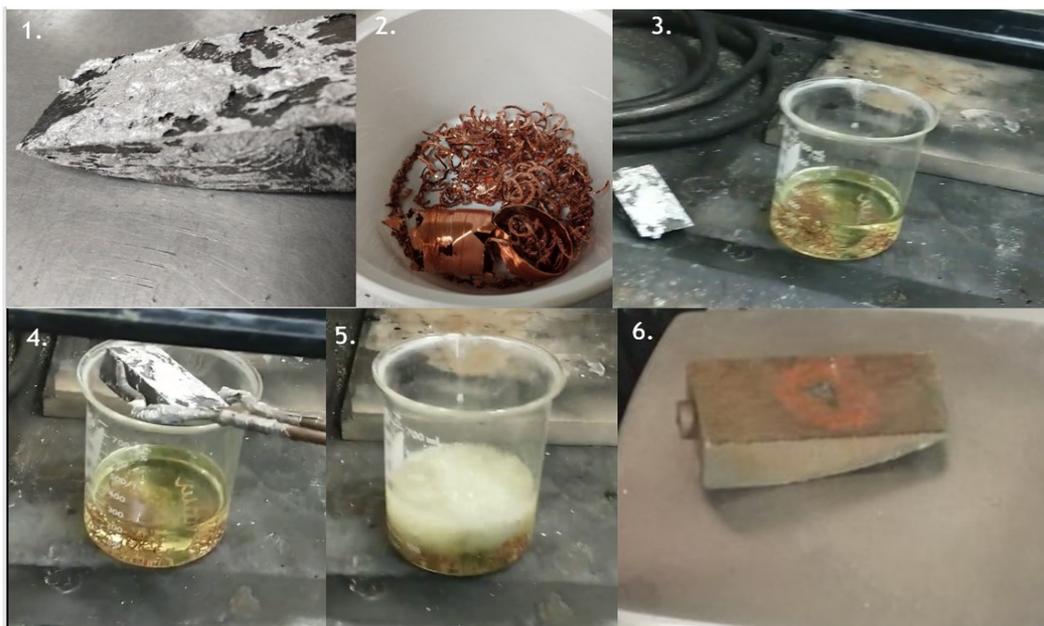


Figure 3.15 : Étapes de la technique de nettoyage des échantillons

Un test a été réalisé afin de vérifier si l'acide chlorhydrique attaquait aussi le substrat. La fonte étant le substrat le plus étudié et utilisé dans cette étude a été choisi pour cet essai de validation. Trois (3) échantillons en fonte du rotor du TAC avec les mêmes dimensions ont été préparés et pesés. Par la suite, ces trois échantillons se sont fait immerger dans l'aluminium en fusion pour une période de 2 secondes afin d'apposer une couche d'aluminium. Les échantillons se sont par la suite fait nettoyer en les immergeant dans 3 béciers d'acide chlorhydrique avec du cuivre et leurs poids a été pris dans le but d'effectuer un bilan de masse. Les échantillons utilisés pour l'analyses sont présentés à la Figure 3.16. Les résultats de l'analyse sont présentés au

Tableau 3.9.



Figure 3.16 : Échantillons de fonte préparés pour la validation de la technique de nettoyage.

Tableau 3.9 : Perte de masse suite au nettoyage à l'acide sur les échantillons de fonte

Numéro de l'échantillon	Poids initial (g)	Poids final (g)	Perte de masse (g)	Perte de masse (%)
1	85.8	85.1	0.7	0.82%
2	88	87.3	0.7	0.80%
3	90.7	90	0.7	0.77%
			Moyenne	0.80%

La moyenne de perte de masse à la suite du nettoyage à l'acide pour un échantillon de fonte est d'environ 0.8% comme présenté au Tableau 3.9. Considérant que les échantillons perdent souvent plus de 15% de leurs masses initiales suite au test ALCAN, la perte de masse de 0.8% est considéré comme négligeable.

3.3 Conception d'un mécanisme de support

L'objectif est de conceptualiser un porte-échantillons pour pouvoir maintenir en place des pastilles de fonte grise sur lesquelles un revêtement est apposé pendant que le montage est en immersion dans l'aluminium en fusion.

Dans le but de maintenir ces échantillons en place sur un montage, une conception novatrice a été effectuée. Plusieurs contraintes sont présentes au niveau des matériaux qui peuvent résister à des températures de 850°C et au contact avec l'aluminium en fusion. D'autres contraintes sont présentes au niveau du positionnement des échantillons en forme de pastilles muni d'un revêtement. Ces pastilles qui ont un diamètre de ½ pouce et une épaisseur de 3mm doivent être en contact avec l'aluminium en fusion seulement sur la face sur laquelle un revêtement a été apposé.

Pour maintenir l'échantillon en place, un système de bague avec un angle de dépouille a été développé. Cette bague est munie d'une rainure et est maintenue en place avec une tige qui est glissée dans un socle troué, aligné avec la rainure de la bague, comme illustré à la Figure 3.17.

Pour le choix des matériaux des différentes composantes, ceux-ci ont été basé sur les résultats des tests ALCAN réalisés préliminairement à cette conception. Le graphite étant le matériau qui a le mieux résisté au test ALCAN et aussi ayant le plus petit coefficient de dilatation thermique dans les matériaux à l'étude pour cette conception a été choisi. Les coefficients de dilatation thermique de plusieurs matériaux sont comparés dans le Tableau 3.10.

Tableau 3.10 : Dilatation thermique de différents matériaux testés⁴⁹

Matériaux	Graphite	Titane	Fonte	Acier inoxydable
Coefficient de dilatation thermique (10e-6 po./po.* / °F)	1.4	6	6	10.6

Cependant, bien que le graphite soit résistant face à l'attaque de l'aluminium en fusion, il s'oxyde facilement à haute température. Pyrotek a suggéré un graphite vendu par Methaullics

muni d'un imprégnant antioxydant qui permet au graphite de résister à l'oxydation à des températures allant jusqu'à 900°C. Un scellant à base de graphite de OMEGA a été aussi utilisé pour sceller l'interface entre la pastille et le revêtement. L'aluminium ne doit pas pouvoir pénétrer entre le revêtement et l'échantillon en forme de pastille puisque ça pourrait compromettre l'intégrité et la fonction protectrice du revêtement.

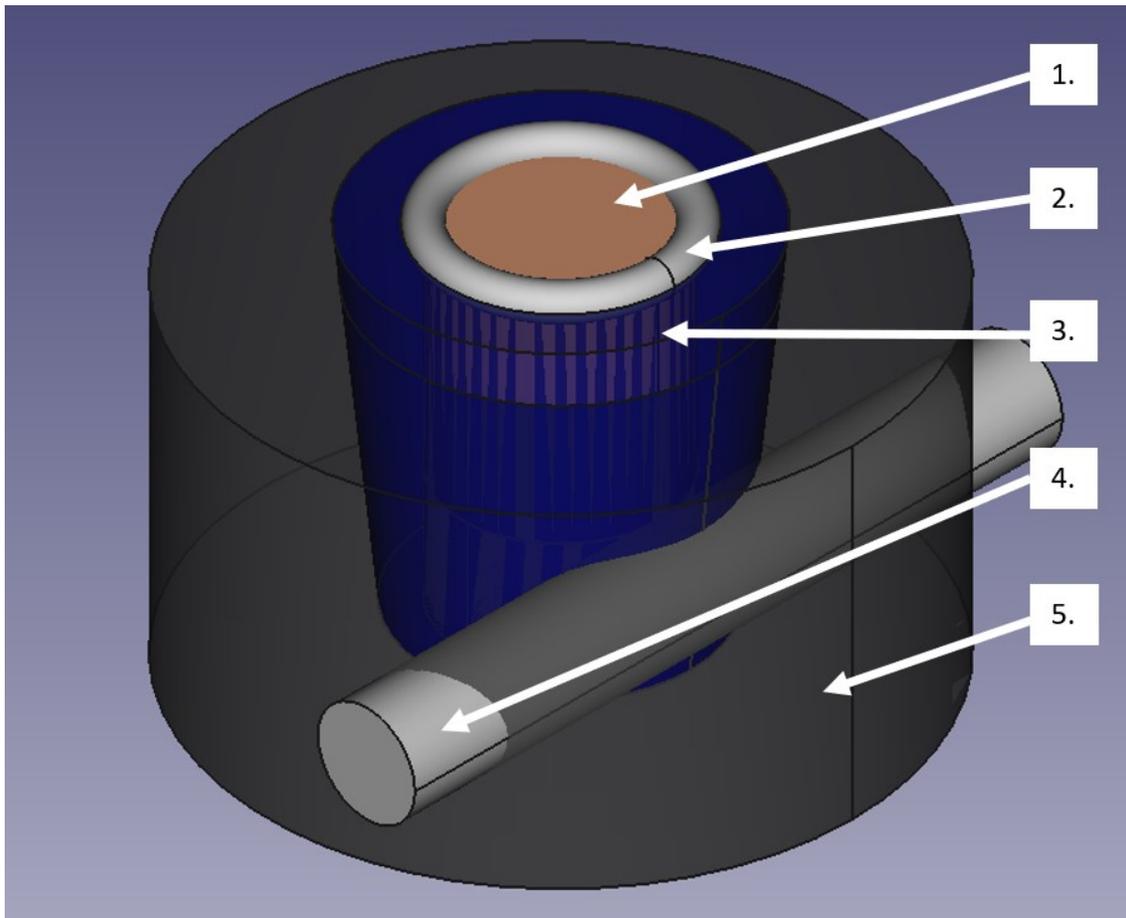


Figure 3.17 : Dessin du mécanisme de support des échantillons sous forme de pastille

Les différentes composantes numérotées dans la Figure 3.17 sont listées ci-dessous :

- 1) Revêtement sur une pastille de fonte
- 2) Scellant de graphite
- 3) Bague en graphite
- 4) Tige en graphite
- 5) Socle en graphite

3.4 Validation du mécanisme de support

Une fois la conception et la fabrication du mécanisme de support terminé, il reste à valider si le concept résiste lors d'une immersion dans l'aluminium en fusion. Pour ce faire, le montage a été assemblé et il est illustré sur la photo de gauche à la Figure 3.18. Le montage est composé d'un échantillon de forme cylindrique qui représente un échantillon qui aurait un revêtement. L'échantillon est placé dans la bague en graphite. La bague en graphite contenant l'échantillon est placée sur le socle en graphite et la tige en graphite est logée dans le socle et dans la rainure de la bague afin d'assurer que l'aluminium en fusion ne pénétrera pas dans le montage

Le scellant utilisé est présenté à la figure 23 sur la photo du milieu. C'est un scellant à base de graphite de AREMCO. Le scellant a été appliqué entre le joint de l'échantillon et la bague en graphite fin d'assurer que l'aluminium en fusion ne pénétrera pas dans le montage durant une immersion dans l'aluminium en fusion :

La procédure pour l'application et la cuisson du scellant est la suivante :

- 1) Garder le scellant réfrigéré à 4 °C
- 2) Appliquer le scellant avec une petite spatule sur le joint entre l'échantillon et la bague
- 3) Laisser le scellant sécher pendant 1 heure suite à l'application
- 4) Cuisson à 130 °C durant 4 heures
- 5) Cuisson à 260 °C durant 2 heures



Figure 3.18 : Assemblage du montage pour le mécanisme de support avant le test ALCAN

(Gauche) Assemblage, (Milieu) Scellant de graphite, (Droite) Assemblage

La spatule utilisée n'était pas la plus adaptée pour effectuer une application avec précision du scellant sur le joint entre l'échantillon et la bague en graphite. Comme illustré à la Figure 3.18 sur la photo de droite, il y a eu un dépassement de la zone d'application du scellant durant l'application. Cependant ce n'est pas un problème puisque le but de l'essai est de déterminer si le montage résiste ou non lorsqu'il est immergé de l'aluminium en fusion à 850 °C.

Pour donner suite à l'application et la cuisson du scellant, le mécanisme de support a été immergé dans l'aluminium en fusion en respectant la procédure du test ALCAN. Après le test, le montage a été démonté facilement tel qu'illustré à la Figure 3.19. Cependant, l'aluminium en fusion a pénétré le scellant et l'échantillon de taille cylindrique s'est fait enrober par l'aluminium.



Figure 3.19 : Désassemblage du montage à la suite du test ALCAN

Pour donner suite à ce premier essai, un deuxième essai a été réalisé, mais cette fois-ci, une plus grande quantité de scellant a été appliqué entre le joint de l'échantillon et la bague en graphite. Ainsi avec un graphite de qualité supérieure, l'aluminium ne devrait pas pénétrer dans le montage comme on peut l'observer à la Figure 3.19.

Suite au deuxième test ALCAN, le montage s'est démonté facilement et l'aluminium n'a pas pu pénétrer à travers le scellant de graphite comme il est possible de l'observer sur la photo de la Figure 3.20.



Figure 3.20 : Désassemblage du montage à la suite du deuxième test ALCAN

Cependant, comme il est possible de l'observer à la Figure 3.20, il n'a pas été possible de déloger l'échantillon de la bague de graphite après le deuxième test ALCAN sur le montage. Dans le but de pouvoir procéder à la caractérisation des échantillons, soit des échantillons sous forme de cylindre ou soit des pastilles munies d'un revêtement appliqué par plasma, il a été décidé que la bague de graphite allait être sacrifiée pour la caractérisation et qu'elle allait être coupée en deux dans le but d'observer la vue transverse de l'interface aluminium/revêtement ou aluminium/échantillon le cas échéant. La Figure 3.21 présente la bague en graphite qui loge l'échantillon, elle sera donc coupée en deux pour effectuer la caractérisation.



Figure 3.21 : Bague en graphite après le deuxième test ALCAN

3.5 Conception du porte-échantillons

Pour donner suite à la validation du mécanisme de support, la conception du porte-échantillons a pu être amorcée. Le porte-échantillons a été conçu pour contenir 32 échantillons. Le premier concept du porte-échantillons est présenté à la Figure 3.22. Le même concept de mécanisme de support présenté à la section précédente a été utilisé pour maintenir les bagues de graphites en place dans le concept du porte-échantillons. Un mécanisme de support en acier a été conçu dans le but de pouvoir tenir le porte-échantillons en immersion dans de l'aluminium en fusion. Le support à échantillons a été conçu de manière à pouvoir placer des échantillons à 8 hauteurs différentes. L'influence de la pression hydrostatique de l'aluminium en fusion sur la résistance des échantillons face à l'aluminium en fusion sera intéressante à étudier lors des essais de caractérisation du porte-échantillons.

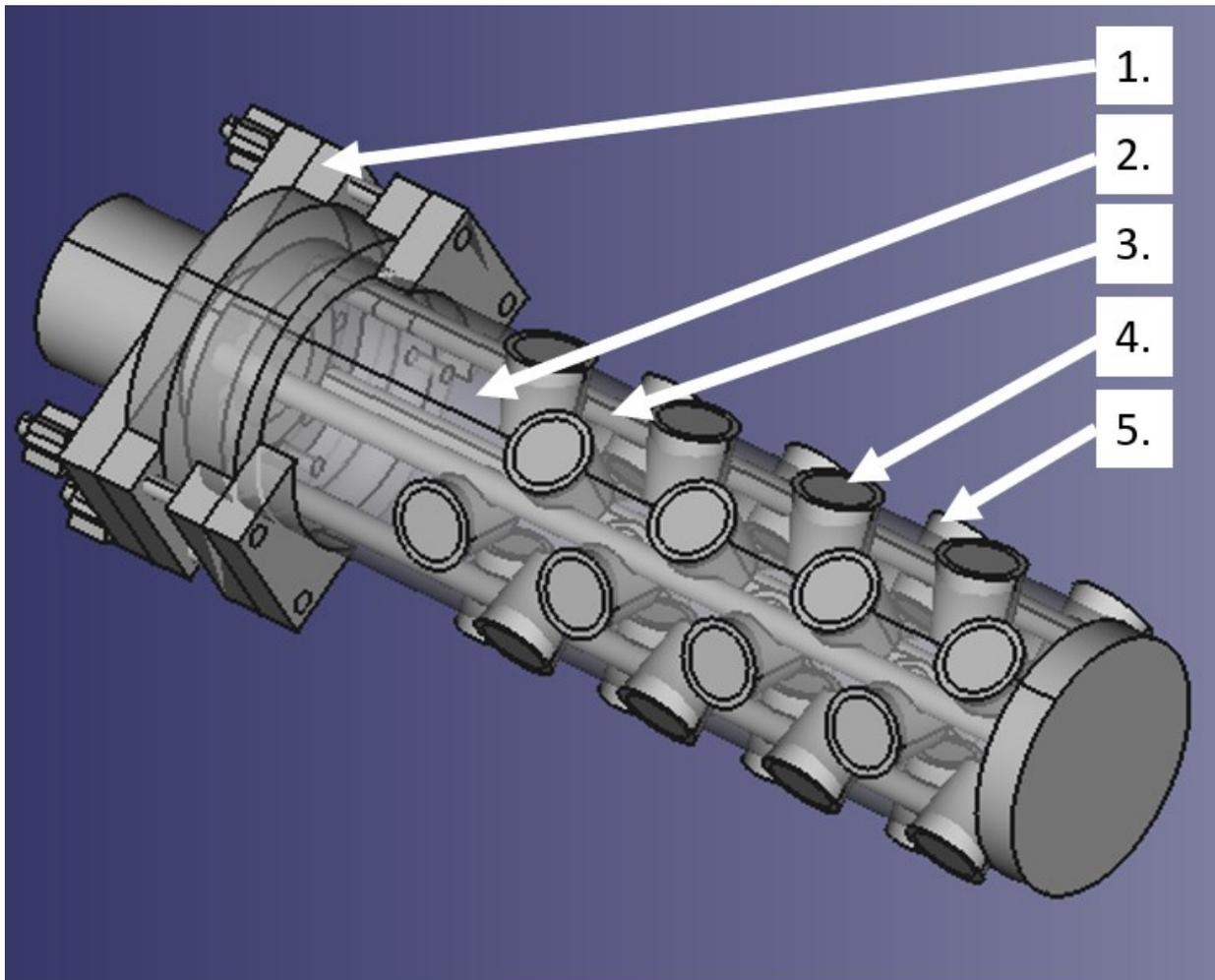


Figure 3.22 : Premier concept du porte-échantillons

Les différentes composantes numérotées dans la Figure 3.22 sont listées ci-dessous :

- 1) Mécanisme de support en acier pour maintenir le porte-échantillons dans un bassin d'aluminium en fusion
- 2) Porte-échantillons en graphite avec imprégnant antioxydant
- 3) Tige de soutien en graphite
- 4) Échantillon
- 5) Bague en graphite

Cependant, dans le but d'avoir un concept plus simple et moins complexe pour effectuer la caractérisation du test du porte-échantillons, une première version du porte-échantillons à 2 niveaux de hauteur d'immersion été machiné avec un graphite muni d'un agent antioxydant. Cette première version simplifiée du porte-échantillons présentée à la Figure 3.23 permettra de faire des essais préliminaires et de bien cibler les paramètres importants à fixer avant de tester des pastilles munis d'un revêtement appliqué par plasma.



Figure 3.23 : Première version du porte-échantillons

3.6 Simulation COMSOL Multiphysics

La simulation COMSOL Multiphysics a comme but de modéliser le test qui a été conçu. Par la suite des comparaisons pourront être effectuées entre la simulation et les tests réels. Les phénomènes qui vont tenter d'être étudié dans cette simulation sont l'agitation de l'aluminium, le profil de température dans le système ainsi que la vitesse de l'aluminium à la paroi du porte-échantillons.

3.6.1 Première simulation

La première simulation consiste à simuler l'échange de chaleur entre l'air, l'aluminium et le porte-échantillons en graphite qui baigne dans l'aluminium. Pour ce faire, un cylindre de graphite a été inséré dans un cube d'aluminium sur lequel un bloc d'air a été posé afin d'étudier le profil de température à l'interface de l'aluminium et du graphite avec l'air. Les physiques de Heat Transfer et de Laminar Flow ont été choisis pour effectuer la simulation.

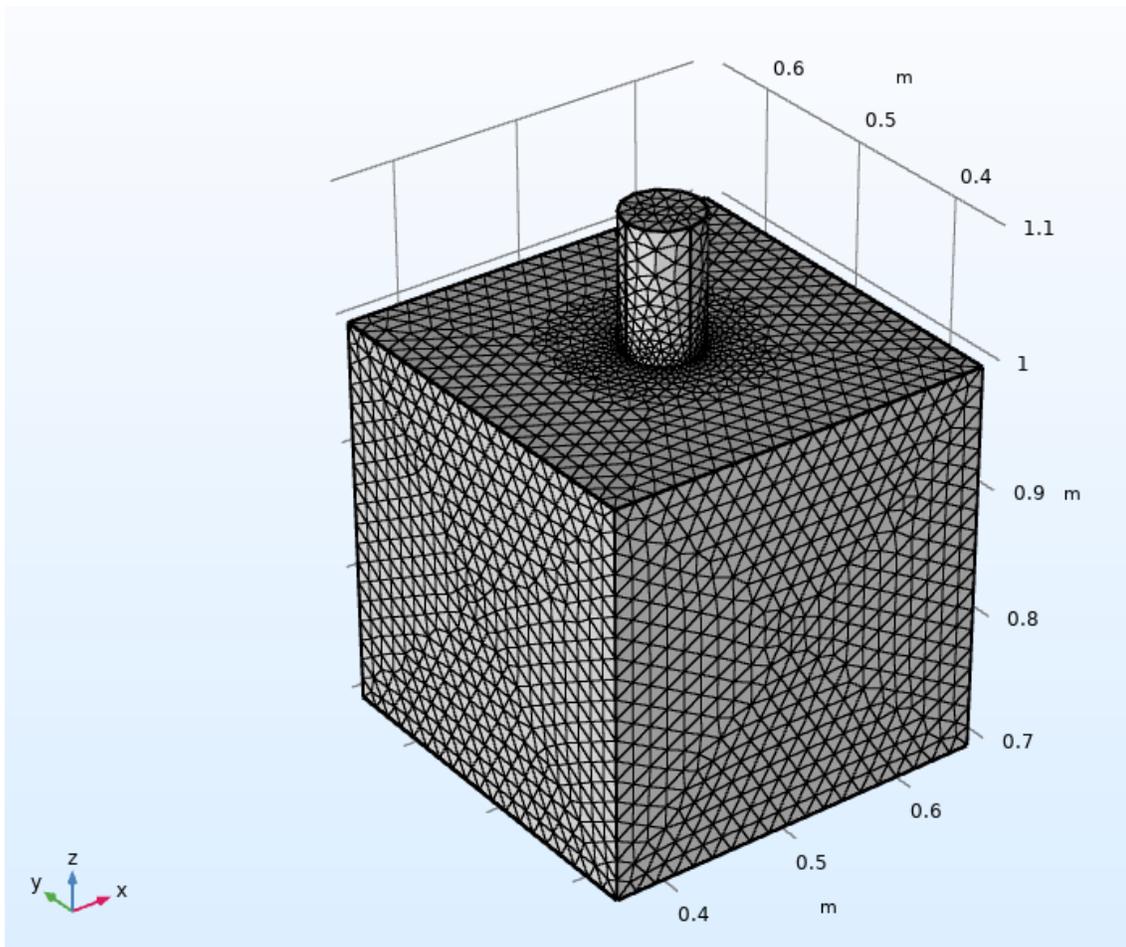


Figure 3.24 : Maillage utilisé pour la première simulation

Pour faire le maillage, plusieurs hypothèses vont être énoncées. Premièrement, le maillage sera effectué sur un seul porte-échantillons afin de faciliter et accélérer les séquences de calculs. Deuxièmement, pour l'instant, afin de simplifier la géométrie à l'étude, ce sera l'aluminium qui sera en mouvement autour du porte-échantillons. Troisièmement, la radiation ne sera pas considérée au niveau des échanges thermiques dans le système. Le maillage utilisé pour la première version de la simulation est illustré sur la Figure 3.24. Il n'est pas possible de le voir sur la Figure 3.24, mais il y a un bloc d'air au-dessus du cylindre afin de mieux comprendre les échanges de chaleurs entre l'air et l'aluminium en fusion.

Équations

Les équations qui ont été utilisées pour cette simulation sont celles de transfert de chaleur dans les solides et liquides.

Équation 3.4 : Flux de chaleur liquide-solide $q = h(T - T_{\infty})$

Équation 3.5 : Équation de l'énergie pour chauffer $Q = MC_p(T - T_{\infty})$

Où

h = Coefficient de transfert thermique ($W K^{-1}$)

Q = Énergie (J)

M = Masse (Kg)

C_p = Capacité calorifique (J/kg K)

q = Flux de chaleur

T = Température locale (K)

T_{∞} = Température à l'infini (K)

Résultats de la simulation

Les résultats sont présentés en effectuant une coupe transverse sur le montage de la simulation et en calculant le profil de température dans les divers matériaux de la simulation. Les premiers résultats obtenus sont présentés à la Figure 3.25.

Sur la Figure 3.25, il est possible de distinguer l'aluminium, soit le bloc en rouge à gauche, l'air en bleu à droite et la tige de graphite au milieu des deux. Cependant le profil de température dans la tige de graphite ne représente pas la réalité puisque l'aluminium et le graphite ont une conductivité thermique similaire et élevée, donc le graphite qui sort du bain d'aluminium et qui se fait refroidir par l'air devrait être aussi chaud que l'aluminium.

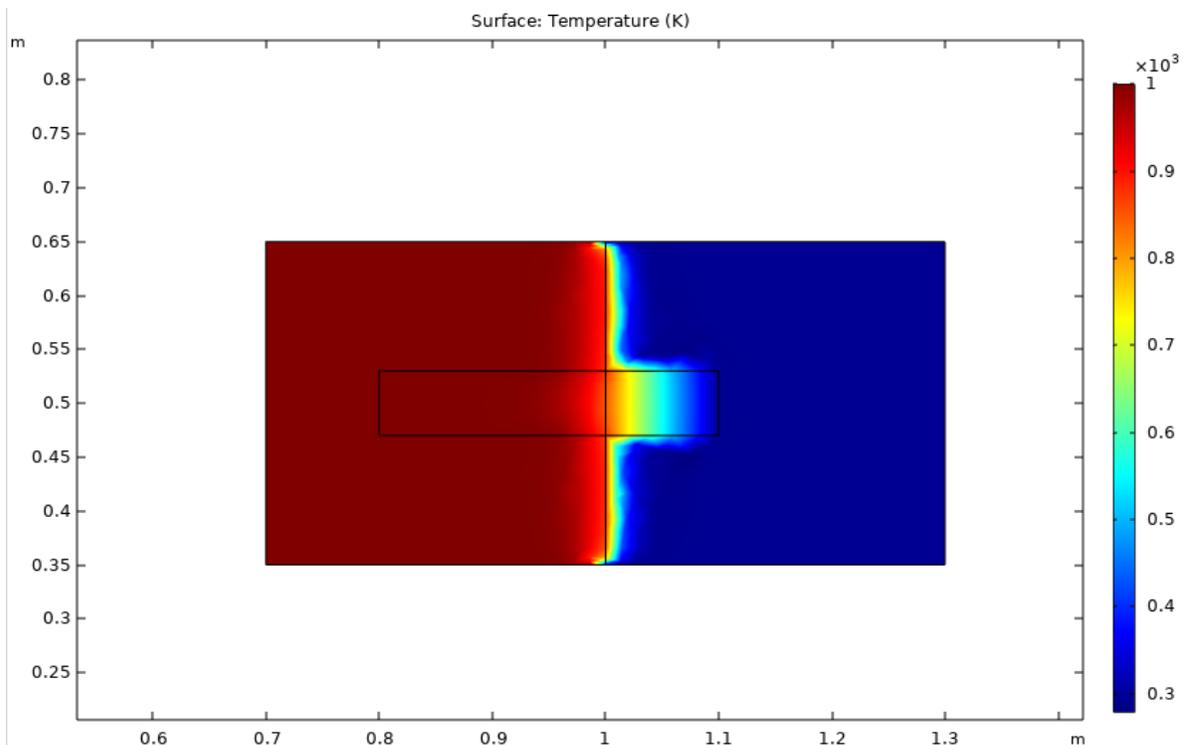


Figure 3.25 : Profil de température dans l'aluminium, le cylindre de graphite et l'air, 1^{er} résultat

Les conditions limites ont été changées afin que la simulation reflète plus la réalité. La température à l'interface air-graphite a été changée à la température de l'aluminium et le résultat présenté à la Figure 3.26 avait beaucoup plus de sens que ceux à la Figure 3.25. Ainsi, il est possible d'affirmer que l'aluminium et le graphite sont aux mêmes températures puisque les deux matériaux ont une conductivité thermique similaire et aussi élevée par rapport à l'air.

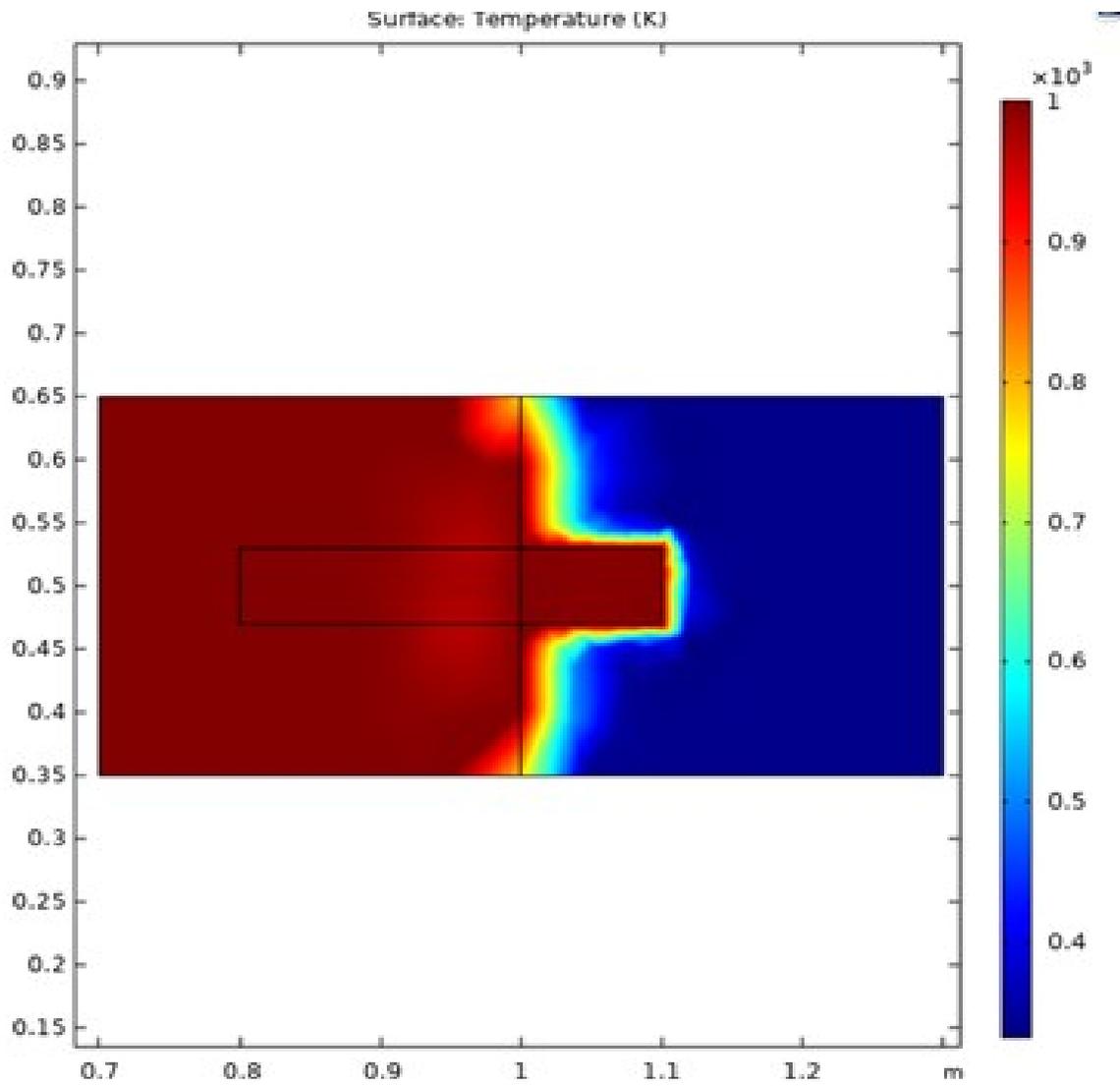


Figure 3.26 : Profil de température dans l'aluminium, le cylindre en graphite et l'air, 2^{ème} résultats

3.6.2 Deuxième simulation

Le but de cette deuxième simulation était de d'effectuer la simulation avec les modules du logiciel COMSOL Multiphysics, CFD Mixer et Heat Transfer afin d'obtenir le profil de température dans une unité qui ressemblerait au TAC, donc une unité avec un rotor qui agite l'aluminium.

Maillage

Le maillage a été réalisé sur le creuset qui contient l'aluminium en fusion et aussi sur le rotor comme illustré à la Figure 3.27. Une vitesse de rotation en tours/minutes a été imposé sur le rotor de 60 tours/minutes. Le maillage était plus fin près des pales du rotor afin d'avoir une meilleure résolution sur la dynamique de l'aluminium en fusion près des pales du rotor lors de l'agitation de celui-ci.

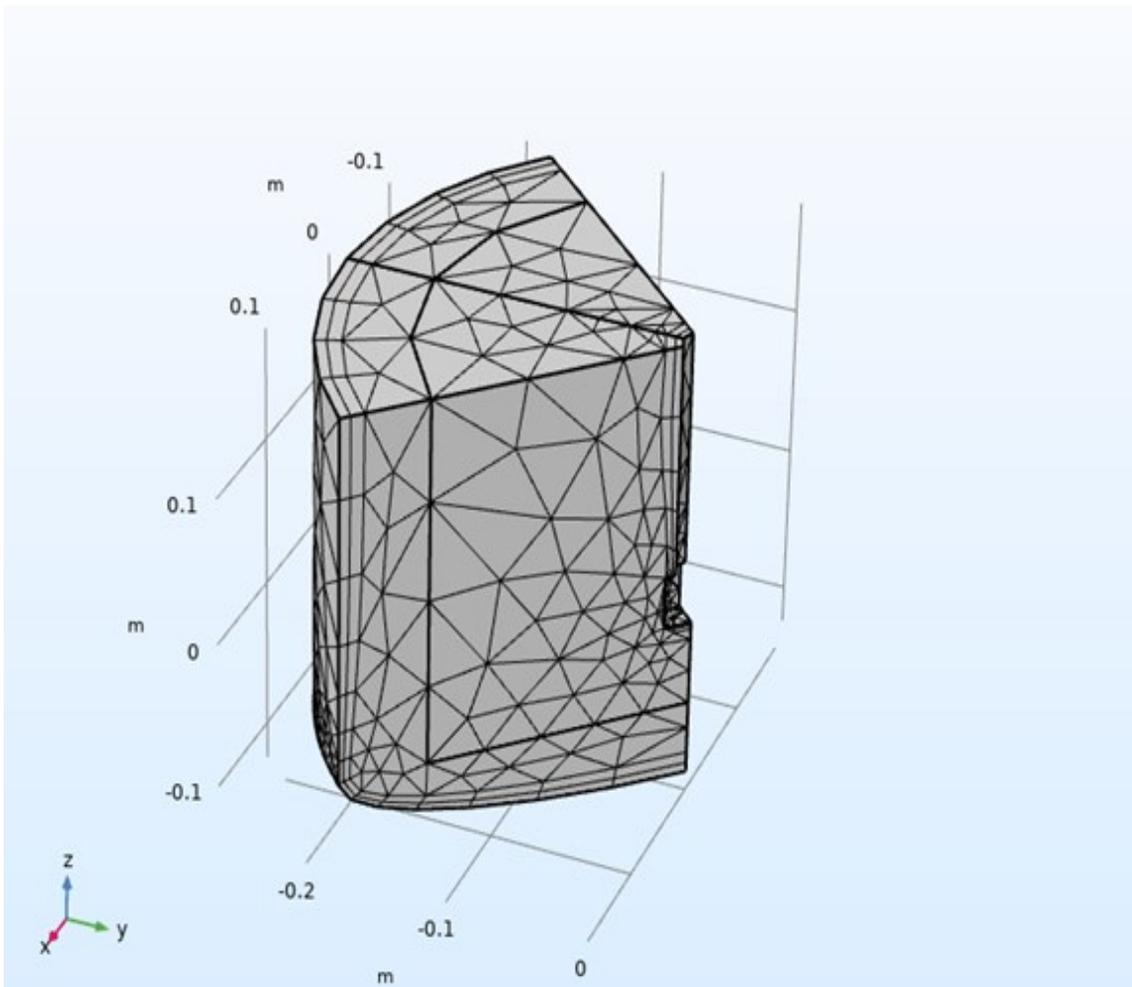


Figure 3.27 : Maillage de la simulation du rotor dans un creuset, 2^{ième} simulation

Équations

Les équations qui ont été utilisées pour cette simulation sont celles de transfert de chaleur dans les solides et liquides, ce sont les mêmes que pour la première simulation.

Résultats de la deuxième simulation

Les résultats sont présentés en effectuant une coupe transverse sur le montage de la simulation et en calculant le profil de température dans les divers matériaux de la simulation. Les premiers résultats obtenus sont présentés à la Figure 3.28.

Pour cette deuxième simulation, les deux phénomènes physiques, soit l'écoulement laminaire et le transfert de chaleur n'ont pas encore convergé vers une solution combinant les deux phénomènes physiques. Il n'a pas été possible d'obtenir le profil de température, mais il a été possible de déterminer le profil de vitesse dans le creuset d'aluminium en fusion en m/s, les résultats sont présentés à la Figure 3.28. Il est possible de constater que l'aluminium bouge plus rapidement près de la pale du rotor.

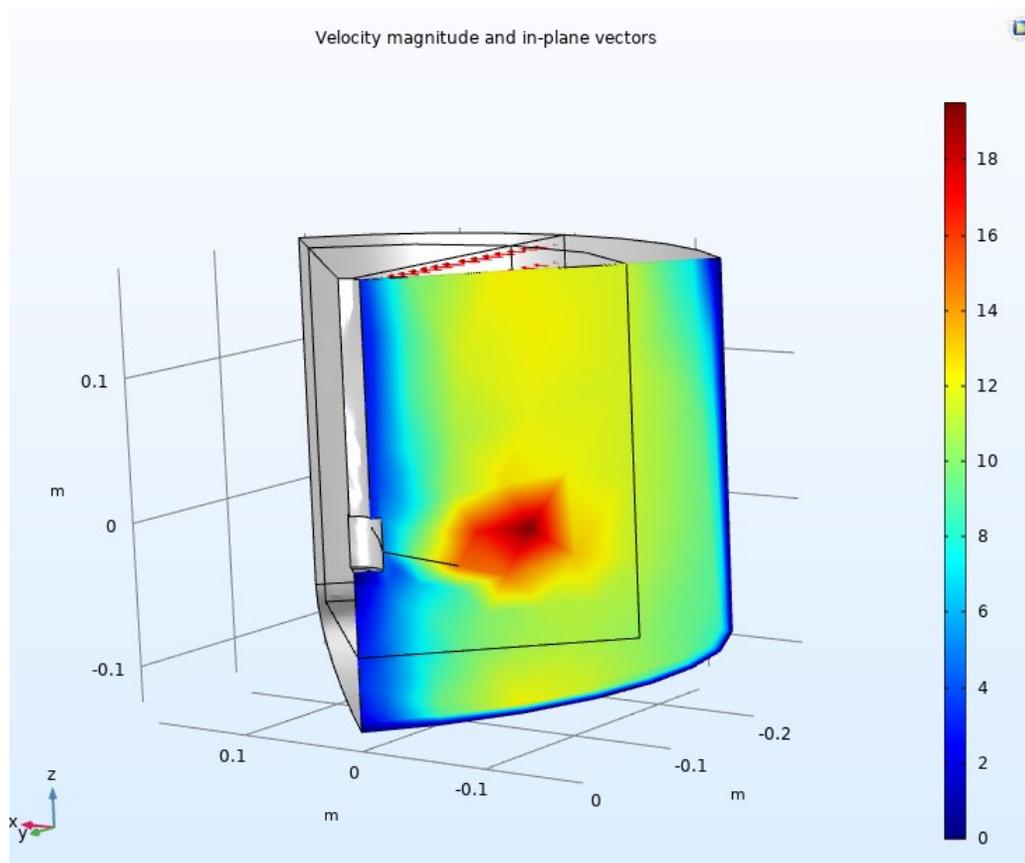


Figure 3.28 : Profil de vitesse dans le creuset d'aluminium qui se fait agiter par le rotor

Les résultats attendus pour cette deuxième simulation n'ont pas été obtenus et il faudra faire les démarches pour faire fonctionner la simulation correctement et obtenir le profil de température dans le creuset de même que le profil de vitesse dans le creuset.

Le logiciel COMSOL MultiPhysics a permis de faire des simulations de multiples phénomènes physiques dont l'écoulement et le transfert de chaleur. Il a été possible de déterminer la température d'une tige de graphite qui baigne dans l'aluminium en fusion. Cependant, il n'a pas été possible encore, pour le moment d'utiliser le module CFD mixer pour combiner les deux physiques mentionnés ci-dessus. Une partie des résultats ont réussi à être exploités pour la vitesse de l'écoulement avec le module CFD mais pas avec le transfert de chaleur. Plus de temps devra être consacré à réaliser la deuxième simulation afin de réussir à combiner ces deux phénomènes physiques puisque le logiciel COMSOL Multiphysics est d'une grande aide pour simuler les transferts de chaleurs dans le domaine des matériaux à haute température.

3.7 Essai du porte-échantillons rotatif dans l'aluminium en fusion

Le premier essai avec le porte-échantillons a été effectué en immergeant le porte-échantillons dans l'aluminium en fusion et en lui faisant effectuer une rotation sur lui-même à 60 tours/minutes. Dans le but de représenter les conditions du test ALCAN, un alliage d'aluminium 5182 a été utilisé et un temps d'immersion de 96 heures a été choisi pour le premier essai avec le porte-échantillons. L'aluminium a été fondu et chauffé à 850°C dans un creuset à base de carbure de silice qui avait un diamètre interne de 30cm et une profondeur de 30cm. Le matériau qui a été choisi pour réaliser ce premier essai est la fonte d'un fournisseur externe.

L'essai a été réalisé avec des échantillons cylindriques plats et des échantillons cylindriques qui sont longs. La raison pour laquelle certains échantillons sont plats et d'autres longs est pour permettre l'évaluation de l'influence de la géométrie des échantillons sur la perte de masse occasionnée par une immersion dans l'aluminium en fusion. La Figure 3.29 illustre la différence entre un échantillon long et un échantillon plat. Les deux types d'échantillons sont cylindriques et ont un diamètre d'un demi pouce. L'échantillon long arrive à 15 mm au-dessus de la bordure de la bague de graphite et l'échantillon plat arrive au même niveau que la bordure de la bague de graphite.



Figure 3.29 : Échantillon long (Gauche) et échantillon plat (Droite)

Pour ce premier essai, les échantillons ont été immergés à deux profondeurs différentes, soit à 3cm et 23cm. La position des échantillons sur le porte-échantillon est illustré sur la Figure 3.30. La ligne rouge représente le niveau de la ligne d'aluminium en fusion.

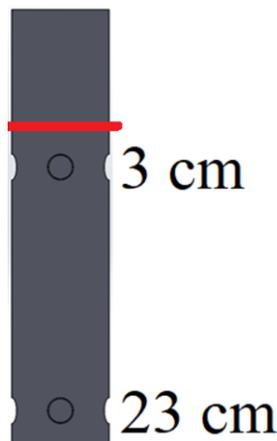


Figure 3.30 : Niveaux d'immersion des échantillons dans le creuset d'aluminium en fusion

Le montage dans lequel le porte-échantillons sera placé est illustré à la Figure 3.31. C'est un système qui permet de faire effectuer une rotation au porte-échantillons pendant qu'il est en immersion dans un creuset d'aluminium en fusion. Ce montage est disponible au centre de R&D de Pyrotek.



Figure 3.31 : Montage pour faire effectuer une rotation à des échantillons dans l'aluminium en fusion

Le porte-échantillons assemblé avec ses échantillons de fonte de grise avant le test qui a été utilisé pour ce premier essai est présenté à la Figure 3.32.



Figure 3.32 : Porte-échantillons avec ses échantillons de fonte grise avant le premier essai

Pour donner suite au premier essai, après 96 heures d'immersion, lorsque le porte-échantillons a été sorti du creuset contenant de l'aluminium en fusion, les échantillons ont été examinés pour déterminer quelle était l'étendue de la perte de masse sur les échantillons. La Figure 3.33 présente une photo du porte-échantillons après une immersion de 96 heures.



Figure 3.33 : Porte-échantillons après le test d'immersion de 96h

Comme il est possible de le constater sur la Figure 3.33, il n'est plus possible de catégoriser les échantillons comme étant plat ou long après une immersion de 96 heures. Cela signifie que la durée imposée au test de 96 heures est trop longue puisque les deux types d'échantillons ont eu une perte de masse similaire. Une durée de test plus approprié devait donc être déterminé dans le but d'avoir un meilleur différentiel entre les pertes de masse pour les échantillons plats et les échantillons longs.

Dans le but de déterminer un temps d'immersion qui était plus approprié pour quantifier la taille et la géométrie des échantillons, un deuxième essai a été réalisé mais cette fois-ci avec un temps d'immersion de 4 heures. Le temps de 4 heures a été choisi après avoir réalisé quelques tests et a été guidé par des discussions avec un technicien expérimenté.

Un deuxième test d'une durée de 4 heures a été réalisé et les échantillons ont été nettoyés à l'acide. Les échantillons nettoyés qui étaient à une profondeur de 23cm sont présentés à la Figure 3.34.



Figure 3.34 : Échantillons plats (Gauche) et long (Droite) après une immersion de 4h à 23cm de profondeur

Comme on peut l'observer sur la Figure 3.34, il est possible de différencier la quantification de la perte de masse pour l'échantillon plat et l'échantillon long. C'est ainsi qu'un temps d'immersion de 4 heures a été choisi dans le but d'être en mesure de différencier la perte de masse occasionnée sur les 2 géométries d'échantillon différentes.

3.8 Essais de la reproductibilité du test sur la fonte à différentes pressions hydrostatiques

Un essai a été réalisé avec le porte-échantillons et des échantillons de fonte. Les échantillons ont été placés dans le porte-échantillons de la même manière qu'ils étaient placés sur la Figure 3.32. Les échantillons ont été placés de manière à avoir 2 échantillons plats et 2 échantillons longs sur chacun des deux niveaux de profondeur du porte-échantillons comme illustré à la Figure 3.30. Ainsi, à la suite de cet essai, il sera possible de comparer la perte de masse de deux échantillons identiques soumis aux mêmes conditions.

Cet essai a été réalisé en utilisant un alliage d'aluminium 5182 et un temps d'immersion de 4 heures. L'aluminium a été fondu et chauffé à 850°C dans un creuset à base de carbure de silice qui avait un diamètre interne de 30 cm et une profondeur de 30 cm. Le montage utilisé est celui présenté à la Figure 3.31. À la suite du test les échantillons ont été nettoyés à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse.

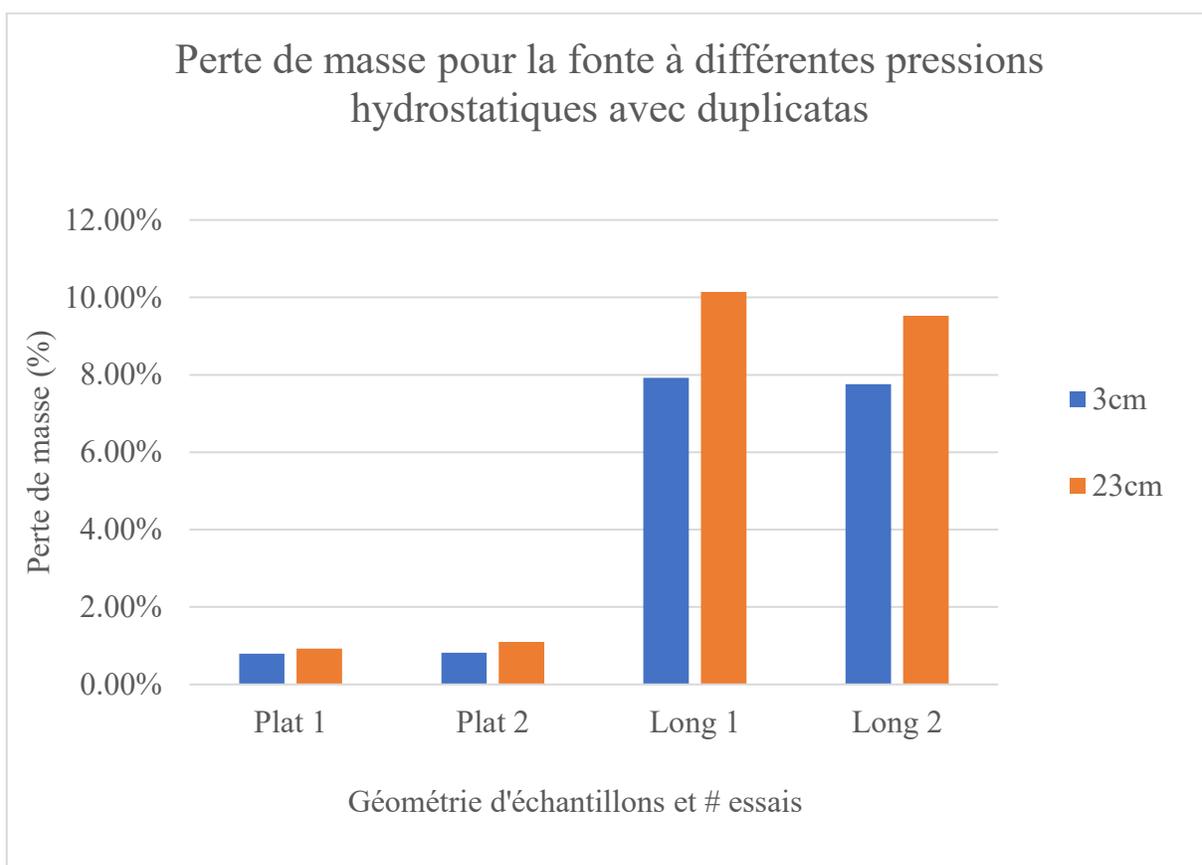


Figure 3.35 : Perte de masse pour la fonte à différentes pressions hydrostatiques avec duplicatas

La Figure 3.35 présente la perte de masse qui a été occasionnée sur chacun des 8 échantillons qui ont été soumis à ce test.

Il est possible de constater sur la Figure 3.35 que les échantillons qui ont été immergés à une profondeur de 23 cm ont perdu plus de leur masse que les échantillons qui étaient immergés à une profondeur de 3 cm. La perte de masse pour les échantillons longs qui étaient à 3cm de profondeur étaient de 7.84% et pour les échantillons longs qui étaient à 23 cm de profondeur, la perte de masse était de 9.84%. La perte de masse pour les échantillons plats qui étaient à 3 cm de profondeur étaient de 0.81% et pour les échantillons plats qui étaient à 23 cm de profondeur, la perte de masse était de 1.01%.

La proximité des valeurs de perte de masse pour les échantillons qui sont soumis aux mêmes conditions confirme que le test peut soumettre des échantillons à des conditions identiques et que les résultats qui en découleront seront reproductibles.

3.8.1 Essais sur l'influence de la géométrie des échantillons sur la perte de masse

D'autre part, il est aussi possible d'affirmer que les échantillons qui sont plats ont eu une perte de masse qui étaient nettement inférieure à celle observée sur les échantillons qui étaient catégorisés comme étant long. La moyenne de perte de masse pour les deux niveaux de profondeur pour les échantillons longs est de 8.84% tandis que pour les échantillons plats, la moyenne de perte de masse est de 0.91%.

Cette différence de perte de masse entre les échantillons plats et les échantillons longs peut être expliquée par le fait que la force appliquée sur les échantillons par l'érosion de l'aluminium en fusion est nettement supérieure sur les échantillons longs. Ainsi les mécanismes d'attaque de l'aluminium en fusion sur les échantillons longs sont la corrosion et l'érosion. Pour ce qui est des échantillons plats, l'érosion n'est presque pas présente. Dans les cas des échantillons plats, la seule source de perte de masse provient de l'attaque chimique de l'aluminium en fusion sur la fonte. Ainsi les échantillons plats subissent une perte de masse moins importante puisqu'elles ne sont pas soumises à autant d'érosion que les échantillons longs.

3.9 Essais sur plusieurs matériaux à différentes pressions hydrostatiques

Afin de tester la résistance de plusieurs matériaux à l'érosion et à la corrosion de l'aluminium en fusion, des échantillons longs ont été machinés en utilisant 4 matériaux différents: le titane,

l'acier 316SS, le graphite et la fonte grise. Cet essai a été réalisé en plaçant un échantillon de chaque matériau avec une géométrie longue sur chacun des deux niveaux de profondeur du porte-échantillons, soit 3 cm et 23 cm. Cet essai a été réalisé en utilisant un alliage d'aluminium 5182 et un temps d'immersion de 4 heures. L'aluminium a été fondu et chauffé à 850°C dans un creuset à base de carbure de silice qui avait un diamètre interne de 30 cm et une profondeur de 30 cm. Le montage utilisé est celui présenté à la Figure 3.31. Pour donner suite au test, les échantillons ont été nettoyés à l'acide afin d'effectuer le bilan de masse. Le bilan de masse a permis de déterminer quelle était la perte de masse pour les différents matériaux à différentes profondeurs d'immersion. Ces valeurs de perte de masse sont présentées à la Figure 3.36.

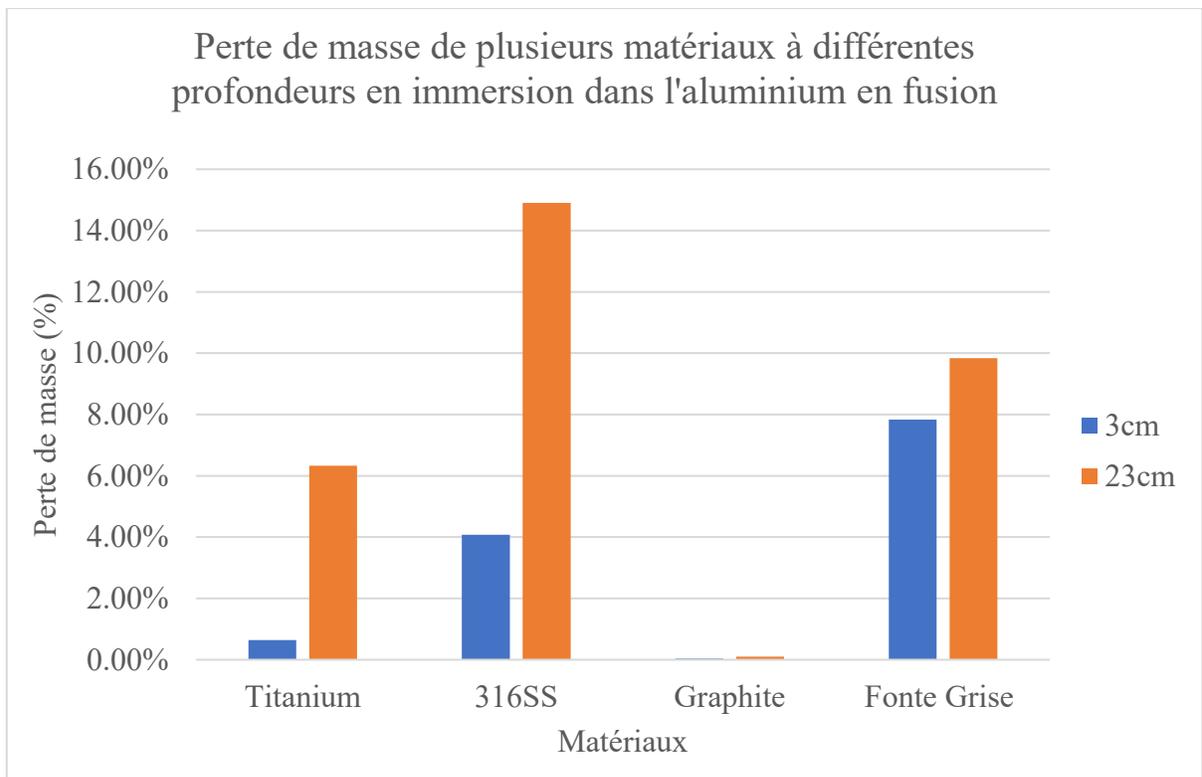


Figure 3.36 : Perte de masse de matériaux à différentes profondeurs en immersion dans l'aluminium en fusion

3.9.1 Titane

L'échantillon de titane immergé à 3 cm de profondeur a subi une perte de masse de 0.64% tandis que l'échantillon de titane qui était immergé à 23 cm de profondeur a subi une perte de masse de 6.33%. Le titane est le matériau qui a la plus grande différence relative entre la perte de masse à 3 cm de profondeur et 23 cm de profondeur.

3.9.2 Acier 316SS

L'échantillon d'acier 316SS immergé à 3 cm de profondeur a subi une perte de masse de 4.08% tandis que l'échantillon d'acier 316SS qui était immergé à 23 cm de profondeur a subi une perte de masse de 14.91%. L'acier 316SS est le matériau qui a subi la plus grande perte de masse parmi tous les matériaux testés sur le porte-échantillons.

3.9.3 Graphite

L'échantillon de graphite immergé à 3 cm de profondeur a subi une perte de masse de 0.04% tandis que l'échantillon de graphite qui était immergé à 23 cm de profondeur a subi une perte de masse de 0.10%. Ces pertes de masses sont considérées comme négligeable.

3.9.4 Fonte Grise

L'échantillon de fonte grise immergé à 3 cm de profondeur a subi une perte de masse de 0.04% tandis que l'échantillon de fonte grise qui était immergé à 23 cm de profondeur a subi une perte de masse de 0.10%. La fonte est le matériau qui a la plus petite différence relative entre la perte de masse à 3 cm de profondeur et 23 cm de profondeur.

3.9.5 Différence entre la fonte grise et le 316SS

La différence entre les pertes de masse de la fonte grise et de l'acier 316SS sont intéressantes. À une profondeur de 3 cm, la fonte perd 7.85% de sa masse tandis que l'acier 316SS en perd 4.08%. La fonte a alors une plus grande perte de masse à 3 cm de profondeur. Cependant, à une profondeur de 23 cm, la fonte perd 9.85% tandis que l'acier 316SS perd 14.91% de sa masse initiale. Ainsi, l'acier 316SS a alors une plus grande perte de masse à 23 cm de profondeur. Ce phénomène peut être expliqué par le fait que la fonte grise et l'acier 316SS ne réagissent pas de la même manière à la pression hydrostatique de l'aluminium en fusion. Peut-être la pression hydrostatique accélère-t-elle la cinétique de réaction entre les éléments d'alliages de l'acier 316SS et de l'aluminium en fusion davantage que pour la fonte grise? Le travail pour répondre à ce questionnement ne sera pas exécuté dans ce travail de recherche.

3.9.6 Influence du profil de température dans le creuset d'aluminium en fusion

La température de l'aluminium en fusion a une influence sur la cinétique de réaction que les matériaux auront lorsqu'ils sont en immersion. La cinétique de réaction de l'aluminium est plus grande au fur et à mesure que sa température augmente. Autrement dit, plus l'aluminium est

chaud, plus il sera corrosif et plus les échantillons immergés subiront une perte de masse importante.

Le logiciel COMSOL MultiPhysics a permis de faire une simulation pour déterminer quel était le profil de température dans le creuset d'aluminium durant le test avec le porte-échantillons. Ce profil de température est illustré à la Figure 3.26. Sur cette illustration, il est possible d'apercevoir des zones qui sont un peu plus froides que d'autres dans l'aluminium en fusion. Ainsi, des zones plus froides dans le creuset d'aluminium en fusion causeront des incertitudes par rapport à l'uniformité du profil de température de l'aluminium en fusion. Donc la cinétique de réaction de l'aluminium en fusion ne sera pas uniforme elle non plus et il est possible que les échantillons qui sont à une profondeur de 3 cm ne soit pas soumis aux mêmes cinétiques de réactions que les échantillons qui sont à une profondeur de 23 cm. Ce profil de température dans le creuset d'aluminium peut donc induire un biais sur le test qui a été réalisé à différentes profondeurs dans l'aluminium en fusion.

3.10 Essais sur le temps d'immersion du test

Dans le but d'évaluer l'influence du temps d'immersion sur la perte de masse des échantillons qui sont testés, deux essais ont été réalisés sur des échantillons de fonte pour des durées d'immersion de 2 heures, 4 heures et 8 heures. Les échantillons ont été placés dans le porte-échantillons de la même manière qu'ils étaient placés dans la Figure 3.32. Les échantillons ont été placés de manière à avoir 4 échantillons longs sur chacun des deux niveaux de profondeur du porte-échantillons comme illustré à la Figure 3.30. La raison pour laquelle des échantillons longs ont été utilisés est qu'il y a une plus grande perte de masse relative pour cette géométrie d'échantillons. Les résultats de la perte de masse à différentes profondeurs en immersion durant 2 heures, 4 heures et 8 heures dans l'aluminium en fusion sont présentés à la Figure 3.37.

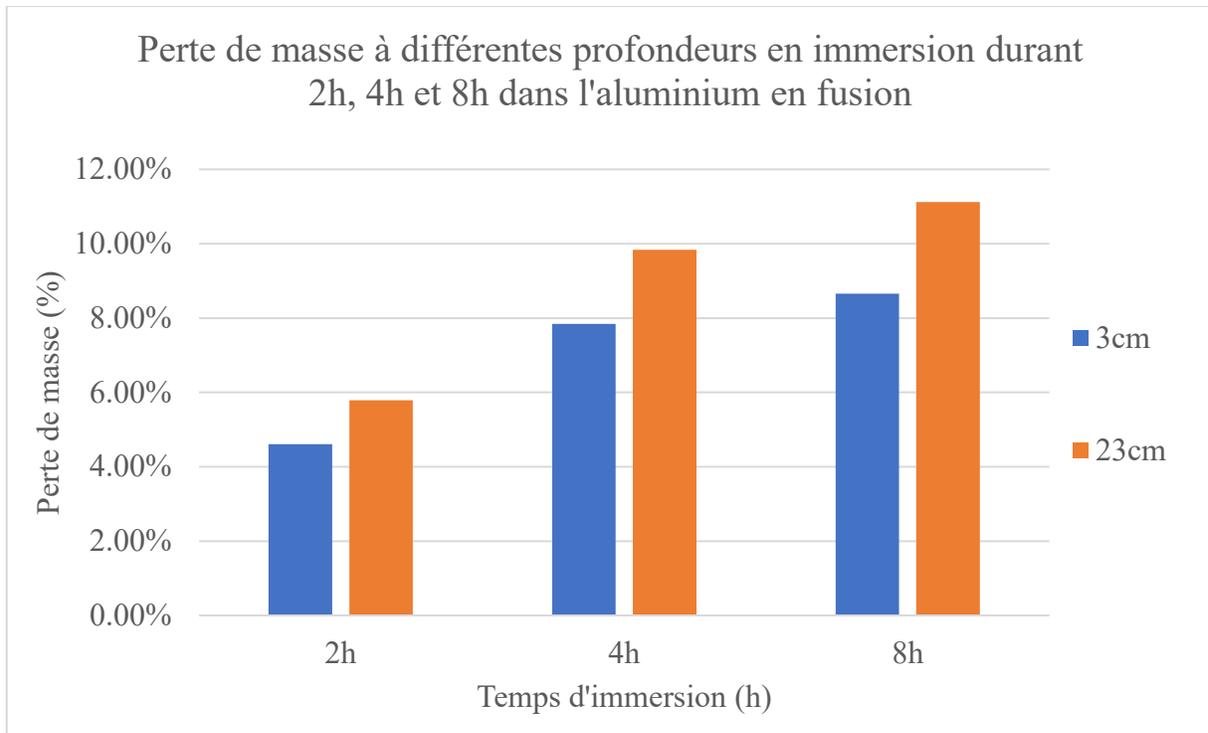


Figure 3.37 : Perte de masse à différentes profondeurs en immersion durant 2h, 4h et 8h dans l'aluminium en fusion

Le temps d'immersion de 8 heures a environ 1% de perte de masse additionnelle par rapport au temps d'immersion de 4 heures. La raison pour laquelle la perte de masse n'est pas le double est que lors de l'immersion de 4 heures, les échantillons se sont fait éroder à cause de la résistance à l'écoulement procuré par la géométrie des échantillons. Ainsi l'érosion a favorisé la perte de masse pour le premier 4 heures de l'immersion ce qui a considérablement réduit son volume. Lors de l'immersion de 8 heures, étant donné que les échantillons se sont déjà fait éroder pendant les premières 4 heures de cette immersion, une plus petite perte de masse est enregistrée parce que les échantillons offrent une moins grande résistance face à l'écoulement de l'aluminium. Cependant pour le temps d'immersion de 2 heures, une perte de masse supérieure à la moitié de celle de 4 heures d'immersion a été obtenue. Cela signifie que le taux auquel les échantillons perdent leur masse est dépendant de la taille, la géométrie et le degré d'avancement de l'érosion de l'échantillon à ce moment donné. Ainsi, l'érosion est plus importante lors des premières heures du test parce que les échantillons offrent une plus grande résistance face à l'écoulement de l'aluminium en fusion.

3.11 Test statique sous forme de plaque

Après avoir réalisé des essais avec des revêtements proposés par d'autres étudiants du projet MéLiMo en utilisant le porte-échantillons dans un test dynamique, il a été déterminé que le test dynamique dans l'aluminium en fusion était trop agressif pour sélectionner et effectuer un premier tri des revêtements. Ainsi, un test simple a été conçu pour effectuer un premier tri des revêtements et sélectionner ceux qui résistent mieux que d'autres lorsqu'ils sont soumis à un contact avec de l'aluminium en fusion.

Pour ce test simple, une plaque en fonte a été machinée dans le but de créer des petits orifices dans lesquels un échantillon pourra être déposé. Au-dessus de cet orifice, une ouverture avec un grand angle de dépouille a également été machinée pour pouvoir extraire l'échantillon après le test. Sur cette plaque, un revêtement de nitrure de bore a été déposé dans le but d'empêcher l'aluminium en fusion de coller sur la plaque de test. Par la suite, des gouttes d'aluminium sont placées sur les revêtements dans les orifices et la plaque est insérée dans un four à 850°C pendant 2 heures. La plaque machinée est présentée à la Figure 3.38. La plaque machinée avec les échantillons dans les orifices et le nitrure de bore est présentée à la Figure 3.39. La plaque machinée avec les échantillons recouverte d'une goutte d'aluminium est présentée à la Figure 3.40.



Figure 3.38 : Plaque machiné pour le test statique



Figure 3.39 : Plaque machiné avec échantillons dans les orifices pour le test statique



Figure 3.40 : La plaque machinée avec les échantillons recouverte d'une goutte d'aluminium pour le test statique
Ce test simple a permis de développer une méthode facile pour créer l'interface aluminium/revêtement dans des conditions contrôlées et il a été possible, à l'aide d'observations, de distinguer des revêtements qui ont mieux résisté à la corrosion et au collage de l'aluminium que d'autres.

4. CONCLUSION

Durant cette étude, plusieurs travaux ont été effectués. Tout d'abord, en plus des revues de littérature déjà effectuées en 1940 et 2000, une revue de la littérature récente a été complétée sur les tests existants dans l'aluminium en fusion ainsi que sur les matériaux qui ont une bonne résistance face aux propriétés corrosives de l'aluminium en fusion.

Par la suite, des tests ALCAN ont été réalisés sur plusieurs matériaux pour tester la résistance des matériaux face à la corrosion de l'aluminium en fusion. Durant ces essais, certains matériaux ont présenté une meilleure résistance à l'aluminium en fusion que d'autres matériaux. Par exemple, le graphite n'a presque pas perdu de sa masse à la suite du test ALCAN. D'autres matériaux ont présenté des propriétés intéressantes comme le molybdène qui procurait des propriétés d'anti-mouillage face à l'aluminium en fusion et le titane qui lui conservait ses arrêtes suite au test.

Subséquentement, un porte-échantillons en graphite a été conceptualisé et machiné. Ce porte-échantillons a été utilisé pour comparer la résistance face à l'aluminium en fusion de plusieurs matériaux mais aussi à plusieurs niveaux de profondeurs. Le temps d'immersion a aussi été comparé afin de déterminer quelle était la dynamique du test. Le test dynamique avec le porte-échantillon était trop agressif pour certains revêtements qui était développé dans le cadre du projet MéLiMo, un test statique simple et efficace a alors été conçu dans le but d'effectuer un tri et une sélection des revêtements avant d'effectuer des essais sur le porte-échantillon pour le test dynamique. Ainsi, un porte-échantillons avec un protocole d'essai ont été livrés dans ce projet de recherche. Les étapes à suivre pour le protocole de test sont les suivantes :

1. Effectuer le test statique avec la plaque (2 heures)
 - 1.1 Observer l'interface
 - 1.2 Tester la force requise pour décoller l'aluminium du revêtement avec un test de traction
 - 1.3 Effectuer le nettoyage et le bilan massique
 - 1.4 Effectuer un tri et une sélection des meilleurs revêtements
2. Effectuer le test dynamique avec le porte-échantillons (2 heures)
 - 2.1 Observer l'interface

- 2.2 Effectuer le nettoyage et le bilan massique
- 2.3 Effectuer un tri et une sélection des meilleurs revêtements
- 3. Effectuer le test dynamique avec le porte-échantillons (4 heures)
 - 3.1 Observer l'interface
 - 3.2 Effectuer le nettoyage et le bilan massique
 - 3.3 Effectuer la sélection du meilleur revêtement

Suite à la sélection du meilleur revêtement, celui-ci sera testé sur une version miniature du TAC qui est présentement en développement au centre de recherche de Pyrotek.

Certains phénomènes intéressants ont été observés durant cette étude par exemple, les propriétés atypiques du molybdène de prévenir le collage de l'aluminium et du titane de résister à l'aluminium en fusion en conservant ses coins droits. Cependant vu le cadre de ce projet de maîtrise, le comportement de ces métaux lors d'un test d'immersion dans l'aluminium en fusion n'a pas été exploré davantage. Il aurait été intéressant d'explorer davantage ces avenues dans le but d'en comprendre plus sur les mécanismes de corrosion par l'aluminium en fusion de ces 2 métaux.

D'autre part, il a été découvert et prouvé que des matériaux qui sont immergés dans l'aluminium en fusion vont se faire corroder davantage lorsqu'ils sont soumis à une plus grande pression hydrostatique. Il aurait été intéressant de tester davantage l'impact de la pression hydrostatique de l'aluminium en fusion sur des échantillons immergés, cependant ces tests additionnels ne se sont pas inscrits dans le cadre de ce projet de maîtrise et peut-être que dans le cadre d'un autre projet de recherche, l'impact de la pression hydrostatique de l'aluminium en fusion sera étudié plus en profondeur.

Références

1. Rigaud, M. *Corrosion Testing of Refractories and Ceramics*. École polytechnique, 2000.
2. Hurst, T. L., and E. B. Read. "Survey of Literature on Slag Tests for Refractory Materials." *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 25, no. 11, 1942, pp. 283–94, doi:10.1111/j.1151-2916.1942.tb14303.x.
3. Quesnel Sylvio, Allaire Claude, Afshar Saied. "Criteria for Choosing Refractories in Aluminium Holding and Melting Furnaces." *Light Metals 1998*, 1998, pp. 391–402.
4. Afshar, Saied, and C. Allaire. "The Corrosion of Refractory Aggregates by Molten Aluminum." *JOM Journal of the Minerals Metals and Materials Society*, vol. 52, no. 5, 2000, pp. 43–46, doi:10.1007/s11837-000-0034-z.
5. Hashim, J., et al. "The Wettability of SiC Particles by Molten Aluminium Alloy." *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 119, no. 1–3, 2001, pp. 324–28, doi:10.1016/S0924-0136(01)00975-X.
6. Afshar, Saied. *Normes Tests de Corrosion. Pdf*. Pyrotek, 2007.
7. ALCOA. *Alcoa 72 Hr Cup Test. Pdf*. ALOCA, 2008.
8. Rigaud, M. *Corrosion Testing of Refractories and Ceramics*. École polytechnique, 2000.
9. Sidhu, Mandeep Singh. "Liquid Aluminium Corrosion Characteristics of Cast Iron and Steel." *Thesis*, University of Canterbury, 2012.
10. Mountfort, and Clover. "Corrosion of Cast Iron by Molten Aluminum." *Foundry Trade Journal*, vol. .8492, 1966, pp. 214-217.
11. Gao, Jingguo, et al. "Corrosion Kinetics of Refractory by Molten Aluminium." *Light Metals 2004. The Minerals Metals and Materials Society*, 2004, pp. 619–622.
12. Chen, Mao, et al. *Advanced Corrosion Test Apparatus for Refractory Development*. UNITECR, 2017, pp. 3–6.
13. Yan, M., and Z. Fan. "Review: Durability of Materials in Molten Aluminum Alloys." *Journal of Materials Science*, vol. 36, 2001, pp. 285–95, doi:10.1023/A:1004843621542.
14. Allaire, C, A. Innus, R. Pelletier. *Interaction of Refractory Thermo-Physical Properties with Molten Al – 5 % Mg*. 1955.

15. Bouché, K., et al. "Intermetallic Compound Layer Growth between Solid Iron and Molten Aluminium." *Materials Science and Engineering A*, vol. 249, no. 1–2, 1998, pp. 167–75, doi:10.1016/s0921-5093(98)00573-5.
16. Chen, Guang, et al. "Combat Molten Aluminum Corrosion of AISI H13 Steel by Low-Temperature Liquid Nitrocarburizing." *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 776, Elsevier B.V, 2019, pp. 702–11, doi:10.1016/j.jallcom.2018.10.298.
17. Chen, Guang, et al. "Effect of Liquid Oxy-Nitriding at Various Temperatures on Wear and Molten Aluminum Corrosion Behaviors on AISI H13 Steel." *Corrosion Science*, vol. 178, no. August 2020, Elsevier Ltd, 2020, p. 109088, doi:10.1016/j.corsci.2020.109088.
18. Chen, Guang, et al. "Investigation of Surface Modifications for Combating the Molten Aluminum Corrosion of AISI H13 Steel." *Corrosion Science*, vol. 174, no. November 2019, Elsevier, 2020, p. 108836, doi:10.1016/j.corsci.2020.108836.
19. Dadić, Zvonimir, et al. "Influence of Steel Preheat Temperature and Molten Casting Alloy AlSi9Cu3(Fe) Impact Speed on Wear of X38CrMoV5-1 Steel in High Pressure Die Casting Conditions." *Wear*, vol. 424–425, no. June 2018, 2019, pp. 15–22, doi:10.1016/j.wear.2019.02.008.
18. Hashim, J., et al. "The Enhancement of Wettability of SiC Particles in Cast Aluminium Matrix Composites." *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 119, no. 1–3, 2001, pp. 329–35, doi:10.1016/S0924-0136(01)00919-0.
19. Ibarra C, M. N., et al. "Chemical Interaction between Ba-Celsian (BaAl₂Si₂O₈) and Molten Aluminum." *Ceramics International*, vol. 42, no. 2, Elsevier, 2016, pp. 3491–96, doi:10.1016/j.ceramint.2015.10.152.
20. Ibarra C., M. N., et al. "Chemical Interaction between SrAl₂Si₂O₈ and Molten Aluminum." *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 35, no. 15, Elsevier Ltd, 2015, pp. 4287–92, doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2015.07.022.
21. Klobčar, Damjan, and Janez Tušek. "Thermal Stresses in Aluminium Alloy Die Casting Dies." *Computational Materials Science*, vol. 43, no. 4, 2008, pp. 1147–54, doi:10.1016/j.commatsci.2008.03.009.
22. Ling, Zicheng, et al. "Interfacial Morphologies and Corrosion Behaviours of Novel Fe-Cr-B Alloys Immersed in Molten Aluminium." *Materials Research Express*, vol. 6, no. 4, IOP Publishing, 2019, doi:10.1088/2053-1591/aafeb1.
22. López, A. J., and J. Rams. "Protection of Carbon Steel against Molten Aluminum Attack and High Temperature Corrosion Using High Velocity Oxygen-Fuel WC-Co Coatings." *Surface and Coatings Technology*, vol. 262, Elsevier B.V., 2015, pp. 123–33, doi:10.1016/j.surfcoat.2014.12.023.

23. Lou, Dechun, et al. "Surface Modification of Steel and Cast Iron to Improve Corrosion Resistance in Molten Aluminium." *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, no. 18–19, 2006, pp. 5282–88, doi:10.1016/j.surfcoat.2005.06.026.
24. Monsberger, G., et al. "Alumina Silica Brick Corrosion by Different Aluminium Alloys." *Light Metals 2014*, vol. 9781118889, 2014, pp. 285–92, doi:10.1002/9781118888438.ch49.
25. Okayasu, Mitsuhiro, and Lele Yang. "Corrosion Characteristics of a Tungsten Alloy Die-Casting Mould Material in Molten Aluminium Alloy." *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 31, no. 3, Taylor & Francis, 2018, pp. 162–68, doi:10.1080/13640461.2017.1405528.
26. Pan, Chenggang, et al. "Corrosion and Thermal Fatigue Behaviors of TiC/Ni Composite Coating by Self-Propagating High-Temperature Synthesis in Molten Aluminum Alloy." *Coatings*, vol. 7, no. 11, 2017, pp. 5–9, doi:10.3390/coatings7110203.
27. Salman, A., et al. "The Performance of Thermally Sprayed Titane Based Composite Coatings in Molten Aluminium." *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 21–22, Elsevier B.V., 2011, pp. 5000–08, doi:10.1016/j.surfcoat.2011.04.096.
28. Scheid, A., and A. S. C. M. D'Oliveira. "Effect of Temperature and Reactivity of Molten 55Al-Zn Alloy on Co Based Alloy Coatings." *Materials Science and Technology*, vol. 26, no. 12, 2010, pp. 1487–93, doi:10.1179/174328409X428954.
29. Schwabe, U., et al. "Corrosion of Technical Ceramics by Molten Aluminium." *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 9, no. 6, 1992, pp. 407–15, doi:10.1016/0955-2219(92)90101-I.
30. Serra, E., et al. "Hot-Dip Aluminium Deposit as a Permeation Barrier for MANET Steel." *Fusion Engineering and Design*, vol. 41, no. 1–4, 1998, pp. 149–55, doi:10.1016/S0920-3796(98)00224-5.
31. Shahverdi, H. R., et al. "Microstructural Analysis of Interfacial Reaction between Molten Aluminium and Solid Iron." *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 124, no. 3, 2002, pp. 345–52, doi:10.1016/S0924-0136(02)00225-X.
32. Shahverdi, H. R., et al. "Kinetics of Interfacial Reaction between Solid Iron and Molten Aluminium." *Journal of Materials Science*, vol. 37, no. 5, 2002, pp. 1061–66, doi:10.1023/A:1014324603763.
33. Tang, N., et al. "Interfacial Reactions between Molten Al and a Co-Cr-Mo Alloy with and without Oxidation Treatment." *Corrosion Science*, vol. 53, no. 12, 2011, pp. 4324–26, doi:10.1016/j.corsci.2011.08.015.

34. Torres, E., et al. "Development of Multilayer Coatings for Forming Dies and Tools of Aluminium Alloy from Liquid State." *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 42, no. 10, 2009, doi:10.1088/0022-3727/42/10/105306.
35. Tsipas, D. N., et al. "Degradation Behaviour of Boronized Carbon and High Alloy Steels in Molten Aluminium and Zinc." *Materials Letters*, vol. 37, no. 3, 1998, pp. 128–31, doi:10.1016/S0167-577X(98)00077-9.
36. Xiao, Hua Qiang, et al. "Corrosion Resistance of 91W-6Ni-3Fe Refractory Metal, TiAl Compound and Iron Based Alloys in Molten Aluminum." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, vol. 22, no. 9, The Nonferrous Metals Society of China, 2012, pp. 2320–26, doi:10.1016/S1003-6326(11)61466-0.
37. Yin, Fu Cheng, et al. "Effect of Si on Growth Kinetics of Intermetallic Compounds during Reaction between Solid Iron and Molten Aluminum." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, vol. 23, no. 2, The Nonferrous Metals Society of China, 2013, pp. 556–61, doi:10.1016/S1003-6326(13)62499-1.
38. Zhang, Xianman, et al. "Corrosion Resistance and Interfacial Morphologies of Novel Fe-Cr-Mo-B Cast Steels in Molten Aluminum." *Corrosion Science*, vol. 125, no. May, Elsevier, 2017, pp. 20–28, doi:10.1016/j.corsci.2017.05.024.
39. Zhang, Xianman, et al. "Influence of Cr on the Interfacial Boride Reaction between Fe-Cr-B Cast Steel and Molten Aluminium." *Corrosion Science*, vol. 158, no. June, Elsevier, 2019, p. 108098, doi:10.1016/j.corsci.2019.108098.
40. Batchelor, A. W., et al. "Wear of Metal Stirring Rods in Molten Aluminium and Suspensions of Alumina Particles in Molten Aluminium." *Tribology International*, vol. 29, no. 1, 1996, pp. 41–50, doi:10.1016/0301-679X(95)00033-Z.
41. Fazlalipour, F., et al. "Evaluation of Adhesion and Erosion/Corrosion Resistance of Nano-Composite and Nano-Multilayer Thin Films in Molten Aluminum Alloy." *SN Applied Sciences*, vol. 1, no. 10, 2019, doi:10.1007/s42452-019-1299-1.
42. Heidari, Hamed, et al. "Interaction of Molten Aluminum with Porous TiB₂-Based Ceramics Containing Ti-Fe Additives." *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 32, no. 4, Elsevier Ltd, 2012, pp. 937–45, doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2011.10.053.
43. Ibarra Castro, M. N., et al. "The Effect of SrSO₄ and BaSO₄ on the Corrosion and Wetting by Molten Aluminum Alloys of Mullite Ceramics." *Ceramics International*, vol. 36, no. 4, 2010, pp. 1205–10, doi:10.1016/j.ceramint.2010.01.015.
44. Mohammed, A., et al. "Development of a Method for Assessing Erosive Wear Damage on Dies Used in Aluminium Casting." *Wear*, vol. 332–333, Elsevier, 2015, pp. 1215–24, doi:10.1016/j.wear.2014.12.038.

45. Ramos-Masana, A., and C. Colominas. "Evaluation of DC-MS and HiPIMS TiB₂ and TaN Coatings as Diffusion Barriers against Molten Aluminum: An Insight into the Wetting Mechanism." *Surface and Coatings Technology*, vol. 375, no. June, Elsevier, 2019, pp. 171–81, doi:10.1016/j.surfcoat.2019.06.031.
46. Sundqvist, Martin, and Sture Hogmark. "Effects of Liquid Aluminium on Hot-Work Tool Steel." *Tribology International*, vol. 26, no. 2, 1993, pp. 129–34, doi:10.1016/0301-679X(93)90021-R.
47. Zhang, Xian Man, and Wei Ping Chen. "Review on Corrosion-Wear Resistance Performance of Materials in Molten Aluminum and Its Alloys." *Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)*, vol. 25, no. 6, The Nonferrous Metals Society of China, 2015, pp. 1715–31, doi:10.1016/S1003-6326(15)63777-3.
48. Zhou, M., et al. "Deep Filtration of Molten Aluminum Using Ceramic Foam Filters and Ceramic Particles with Active Coatings." *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 34 A, no. 5, 2003, pp. 1183–91, doi:10.1007/s11661-003-0138-5.
49. LucasMilhaupt. Consulté le (2018, 06 07). *Coefficients of thermal expansion chart*. Récupéré sur Lucas Mulhaupt, A Steel Partners company :<https://www.lucasmilhaupt.com/fr/fr/brazingfundamentals/coefficientsofthermalexpansionchart/>