

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À
L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

COMME EXIGENCE PARTIELLE
À L'OBTENTION DU
DOCTORAT EN GÉNIE
Ph. D.

PAR
Abdelhakim DJEBARA

MÉTROLOGIE DES PARTICULES ULTRAFINES D'USINAGE :
OPTIMISATION DE LA CARACTÉRISATION ET DE LA MESURE

MONTREAL, LE 10 MAI 2012



Abdelhakim DJEBARA, 2012



Cette licence Creative Commons signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CETTE THESE A ETE EVALUEE

PAR UN JURY COMPOSE DE :

M. Victor Songmene, directeur de thèse
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Robert Hausler, président du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Stéphane Hallé, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Marek Balazinski, examinateur externe
Département de génie mécanique à l'École polytechnique de Montréal

M. Maximilien Debia, examinateur externe
Département de santé environnementale et santé au travail, Faculté de médecine, Université de Montréal.

ELLE A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 10 MAI 2012

A L'ECOLE DE TECHNOLOGIE SUPERIEURE

AVANT-PROPOS

Ce travail de thèse s'est déroulé au Laboratoire d'Ingénierie des Produits, Procédés et Systèmes (LIPPS) de l'École de Technologie Supérieure avec l'Institut de Recherche en Santé et en Sécurité du Travail (IRSST) dans le cadre d'un projet commun. Ce travail est une exigence partielle à l'obtention du doctorat en génie Ph.D à l'École de Technologie Supérieure, département de génie mécanique.

Après une courte introduction, nous présenterons une revue de littérature générale afin d'aborder le problème de la génération des particules ultrafines pendant l'usinage. Le premier chapitre présente la plupart des techniques disponibles pour la mesure des particules submicroniques. Une attention particulière a été accordée à l'instrument de mobilité électrique avec une description détaillée. Une brève description des instruments qui utilisent des techniques autres que la mobilité électrique pour mesurer les particules a été effectuée. Nous décrivons ensuite les procédures expérimentales ainsi l'amélioration de la procédure d'échantillonnage des particules ultrafines d'usinage dans le chapitre II. Les résultats présentés dans cette thèse sont détaillés dans les deux chapitres III et IV. Chacun de ces deux chapitres a été rédigé dans la perspective d'une publication scientifique.

REMERCIEMENTS

Premièrement, ce projet n'aurait pas été réalisé sans la bénédiction du Seigneur, qui a partagé ses sciences avec nous et qui a entendu nos prières. Aussi, je remercie infiniment mes parents, qui ont toujours été présents, c'est grandement appréciable.

Deuxièmement, je tiens à remercier les membres du mon jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'examiner cette thèse et pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu porter à ce travail.

Je tiens à remercier Victor Songmene pour ses explications, son encadrement et sa patience, pour la confiance qu'il m'a accordé, pour son soutien et son dynamisme.

J'aimerais remercier les personnes qui nous ont supportés tout au long de cette thèse, que ce soit en pensée ou en action. Je pense à l'équipe du laboratoire LIPPS qui m'a soutenu dans la vie de tous les jours et Dieu sait que ce n'est pas toujours évident de me supporter. Un GRAND MERCI à mes amis qui m'ont soutenu et poussé vers l'avant, plus particulièrement dans la dernière année de ma thèse où j'ai eu la chance de pouvoir m'appuyer sur des épaules solides et sur une amitié sans failles au moment où j'en avais le plus besoin. Quelle que soit la direction dans laquelle le vent me porte, une partie de vous sera toujours avec moi.

Finalement, sans la compréhension et le support constant de tous nos enseignants et de toutes nos enseignantes, nous n'aurions jamais eu assez de temps afin d'accomplir ces tâches. Ils ne sauront jamais combien leur support est apprécié, que ce soit les quelques conseils ou les courtes discussions.

Merci à tous et à toutes!

METROLOGIE DES PARTICULES ULTRAFINES D'USINAGE : OPTIMISATION DE LA CARACTERISATION ET DE LA MESURE

Abdelhakim DJEBARA

RÉSUMÉ

La qualité de l'air intérieur est devenue une question importante en matière de santé et sécurité au travail. Tous les procédés de fabrication génèrent des aérosols donc la nature et le niveau de cette génération varient en fonction du procédé et de l'étape du procédé. Les études épidémiologiques montrent que les poussières métalliques (fines et ultrafines), y compris donc celles produites lors des procédés de fabrication représentent un risque pour la santé des travailleurs. Les risques vont de la simple irritation des voies respiratoires à la bronchite, l'asthme et les cancers. C'est pourquoi les agences de régulation d'hygiène et de sécurité du travail poussent de plus en plus les manufacturiers vers la réduction des particules ultrafines et des poussières métalliques. Alors il est important de bien connaître les particules ultrafines générées durant l'usinage afin d'améliorer la qualité de l'air de nos lieux de travail.

Cette thèse ne vise pas une étude de la toxicité des particules ultrafines de fabrication, mais plutôt le développement d'une méthode efficace de mesure. Il est clair qu'une mesure correcte des particules ultrafines permettra de mieux faire des corrélations entre la toxicité, la nature, la forme et la taille des particules ultrafines, pour enfin rechercher des moyens pour prédire et limiter la production des particules dangereuses. Un raffinement de ces techniques expérimentales est exigé pour améliorer les méthodes employées habituellement en hygiène du travail. Dans le présent travail une méthode de prélèvement et de préparation des substrats adaptées aux particules ultrafines de fabrication a été développée afin d'obtenir des informations pertinentes sur les particules émises (concentration, composition chimique, degré d'agglomération et forme). En plus, une amélioration de la mesure par une procédure de correction des données brutes est mise sur pieds. Ensuite on a appliqué cette méthode à l'évaluation des procédés de fabrication des pièces métalliques en fonction des matériaux, des outils et des stratégies de mise en forme.

Les résultats obtenus montrent que la génération de particules ultrafines est fortement influencée par les propriétés des matériaux et la géométrie de l'outil. Ainsi, nous recommandons de contrôler les propriétés des matériaux et la géométrie de l'outil pour réduire les émissions de PUF. En plus, l'émission des PUF diminue avec l'augmentation des vitesses de coupe. Ces résultats sont très encourageants du point de vue pratique. Il est donc possible d'usiner des pièces à de très hautes vitesses de coupe, ce qui garantit une très grande productivité et ce sans produire de PUF nocives.

METROLOGY OF ULTRAFINE PARTICLES OF MACHINING: OPTIMIZATION OF MEASUREMENT AND CHARACTERIZATION

Abdelhakim DJEBARA

ABSTRACT

Indoor air quality has become an important for our health and safety matter. All manufacturing processes generate aerosols; the nature and level of this generation vary depending on processes and process step. Epidemiological researches show that metallic dust produced during manufacturing processes in form of fine or ultrafine particles represent significant risk to the health and safety. The health risks range from simple irritation to respiratory bronchitis, asthma and cancer. Consequently, the regulatory agencies of health and safety are urging manufacturers to reduce ultrafine particles and metal dusts. To control and improve the air quality of workplaces, it is important to characterize and determine the behavior of ultrafine particles generated during machining processes.

The main objective of this thesis is to investigate and develop an effective technique for measuring the concentration of manufacturing ultrafine particles rather than the toxicity of these particles. A precise measurement of ultrafine particles will help to develop better correlations between toxicity, nature, shape and size of ultrafine particles and finally acquire ways to predict and limit the harmful particles emission. In this work a method for sampling and substrates preparation adapted for manufacturing ultrafine particles has been developed to obtain relevant information about the emitted particles (concentration, chemical composition, agglomeration degree and shape). A correction methodology of raw data was carried out to improve the measurement. Then this method was applied to the evaluation of manufacturing processes according to the materials, tools and machining strategies.

The results obtained show that the ultrafine particle generation is strongly influenced by material properties and tool geometry. Thus, controlling the material properties and tool

XII

geometry implies a reduction the ultrafine particles emission. It is also show that during high speed machining, the emission of metallic particles decreases with the increase of cutting speed. This result is very encouraging from a practical standpoint. It is thus possible to machine parts at very high speeds, which ensures high productivity and limited harmful metallic particles emission.

TABLE DES MATIÈRES

| | Page |
|---|------|
| INTRODUCTION | 1 |
| CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE GÉNÉRALE | 5 |
| 1.1 Introduction..... | 5 |
| 1.2 Qualité de l'air intérieur..... | 5 |
| 1.3 Les mécanismes du dépôt des particules ultrafines en fonction de leur taille | 7 |
| 1.4 Aspect santé - sécurité au travail | 10 |
| 1.5 Travaux sur les émissions | 13 |
| 1.6 Métriques recommandées pour les particules ultrafines..... | 15 |
| 1.6.1 Concentration numérique..... | 15 |
| 1.6.2 Concentration massique..... | 16 |
| 1.6.3 Concentration surfacique | 16 |
| 1.7 Métrique utilisée en santé et sécurité du travail..... | 16 |
| 1.8 Mesure des particules ultrafines..... | 18 |
| 1.9 Grandeurs caractéristiques des particules | 20 |
| 1.9.1 La loi de Fick | 20 |
| 1.9.2 La loi de Stokes..... | 22 |
| 1.9.3 La vitesse de sédimentation | 22 |
| 1.9.4 Le nombre de Knudsen | 23 |
| 1.9.5 Le libre parcours moyen | 24 |
| 1.9.6 Le facteur de correction de Cunningham..... | 24 |
| 1.9.7 Collision des particules et rebond sur les parois..... | 26 |
| 1.10 Instruments de mesure | 26 |
| 1.10.1 ELPI (Electrical Low Pressure Impactor)..... | 27 |
| 1.10.2 MOUDI (Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor)..... | 27 |
| 1.10.3 Batteries de diffusion (DBs) | 28 |
| 1.10.4 NanoMet (Nanoparticle Measuring Technique) | 28 |
| 1.10.5 Épiphaniomètre (EPI) | 29 |
| 1.10.6 Détecteur électrique d'aérosol (EAD) | 29 |
| 1.10.7 ATOFMS (Aerosol Time of Flight Mass Spectrometer)..... | 29 |
| 1.10.8 SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer) | 30 |
| 1.11 Conclusion | 41 |
| CHAPITRE 2 AMÉLIORATION DE LA PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONAGE DES PARTICULES ULTRAFINES D'USINAGE | 43 |
| 2.1 Introduction..... | 43 |
| 2.2 Échantillonnage..... | 43 |
| 2.2.1 Comportement des particules fines et ultrafines durant le procédé de coupe | 44 |
| 2.2.2 Dilution lors d'échantillonnage..... | 48 |
| 2.3 Instrument de caractérisation de particules ultrafines..... | 50 |

| | | |
|---------|--|----|
| 2.3.1 | Préparation des substrats..... | 50 |
| 2.3.1.1 | Substrats en polycarbonates (PC) | 51 |
| 2.3.1.2 | Substrats métalliques | 52 |
| 2.3.2 | Microanalyse (EDX)..... | 55 |
| 2.3.3 | Microscope à force atomique (AFM) | 56 |
| 2.3.4 | Scanning Mobility Particle Sizer (SMPS) | 57 |
| 2.3.5 | Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor (MOUDI) | 58 |
| 2.3.6 | Nanometer Aerosol Sampler (NAS)..... | 58 |
| 2.4 | Conclusion | 59 |

CHAPITRE 3 MORPHOLOGIE DES PARTICULES ULTRAFINES D'USINAGE ET SON INFLUENCE SUR LA MESURE

| | | |
|-------|---|----|
| | | 61 |
| 3.1 | Introduction..... | 61 |
| 3.2 | Diamètres équivalents..... | 61 |
| 3.2.1 | Diamètre des particules primaires D_{pp} | 62 |
| 3.2.2 | Diamètre aérodynamique D_a | 62 |
| 3.2.3 | Diamètre équivalent en volume D_{ev} | 63 |
| 3.2.4 | Diamètre équivalent en masse D_{em} | 63 |
| 3.2.5 | Diamètre de mobilité électrique D_m | 64 |
| 3.2.6 | Le diamètre de giration D_g | 64 |
| 3.2.7 | Le diamètre de l'agrégat $D_{agrégat}$ | 65 |
| 3.3 | Régime d'écoulement et forme des particules | 65 |
| 3.3.1 | Force de traînée..... | 65 |
| 3.3.2 | Force de traînée sur un corps axisymétrique..... | 68 |
| 3.3.3 | Calcul de D_{ev} pour diverses formes de particules | 79 |
| 3.3.4 | Estimation du facteur de forme dynamique χ | 81 |
| 3.3.5 | Estimation de diamètre équivalent en volume | 87 |
| 3.3.6 | La forme des particules..... | 89 |
| 3.3.7 | Effets de régime d'écoulement sur les mesures | 92 |
| 3.4 | Densité effective de mobilité | 96 |
| 3.5 | Conclusion | 98 |

CHAPITRE 4 ETUDE DU PHENOMENE DE GENERATION DES PARTICULES ULTRAFINES DURANT L'USINAGE

| | | |
|-----|--|-----|
| | | 101 |
| 4.1 | Introduction..... | 101 |
| 4.2 | Méthodologie comparative de type plan d'expériences..... | 101 |
| 4.3 | Effets directs des facteurs sur la réponse | 106 |
| 4.4 | Diagramme de Pareto..... | 109 |
| 4.5 | Modèle du système étudié..... | 112 |
| 4.6 | Surface de réponse | 115 |
| 4.7 | Discussion..... | 117 |
| 4.8 | Conclusion | 123 |

ORIGINALITE.....125

CONCLUSION.....128

| | |
|---|-----|
| RECOMMANDATIONS | 131 |
| ANNEXE I AN EXPERIMENTAL INVESTIGATION ON ULTRAFINE PARTICLES EMISSION DURING SLOT MILLING USING STATISTICAL ANALYSIS | 133 |
| BIBLIOGRAPHIE | 135 |

LISTE DES TABLEAUX

| | Page |
|---|------|
| Tableau 1.1 Constantes adimensionnelles α , β et γ selon différents auteurs | 25 |
| Tableau 1.2 Constantes utilisées dans la fonction de charge | 35 |
| Tableau 2.1 Étapes de préparation d'un échantillon pour analyse en MET | 51 |
| Tableau 3.1 Synthèse du nombre de Knudsen, du facteur de Cunningham et de la force de traînée dans différents régimes d'écoulement | 67 |
| Tableau 4.1 Caractéristiques mécaniques des matériaux..... | 103 |
| Tableau 4.2 Paramètres d'usinage utilisés dans l'étude expérimentale | 104 |
| Tableau 4.3 Différentes concentrations utilisées pour évaluer les paramètres de coupe | 105 |
| Tableau 4.4 Exemple d'une correction des concentrations données par le SMPS pour une distribution des particules métalliques | 106 |
| Tableau 4.5 Analyse de la variance pour les différentes réponses C^P , C^M et C^S | 111 |

LISTE DES FIGURES

| | Page |
|---|------|
| Figure 1.1 Prédiction du dépôt total et régional des particules dans les voies respiratoires en fonction de la taille des particules | 8 |
| Figure 1.2 Lieux de déposition des nanoparticules dans le système respiratoire | 9 |
| Figure 1.3 Zones de production de poussières dans le cas du fraisage | 14 |
| Figure 1.4 Différents diamètres caractéristiques des particules | 19 |
| Figure 1.5 Coefficient de Cunningham à 20 °C et à la pression atmosphérique | 25 |
| Figure 1.6 Présentation schématique de SMPS | 30 |
| Figure 1.7 Présentation schématique de l'impacteur | 31 |
| Figure 1.8 Distribution bipolaire de charge dans l'air en fonction de la taille des particules | 36 |
| Figure 1.9 Schéma de l'analyseur de mobilité différentielle (DMA) | 37 |
| Figure 1.10 Schéma représentatif de principe de fonctionnement d'UWCPC | 40 |
| Figure 2.1 Enceinte utilisée afin de confiner le volume d'air qui contient les particules (a) et (b) émises par un procédé d'usinage (c) | 44 |
| Figure 2.2 Direction prise par les particules émises lors de perçage (750 m/min, 0.165 mm/tr, diamètre d'outil de 10 mm) | 45 |
| Figure 2.3 Direction prise par les particules émises lors d'un surfacage (750 m/min, 0.165 mm/tr, diamètre d'outil de 40 mm) | 46 |
| Figure 2.4 Direction prise par les particules émises lors de rainurage (750 m/min, 0.165 mm/tr, diamètre d'outil de 19 mm) | 46 |
| Figure 2.5 Représentation schématique de la trajectoire des particules générées par un procédé de coupe (a) particules à grande inertie, (b) particule à faible inertie ... | 47 |
| Figure 2.6 Schéma du montage de mesure d'aérosols avec un dilueur d'air | 49 |
| Figure 2.7 Dilution avec l'écoulement de l'air propre est dans le même sens que l'écoulement de l'échantillon (a) et en opposition (b) | 49 |
| Figure 2.8 Facteur de dilution avec l'air propre $\frac{3}{4}$ dans les deux cas | 50 |

| | | |
|-------------|--|----|
| Figure 2.9 | Transparisation par transfert d'une partie du filtre sur grille pour analyse en MET | 52 |
| Figure 2.10 | Métallisation : a) métalliseur <i>Sputter Coater EMITECH K550x</i> , b) substrat avec dépôt d'une couche d'or de l'ordre de 7 nm | 53 |
| Figure 2.11 | Substrat d'aluminium sans métallisation..... | 53 |
| Figure 2.12 | Différentes épaisseurs de métallisation : a) 21nm, b) 14 nm et c) 7nm | 54 |
| Figure 2.13 | Particule ultrafine collectée durant une opération de rainurage à sec avec les deux modes d'imagerie : électron secondaire et électron électro-diffusé | 55 |
| Figure 2.14 | Microscopie électronique à balayage et microanalyse (Hitachi S-3600N)..... | 55 |
| Figure 2.15 | a) Micrographies MEB des particules ultrafines agglomérées b) Diffraction X..... | 56 |
| Figure 2.16 | Image de la microscopie à force atomique | 56 |
| Figure 2.17 | Montages expérimentaux pour échantillonnage des particules ultrafines par le SMPS et le NAS..... | 57 |
| Figure 2.18 | MOUDI : a) Porte échantillon, b) Vue générale : Structure des étages et c) Montage expérimental..... | 58 |
| Figure 2.19 | NAS : a) Utilisation combinée SMPS&NAS, b) substrat métallique | 59 |
| Figure 3.1 | Diamètres caractéristiques d'une particule ultrafine..... | 62 |
| Figure 3.2 | Schéma d'une particule axisymétrique dans un écoulement laminaire | 68 |
| Figure 3.3 | Schéma d'une particule sphéroïdal aplatie dans un écoulement laminaire..... | 70 |
| Figure 3.4 | Représentation d'une particule rigide de forme sphéroïdal allongée..... | 75 |
| Figure 3.5 | Simulation de l'écoulement autour d'une sphère allongée | 76 |
| Figure 3.6 | Représentation d'une particule rigide de forme sphéroïdal aplatie..... | 77 |
| Figure 3.7 | Représentation d'une particule rigide de forme d'un disque mince | 78 |
| Figure 3.8 | Représentation d'une particule rigide de forme d'une tige allongée | 78 |
| Figure 3.9 | Représentation d'une particule rigide de forme sphéroïdal allongée..... | 79 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Figure 3.10 | Représentation d'une particule rigide de forme cylindrique..... | 80 |
| Figure 3.11 | Représentation d'une particule rigide de forme cubique..... | 81 |
| Figure 3.12 | Influence de l'augmentation du facteur de forme sur la valeur de diamètre équivalent en volume..... | 82 |
| Figure 3.13 | Illustration d'un analyseur différentiel de mobilité (DMA)..... | 88 |
| Figure 3.14 | Distribution en masse des particules ultrafines en fonction de leur diamètre..... | 89 |
| Figure 3.15 | Particules ultrafines produite pendant l'usinage (MET)..... | 90 |
| Figure 3.16 | Particules produites pendant le rainurage en fraisage à une vitesse de coupe de 300 m/min, avance 0,055 m/dent, profondeur de 1 mm et avec un outil IC 908 (MEB) | 91 |
| Figure 3.17 | Variation de diamètre en fonction des facteurs de forme évalués par rapport aux images de MET et MEB | 91 |
| Figure 3.18 | Correction des données brutes pour des formes non sphériques observées par microscopie MET et MEB | 92 |
| Figure 3.19 | Correction de la densité pour différentes formes de particules ultrafines observées..... | 97 |
| Figure 3.20 | Correction des données brutes de SMPS pour des formes non sphériques observées | 98 |
| Figure 4.1 | Montage expérimental..... | 102 |
| Figure 4.2 | Représentation de position de tuyau d'aspiration | 102 |
| Figure 4.3 | Graphique des effets directs des facteurs sur la réponse : (a) concentration en nombre C^P (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^S | 107 |
| Figure 4.4 | Concentration numérique en fonction de la distribution de taille pour les différents alliages d'aluminium | 108 |
| Figure 4.5 | Diagramme de Pareto: (a) concentration en nombre C^P (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^S | 109 |
| Figure 4.6 | Tracé de pouvoir d'émission des particules ultrafine: (a) Matériaux (b) Outils | 110 |

| | | |
|-------------|--|-----|
| Figure 4.7 | Normalité de la répartition des valeurs d'effets : (a) concentration en nombre C^P (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^S | 114 |
| Figure 4.8 | Distribution des résidus en fonction des prédictions : (a) concentration en nombre C^P (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^S | 115 |
| Figure 4.9 | Surface de réponse de C^P , C^M and C^S en fonction de la vitesse de coupe et l'avance (matériau 2024-T351 et l'outil TiAlN)..... | 116 |
| Figure 4.10 | Représentation des différentes zones de la coupe | 118 |
| Figure 4.11 | Principaux états de surface observés après l'usinage pour les trois alliages d'aluminium (La flèche indique la direction de l'avance)..... | 118 |
| Figure 4.12 | Cisaillement secondaire | 119 |
| Figure 4.13 | Arête rapportée à la pointe de l'outil TiAlN et TiCN+Al ₂ O ₃ +TiN..... | 120 |
| Figure 4.14 | Représentation des différentes zones de coupe | 121 |
| Figure 4.15 | La face segmentée des copeaux dans les mêmes conditions d'usinage | 122 |
| Figure 4.16 | Particules émises de la zone segmentée de copeau | 123 |

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

| | |
|-------------------|--|
| AFM | Microscope à force atomique |
| Afsset | Agence française de sécurité sanitaire de l'environnement et du travail |
| APS | Aerodynamic Particle Sizer Spectrometer |
| ATOFMS | Aerosol Time of Flight Mass Spectrometer |
| CPC | Compteur de particules de condensation |
| DBs | Batteries de diffusion |
| DMA | Analyseur différentiel de mobilité |
| DOE | Plan d'expériences |
| EAD | Détecteur électrique d'aérosol |
| ELPI | Electrical Low Pressure Impactor |
| EPI | Épiphaniomètre |
| EPA | Environmental Protection Agency |
| IRSST | Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail |
| MEB | Microscope Électronique à Balayage |
| MET | Microscope Électronique à Transmission |
| MOUDI | Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor |
| NanoMet | Nanoparticle Measuring Technique |
| NAS | Nanometer Aerosol Sampler |
| OMS | Organisation mondiale de la Santé |
| PC | Polycarbonates |
| PM _{2,5} | Indice de qualité d'air pour des particules de taille inférieure à 2,5µm |
| PUF | Particule Ultrafine |
| SMPS | Scanning Mobility Particle Sizer |

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

| | |
|---------------|--|
| A | Constante de <i>Dahneke</i> |
| $a_i(N)$ | Coefficients d'approximation |
| B | Mobilité dynamique ($\text{m s}^{-1}\text{N}^{-1}$) |
| B | Coefficient de fixation des ions ($\text{m}^3 \text{s}^{-1}$) |
| C_0 | Concentration de particules neutres (m^{-3}) |
| C_C | Facteur de correction de Cunningham |
| C^m | Concentration en masse ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) |
| C_N | Concentration de particules portant N charges élémentaires (m^{-3}) |
| C^p | Concentration en nombre des particules (particules/ cm^3) |
| C_t | Concentration totale de l'aérosol (m^{-3}) |
| C^S | Concentration en surface (nm^2/cm^3). |
| D_{50} | Diamètre de coupe de la particule (m) |
| D_a | Diamètre aérodynamique (m) |
| $D_{agrégat}$ | Diamètre de l'agrégat |
| D_{aj} | Diamètre ajusté |
| D_e | Diamètre équivalent (m) |
| D_{ev} | Diamètre équivalent en volume |
| D_f | Dimension fractale |
| D_g | Diamètre de giration |
| D_i | Coefficient de diffusion ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) |
| d_i | Moyenne des carrés des distances |
| D_m | Diamètre de mobilité électrique |
| D_p | Diamètre de la particule (m) |

| | |
|------------|---|
| D_{pp} | Diamètre de particule primaire |
| D_S | Diamètre de Stokes (m) |
| E | Champ électrique ($V\ m^{-1}$) |
| E_C | Énergie cinétique de rebond |
| δE | Énergie électrostatique de la particule (J) |
| e | Charge élémentaire ($1,6 \times 10^{-19}\ C$) |
| e_r | Coefficient de restitution |
| F | Force (N) |
| F_D | Force de traînée de <i>Stokes</i> |
| F_{elec} | Force électrique d'un champ électrique constant |
| F_g | Force de gravité |
| $F(N)$ | Probabilité qu'une particule de diamètre D_p porte N charges |
| fz | Avance (mm/dent) |
| h | Hauteur de disque |
| k | Constante de <i>Boltzmann</i> ($1,38 \times 10^{-23}\ J\ K^{-1}$) |
| K_n | Nombre de <i>Knudsen</i> |
| L | Longueur entre la sortie et l'entrée de l'aérosol |
| m | Masse (kg) |
| m_a | Masse de l'agrégat |
| m_p | Masse de la particule |
| N | Nombre de charges élémentaires portées par une particule |
| N_p | Nombre de particules comptées |
| n_∞ | Concentration d'équilibre des ions dans le milieu (m^{-3}). |
| P | Profondeur de coupe (mm) |

| | |
|----------------|--|
| Q | Débit volumétrique (cm^3/s). |
| q_a | Débit de l'aérosol dans l'analyseur différentiel de mobilité |
| q_{sh} | Débit d'air propre dans l'analyseur différentiel de mobilité |
| \mathfrak{R} | Axe radiale du système de coordonnées |
| r | Vecteur de position |
| r_1 | Rayon de l'électrode intérieur |
| r_2 | Rayon de l'électrode extérieur |
| R_C | Rayon du disque |
| R_e | Nombres de <i>Reynolds</i> |
| R_p | Rayon d'une sphère |
| S | Constante de <i>Sutherland</i> (K) |
| s | Côté d'un cube |
| S_{tk} | Nombre de Stokes (0,23) |
| T | Température absolue (K) |
| t | Temps d'échantillonnage (secondes) |
| T_r | Température de référence (K) |
| V | Tension moyenne sur l'électrode intérieure du collecteur (Volts) |
| V_C | Vitesse de coupe (m/min) |
| V_G | Volume du gaz (m^3) |
| V_m | Volume de matière de la particule |
| V_P | Volume occupé par une particule |
| v_c | Vitesse critique |
| v_m | Vitesse moyenne d'agitation |
| v_p | Vitesse de sédimentation (m s^{-1}) |

XXVIII

| | |
|-----------------------------|---|
| v_{∞} | Vitesse de la particule par rapport au fluide |
| W | Diamètre de la buse d'entrée de l'impacteur (cm) |
| χ_c | Facteur de forme dynamique dans le régime continu |
| x_s | Distance de séparation |
| χ_t | Facteur de forme dynamique en régime de transition |
| χ_v | Facteur de forme dynamique dans le régime libre-moléculaire |
| z | Axe axiale du système de coordonnées |
| Z | Mobilité électrique ($m^2 V^{-1} s^{-1}$) |
| Z_{i+}/Z_{i-} | Rapport des mobilités des ions |
| α, β et γ | Constantes adimensionnelles |
| ϵ_0 | Constante diélectrique ($8,85 \times 10^{-12} \text{ farad/m}$) |
| λ | Libre parcours moyen |
| μ | Viscosité dynamique du fluide (Pa s) |
| ρ_0 | Densité unitaire (g/cm^3) |
| ρ^m_{eff} | Densité effective de mobilité |
| ρ_m | Masse volumique de matériau (g/cm^3). |
| ρ_p | Densité de la particule (g/cm^3). |
| ρ_{pp} | Masse volumique des particules primaires (g/cm^3) |
| σ | Écart type de la distribution |
| τ | Temps de relaxation d'une particule |
| Φ | Flux pendant l'unité de temps à travers l'unité de surface |
| φ | Flux d'ions sur la surface d'une particule (s^{-1}) |
| χ | Facteur de forme dynamique |
| Ψ | Fonction de ligne de courant |

INTRODUCTION

La qualité de l'air intérieur est devenue une question importante en matière de santé et sécurité au travail. Nous passons en moyenne 90 % de notre temps à l'intérieur, et nos lieux de travail contiennent de nombreuses substances qui pourraient être nuisibles à la santé (Lévesque, 2003). Les problèmes de qualité de l'air intérieur sont issus des contaminants de l'air intérieur - substances chimiques, poussières, moisissures ou champignons, bactéries, gaz, vapeurs, odeurs etc. Ces contaminants de l'air intérieur (PUF) peuvent entrer dans le corps humain à travers le nez, la bouche et la peau et se disperser par la suite pour atteindre les alvéoles pulmonaires, le système sanguin, le foie, le cerveau et même traverser les parois intestinales et le placenta (Ostiguy et al. 2006). En général les particules ultrafines sont plus toxiques que les particules plus grosses de la même nature (Honnert, 2007). Les toxicologues se sentent que l'exposition aux particules métalliques fines ou ultrafines peut être responsable de maladies allant de la simple irritation des voies respirables jusqu'aux cancers en passant par les allergies et la pneumonie (Sutherland et al. 2000; McClellan and Miller 1997; Ostiguy et al, 2006). Selon l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS), parmi les décès causés par des maladies associées au travail, 21% de ceux-ci seraient associés à des maladies respiratoires et 34% aux cancers, (OMS, 1999). Il est donc important de bien connaître les polluants en suspension dans l'air et leurs effets sur notre santé pour améliorer la qualité de l'air de nos lieux de travail.

Tous les procédés de fabrication génèrent des aérosols (secs ou humides) qui peuvent être nuisibles à la santé des opérateurs des machines-outils ou qui détériorent l'environnement (Khettabi, 2009). Les études épidémiologiques montrent que les poussières métalliques (fines et ultrafines), y compris celles produites lors des procédés de fabrication représentent un risque pour la santé des travailleurs (Tönshoff et al, 1997; Sutherland et al. 2000; OMS 1999; Ostiguy et al. 2006). Une nouvelle problématique est apparue concernant le risque lié à l'exposition à des particules ultrafines dispersées dans l'air. Certaines particules ultrafines ne sont pas produites intentionnellement, mais apparaissent indirectement, notamment lors de processus de combustion ou lors de processus d'usinage. Les procédés émettant des

particules ultrafines sont nombreux. Parmi eux, on peut citer les procédés thermiques (combustion, fusion, soudage, chauffage de polymères...), les procédés de coupe et montage (fraisage, tournage, rodage...), les procédés utilisant le laser (découpe, nettoyage...) et les émissions des moteurs (Lajoie, 1997). Les émissions des particules ultrafines liées à certains procédés industriels (Procédés mécaniques 'Usinage et ponçage: métaux, plastiques', 'Polissage fin: abrasion') sont de même danger pour notre santé que les nanoparticules manufacturé et cela dépend de la nature de la nanoparticule (Hervé-Bazin, 2007; Witschger, 2005a). La nature, le niveau et la probabilité de cette exposition varient en fonction du procédé et de l'étape du procédé (Daniel, 2008; Nicolle, 2009).

Généralement, l'usinage nécessite l'emploi de produits polluants qui peuvent être dangereux en cas d'exposition important. Ce sont les fluides de coupe, les lubrifiants, les dégraissants, les produits de protection temporaire contre la corrosion. L'un des problèmes majeurs des fluides de coupe est la génération d'aérosols pendant l'usinage (Khettabi, 2007). Ces aérosols peuvent être liquides (provenant des fluides de coupe) ou solides (particules métalliques émises lors de la coupe) et gazeux. La quantité d'aérosol dégagée lors de l'usinage lubrifié est beaucoup trop élevée. Elle peut atteindre 12 à 80 fois celle produite en usinage à sec (Sutherland, 2000). Les mécanismes primaires responsables de ce problème est l'éclaboussure due à l'impact du fluide et à l'évaporation du fluide à cause de la température élevée dans la zone de coupe (Bell, 1999). Un rapport évoque différents risques auxquels sont exposés les personnels au sein des ateliers d'usinage : il s'agit des brouillards d'huile et des aérosols avec un large spectre de taille de particules (Swuste, 1995). Les personnels exposés ne sont pas seulement les opérateurs, mais toutes les personnes présentes dans l'environnement pollué. Les aérosols liquides peuvent être réduits par élimination du fluide de coupe. Pour cela, l'usinage à sec s'impose et il est en plein développement à cause des besoins industriels très importants (écologique, économique). La maîtrise de l'usinage à sec est loin d'être acquise et les enjeux de santé et sécurité au travail sont grands.

Pour mener une étude efficace sur les émissions des particules ultrafines lors de l'usinage, le matériau, l'outil et les paramètres de coupe doivent être considérés comme un ensemble

d'éléments principaux dans le phénomène de coupe. Cet ensemble permet de voir le problème d'émission des particules ultrafines sous plusieurs angles. Le contenu de la présente thèse s'articule de la façon suivante :

- Le premier chapitre est une revue de littérature exposant le détail du phénomène de coupe et les effets des particules ultrafines sur la santé. Une description de différentes notions fondamentales et une comparaison avec les différents instruments disponibles constitue ce chapitre.
- Dans le second chapitre, une procédure et une technique de caractérisation des PUF qui seront appliquée aux procédés de fabrication y sont présentés afin de pouvoir caractériser ces procédés en termes de production de PUF.
- Le troisième et le quatrième chapitre ont été rédigés dans la perspective d'une publication scientifique. Chacun de ces deux chapitres est une synthèse globale des résultats expérimentaux. Il est question de :
 - présenter la méthodologie suivie avec l'approche que nous proposons et les résultats obtenus ;
 - calculer les facteurs de correction relatifs à la forme, la taille et la densité ;
 - définir les émissions de poussières lors de la coupe en fonction des paramètres de coupe, matériaux et outils ;
 - développer des cartes d'émission des procédés de fabrication étudiés, ainsi que des stratégies de réduction ou de prévention contre les PUF.

Ce travail de thèse a été réalisé dans l'objectif de minimiser les émissions des particules afin de protéger l'environnement et d'améliorer la qualité de l'air de nos lieux de travail donc protéger les travailleurs.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE GÉNÉRALE

1.1 Introduction

Les procédés de fabrication par enlèvement de matière sont incontournables pour obtenir des pièces mécaniques complexes. L'usinage par laser et par vibration, le meulage super-abrasif, l'usinage à sec et à la lubrification minimale sont des technologies en plein développement à cause des besoins industriels très importants (économique, écologique). La productivité de l'usinage traditionnel reste relativement faible par rapport à ces technologies, qui proposent des stratégies d'usinage à haute performance pour réduire les coûts et accélérer la production de pièces de haute qualité. Pour l'aspect écologique, l'élimination du fluide de coupe réduit les émissions des aérosols et minimise la pollution environnementale.

1.2 Qualité de l'air intérieur

La qualité de l'air intérieur est devenue une question importante en matière de santé et sécurité au travail (Ostiguy, 2009). La pollution est un phénomène très complexe résultant de la présence de polluants qui sont très variés. La typologie la plus simple pour ces polluants consiste à distinguer les polluants gazeux des polluants solides (poussières et particules). Les polluants solides sont des particules fines et ultrafines qui sont susceptibles de servir de vecteurs à d'autres substances : ce qui est particulièrement préoccupant compte tenu de la capacité des particules ultrafines ($d < 0.1 \mu\text{m}$) à se retrouver dans les alvéoles pulmonaires (Olivier, 2001). Une seconde typologie s'appuie sur l'origine des polluants et oppose les polluants primaires aux polluants secondaires. Les polluants primaires sont des substances présentes dans l'atmosphère telles qu'elles ont été remises. Les polluants secondaires sont des substances dont la présence dans l'atmosphère résulte de transformations chimiques liées à l'interaction de composés dits précurseurs (Pommery, 1985).

Les mesures de concentration de polluants sont importantes dans un large éventail de domaines, y compris des études de l'environnement, de la santé publique et d'hygiène, de la fabrication, de la technologie des salles blanches, et des tests quantitatifs de l'équipement de protection. Un lieu de travail englobe de nombreuses sources de pollution de l'air intérieur. L'importance relative du risque de chacune de ces sources dépend de la quantité des émissions et de leur toxicité. La qualité de l'air intérieure des ateliers de fabrication est un aspect encore méconnu mais important. Au cours de l'usinage, la présence de poussières, de brouillard et de fumée de fluide de coupe permet de s'interroger sur la qualité de l'air au voisinage de la zone de travail. Bien que les niveaux de polluants en provenance d'une seule source ne présentent pas en eux-mêmes de danger pour la santé, les effets cumulés de plusieurs de ces sources peuvent constituer un risque (EPA, 1995). Les personnes les plus sensibles aux effets des polluants de l'air intérieur sont souvent celles qui passent plus de temps à côté de ces sources. Les polluants intérieurs produisent deux types d'effets sur la santé : ceux qui interviennent immédiatement après l'exposition et ceux qui ne se manifestent que des années plus tard. Les toxicologues conviennent que l'exposition aux particules métalliques fines ou ultrafines peut être responsable d'effets allant de la simple irritation des voies respiratoires jusqu'aux cancers (Sutherland, 2000).

Sur la base des résultats de concentrations de poussières à l'intérieur, les modèles pour évaluer l'exposition d'un individu ou une population sont également disponibles (Klepeis, 2007). Ces modèles fournissent des informations pour des solutions de problème de la qualité de l'air intérieur pour des situations spécifiques (Hayes, 1989). Traditionnellement, les systèmes de ventilation ont été conçus pour maintenir le confort thermique tout en contrôlant les concentrations de dioxyde de carbone et les odeurs (Standard, 1981). Ces systèmes de ventilation influencent considérablement la distribution des polluants (profils de flux d'air, température, humidité). Les concentrations peuvent varier dans l'espace d'une pièce donnée en raison de la répartition des sources de poussières (Yang, 2001). Hallé et al. (2009) et Morency et al. (2010) ont montré que la modélisation de la dispersion d'un gaz traceur peut fournir des informations utiles pour prévoir le transport et la diffusion des poussières dans des conditions de ventilation. Toutes ces modèles sont basées sur la connaissance de la

concentration de poussières, mais dans des cas réels la quantité émise et les facteurs qui régissent cette génération ne sont pas toujours connus. Une conception appropriée des systèmes de ventilation ajoute de nouvelles dimensions pour une meilleure qualité de l'air intérieur et des économies d'énergie (Young, 1997). La méthode la plus efficace pour améliorer la qualité de l'air intérieur consiste généralement à éliminer les sources individuelles de pollution ou à réduire leurs émissions. Cette technique est connue sous le nom de contrôle à la source. Cependant, on ne peut pas en pratique éliminer complètement toutes les sources de pollution mais réduire à la source les émissions.

1.3 Les mécanismes du dépôt des particules ultrafines en fonction de leur taille

La granulométrie des particules et leur comportement dans l'air ont un impact majeur sur le site de dépôt pulmonaire (Witschger et al, 2005 ; Oberdörster, 2005). La Figure 1 illustre le taux de déposition dans les différentes régions pulmonaires en fonction de la grosseur des particules. Cette courbe présente deux pics; le premier à 2,5 μm d'où l'indice de qualité d'air de $\text{PM}_{2,5}$ et le deuxième à 0,02 μm , fait l'objet de plusieurs études car le propos taux de dispersion est plus élevé pour ces pics, donc potentiellement plus dangereux.

Cette courbe de fixation illustre clairement que l'absorption pulmonaire totale de particules de 20 nm diminue à 80 % mais plus de 50 % des particules de l'ordre de 20 nm se déposent au niveau des alvéoles (Ostiguy et al, 2006). Cela signifie donc que 20 % des particules inhalées pénètrent dans les poumons mais ressortent de celui-ci lorsque l'on exhale.

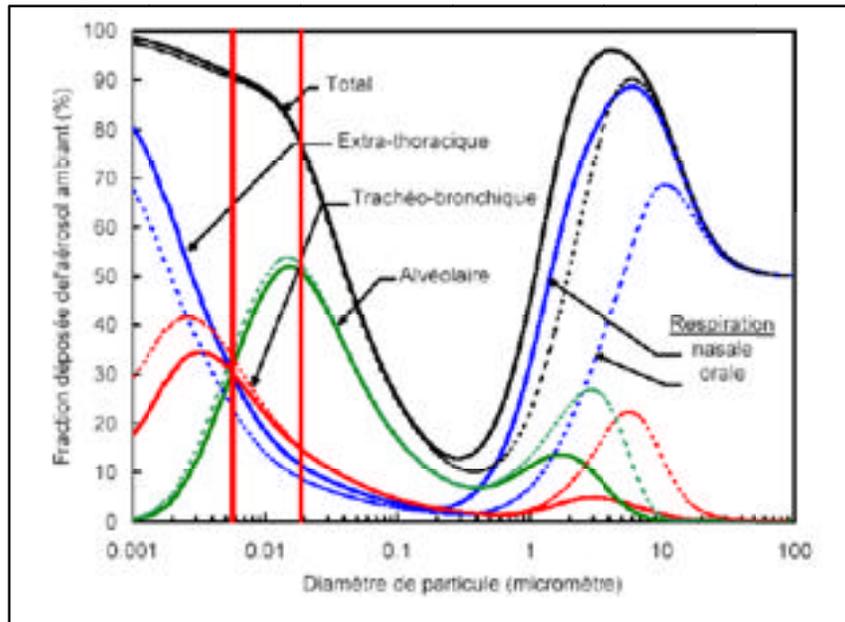


Figure 1.1 Prédiction du dépôt total et régional des particules dans les voies respiratoires en fonction de la taille des particules
Tiré de Witschger (2005b)

À la suite de l'inhalation d'un aérosol de particules poly-dispersées, c'est-à-dire dont les tailles varient continûment entre deux limites dimensionnelles, 80 à 95 % des particules les plus grosses sont rapidement stoppées par les macrophages¹. Par contre, dès que le diamètre diminue, ce phénomène d'épuration s'effondre. Comme le présente Witschger (2005b), on distingue cinq mécanismes de dépôt de particules:

- la sédimentation, liée à la gravité agissant sur les particules ;
- l'impaction inertielle, qui caractérise le comportement des particules massives ;
- l'interception, qui se produit lors qu'une particule entre en contact avec une surface ;
- la diffusion, liée au mouvement aléatoire des particules ultrafines ;
- l'attraction électrostatique, lorsque les particules sont chargées.

¹ Les macrophages sont de grandes cellules situées en sentinelle dans des « postes » toujours proches de l'extérieur du corps afin de capter et d'intercepter toute particule étrangère.

Ce dernier mécanisme peut influencer de façon importante le dépôt des particules fortement chargées. L'étude de la déposition des particules dans le système respiratoire montre des différences importantes dans les sites de déposition en fonction du diamètre des particules inhalées, en particulier entre les particules de taille nanométrique et les particules de taille micronique. Pour l'examen de la déposition des particules ultrafines, le système respiratoire peut être divisé en trois régions : les régions nasopharyngée, trachéobronchique et alvéolaire (Figure 1.2). Chaque région constitue un lieu de dépôt pour des particules de différentes tailles.

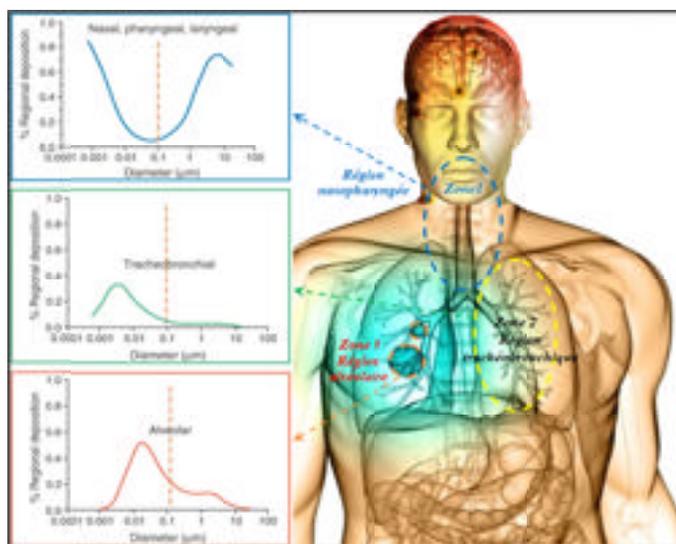


Figure 1.2 Lieux de déposition des nanoparticules dans le système respiratoire
Adaptation d'Oberdörster (2005)

De manière générale, le dépôt est le plus faible pour les particules d'un diamètre d'environ 300 nm. Comme l'indiquent Witschger et Fabriès (2005), les mécanismes de diffusion et d'impaction/sédimentation n'ont pas d'effets en raison respectivement d'une taille trop grande et trop petite pour ce type de taille des particules. En effet, pour des particules sphériques dont le diamètre est supérieur à 300 nm, le coefficient de diffusion est inversement proportionnel au diamètre de la particule, alors que pour des particules dont le diamètre est inférieur à cette valeur, le coefficient de diffusion est inversement proportionnel au carré du diamètre, car la correction de glissement est importante (Witschger, 2005b). La différence dans les lieux de déposition des particules devra avoir des conséquences sur les effets potentiels des particules ultrafines dans le système respiratoire.

1.4 Aspect santé - sécurité au travail

Ces dernières années, le nombre d'études, de brevets et de publications scientifiques sur les nanoparticules a considérablement augmenté du fait de leur forte utilisation dans divers domaines. Comme c'est le cas pour toutes les substances, la toxicité des nanoparticules dépend en grande partie de leur concentration. On ne dispose pas assez de travaux expérimentaux et épidémiologiques concernant les dangers des PUF. On ne dispose aussi que peu d'études animales évaluant ceux des nanoparticules manufacturés, notamment à long terme. Bien que les produits qui composent les poussières engendrées par l'usinage soient nombreux, les réactions de l'organisme à l'exposition à ces produits correspondent à une gamme relativement large de symptômes. La gravité de ces symptômes à la suite d'une inhalation de ces poussières dépend du degré d'exposition. Cette exposition dépend à son tour de :

- la quantité de poussières dans l'air (concentration massique dans l'air) ;
- la quantité de poussières inhalées, qui dépend de la fréquence respiratoire et de la durée de l'exposition.

Compte tenu des ambiguïtés sur la toxicité des PUF, un comportement prudent doit être adopté, afin de limiter au maximum l'exposition des travailleurs. Par exemple, la mise en œuvre de moyens de contrôle et de prévention adaptés. La gravité des symptômes attribuables à l'inhalation de poussières fait office d'indice clinique de l'exposition aux éléments connus (tels ceux identifiés par l'Académie des Sciences) de même qu'à des éléments inconnus présents dans des alliages utilisés dans l'industrie. La toxicité des principaux métaux (Pb, Hg, Cd, As, Al, Li, Co, Cr, Cu, Ni, Se, V et Zn) est décrite en insistant sur leur action à long terme, la plupart d'entre eux étant des poisons cumulatifs (Belabed, 1994; Lauwerys, 2007). La toxicité de ces métaux et de leurs dérivés est connue depuis très longtemps. Si l'intoxication est devenue rarissime, les effets à long terme de petites doses longtemps répétées sont d'actualité.

Ce qui suit présentent une synthèse des effets majeurs par inhalation sur la santé mis en évidence pour les matériaux considérés (Poey, 2000; Pommery, 1985).

Aluminium (Al) :

Une exposition chronique aux poussières d'alumine peut entraîner une pneumoconiose, voire une granulomatose en cas d'exposition massive.

Cadmium (Cd) :

Il présente une toxicité chronique due à l'inhalation régulière de poussières en milieu industriel ou à l'ingestion répétée de boissons ou aliments contaminés (Japon : maladie Itai-Itai).

Chrome (Cr) :

L'action cancérogène des chromates au niveau bronchique est connue depuis plus de 30 ans. En milieu industriel, l'atteinte est surtout cutanée et pulmonaire.

- le soudage de l'acier inoxydable contenant du Cr^{6+} est responsable de l'asthme professionnel ;
- le Cr^{6+} traverse la peau, se transforme en Cr^{3+} qui se lie à une protéine donnant ainsi un antigène provoquant des allergies de contact (bracelet, textiles verts...) ;
- le chromage électrolytique a été accusé d'excès de cancers surtout pulmonaires.

Cuivre (Cu) :

La toxicité de cuivre se traduit chez les soudeurs par la fièvre des fondeurs, une décoloration de la peau et des cheveux. Il a également été décrit des lésions pulmonaires (poumons des vigneron) résultant de l'exposition répétée à la bouillie bordelaise (surtout signalée au Portugal).

Cobalt (Co) :

Le Co est le principal responsable d'une fibrose pulmonaire causée par les métaux dits durs (Cr, W, Co, Be...) retrouvées surtout chez les métallurgistes. Le Cobalt et ses sels ont des

propriétés sensibilisantes de type allergique (maçons, céramistes, peintres, industries du textile et du Cu). Cette sensibilisation est souvent associée à celle due au Ni et/ou au Cr. Dans les années 1960-1970, au Canada, aux États-Unis et en Belgique ont été décrits de nombreux cas de cardiomyopathie associée à une polyglobulie chez de grands buveurs de bière traitée au Co (agent moussant). La fréquence de la mortalité a atteint 50 % dans certaines de ces études. Ce type de fabrication a été abandonné.

Nickel (Ni) :

Les principales manifestations du nickel sont :

- une dermite appelée gale du Ni : c'est un eczéma allergique ;
- une irritation des voies respiratoires avec parfois asthme ou bronchite ;
- des cancers des bronches et des cavités nasales.

Sélénium (Se) :

On retrouve le sélénium essentiellement dans l'industrie ou la toxicité est due surtout à SeO_2 et SeO_2Cl_2 absorbés par voie pulmonaire. Les principaux symptômes sont :

- une dermite parfois accompagnée d'allergie ;
- une action irritante sur les yeux, le nez, les poumons ;
- ces signes s'accompagnent de troubles digestifs, de transpiration excessive, d'odeur alliagée, de l'haleine, de perte des cheveux et des ongles.

Vanadium (V) :

La toxicité du vanadium se traduit par une inflammation des voies respiratoires supérieures avec parfois de l'asthme, une réduction de la capacité respiratoire vitale, toux et expectoration. Une coloration noirâtre de la langue (signe d'alerte), parfois des réactions eczématiformes.

Zinc (Zn) :

La toxicité du zinc manifeste par la formation au niveau bronchique de complexes Zn-protéines dénaturées passant dans la circulation sanguine qui entrainerait des réactions pyrogéniques se traduisant par :

- une importante hyperthermie (40 °C) avec frissons ;
- des douleurs articulaires et thoraciques ;
- des dyspnées, des nausées et des vomissements ;
- de la confusion mentale, des hallucinations, et des convulsions ;
- d'autres vapeurs métalliques (Sb, As, Cd, Co, Fe, Pb, Ni, Hg...) provoquent parfois plus rarement cette fièvre des fondeurs.

1.5 Travaux sur les émissions

La dangerosité de poussières générées lors d'une opération d'usinage provient généralement de la nature du matériau usiné. Par exemple, l'aluminium, le titane, le magnésium, le zirconium et les matériaux composites utilisés dans l'aéronautique peuvent générer des poussières dangereuses et explosives (Eckhoff, 1991; 1996). En parallèle, l'augmentation de la consommation de métaux de 300 % dans les cinquante dernières années a augmenté les largages anthropogéniques d'éléments métalliques d'un facteur de trois. Une liste de 14 éléments métalliques à risques pour la santé humaine a été proposée par l'Académie des Sciences. Ces éléments sont Pb, Hg, Cd, As, Al, Li, Co, Be, Cr, Cu, Ni, Se, V et Zn. Certains éléments, tels que Cr, As, Se et Hg peuvent changer leur degré d'oxydation, provoquant la réduction ou l'augmentation de leur mobilité et/ou de leur toxicité (Belabed, 1994). L'EPA (Environmental Protection Agency) trouve que même à faibles concentrations, certains métaux peuvent causer des effets pulmonaires aigus (EPA, 1995). Des éléments comme l'As ou le Be, V, Cr et le Zn, provoquent des maladies très graves : cancer, béryllose, etc... (Lauwerys, 2007). Ce sont souvent les éléments d'alliage qui présentent le plus de risques, comme le nickel, le cobalt, le chrome, le vanadium, le tungstène (Poey, 2000). Ces éléments

travaux faits par Tönshoff (1992 ; 2000) en Allemagne ont montré que sans un système d'aspiration des poussières, les émissions des poussières fines et ultrafines lors de la rectification représente un réel danger pour la santé des opérateurs car ces émissions dépasseraient la limite permise en Allemagne. Sutherland et al. (2000) ont démontré que la vitesse de coupe, l'avance de l'outil et la profondeur de coupe sont des variables clés dans la formation de poussières lors de l'usinage de la fonte. Khettabi et al (2010a ; 2010b) montrent que l'émission de poussières fines diminue avec l'augmentation des vitesses de coupe et que les matériaux fragiles produisent plus de poussières que les matériaux ductiles et les métaux en produisant davantage que les alliages.

En santé et sécurité au travail l'élimination à la source est perçue par le patronat comme les syndicats comme la seule solution viable à long terme (WHO, 1999). L'élimination à la source peut se faire à trois niveaux : l'émission, la substance indésirable et les pratiques de travail (Garcia, 2001). Les procédés de production ou de fabrication peuvent être améliorés en appliquant des méthodes qui génèrent moins de PUF. Pour ce qui est des matériaux, ou de la nature des poussières, on peut changer les matériaux pour adopter ceux qui génèrent moins de poussières. Si la substitution n'est pas possible, les stratégies de réduction à la source des particules doivent être recherchées ou développées.

1.6 Métriques recommandées pour les particules ultrafines

Les métriques d'exposition pouvant être utilisé pour l'exposition aux PUF sont: la concentration en nombre (particules/cm³), la concentration en masse (µg/m³) et la concentration en surface (nm²/cm³). Cela présente les seules métriques disponibles à ce jour pour les différentes techniques et méthodes de mesure dans l'air.

1.6.1 Concentration numérique

Cette quantité est le nombre de particules par unité de volume du gaz porteur (particules/cm³). Un milieu aérosol est par définition un milieu où la concentration

numérique est élevée. L'air est considéré propre s'il contient moins de 1000 particules par cm^3 , par contre l'air pollué contiendra 10^5 voire plus de particules par cm^3 (IOS ; 2007).

1.6.2 Concentration massique

Cette quantité est définie comme la masse m des particules suspendues dans un volume V rapportée à la mesure de ce volume. Ce volume est la somme du volume du gaz V_G et du volume occupé par les particules V_p . Dans la pratique, ce dernier est négligeable et donc la concentration massique C^m peut être exprimée par :

$$C^m = m/V = m/(V_G + V_p) \cong m/V_G \quad (1.1)$$

1.6.3 Concentration surfacique

Une des caractéristiques d'un milieu aérosol est la très grande surface d'échange qui existe entre les particules et le gaz porteur. Cette grande surface de matériau dispersé sous forme d'aérosol favorise les échanges thermiques ou chimiques entre les particules et le gaz qui les entourent. La concentration surfacique C^S est définie comme la surface S des particules suspendues dans un volume V rapportée à la mesure de ce volume.

$$C^S = S/V = S/(V_G + V_p) \cong S/V_G \quad (1.2)$$

1.7 Métrique utilisée en santé et sécurité du travail

La métrique utilisée classiquement en santé et sécurité du travail est la concentration en masse. Les études toxicologiques dévoilent que, pour une même masse de produit, les effets inflammatoires pulmonaires sont plus élevés avec des particules nanométriques qu'avec des particules de taille supérieure suggérant ainsi que la masse n'est pas une métrique pertinente (Ferin, 1992; Oberdörster, 1994). La concentration en surface et la concentration en nombre s'avèrent plus appropriées que la concentration en masse (Oberdörster, 2005; 2007; Sager, 2009). Dans une structure nanométrique, le nombre d'atomes réactifs en surface augmente

par rapport au nombre total d'atomes de la particule, ce qui explique la plupart des changements des propriétés des particules (Sager, 2009). Cela concerne notamment :

- leurs charges électriques (une charge électrique négative inhibe leur transfert dans les cellules, alors qu'une charge positive le favorise) ;
- leur structure (cristalline ou non) ;
- leur solubilité dans les liquides biologiques (qui joue un rôle dans leur transport, leur toxicité et leur excrétion) ;
- leur capacité à former des agrégats, ou celle d'acquérir une photosensibilité spécifique (qui va permettre de les observer sélectivement par des stimulations lumineuses appropriées).

Pour pouvoir être étudiées, toutes ces propriétés impliquent une métrologie multiple tout à fait nouvelle. La définition de ces paramètres doit être admise par l'ensemble de la communauté scientifique internationale. Mais elle fait depuis plusieurs années l'objet de nombreux débats internationaux d'abord, parce que techniquement, les problèmes à résoudre sont peut-être aussi nombreux qu'il y a de catégories de particules ultrafines et des paramètres à évaluer. Ensuite, parce que des raisons commerciales de secret de fabrication ont freiné, au moins à leurs débuts, ces efforts de rationalisation métrologique à l'échelle mondiale (Momas, 2004).

L'évolution des particules ultrafines dans l'air sera déterminée par un mécanisme inter-particulaire appelé coagulation. Le mécanisme est dû au mouvement relatif des particules qui entrent en collision puis restent groupées sous l'effet des forces d'adhérence pour former des particules plus grosses. Les particules dans l'air en contact les unes avec les autres, adhèrent entre elles, formant des agglomérats. Ces particules restent agglomérées sous l'effet de forces cohésives et surtout sous l'effet des forces de Van Der Waals qui empêchent l'agglomérat de se rompre. En conséquence, des particules individuelles mises en suspension vont former des agglomérats et dans certaines conditions peuvent se séparer à nouveau. À la différence des agrégats, leurs particules sont fortement liées, et se séparent difficilement. Le mécanisme de coagulation mène à une décroissance continue de la concentration en nombre de particules

associée à une augmentation de la taille moyenne des particules formant l'aérosol. Aussi, l'existence de particules ultrafines est certaine à proximité immédiate de la source. Cette présence sera bien moins certaine au-delà d'une certaine distance et d'un certain temps de transfert. Par conséquent, si la concentration en nombre de particules ultrafines constitue une métrique pertinente concernant les effets sur la santé, la persistance dans l'air des particules entre le ou les points d'émission et d'inhalation devient un paramètre critique pour l'évaluation du risque. Il paraît cependant pertinent de conserver une mesure de la concentration en masse pour différentes raisons (Afsset, 2008):

- toutes les conventions et valeurs limites d'exposition professionnelle sont exprimées en concentration massique ;
- la mesure de la concentration massique des aérosols nanométriques permet de garder un lien avec les données d'exposition aux aérosols en général ;
- sous réserve que la distribution granulométrique des aérosols soit bien déterminée et reste stable dans le temps, la mesure de la concentration massique peut être utilisée en substitut de la mesure de la surface spécifique ;
- la masse conserve un intérêt pour les particules ultrafines solubles qui sont rapidement solubilisées dans les liquides biologiques et transférées du poumon vers la circulation sanguine. Leur caractéristique de surface cesse alors de s'exprimer.

1.8 Mesure des particules ultrafines

La mesure des particules ultrafines constitue un sujet important dans la maîtrise et la caractérisation de ces dernières. Deux informations sont nécessaires pour obtenir le spectre de taille d'un échantillon d'aérosol: la taille et la concentration des particules. En dehors de la concentration, l'information de la taille réelle des particules ultrafines est d'une importance fondamentale. La mesure de la taille des particules inférieures au micron est très difficile par les méthodes optiques couramment employées (diffusion de Mie), voir impossible pour des tailles inférieures à 100 nm.

Les particules constituant un milieu aérosol peuvent présenter des formes très variables. Cette variabilité n'existe pas pour les particules liquides que l'on peut assimiler à des sphères. En revanche, la morphologie des particules solides dépend, à la fois, de la nature du matériau qui les constitue et du mécanisme qui les a produit. En fait, à l'exception de particules produites par condensation et solidification d'une vapeur, on ne rencontre que rarement des particules solides sphériques. Généralement, les scientifiques décrivent les dimensions des particules à l'aide d'une seule grandeur appelée *diamètre équivalent* ou *caractéristique*. Ce diamètre ne correspond à la réalité physique de la particule que si celle-ci est sphérique. La variété morphologique complique la description des caractéristiques des particules du milieu aérosol. De surcroît, il est rare de rencontrer qu'un seul type de morphologie pour un même milieu. Le diamètre équivalent peut être défini à partir de procédés d'imagerie des particules, mais, souvent, on le définit en se basant sur les propriétés dynamiques des particules. On utilise principalement deux définitions pour le diamètre caractéristique (Figure 1.4) :

- diamètre aérodynamique: c'est le diamètre de la particule sphérique de densité 1 g/cm^3 qui a la même vitesse terminale de chute de la particule réelle ;
- diamètre de Stokes: c'est le diamètre de la particule sphérique de densité identique à celle de la particule réelle qui a la même vitesse de chute que celle-ci.

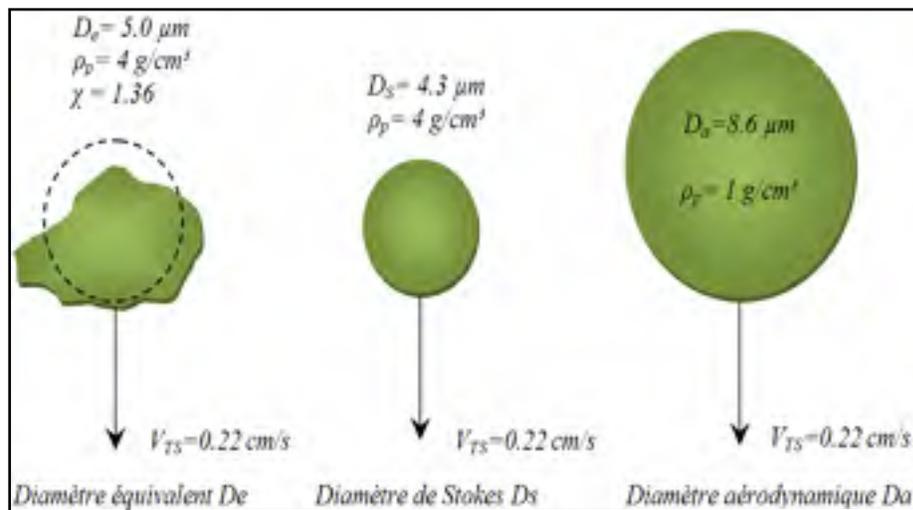


Figure 1.4 Différents diamètres caractéristiques des particules
Tirée de Hinds (1999a)

1.9 Grandeurs caractéristiques des particules

À une échelle infinitésimale, les propriétés des éléments et des matériaux diffèrent de celles qu'ils sont susceptibles d'avoir à une plus grande échelle. Ces modifications majeures dans le comportement des particules sont attribuables non seulement à l'altération des caractéristiques des particules résultant de la diminution progressive de leur taille, mais aussi à l'apparition de phénomènes complètement nouveaux. On parle de grandeurs caractéristiques d'un système pour faire référence à une grandeur qui représente le système à son échelle (classification en fonction des paramètres principaux, comportement collectif, grandeurs caractéristiques, échelle temporelle et spatiale). Ensuite, on se sert de comparaisons entre grandeurs caractéristiques pour faire des approximations valables.

1.9.1 La loi de Fick

Dans un gaz, les particules vont se déplacer des régions de fortes concentrations vers les régions de faibles concentrations, suivant deux lois de diffusion appelées lois de *Fick*, de sorte que la concentration devienne homogène dans tout le volume gazeux. Ce mouvement, appelé mouvement brownien, n'est généralement pris en compte que pour les particules inférieures à 1µm de diamètre. La première loi de *Fick* donne le flux Φ (pendant l'unité de temps à travers l'unité de surface) par:

$$\vec{\phi} = -D_i \overrightarrow{\text{grad}C} \quad (1.3)$$

D_i caractérise le coefficient de diffusion et C la concentration.

La seconde loi de *Fick*, qui fait intervenir le temps t dans un espace tridimensionnel (x,y,z) , s'écrit:

$$\partial C / \partial t = D_i \nabla^2 C \quad (1.4)$$

Le mouvement brownien est le mouvement irrégulier d'une particule d'aérosol dans l'air immobile. Il est dû au gradient d'équilibre qui tend à homogénéiser le nombre des particules

dans les molécules de gaz. La diffusion est le transport net de ces particules dans un gradient de concentration. Le coefficient de diffusion D_i ($\text{m}^2 \text{s}^{-1}$) caractéristique d'une particule est le coefficient de proportionnalité entre le flux de particules Φ et le gradient de concentration. La relation d'Einstein donne l'expression de ce coefficient de diffusion D_i par:

$$D_i = K T B \quad (1.5)$$

Où K est la constante de *Boltzmann* ($1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$), T est la température absolue, B est la mobilité dynamique définie pour un milieu donné par le rapport de la vitesse à la force appliquée à la particule :

$$B = v_p / F \quad (1.6)$$

D'où l'expression du coefficient de diffusion :

- Domaine continu (loi de *Stokes*) :

$$D_i = KT / (6\pi R_p \mu) \quad (1.7)$$

- Domaine intermédiaire (loi de *Stokes* corrigée)

$$D_i = (KT / (6\pi R_p \mu)) C_c \quad (1.8)$$

- Domaine moléculaire

$$D_i = KT \lambda_p / (3.66\pi R_p \mu) \quad (1.9)$$

1.9.2 La loi de Stokes

L'équation de *Newton* est un cas particulier dans lequel les effets visqueux de l'air peuvent être négligés par rapport aux effets d'inertie (R_e important). En fait, comme les vitesses d'air et les dimensions des particules sont généralement faibles, la plupart des mouvements particuliers ont lieu pour des nombres de *Reynolds* faibles. *Stokes* a obtenu analytiquement une expression de la résistance de l'air, considéré comme fluide incompressible, sur une particule sphérique, à partir des équations de *Navier-Stokes* dans les conditions suivantes :

- régime permanent ;
- en l'absence de forces appliquées au fluide ;
- pour $R_e \ll 1$.

$$F_D = 6\pi R_p \mu v_p \quad (1.10)$$

1.9.3 La vitesse de sédimentation

La vitesse de sédimentation ou vitesse limite de chute, v_p , d'une particule est atteinte lorsque la force de résistance aérodynamique (force de traînée de *Stokes* F_D , équation 1.10) équilibre son poids. La force de gravité F_g s'exerçant sur la particule considérée comme sphérique s'exprime de la manière suivante:

$$F_g = \frac{4}{3}\pi R_p^3 (\rho_p - \rho_g) g \quad (1.11)$$

La vitesse de sédimentation v_p d'une particule de diamètre D_p est déduite de l'égalité de F_D avec F_g , soit:

$$v_p = D_p^2 g (\rho_p - \rho_g) / 18\mu \quad (1.12)$$

L'expression (1.12) peut s'écrire sous la forme :

$$v_p = \tau g \quad (1.13)$$

Où τ représente le temps de relaxation de la particule dans un milieu donné et g l'accélération due à la pesanteur.

Généralement, la masse volumique ρ_g du gaz est négligeable devant celle de la particule, et l'équation (1.12) devient:

$$\tau = D_p^2 \rho_p / 18\mu \quad (1.14)$$

Dans le domaine intermédiaire, la formule de *Stokes* doit être corrigée par le coefficient C_c de *Millikan-Cunningham* :

$$F_D = 6\pi R_p \mu v_p / C_c \quad (1.15)$$

D'où :

$$\tau = D_p^2 \rho_p C_c / 18\mu \quad (1.16)$$

1.9.4 Le nombre de Knudsen

On caractérise la continuité du milieu à l'aide d'un nombre sans dimension, appelé le nombre de *Knudsen*. Ce nombre est défini par le rapport entre le libre parcours moyen λ_p et le rayon d'une particule R_p :

$$K_n = \lambda_p / R_p \quad (1.17)$$

Il permet de distinguer trois types de comportement des aérosols:

- le domaine continu correspondant à $K_n \ll 1$, loi de *Stokes* ;
- le domaine intermédiaire correspondant à $K_n \approx 1$;
- le domaine moléculaire correspondant à $K_n \gg 1$.

1.9.5 Le libre parcours moyen

Comme pour les molécules d'un gaz dont le libre parcours moyen correspond à la distance moyenne parcourue par la molécule entre deux collisions, le libre parcours moyen d'une particule correspond à la distance parcourue par la particule avant qu'elle ne change de direction ou que sa vitesse moyenne (vitesse moyenne d'agitation) suivant une direction donnée devienne nulle.

Le libre parcours moyen d'une particule est défini comme suite :

$$\lambda_p = v_m \tau \quad (1.18)$$

τ est le temps de relaxation d'une particule et v_m la vitesse moyenne d'agitation.

Quelque soit le diamètre de la particule, le libre parcours moyen reste quasi constant, ce qui fait de ce paramètre une des caractéristiques des aérosols.

1.9.6 Le facteur de correction de Cunningham

Dans le régime de *Stokes* ($K_n \ll 1$) nous considérons que la vitesse du fluide est égale à zéro à la surface de la particule. Cette hypothèse devient inexacte pour le cas de particules petites dont la taille s'approche du libre parcours moyen du gaz. C'est-à-dire que l'espace libre entre les molécules de gaz est comparable à la taille de la particule. Pour prendre en compte cette erreur, *Cunningham* a développé pour la loi de *Stokes* un coefficient permettant de corriger la valeur de la force de traînée :

$$C_C = 1 + \left(2\lambda_p / D_p\right) \left(1.257 + 0.4e^{-0.55D_p/2\lambda_p}\right) \quad (1.19)$$

Dans l'expression du coefficient de *Cunningham*, λ_p est le libre parcours moyen d'une molécule du gaz. Ce coefficient est toujours supérieur à 1 et ainsi tend à diminuer la valeur de la force de traînée selon la taille de particule :

$$\overline{F_D} = 3\pi\mu \left(\overline{u_f} - \overline{u_p}\right) D_p / C_C \quad (1.20)$$

La variation de la valeur de C_C est présentée sur la Figure 1.5 :

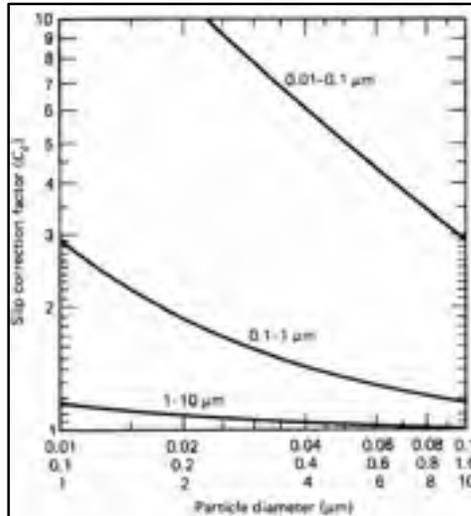


Figure 1.5 Coefficient de Cunningham à 20 °C et à la pression atmosphérique
Tirée de Hinds (1999a)

Lorsque $K_n \approx 1$, soit $R_p \approx 6,4 \times 10^{-8} \text{m}$, les dimensions des vides intermoléculaires et des particules étant comparables, le milieu ne peut plus être considéré comme continu. On utilise alors la formule de *Millikan-Cunningham* (Renoux, 1998a):

$$C_C = 1 + \alpha K_n + \beta K_n e^{-\gamma/K_n} \quad (1.21)$$

Où α , β et γ sont trois constantes adimensionnelles dont la valeur varie selon les auteurs (Tableau 1.1).

Tableau 1.1 Constantes adimensionnelles α , β et γ selon différents auteurs

| Auteurs | α | β | γ |
|---------------------------|----------|---------|----------|
| Davies (1945) | 1,257 | 0,400 | 0,55 |
| Perrin (1980) | 1,25 | 0,42 | 0,87 |
| Millikan (1923) | 1,209 | 0,406 | 0,893 |
| Allen et Raabe (1982) | 1,105 | 0,400 | 0,596 |
| Buckley et Loyalka (1989) | 1,155 | 0,471 | 0,596 |
| Rader (1990) | 1,207 | 0,440 | 0,78 |

1.9.7 Collision des particules et rebond sur les parois

Lorsqu'une particule entre en collision avec une surface, l'énergie cinétique de la particule est convertie en énergie de déformation (la particule se déforme ainsi que la surface) et en énergie de rebond (Sandu, 1999). Si cette énergie de rebond est supérieure à l'énergie d'adhésion (énergie nécessaire pour vaincre la force d'adhésion) alors la particule rebondit sur la surface. Plus la vitesse de la particule est élevée, plus les déformations de la surface et de la particule sont importantes. La force d'adhésion devient également plus élevée. La probabilité qu'une particule rebondisse est proportionnelle à la dureté du matériau, à la taille de la particule et à sa vitesse de collision.

Deux approches existent pour prendre en compte le phénomène de rebond : la première consiste à déterminer la valeur limite pour l'énergie d'adhésion ou bien l'énergie cinétique et la deuxième consiste à définir une vitesse critique v_c , au dessus de laquelle le rebond a lieu.

Cette vitesse v_c s'écrit (Sandu, 1999):

$$v_c = \beta / D_a \quad (1.22)$$

Où : D_a est le diamètre aérodynamique et β est la constante qui dépend de la géométrie, de la nature des matériaux de la particule et de la paroi.

L'énergie cinétique E_c nécessaire pour qu'une particule rebondisse est donnée par (Dahneke, 1971):

$$E_c = D_p A (1 - e_r^2) / 2x_s e_r^2 \quad (1.23)$$

Où : x_s est la distance de séparation, A la constante de *Dahneke* et e_r le coefficient de restitution

1.10 Instruments de mesure

Plusieurs techniques existent pour la mesure de tailles des particules ultrafines. Elles permettent de classer les particules en fonction de leur diamètre aérodynamique, la concentration massique ou numérique et l'émission photo-électrique. Parmi celles-ci on peut

citer le MOUDI (*Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor*), l'ELPI (*Electrical Low Pressure Impactor*), les batteries de diffusion (*DBs*) et l'ATOFMS (*Aerosol Time of Flight Mass Spectrometer*) et le SMPS (*Scanning Mobility Particle Sizer*).

1.10.1 ELPI (Electrical Low Pressure Impactor)

Développé en 1992 par Keskinen, l'ELPI classe les particules en fonction de leur diamètre aérodynamique et comporte 12 étages différents. En combinant le principe de détection électrique avec la taille, l'instrument peut déterminer les spectres d'aérosols dans la gamme de taille de 0,030-10 μm . Une couronne est utilisée pour charger unipolairement les particules entrant. Le flux d'aérosol est introduit à travers des impacteurs en cascade à basse pression là où les particules sont collectées dans les différents étages en fonction de leur diamètre aérodynamique. Chaque impacteur est lié à un électromètre sensible et le courant électrique produit par les particules recueillies est relié à la concentration en nombre. La distribution de taille de l'aérosol est obtenue en combinant la lecture de chaque étage d'impaction. L'ELPI peut détecter des concentrations de particules de 10^2 à 10^8 particules par cm^3 pour les gammes plus petites et 10^{-1} à 10^3 particules par cm^3 pour les particules plus grandes. Le principal avantage de l'ELPI est les particules dans les différents étages d'impaction peuvent être collectées sur des substrats pour l'analyse microscopique ou des mesures supplémentaires de leur masse et de leur composition.

1.10.2 MOUDI (Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor)

Le MOUDI utilise les mêmes principes que l'ELPI pour classer les particules. Il utilise dix impacteurs tournants en cascade, où les particules se déposent pour une analyse ultérieure et sont classées selon leur diamètre aérodynamique. Les diamètres aérodynamiques des particules varient de 56 nm à 10 microns. Pour des diamètres inférieurs à 56 nm les mesures peuvent être faites avec le Nano-MOUDI qui utilise la même technique à basse pression. Pour les particules solides une couche de graisse ou d'huile est utilisée sur les étages pour accroître l'efficacité de collecte bien que cela doit être fait de façon délicate afin que la performance de l'instrument ne soit pas perturbée. En général, le MOUDI est un instrument

qui a le potentiel de fournir une grande quantité d'informations sur les particules (taille et distribution, la composition, morphologie).

1.10.3 Batteries de diffusion (DBs)

Les Batteries de diffusion (*DBs*) séparent les particules d'aérosol en fonction de leur diffusivité. Dans un *DBs*, le flux d'aérosol passe à travers un système de tubes où les particules à plus faible taille que le seuil de la diffusivité pénètrent tandis que le reste précipite sur les parois de l'appareil. Ensuite, le flux d'échantillon diffusé est transféré à un compteur de particules pour mesurer la concentration en nombre à chaque étape. Lorsque plusieurs compteurs de particules sont utilisés simultanément pour mesurer la concentration de particules de différents niveaux des batteries de diffusion, le temps de réponse sera très lent et coûteux. Pour résoudre ce problème, Fierz a utilisé un *DBs* combiné avec un chargeur unipolaire et un ensemble de quatre électromètres pour effectuer des mesures en temps réel (Fierz, 2002). Les batteries de diffusion sont couramment utilisées pour mesurer les particules inférieures à 100 nm. Quoique, le développement des méthodes avancées de la mobilité électrique au cours des dernières années ait réduit l'utilisation des batteries de diffusion pour mesurer les spectres de diffusion (puisque celle-ci ont une résolution de taille faibles et ont besoin de données assez complexes 'algorithmes d'inversion' pour convertir les lectures des distributions de taille). Un autre inconvénient de *DBs* est l'exigence d'un entretien fréquent.

1.10.4 NanoMet (Nanoparticle Measuring Technique)

Le *NanoMet* est un instrument à réponse rapide. Contrairement à la plupart des instruments d'aérosols, le *NanoMet* classe les particules d'aérosol avant leur chargement et détection. La classification des particules est accomplie par trois étapes différentes. Au départ, les particules passent par un orifice de 2,5 micron de diamètre, afin de filtrer les grosses particules. Ensuite, une centrifugeuse élimine les particules supérieures à 200 nm, et enfin, le flux d'aérosols passe à travers un étage de quatre batteries de diffusion. Une fois que les particules sont sélectionnées par les trois étapes de classement, le débit est partagé sur deux capteurs différents (le premier capteur utilise un chargeur de diffusion unipolaire, le

deuxième est un capteur de particules photo-électrique). Les deux capteurs utilisent un électromètre et les mesures sont ensuite utilisées pour le calcul de la concentration des particules et les propriétés du matériau de la particule.

1.10.5 Épiphaniomètre (EPI)

Le premier instrument développé pour mesurer la surface active d'un aérosol est l'épiphaniomètre (Gäggeler, 1989): son nom venant du grec *epiphania* désignant la surface d'un corps (partie visible externe). Son fonctionnement repose sur la fixation d'atomes radioactifs de plomb (^{211}Pb) sur les particules, suivie d'une mesure de la radioactivité portée par les particules collectées sur un filtre. Bien qu'il ait une limite de détection très basse, cet instrument est peu utilisé, du fait du temps d'intégration nécessaire aux mesures et de l'utilisation d'une source radioactive d'actinium 227 pour produire les atomes de plomb. Cette technique est relativement complexe et bien qu'elle soit sensible, sa résolution temporelle est faible (environ 5 min). L'appareil se compose d'une chambre de réaction et un détecteur de rayonnement.

1.10.6 Détecteur électrique d'aérosol (EAD)

Le Détecteur électrique d'aérosol (*EAD*) est similaire à l'épiphaniomètre, mais il utilise des ions au lieu d'espèces radioactives pour attacher les ions sur les particules d'aérosol et un électromètre au lieu d'un détecteur de rayonnement pour détecter les particules chargées et un gaz positivement ionisé par une couronne est utilisé pour charger unipolairement les particules entrant. L'aérosol chargé issu de la chambre de mélange à travers un port latéral est mesuré par un électromètre à cage de Faraday. L'*EAD* peut être utilisé pour des estimations rapides de la surface active de l'aérosol.

1.10.7 ATOFMS (Aerosol Time of Flight Mass Spectrometer)

L'*ATOFMS* se compose de quatre parties principales: l'entrée d'échantillon, la partie de mesure de l'aérosol, la partie d'ionisation, et l'analyseur spectromètre de masse. L'entrée de l'échantillon est de grande importance pour le spectromètre de masse, car elle doit produire un étroit faisceau de particules de l'aérosol. Une fois que le faisceau de particules est formé,

la taille des particules est déterminée par des techniques de mesure aérodynamique. La vitesse des particules est évaluée en mesurant le temps de transit entre deux faisceaux laser. Les particules plus grosses se déplacent plus lentement que les plus petites et le temps de vol mesuré est utilisé pour déterminer la taille de chaque particule. Ensuite, les particules pénètrent dans une enceinte de spectrométrie de masse où une impulsion laser ionise les composés de l'aérosol. Enfin, les ions générés sont analysés.

1.10.8 SMPS (Scanning Mobility Particle Sizer)

Le SMPS est l'un des instruments les plus couramment utilisés pour mesurer les spectres des aérosols dans la gamme de taille 3 à 1000 nm. L'instrument se compose de trois parties principales: le chargeur de particules, la colonne de classification, et le système de détection des particules (Figure 1.6).

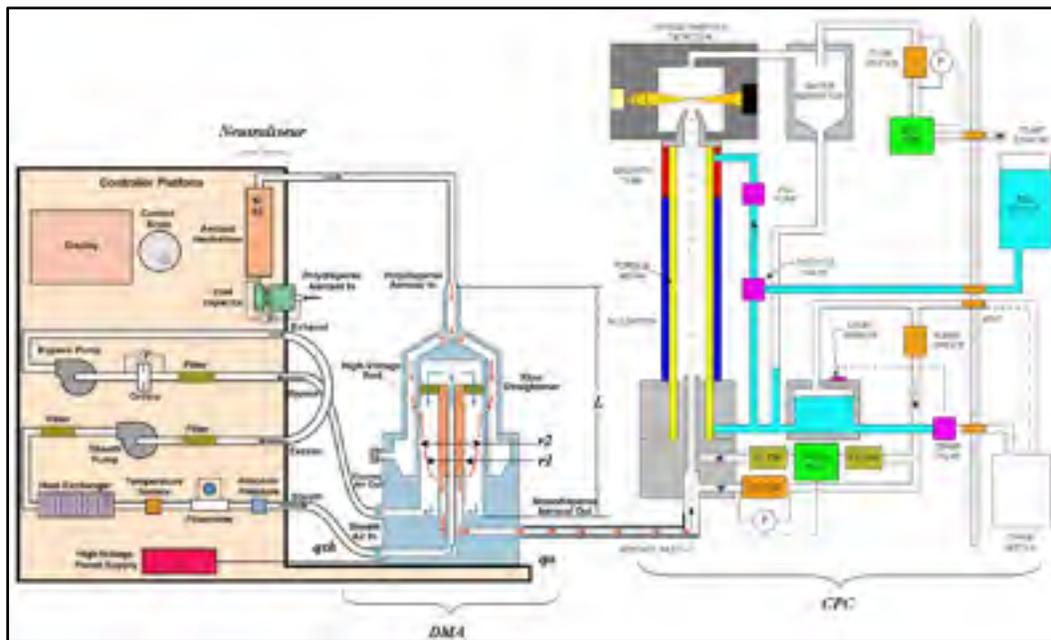


Figure 1.6 Présentation schématique de SMPS
Tirée de TSI (2006)

L'échantillonnage se fait à travers un impacteur. Les particules avec une grande inertie finissent leur parcours par une impaction sur une plaque. Les plus petites particules avec faible inertie évitent tout contact avec la plaque et sortent de l'impacteur suivant la ligne

d'écoulement formée à 90° (Figure 1.7). La taille aérodynamique des particules résultant de l'impaction est appelée le diamètre de coupure (TSI, 2006).

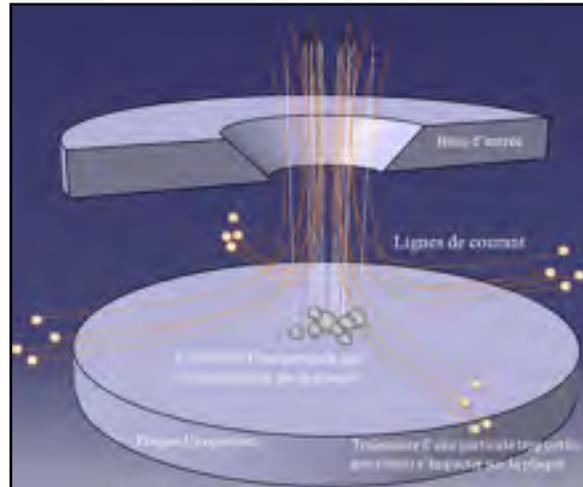


Figure 1.7 Présentation schématique de l'impacteur

Le diamètre de coupure D_{50} est en fonction du débit et du diamètre de la buse d'entrée de l'impacteur (Figure 1.7).

$$D_{50} = \sqrt{9\pi S_{tk} \mu W^3 / 4\rho_p C_C Q} \quad (1.24)$$

Où:

D_{50} : Diamètre de coupe de la particule (cm) ;

S_{tk} : Nombre de Stokes (0,23) ;

ρ_p : Densité de la particule (g/cm^3) ;

Q : Débit volumétrique (cm^3/s) ;

C_C : Facteur de correction de Cunningham ;

W : Diamètre de la buse d'entrée de l'impacteur (cm) ;

μ : Viscosité dynamique de l'air ($1,832 \times 10^{-5}$ Pa s).

La charge électrique portée par les particules est un paramètre important, car elle peut fortement influencer son évolution. En effet, les forces électrostatiques sont souvent largement supérieures aux autres forces exercées sur les particules. Or la plupart des aérosols d'origine naturelles ou artificielles sont électriquement chargés, les mécanismes de chargement étant très diversifiés. On peut citer, par exemple la friction, la pulvérisation, la diffusion d'ions, l'émission thermo-ionique ou photoélectrique ou bien l'émission de fragments chargés dans le cas des aérosols radioactifs. Dans l'air, la méthode la plus commune pour créer des petits ions positifs et négatifs est l'utilisation de sources radioactives. En effet, lors d'une désintégration α , β ou γ le transfert d'énergie du rayonnement dans l'échantillon, permet l'ionisation d'un nombre considérable de particules (Knoll, 1989). Après leur création dans le gaz, les ions vont évoluer de différentes façons. La concentration des ions viennent se fixer sur les particules d'aérosols et ainsi les charger électriquement. Cette fixation peut être en fonction de différents types d'interactions entre les ions et les particules : la diffusion brownienne, l'attraction électrostatique ou bien la force due à l'image électrique de l'ion. Ces phénomènes sont décrits par un coefficient de fixation des ions sur l'aérosol b ($\text{m}^3 \text{s}^{-1}$), défini par:

$$b = \varphi/n_{\infty} \quad (1.25)$$

Où φ représente le flux d'ions sur la surface d'une particule (s^{-1}) et n_{∞} la concentration d'équilibre des ions dans le milieu (m^{-3}).

En présence d'un aérosol fortement concentré, la fixation des ions sur les particules peut devenir le mécanisme dominant leur disparition. Le SMPS utilise un chargeur radioactif bipolaire pour neutraliser les particules entrant. Les particules sont chargées sous l'influence d'un champ d'ions générés par une source radioactive de ^{85}Kr pour satisfaire l'équilibre de Boltzmann. Dès 1940, Lissowski suggère que la répartition des charges d'un aérosol exposé à des ions bipolaires s'effectue suivant une loi normale, en s'appuyant sur les mesures de la charge électrique d'un nuage de gouttelettes d'huile exposées à des ions bipolaires (Lissowski, 1940). C'est en 1959 que Keefe et al, évoquent la loi de distribution de

Boltzmann pour décrire la répartition exponentielle des charges électriques sur un aérosol. En supposant que l'aérosol est en équilibre électrique et thermodynamique avec les ions, les auteurs proposent d'inclure l'énergie électrostatique des particules dans la loi de distribution de Boltzmann (Keefe, 1959). Appelons δE la différence entre l'énergie potentielle d'une particule neutre et celle d'une particule portant N charges élémentaires (cette énergie correspond en fait à l'énergie électrostatique de la particule chargée). Le principe d'équipartition de l'énergie de Boltzmann permet d'écrire (Keefe, 1959):

$$C_N/C_0 = e^{-\delta E/k.T} \quad (1.26)$$

Avec :

$$\delta E = N^2 e^2 / 8\pi\epsilon_0 R_p \quad (1.27)$$

Où C_N représente la concentration de particules portant N charges élémentaires (m^{-3}), C_0 la concentration de particules neutres (m^{-3}), k la constante de Boltzmann, T la température ($^{\circ}\text{K}$), R_p le rayon de la particule (m), e la charge élémentaire (C) et δE l'énergie électrostatique de la particule (J).

Nous pouvons mettre la relation (1.26) sous la forme d'une loi normale centrée sur zéro et d'écart type σ , ce qui donne :

$$C_N/C_t = \left(1/\sqrt{2\pi\sigma^2}\right) e^{-N^2/2\sigma^2} \quad (1.28)$$

Avec :

$$\sigma^2 = 4\pi.\epsilon_0 (kTR_p/e^2) \quad (1.29)$$

Où $C_t = \sum N.C_N$ représente la concentration totale de l'aérosol (m^{-3}) et σ l'écart type de la distribution (nombre de charges élémentaires).

Nous remarquons que cette loi ne tient pas compte des différences de propriétés des ions bipolaires. Elle décrit une répartition symétrique des charges sur l'aérosol, conduisant à une charge électrique globalement nulle. Toutefois, (Keefe, 1959) a montré que cette loi est en

bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus par (Nolan, 1948). Cette forme de la loi de Boltzmann est pourtant critiquée par (Fuchs, 1963), qui remet en question l'hypothèse d'équilibre thermodynamique. En effet, Fuchs considère que la charge électrique de l'aérosol en milieu bipolaire ne résulte pas d'un état d'équilibre, mais d'un état stationnaire des flux d'ions sur les particules, puisque les ions fixés sur l'aérosol ne peuvent pas être ensuite arrachés.

À la même époque, (Pollak, 1962) a montré que la loi de Boltzmann n'est pas applicable pour les particules de très petits diamètres ($D_p < 0.03 \mu\text{m}$). De nombreuses études ont été conduites en physique des aérosols pour rechercher le fondement de cet équilibre. Malgré ces controverses, la loi de Boltzmann reste très utilisée du fait de sa simplicité. Plusieurs études montrent qu'il est également possible d'utiliser cette loi pour décrire la distribution des charges sur des aérosols composés de fibres ou bien d'agglomérats de particules, pourvu qu'on utilise un diamètre équivalent approprié (Rogak, 1992; Wen, 1984).

Il n'existe pas de relation unique pour déterminer la distribution des charges électriques d'un aérosol. Il existe plusieurs théories applicables suivant le diamètre de l'aérosol, principalement le modèle de (Fuchs, 1963) pour les aérosols ultrafins et les modèles de (Gunn, 1955) ou de (Clement, 1992) pour les aérosols de diamètre supérieur à $0.1 \mu\text{m}$. Afin de disposer d'une relation unique sur l'ensemble du domaine, (Wiedensohler, 1988a) a établi une relation empirique à partir du modèle de Fuchs. Les fabricants utilisent le modèle proposé par Wiedensohler pour prédire la distribution de charge dans le neutraliser. La fonction de charge $F_N(D_p)$ d'une particule représente la probabilité que cette particule, de diamètre D_p , porte N charges. La fonction de charge selon le nombre de charges considéré (Wiedensohler, 1988a) dans le régime transitoire peut être exprimée comme:

$$F(N) = 10^{\left[\sum_{i=0}^5 a_i(N) (\log D_p)^i \right]} \quad (1.30)$$

$F(N)$: probabilité que cette particule, de diamètre D_p , porte N charges

D_p : Diamètre de la particule (m)

Les coefficients d'approximation $a_i(N)$ sont présentés dans le Tableau 1.2:

Tableau 1.2 Constantes utilisées dans la fonction de charge

| $a_i(N)$ | N=-2 | N=-1 | N=0 | N=1 | N=2 |
|----------|----------|---------|---------|---------|----------|
| a_0 | -26.3328 | -2.3197 | -0.0003 | -2.3484 | -44.4756 |
| a_1 | 35.9044 | 0.6175 | -0.1014 | 0.6044 | 79.3772 |
| a_2 | -21.4608 | 0.6201 | 0.3073 | 0.4800 | -62.8900 |
| a_3 | 7.0867 | -0.1105 | -0.3372 | 0.0013 | 26.4492 |
| a_4 | -1.3088 | -0.1260 | 0.1023 | -0.1556 | -5.7480 |
| a_5 | 0.1051 | 0.0297 | -0.0105 | 0.0320 | 0.5049 |

Pour la fraction de particules portant 3 charges ou plus, la fonction de charge est exprimée comme:

$$F(N) = \frac{e}{\sqrt{4\pi^2 \epsilon_0 D_p kT}} \exp \left(\frac{- \left[N - \frac{2\pi\epsilon_0 D_p kT}{e^2} \ln \left(\frac{Z_{i+}}{Z_{i-}} \right) \right]^2}{2 \cdot \frac{2\pi\epsilon_0 D_p kT}{e^2}} \right) \quad (1.31)$$

Avec :

e : Charge élémentaire ($1,6 \times 10^{-19}$ C) ;

ϵ_0 : Constante diélectrique ($8,85 \times 10^{-12}$ farad/m) ;

k : Constante de Boltzmann ($1,38 \times 10^{-23}$ J/K) ;

T : Température (K) ;

Z_{i+}/Z_{i-} : Rapport des mobilités des ions qui est égale à 0,875 (Wiedensohler, 1986).

La Figure 1.8 montre les fractions de particules mono-chargées et bi-chargées en fonction du diamètre des particules. La différence entre la fraction des particules chargées positivement et les particules chargées négativement est due à la plus grande mobilité des ions négatifs dans le gaz.

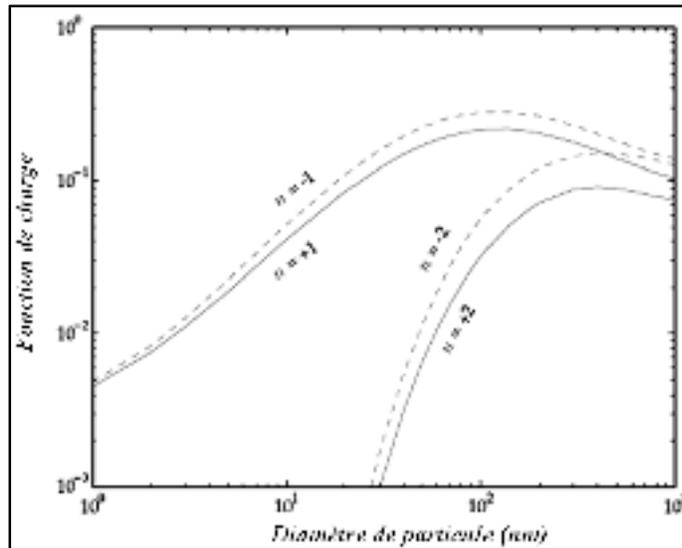


Figure 1.8 Distribution bipolaire de charge dans l'air en fonction de la taille des particules
Tirée de Wiedensohler (1988b)

On distingue aussi qu'à chaque mobilité électrique, correspond quatre particules de diamètres de mobilité électrique différents et portant respectivement 1, 2, 3 et 4 charges. S'il existe peu de grosses particules dans l'échantillon, il n'est pas nécessaire de faire une correction de charges multiples. Pour le classificateur à mobilité électrique qui été développé à l'origine pour étudier les ions atmosphériques (Erikson, 1921; Zeleny, 1898; 1900; 1929), la technique a été rapidement reconnue comme la plus efficace pour la classification des particules ultrafines (Hewitt, 1957; Knutson, 1976; Rohmann, 1923; Whitby, 1966). L'échantillon d'aérosol prélevé à travers l'impacteur passe tout d'abord par un neutraliseur afin d'obtenir un état de charge moyen nul et une distribution de charges de l'aérosol connue.

L'aérosol pénètre ensuite dans l'analyseur différentiel de mobilité (DMA), qui classe les particules en fonction de leur mobilité électrique. Le DMA se compose de deux électrodes coaxiales avec une tige intérieure maintenue à une tension négative contrôlée et un tube extérieur étant électriquement relié à la terre. L'état de charge de chaque particule étant connu et dépendant directement de sa taille, on connaît donc la mobilité électrique de chaque particule qui dépend notamment de sa charge et de son diamètre. L'électrode centrale balaye dans le temps une gamme de tension électrique. A chaque valeur de tension correspond une

certaine mobilité électrique des particules et donc un certain diamètre. On peut donc prélever par un orifice calibré une taille de particules unique correspondant à une tension donnée de l'électrode centrale (TSI, 2006). Comme le montre la Figure 1.9, l'anneau d'entrée de l'aérosol est étroit pour uniformiser la distribution des particules dans l'écoulement principal du DMA, qui est maintenu laminaire, pour assurer une grande résolution du classificateur.

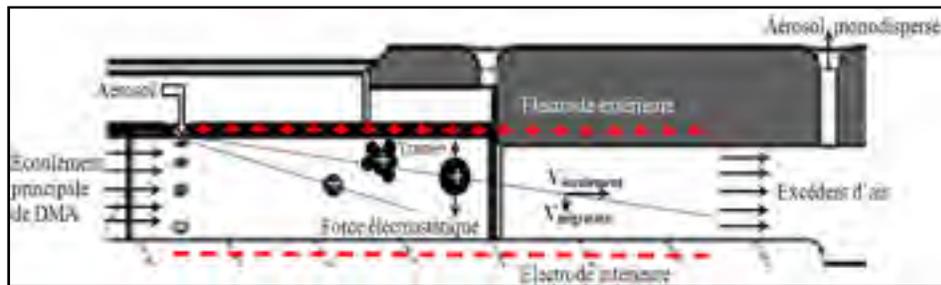


Figure 1.9 Schéma de l'analyseur de mobilité différentielle (DMA)

La mobilité dynamique des particules est un paramètre permettant de caractériser le mouvement d'un aérosol soumis à un champ de forces extérieures. Ce paramètre est utilisé lorsque la vitesse de la particule est proportionnelle à la force qui agit sur elle, suivant la relation :

$$\vec{v}_p = B\vec{F} \quad (1.32)$$

Où v_p représente la vitesse de la particule en m s^{-1} , B la mobilité dynamique de la particule exprimée en $\text{m s}^{-1}\text{N}^{-1}$ et F la force en N.

La mobilité dynamique est couramment utilisée pour caractériser la sédimentation d'un aérosol dans une enceinte. En effet, lorsque les particules sont soumises à la force de pesanteur, elles atteignent rapidement une vitesse limite de chute dans l'air. Pour un nombre de Reynold faible ($Re < 1$), en utilisant la loi de Stokes, l'expression de la mobilité dynamique est la suivante :

$$B = \frac{C_c}{3\pi\mu D_p} \quad (1.33)$$

Avec :

$$C_C = 1 + K_n + (1.257 + 0.4e^{-0.55/K_n}) \quad (1.34)$$

$$\mu = \mu_r (T_r + S/T + S)(T/T_r)^{3/2} \quad (1.35)$$

$$\lambda_p = \lambda_r (P_r/P)(T/T_r)(1 + (S/T_r)/1 + (S/T)) \quad (1.36)$$

Où:

C_C représente le coefficient de correction de *Cunningham*, μ la viscosité dynamique du fluide ($\mu=1,832 \times 10^{-5}$ Pa s pour l'air dans les conditions STP), D_p le diamètre de la particule (m) et K_n Le nombre de *Knudsen* défini à l'équation (1.6). Ce nombre permet de caractériser le régime continu ou moléculaire des interactions entre le gaz et les particules. S est une constante de *Sutherland* (K), T la température (K), T_r la température de référence (K).

La mobilité électrique est utilisée pour caractériser le mouvement d'un ion ou d'une particule chargée dans un champ électrique. La vitesse de dérive de la particule dans un champ électrique est donnée par la relation :

$$\bar{v}_p = Z_p \bar{E} \quad (1.37)$$

Avec :

$$Z_p = NeB \quad (1.38)$$

Soit :

$$Z_p = \frac{NeC_C}{3\pi\mu_v D_p} \quad (1.39)$$

Où v_p représente la vitesse de la particule (m s), Z_p sa mobilité électrique ($\text{m}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$), E le champ électrique (V m^{-1}), N le nombre de charges élémentaires portées par la particule et e la charge élémentaire ($1,6 \times 10^{-19}$ C).

La relation de mobilité électrique souligne bien le fait que la mobilité électrique est d'autant plus importante que le diamètre de la particule est faible. Cette méthode est donc particulièrement adaptée aux particules submicroniques. Pour une particule sphérique nous pouvons parler d'un diamètre réel de mobilité électrique en revanche, pour des particules dont la forme est plus complexe, il convient plutôt de parler de diamètre équivalent de mobilité électrique. Ce diamètre correspond alors au diamètre de la sphère de mobilité électrique équivalente à la particule considérée.

Knutson a déterminé la relation entre les paramètres du classificateur et la mobilité électrique (Knutson, 1975). La relation de la mobilité électrique Z_p est donnée comme suite :

$$Z_p = (q_{sh} / 2\pi VL) \ln(r_2 / r_1) \quad (1.40)$$

Où :

q_{sh} : Débit d'air propre dans le DMA (*Sheath air*) ;

r_2 : rayon de l'électrode extérieur (Figure 1.6) ;

r_1 : rayon de l'électrode intérieur (Figure 1.6) ;

V : tension moyenne sur l'électrode intérieure du collecteur (Volts) ;

L : longueur entre la sortie et l'entrée de l'aérosol.

Et la bande passante est donnée par :

$$\Delta Z = (q_a / q_{sh}) Z_p \quad (1.41)$$

Où : q_a est le débit de l'aérosol dans l'analyseur différentielle de mobilité.

Une particule se déplace dans un champ électrique selon sa mobilité électrique Z_p qui est une fonction du diamètre de la particule. On peut établir une relation directe entre le champ électrique imposé par l'électrode intérieur et le diamètre des particules qui en sortira (TSI, 2006). En combinant les deux équations (1.39) et (1.40), on obtient une relation qui relie le diamètre de la particule à la tension, et au nombre de charges, au débit, et à la géométrie de DMA:

$$D_p/C_C = 2Ne\bar{V}L/3\mu q_{sh} \ln(r_2/r_1) \quad (1.42)$$

Où :

N : le nombre de charges élémentaires portées par la particule ;

e : la charge élémentaire ($1,6 \times 10^{-19}$ C) ;

C_C : Facteur de correction de Cunningham.

Après la sortie de l'échantillon monodispersé du classificateur DMA, l'aérosol monodispersé se dirige vers un compteur de particules qui mesure la concentration en nombre des particules. Deux principales techniques de mesure et de détection des particules dans les analyseurs de mobilité existent (optique et électrique). Le SMPS utilisé dans ce travail emploie un compteur de particules de condensation (UWCPC), qui utilise la technique optique pour la détection des particules. Ce compteur se compose de trois parties principales: le tube de saturation, le tube de condensation et le système de détection optique (Figure 1.10).

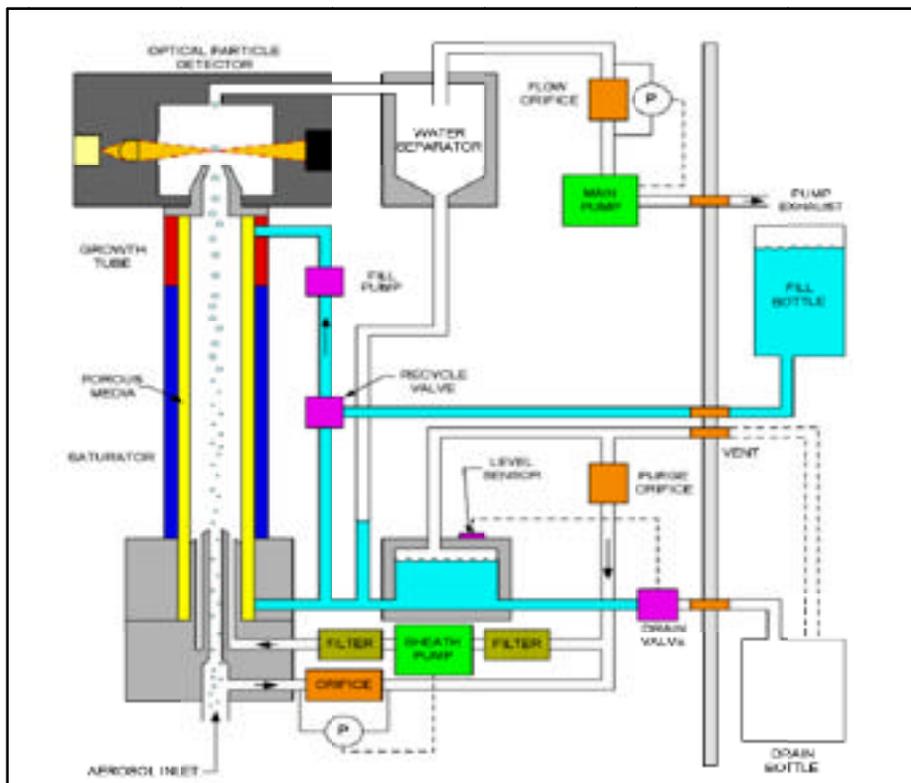


Figure 1.10 Schéma représentatif de principe de fonctionnement d'UWCPC
Tirée de TSI (2006)

Le compteur de particule détecte en continu des particules de 2,5 à 3000 nanomètres de diamètre. Ce compteur peut mesurer des concentrations jusqu'à 10^7 particules/litre. Il répond rapidement à un changement de concentration (TSI, 2006). Ce compteur peut fonctionner entre deux débits d'échantillonnages différents : 0,3 à 1,5 l/min.

Une fois l'unité activée, l'aérosol ambiant entre dans le saturateur où il est exposé à une vapeur d'eau distillée. Le flux de particules et de vapeur passent ensuite à travers le condenseur, où la vapeur d'eau distillée condense sur toutes les particules (Figure 1.10). Ce phénomène augmente la taille initiale des particules. Ces gouttelettes de tailles plus importantes traversent ensuite un faisceau laser et chaque gouttelette diffuse de la lumière. Les pics d'intensité de lumière diffusée sont comptés en continu et exprimés en particules/cm³ chaque seconde. Ces informations sont ensuite enregistrées et transmises via un port série RS 232 à un ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition et d'affichage des données. Le calcul du nombre de particules par volume d'air est donné par:

$$C_p = N_p / TQ \quad (1.43)$$

Avec :

C_p : Concentration en nombre des particules (#/cm³) ;

N_p : Nombre de particules comptés ;

T : Temps d'échantillonnage en secondes ;

Q : Débit d'échantillonnage (cm³/secondes).

1.11 Conclusion

La métrologie des particules ultrafines se fait par échantillonnage avec des prélèvements d'air. Les particules ultrafines sont échantillonnées et décrites sur la base de leur diamètre de mobilité électrique ou leur diamètre aérodynamique. La concentration de particules dans l'air peut être mesurée en termes de masse ($\mu\text{g}/\text{m}^3$); de nombre, en particules par centimètre cube ($\#/\text{cm}^3$) ; ou de surface des particules en nanomètre carré par centimètre cube (nm^2/cm^3). La

distribution en masse privilégie les plus grosses particules alors qu'en nombre privilégie les particules ultrafines.

Pour la mesure de la concentration en nombre dans l'air des particules ultrafines, il faut pouvoir détecter les particules les plus fines jusqu'à des diamètres de quelques nanomètres. Pour cette mesure, les techniques optiques sont utilisées pour le comptage des particules. Les Compteurs de particules à condensation (CPC) sont les instruments de mesure les plus répandus. Cette technique est basée sur le grossissement en amont des particules pour les rendre plus visibles à la détection optique. Les particules peuvent être détectées jusqu'à des dimensions de trois nanomètres. D'autres méthodes de comptage par détection électrique existent, elles s'appuient sur les propriétés de mobilité électrique des particules mais nécessitent l'utilisation d'une source radioactive. La mesure de la concentration en surface des particules dans l'air permet, selon la méthode de mesure employée, d'avoir des informations sur la surface géométrique ou des informations liées à la surface active des particules. La surface active est déterminée comme étant la fraction de la surface géométrique directement accessible de l'extérieur. Cette grandeur détermine les cinétiques d'adsorption et est retenue comme indicateur d'exposition aux particules ultrafines. Il existe deux mesures directes pour déterminer la surface active à partir du marquage radioactif ou du marquage par charge électrique des particules.

CHAPITRE 2

AMÉLIORATION DE LA PROCÉDURE D'ÉCHANTILLONAGE DES PARTICULES ULTRAFINES D'USINAGE

2.1 Introduction

L'interaction entre le procédé d'usinage, le matériau et la génération des PUF est méconnue. Une des difficultés pour comprendre la formation de ces PUF réside dans les problèmes liés à l'échantillonnage et l'analyse. Les mesures faites à l'air libre et loin de la source sont intéressantes pour tester la qualité de l'air mais ne sont pas appropriées pour étudier l'émissivité des procédés ou des matériaux et ont aussi pour effet d'accroître le temps de mesure. De plus, les méthodes employées habituellement en hygiène du travail pour les aérosols ne sont pas adaptées et ne permettent pas de détecter ou de caractériser adéquatement ces PUF.

L'évaluation des émissions des PUF métalliques en relation avec les procédés, les matériaux ou toute autre variable contrôlable doit se faire avec des méthodes à sensibilité élevée. L'objectif principal du présent chapitre est de développer une procédure de prélèvement et de préparation des substrats adaptées aux PUF manufacturées et aux différents microscopes utilisés (MEB, MET et AFM). Cette technique sera appliquée aux procédés d'usinage afin de pouvoir caractériser ces procédés en termes de production de PUF et améliorer de la mesure.

2.2 Échantillonnage

Par différents moyens, il est possible de capter et de fixer des particules ultrafines générées par les procédés d'usinage ou par le frottement sur des substrats afin de les caractérisées par la microscopie électronique à balayage, à transmission ou à force atomique. L'échantillonnage des particules fines et ultrafines au cours de l'usinage se fait sur des substrats en métal ou en polycarbonates (PC). L'échantillonnage est assuré par un pompage ou aspiration de l'air provenant de la zone de coupe ou proche de cette zone. Une enceinte est

généralement utilisée au laboratoire d'usinage afin de confiner le volume d'air qui contient les particules émises par le procédé d'usinage (Figure 2.1.a).

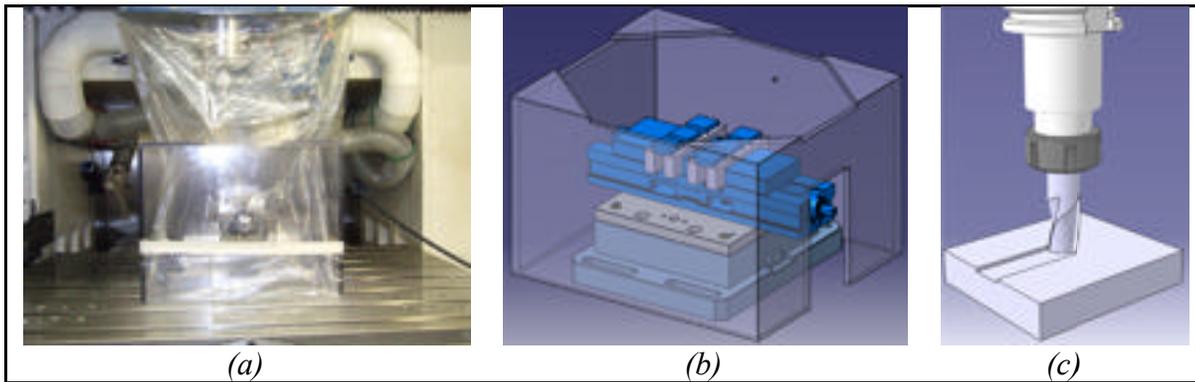


Figure 2.1 Enceinte utilisée afin de confiner le volume d'air qui contient les particules (a) et (b) émises par un procédé d'usinage (c)

Plusieurs instruments peuvent être utilisés dont la plupart peuvent classer les particules selon leurs diamètres aérodynamiques ou de mobilité électrique. Selon la méthode adoptée et l'instrument utilisé, les exigences suivantes doivent être prises en considération :

- s'assurer que le substrat est propre et sans aucune impureté avant de procéder à l'échantillonnage ;
- utiliser le substrat et faire la préparation appropriée à la méthode d'analyse souhaitée ;
- calibrer les instruments d'échantillonnage avant de procéder à l'échantillonnage ;
- manipuler les échantillons dans des salles propres et loin de toute contamination ;
- pour une étude fructueuse, assurer la répétabilité et utiliser plusieurs méthodes afin de garantir l'efficacité des instruments et des méthodes.

2.2.1 Comportement des particules fines et ultrafines durant le procédé de coupe

Lorsque les particules se trouvent projetées à l'extérieur de la zone de coupe, celles-ci suivent les tangentes au profil de découpe de l'outil formant une source d'émission. Une simulation a été effectuée sur un bloc de glace sèche selon le type d'usinage (perçage,

surfaçage et de rainurage) dans le but de connaître la direction prise par les particules lors de leurs générations, (Figure 2.2, 2.3 et 2.4).

La figure 2.2 montre la dispersion d'un nuage de PUF généré lors d'un procédé de perçage. Une grande partie de ces particules reste piégée au niveau d'un tourbillon engendré par le mouvement rotatif de l'outil. Après avoir quitté cette zone, les PUF sont très rapidement dispersées et transportées par les courants. Ce résultat montre que cette dispersion dépend de la nature du champ de vitesse engendré par l'outil.

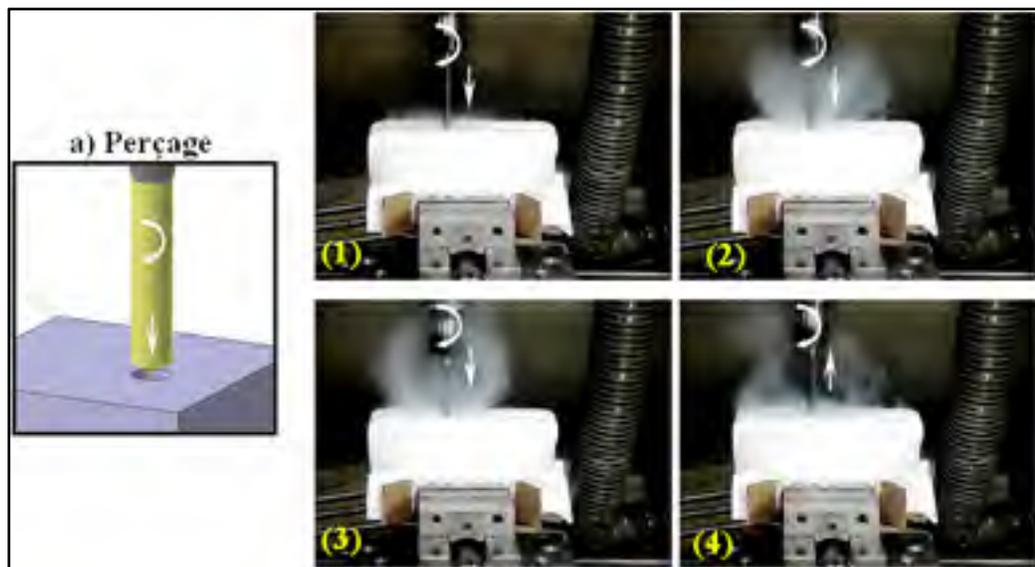


Figure 2.2 Direction prise par les particules émises lors de perçage (750 m/min, 0.165 mm/tr, diamètre d'outil de 10 mm)

En surfaçage, l'enlèvement de matière est le résultat de deux forces locales: tangente à la rotation de l'outil et radial. La figure 2.3 montre que la direction de dispersion de la poussière produite lors d'un surfaçage prend la même direction que la force résultante.

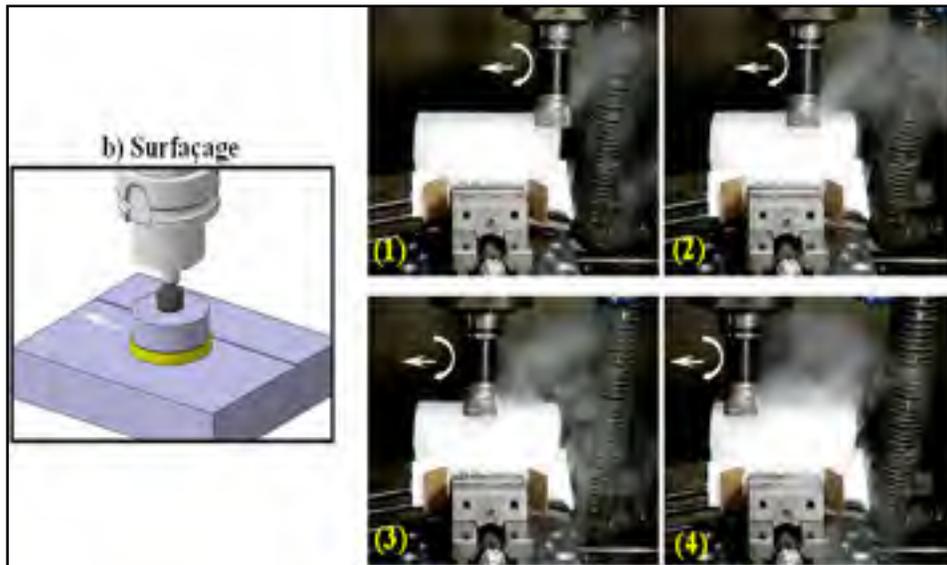


Figure 2.3 Direction prise par les particules émises lors d'un surfaçage
(750 m/min, 0.165 mm/tr, diamètre d'outil de 40 mm)

La figure 2.4 montre dans le cas du rainurage que la plupart de la poussière produite est projetée suivant la fente usinée dans le sens inverse de la vitesse d'avance.

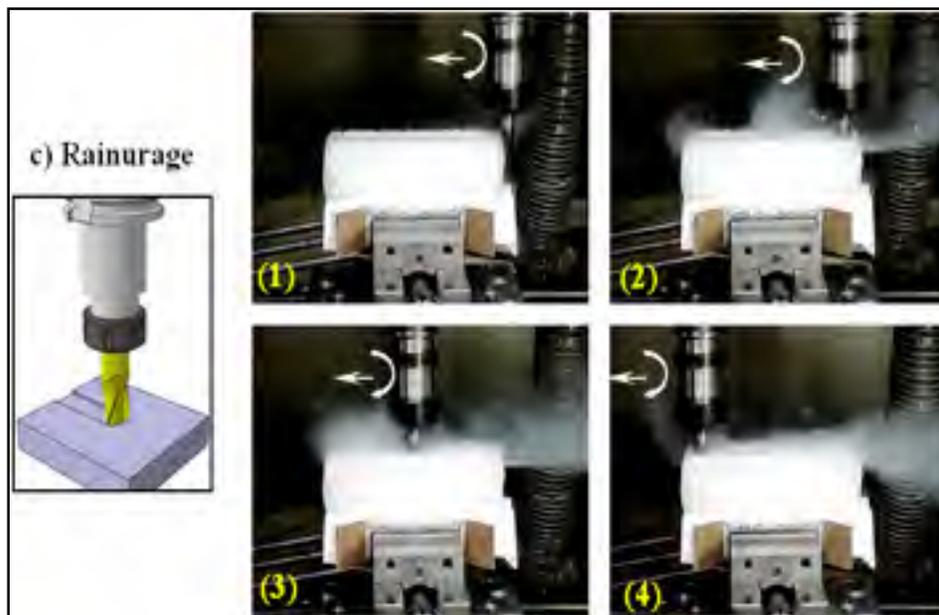


Figure 2.4 Direction prise par les particules émises lors de rainurage
(750 m/min, 0.165 mm/tr, diamètre d'outil de 19 mm)

Il a été observé que la trajectoire possible des PUF générées est régie par le type de processus et le champ de vitesse créé par le mouvement rotatif de l'outil. Le comportement de ces particules dans l'air est en fonction de leurs dimensions, de leur géométrie, de leur densité et des paramètres du gaz (température, pression, humidité et vitesse). Pour les fines particules, elles sortent de la zone de coupe à la vitesse de rotation de l'outil et elles se comportent comme un projectile (Figure 2.5.a). Par contre, les PUF présentent des comportements tout à fait spécifiques (Figure 2.5.b). Elles suivent le champ de vitesse infligé par le mouvement rotatif de l'outil. Ensuite, elles basculent en suspension à la sortie de cette zone de perturbation. Elles restent en suspension sous l'action de trois forces principales : le poids ($m.g$), la traînée ($-6\pi\eta aU$) et la poussée d'Archimède ($-(\frac{1}{3})\pi a^3 \rho g$).

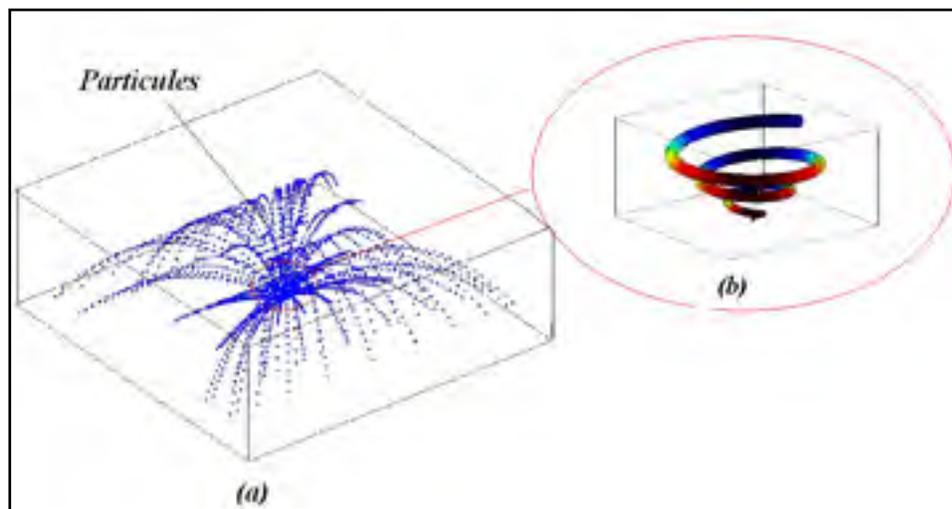


Figure 2.5 Représentation schématique de la trajectoire des particules générées par un procédé de coupe (a) particules à grande inertie, (b) particule à faible inertie

Finalement on peut conclure que la direction de projection de la poussière varie selon le type d'usinage et elle est affectée par les conditions de coupe. Un bon échantillonnage exige donc un système de capture approprié pour chaque type d'usinage. Dans le cas de perçage, l'échantillonnage est assuré par une aspiration de l'air provenant de la zone au-dessus de l'outil (Figure 2.2) par contre pour le fraisage l'échantillonnage est préférable en opposition de la direction d'avance (Figures 2.3 et 2.4).

2.2.2 Dilution lors d'échantillonnage

La dilution est un procédé consistant à obtenir une concentration finale inférieure à celle de départ par ajout d'un volume d'air propre. Dans le cas de hautes concentrations de particules, il est recommandé d'utiliser un dilueur d'air afin d'abaisser la concentration de l'échantillon vue par les instruments de mesure. En effet des concentrations élevées entraînent des entretiens fréquents et peuvent même détériorer les instruments de mesure. Afin de répondre à cette exigence, un dilueur a été conçu spécialement pour des essais au laboratoire.

Le dilueur doit assurer une bonne flexibilité pour différents montages et avoir certaines caractéristiques :

- utiliser un mélangeur d'air avec régulateur de débit ;
- utiliser, de préférence, une chambre de stabilisation de mélange étanche et munie de deux valves (entrée et sortie) contrôlables ;
- des soupapes anti retour peuvent être intégrées dans les orifices des valves pour ne pas avoir de retour d'air ou de turbulence qui gênent le sens de l'écoulement ;
- il faut que la chambre puisse supporter les pressions appliquées lors de l'échantillonnage ;
- le matériau des parois ne doit pas favoriser la sédimentation des particules métalliques.

De plus, le montage doit être évalué pour établir son efficacité. En utilisant plusieurs proportions (air échantillonné + air pur), en s'assurant que :

- la stabilité des mesures est bonne avec le SMPS ;
- le rapport entre le débit de l'air échantillonné et l'air pur est optimal (dans notre cas $\frac{3}{4}$) ;
- les pertes lors de l'échantillonnage sont faibles.

Le schéma suivant (Figure 2.6) montre le montage du dilueur lors de l'échantillonnage des particules ultrafines par un instrument standard tel que le SMPS.

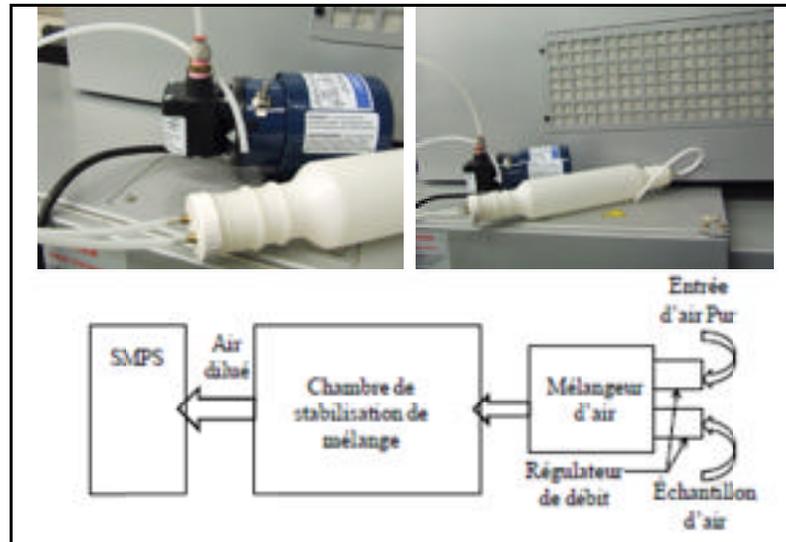


Figure 2.6 Schéma du montage de mesure d'aérosols avec un dilueur d'air

Nous présentons ici les résultats de l'étude de l'écoulement et le transport des particules dans un dilueur. La Figure 2.7 montre une simulation numérique des deux modes de dilution, le mode dans le même sens d'écoulement (figure 2.7.a) et le mode en opposition (figure 2.7.b). L'ajustement du rapport de dilution peut être effectué de deux façons, soit la diminution du débit d'échantillonnage en gardant le débit de l'air propre fixe ou le contraire.

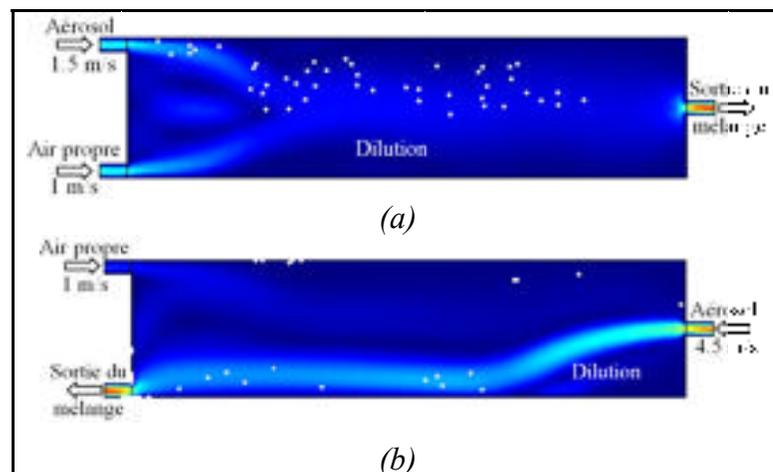


Figure 2.7 Dilution avec l'écoulement de l'air propre est dans le même sens que l'écoulement de l'échantillon (a) et en opposition (b)

La dilution se caractérise par un taux de dilution. La concentration initiale de l'aérosol ($C_{initiale}$) a pour volume initial ($V_{initiale}$) et la concentration finale après dilution (C_{finale}) a pour volume finale (V_{finale}). Le rapport entre les deux concentrations est dit taux de dilution et peut être exprimé par :

$$T = \frac{C_{finale}}{C_{initiale}} \quad (2.1)$$

Avec : T est un nombre compris entre 0 et 1, sans unité.

Les résultats de la simulation numérique ont montré qu'un taux de dilution de $\frac{3}{4}$ (3 volumes de l'air chargé par les particules et 4 volumes de l'air propre) assure une bonne dispersion dans le volume échantillonné (Figure 2.8).

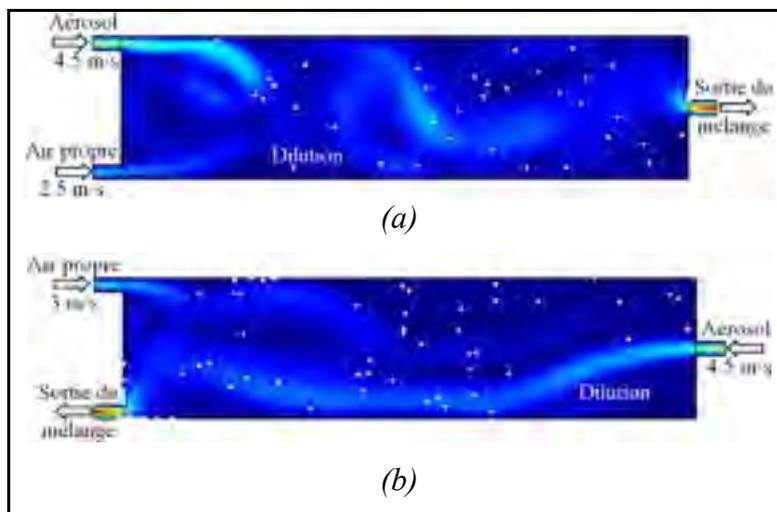


Figure 2.8 Facteur de dilution avec l'air propre $\frac{3}{4}$ dans les deux cas

Notons en passant que le diluteur a été développé vers la fin de ce travail et que nous n'avons pas pu le tester en situation d'usage.

2.3 Instrument de caractérisation de particules ultrafines

2.3.1 Préparation des substrats

Pour pouvoir caractériser les particules ultrafines, il est nécessaire de les récupérer sur un substrat qui peut être utilisé plus tard en microscopie. Deux types de substrat (polycarbonate

ou métalliques) ont été utilisés lors de l'échantillonnage. Les substrats en polycarbonate sont généralement préparés pour être utilisés par la suite en microscope électronique à transmission (MET). Par contre, le microscope électronique à balayage (MEB) exige des substrats conductibles. Ce qui nécessite l'utilisation de minces substrats métalliques.

2.3.1.1 Substrats en polycarbonates (PC)

Pour ce qui est des substrats en polycarbonates (PC), un protocole a été développé à l'IRSST pour être utilisé par le MET selon les étapes suivantes:

- la métallisation par couche de carbone sur le substrat vierge de PC qui donne un filtre pré-métallisé ;
- l'échantillonnage sur le filtre pré-métallisé ;
- la seconde métallisation après l'échantillonnage ;
- la transparisation par transfert d'une partie du filtre sur les grilles en cuivre.

Les étapes de préparation d'un échantillon pour analyse en MET sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau 2.1 Étapes de préparation d'un échantillon pour analyse en MET

| N° d'étape | Type de préparation | Illustration |
|------------|--|---|
| 0 | Type de filtre utilisé : Polycarbonate (PC) 25mm 0,2µm |  |
| 1 | Filtre vierge de PC + couche de carbone (métallisation) = filtre pré-métallisé |  |
| 2 | Filtre pré-métallisé + échantillon (filtration) |  |
| 3 | Filtre (+ échantillon) + 2° métallisation |  |
| 4 | Transfert d'une partie du filtre sur grille de Cuivre : |  |

Le filtre et l'échantillon sur pointe sont donc déposés sur des grilles en cuivre. Ces grilles avaient été préalablement déposées sur un filtre de papier sans cendre imprégné de chloroforme lui-même déposé dans un pétri contenant également du chloroforme. Par effet de capillarité, le filtre de PC est ainsi transparisé. La grille supporte donc l'échantillon pris en « sandwich » entre 2 couches de carbone (Figure 2.9).

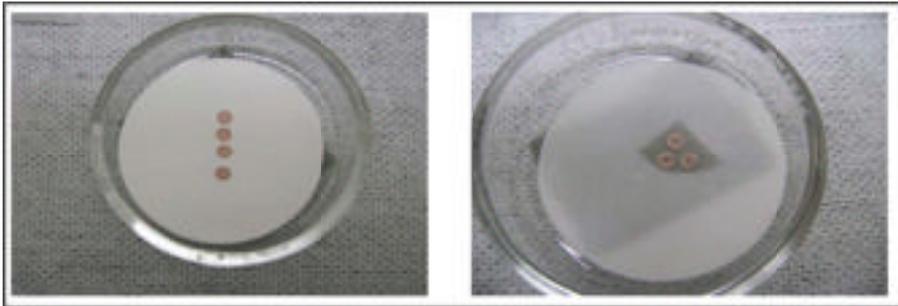


Figure 2.9 Transparisation par transfert d'une partie du filtre sur grille pour analyse en MET

2.3.1.2 Substrats métalliques

Pour les substrats métalliques plusieurs essais ont été réalisés afin de développer une méthode optimale de préparation pour avoir une meilleure caractérisation par le MEB ou par le microscope à force atomique. Pour le MEB, en général :

- le substrat doit être conducteur d'électricité ;
- le substrat doit être de forme plane ;
- le substrat doit être recouvert d'une couche de métallisation après l'échantillonnage afin d'assurer la fixation des particules ;
- pour une meilleure résolution certains paramètres du MEB seront imposés (Tension 15KV, Intensité de courant 3mA).

L'échantillonnage peut se faire par le NAS, le SMPS, l'APS, le MOUDI ou l'ELPI. Il est très important de connaître le débit d'aspiration afin d'assurer un bon échantillonnage. Avec le MOUDI, le débit est très important et les particules sont déposées sur des substrats

d'aluminium ou de cuivre très fin. la méthode optimale proposée a conduit qu'il est nécessaire d'appliquer une nano-couche après échantillonnage. L'épaisseur de cette couche dépend de la taille des particules déposées (Figure 2.10).

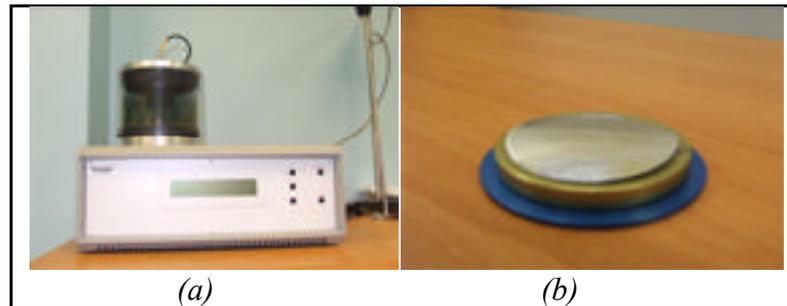


Figure 2.10 Métallisation : a) métalliseur *Sputter Coater EMITECH K550x*, b) substrat avec dépôt d'une couche d'or de l'ordre de 7 nm

Pour assurer une meilleure analyse des particules ultrafines, il est nécessaire de trouver la valeur optimale d'épaisseur de couche de revêtement. La couche de revêtement est une couche d'or appliquée par un dépôt plasma (*Sputter Coater EMITECH K550x*). Les figures 2.11.c et d présentent un échantillon des particules ultrafines collectées durant une opération d'usinage à sec et un substrat vierge sans revêtement (Figures 2.11.a et b).

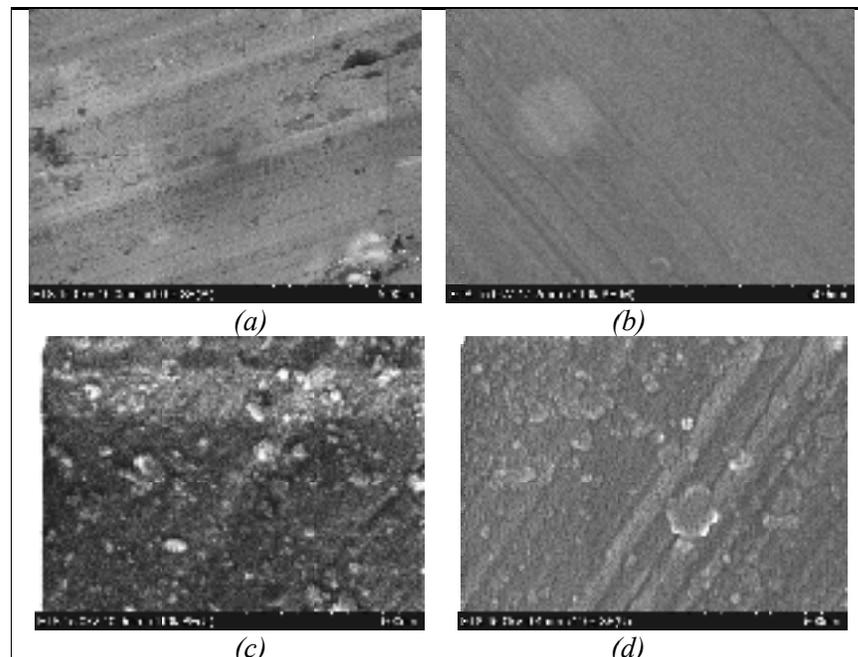


Figure 2.11 Substrat d'aluminium sans métallisation

Une métallisation des substrats a été effectuée après un échantillonnage des PUF générés durant une opération d'usinage. Différentes épaisseurs de couches de revêtement du substrat ont été appliquées à l'aide de métalliseur *Sputter Coater EMITECH K550x* (7 nm, 14 nm et 21 nm). La figure 2.12 montre les différences observées entre les échantillons de différentes couches de revêtement.

Une analyse EDX a été effectuée pour les différentes couches de revêtement. On a distingué que la couche de 14 ou 21 nm observée par le MEB n'est que celle du revêtement (Figure 2.12.a et b).

Par contre, la couche de revêtement de 7 nm a permis d'obtenir des informations sur la nature chimique du matériau usiné. En plus, la couche de 7 nm laisse un bon contraste entre les PUF échantillonnées et la couche de revêtement. Pour ces raisons, nous avons maintenu cette valeur durant tous nos essais.

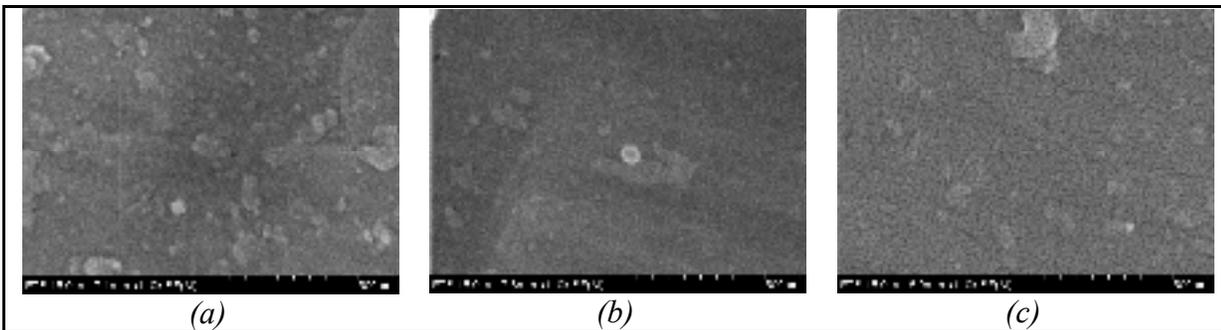


Figure 2.12 Différentes épaisseurs de métallisation : a) 21nm, b) 14 nm et c) 7nm

Pour bien distinguer les particules collectées, deux modes d'imagerie au MEB ont été comparés (électron secondaire 'Figure 2.13.a' et électron électro-diffusé 'Figure 2.13.b') (Figure 2.13). On constate que l'imagerie avec le mode d'électron électro-diffusé donne une meilleure observation des particules ultrafines collectées.

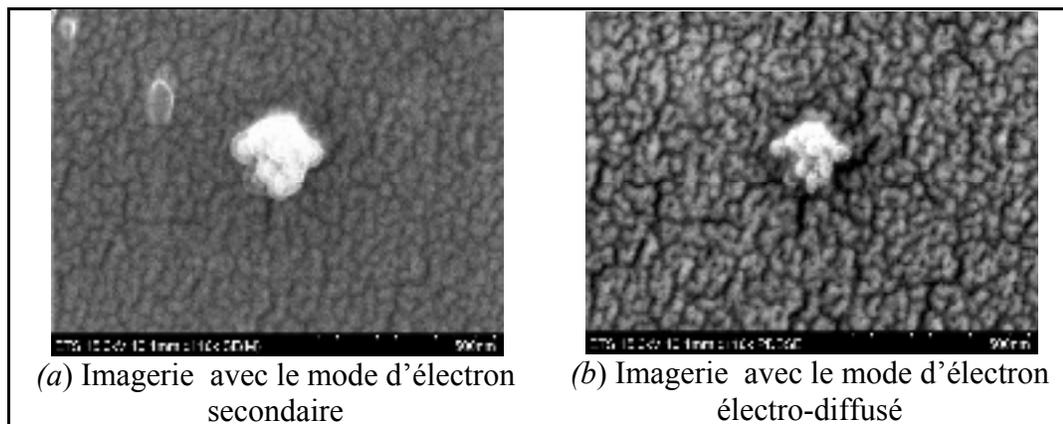


Figure 2.13 Particule ultrafine collectée durant une opération de rainurage à sec avec les deux modes d'imagerie : électron secondaire et électron électro-diffusé

2.3.2 Microanalyse (EDX)

Le microscope électronique à balayage (Figure 2.14) possède un détecteur de rayons X qui permet de récolter les photons produits par le faisceau d'électron primaire. Les rayons X sont des radiations électromagnétiques. L'énergie des photons X émis dans le MEB est comprise entre 0,5 et 30 KeV.



Figure 2.14 Microscopie électronique à balayage et microanalyse (Hitachi S-3600N)

Le détecteur de rayon X est capable de déterminer l'énergie des photons qu'il reçoit. Il va donc être possible de tracer un histogramme avec en abscisse les énergies des photons et en ordonnée le nombre de photons reçus. L'analyse de ces rayons permet d'obtenir des informations sur la nature chimique de l'atome (Joseph, 1992). L'interprétation des spectres

est facilitée par une base de données qui contient, pour chaque élément, les énergies et les intensités des raies qu'il produit (Figure 2.15).

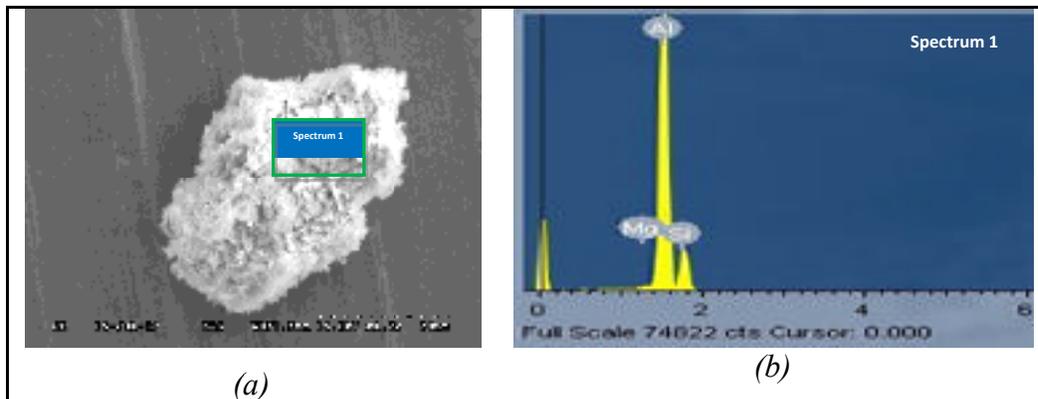


Figure 2.15 a) Micrographies MEB des particules ultrafines agglomérées b) Diffraction X

2.3.3 Microscope à force atomique (AFM)

Le principe de l'AFM repose sur les interactions entre une pointe et la surface d'un échantillon, qui donne lieu à des forces répulsives ou attractives. La technique nous permet de mettre en image la topographie de la surface et d'étudier d'autres phénomènes physiques à l'échelle nanométrique (Figure 2.16.a). Le balayage en (x,y) peut aller de quelques nanomètres à 140 μm . La sensibilité en z est de l'ordre de la fraction du nanomètre et le déplacement en z peut aller jusqu'à 3,7 μm (Hanley et Gray, 1999). Les mêmes substrats utilisés en MEB ont servis pour l'AFM (Figure 3.16.b). On constate que les résultats obtenus par cette méthode peuvent donner des informations (concentration) pour la comparer avec d'autres méthodes.

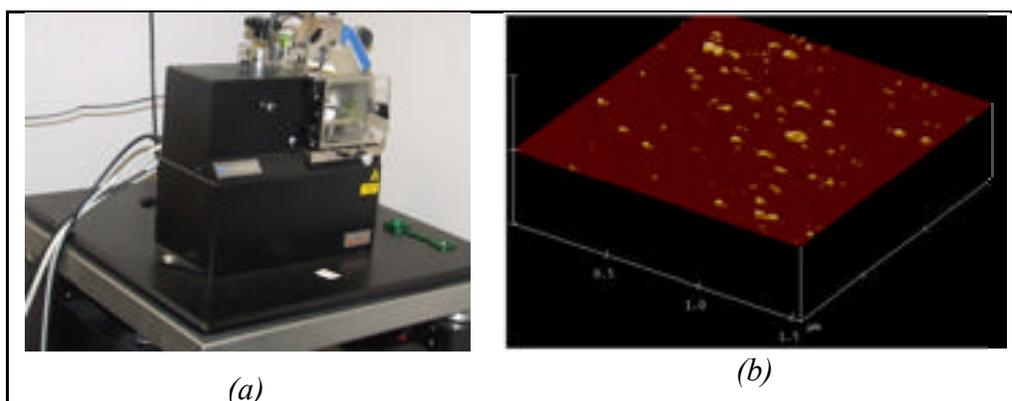


Figure 2.16 Image de la microscopie à force atomique

Les instruments de mesure utilisés dans ce travail sont le SMPS, NAS et MOUDI.

2.3.4 Scanning Mobility Particle Sizer (SMPS)

Il est possible de sélectionner la plage de tailles des particules selon la différence de potentiel imposée par l'opérateur. Par cet équipement, on peut cibler une plage de taille et utiliser une cassette avec un substrat afin de ne prélever que les tailles de particules voulues. Ceci permettra de les analyser par la suite en microscopie.

Selon le type de substrat, le montage expérimental d'échantillonnage peut changer. Pour le substrat en polycarbonate, une cassette est utilisée combinée avec le NAS (Nanometer Aerosol Sampler) comme source de pompage afin d'aspirer les particules. La figure 2.17 montre les deux montages. Les particules sont récupérées et déposées sur le substrat qui va être préparé pour caractériser en microscopie par la suite.

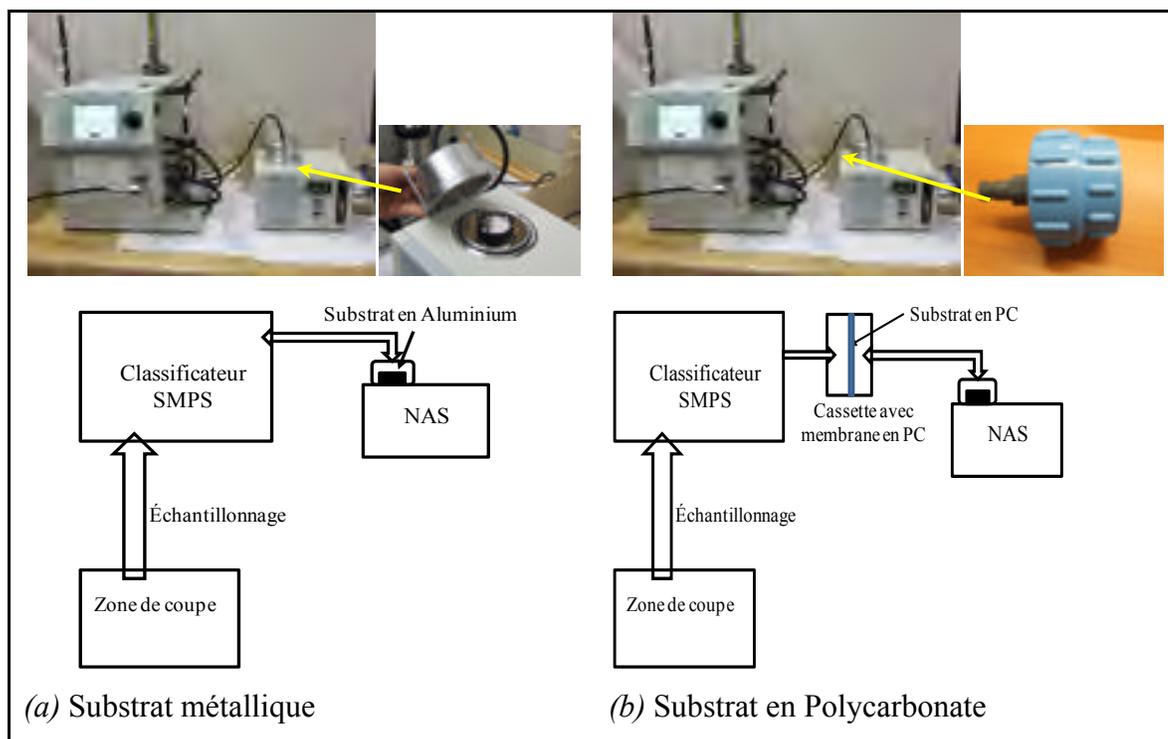


Figure 2.17 Montages expérimentaux pour échantillonnage des particules ultrafines par le SMPS et le NAS

2.3.5 Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor (MOUDI)

Le MOUDI utilisé dans ce travail est le modèle 110 rotatif avec 10 étages d'impaction (Figure 2.18). Pour l'échantillonnage, un substrat est collé sur chaque étage des impacteurs. Le substrat doit être plan et suffisamment fin pour pouvoir l'emboîter sur la plaque de l'impacteur par une bague de serrage. Généralement, les substrats métalliques sont de diamètre 35mm ou 47mm. Avant de procéder au prélèvement, les substrats sont trempés dans le méthanol 1 jour avant, rincés à l'eau distillée désionisée et séchés à l'étuve à 100 °C pendant 3 heures, ensuite sont stockés dans un endroit propre. Afin d'assurer une meilleure efficacité, une couche de graisse ou d'huile est appliquée délicatement sur les substrats.

Le montage est unique pour les substrats métalliques ou en polycarbonate dans le MOUDI. Chaque substrat est placé sur les différents étages du MOUDI afin de récupérer les particules déposées. Les substrats vont être traités (métallisation) pour les préparer à la caractérisation microscopique.

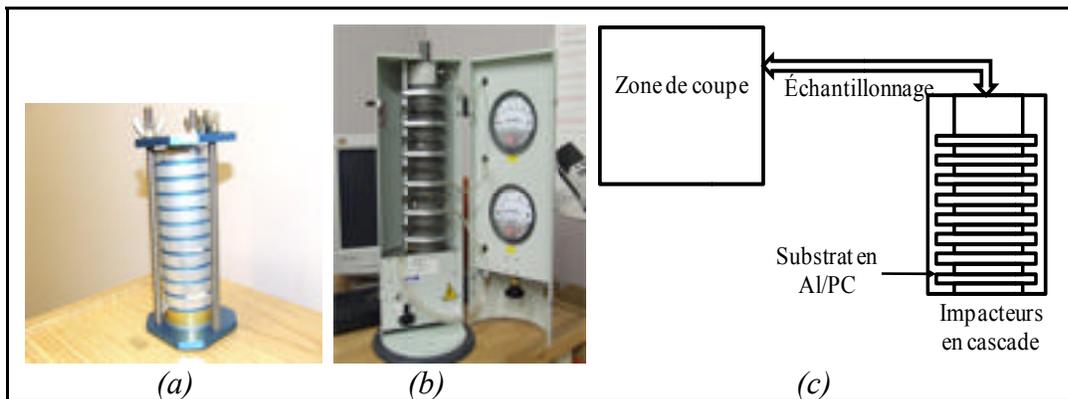


Figure 2.18 MOUDI : a) Porte échantillon, b) Vue générale : Structure des étages et c) Montage expérimental

2.3.6 Nanometer Aerosol Sampler (NAS)

Dans le cas du NAS, un seul substrat est utilisé afin de déposer les particules ultrafines. Un impacteur est utilisé afin de filtrer les particules aspirées. On ne peut échantillonner que des particules chargées. Il existe deux possibilités à savoir :

- utiliser directement le substrat du NAS ;

- utiliser un autre substrat métallique de forme plane placé avant le prélèvement sur le substrat du NAS : ceci permettra certaines manipulations comme l'application de couche de métallisation ou faire une transparisation afin de l'utiliser sur le MET (Figure 2.19.b) ;
- utilisation combinée avec le SMPS comme le montre la Figure 2.17.



Figure 2.19 NAS : a) Utilisation combinée SMPS&NAS, b) substrat métallique

2.4 Conclusion

Avant de développer un standard de mesure, il est nécessaire de développer une méthodologie globale à respecter afin de pouvoir mieux analyser les résultats. En général, la préparation des expériences est l'étape la plus importante dans l'étude. Les démarches doivent être respectées dans l'ensemble des expériences. Les démarches à suivre concernent en premier lieu les étapes de préparation avant échantillonnage et ensuite l'échantillonnage lui-même. La préparation des expériences comporte:

- la définition de la pièce et de l'outil ;
- la conception du protocole expérimental ;
- la définition des instruments de mesure et de système d'acquisition dépendamment de la nature du problème et le type de mesure ;
- la définition des paramètres de mesure en incluant le débit d'aspiration pour chaque instrument et la manière de prélèvement ;
- prendre en compte la longueur du tuyau d'aspiration (pertes et la méthode).

Il est nécessaire de prendre en compte certaines règles afin d'augmenter l'efficacité de la mesure. L'ensemble de ces règles est dans le but d'assurer une démarche standard qui garantit la conformité des mesures. Les règles générales à respecter sont :

- raccourcir la longueur du tuyau d'aspiration au minimum possible pour éviter les pertes ;
- définir la méthode d'aspiration et de récupération des particules sur un substrat ou mesurer la concentration ;
- définir le débit d'aspiration;
- s'assurer que le niveau de concentration est le même et le plus bas entre chaque essai pour pouvoir séparer les opérations et déterminer la quantité générée par une seule opération à part ;

Finalement, une bonne caractérisation implique que les substrats aient été bien préparés et que l'échantillonnage puisse être efficace pour pouvoir comparer et/ou obtenir des résultats similaires des différents instruments de mesure. L'originalité dans cette partie de ce manuscrit est le développement d'une procédure de prélèvement et de préparations des substrats adaptées aux PUF manufacturées et aux différents microscopes utilisés (MEB, MET et AFM). Des mesures expérimentales ont été exécutées afin de déterminer l'effet de position du tube et de la distance sur l'efficacité du captage. Les résultats obtenus a permis une meilleure connaissance de la composition de l'atmosphère ambiante proche de la zone de coupe tout en faisant progresser les moyens de captation et de caractérisation des PUF.

CHAPITRE 3

MORPHOLOGIE DES PARTICULES ULTRAFINES D'USINAGE ET SON INFLUENCE SUR LA MESURE

3.1 Introduction

Les instruments de mesure des particules ultrafines sont nombreux, cependant peu sont spécifiquement développés pour l'étude des particules métalliques émises lors de l'usinage. Ainsi, des instruments basés sur la mesure du diamètre de mobilité électrique tel que le SMPS ou du diamètre aérodynamique tel que le MOUDI, sont utilisés pour étudier les particules ultrafines mais sans prendre en considération la morphologie de ces particules. Les images obtenues au microscope électronique à transmission et à balayage ont montré que la morphologie des particules est particulièrement complexe. D'une façon générale, il convient d'être prudent quant à l'interprétation des données obtenues à l'aide des différentes techniques. Afin de les décrire nous allons tout d'abord introduire les paramètres décrivant la morphologie des particules puis nous détaillerons les informations granulométriques couramment employées.

3.2 Diamètres équivalents

La Figure 3.1 présente une représentation schématique d'un agrégat ainsi que les différents diamètres équivalents employés pour caractériser des particules ultrafines. Les diamètres définissant une particule ultrafine sont : le diamètre de particule primaire D_{pp} , le diamètre aérodynamique D_a , le diamètre équivalent en volume D_{ev} , le diamètre de mobilité électrique D_m , le diamètre de giration D_g et le diamètre de l'agrégat $D_{agrégat}$.

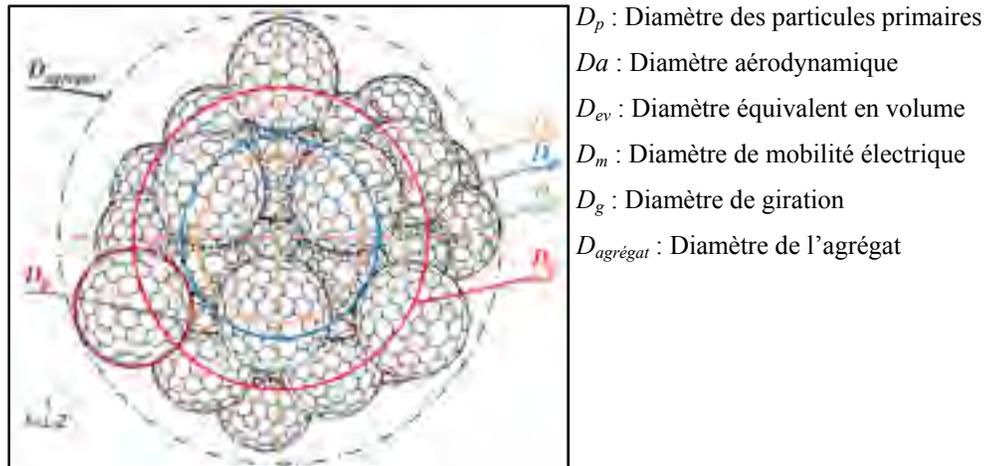


Figure 3.1 Diamètres caractéristiques d'une particule ultrafine

3.2.1 Diamètre des particules primaires D_{pp}

La particule primaire est le composant de base de l'agrégat. La connaissance de sa dimension est fondamentale à sa description.

3.2.2 Diamètre aérodynamique D_a

Le premier diamètre couramment utilisé en métrologie des aérosols est le diamètre aérodynamique. Il est déterminé généralement à l'aide d'un impacteur dans lequel les particules sont classées selon leur temps de relaxation τ qui est donné par:

$$\tau = m_p B \quad (3.1)$$

Avec m_p la masse de la particule et B la mobilité dynamique.

Le diamètre aérodynamique D_a correspond alors au diamètre d'une particule sphérique, de masse volumique unitaire et ayant la même vitesse de chute que la particule considérée. Il s'écrit :

$$D_a = \sqrt{\frac{18\mu\tau}{\rho_0 C_c}} \quad (3.2)$$

Avec : μ est la viscosité dynamique, τ est le temps de sédimentation, ρ_0 est la densité et C_c est le facteur de Cunningham

3.2.3 Diamètre équivalent en volume D_{ev}

Le diamètre équivalent en volume d'une particule représente le diamètre d'une particule sphérique ayant le même volume que la particule considérée si toute la matière était regroupée. Dans le cas des particules non-sphériques, le diamètre équivalent en volume correspond au diamètre de la particule sphérique en conservant les vides internes. Le diamètre équivalent en volume peut être défini à partir du nombre de particules primaires et du diamètre de celles-ci. Ce diamètre équivalent en volume s'avère utile lorsque l'on souhaite déterminer la masse des agrégats. La masse de l'agrégat m_a est définie comme suit:

$$m_a = \frac{\pi}{6} \rho_{pp} D_{ev}^3 \quad (3.3)$$

Où ρ_{pp} est la masse volumique des particules primaires (kg/m^3) et D_{ev} est le diamètre équivalent en volume.

Le volume correspond au volume occupé à la fois par le matériau (V_m) et par les vides internes de la particule (V_{vide}). On le relie au diamètre équivalent en volume à partir de la relation suivante :

$$V_p = \frac{\pi}{6} D_{ev}^3 = V_m + V_{vides} \quad (3.4)$$

La masse volumique de la particule présente le même type de définition que la masse volumique du matériau sauf qu'elle intègre les vides internes de la particule. On la définit alors à partir du volume de la particule et donc du diamètre équivalent en volume :

$$\rho_p = \frac{m_p}{V_p} = \frac{m_p}{\frac{\pi}{6} D_{ev}^3} \quad (3.5)$$

3.2.4 Diamètre équivalent en masse D_{em}

Ce diamètre équivalent est très proche du diamètre équivalent en volume à la différence qu'il n'intègre pas les vides internes de la particule. Pour une particule ne présentant aucun vide interne le diamètre équivalent en masse est alors égal au diamètre équivalent en volume. En

revanche pour une particule présentant de tels vides le diamètre de volume équivalent est alors supérieur au diamètre équivalent en masse. Le volume de matière de la particule V_m est le volume occupé par la totalité du matériau composant la particule. On relie généralement ce volume au diamètre équivalent en masse de la particule. Il s'écrit alors :

$$V_m = \frac{\pi}{6} D_{em}^3 \quad (3.6)$$

La masse volumique du matériau est la masse volumique moyenne des matériaux solides composant la particule. Cette masse volumique est alors définie à partir de la masse de la particule (m_p) et du volume de matière (V_m). On a alors :

$$\rho_m = \frac{m_p}{V_m} = \frac{m_p}{\frac{\pi}{6} D_{em}^3} \quad (3.7)$$

Pour des particules présentant des vides internes, on a évidemment $\rho_p < \rho_m$.

3.2.5 Diamètre de mobilité électrique D_m

Le diamètre de mobilité électrique D_m est défini comme étant le diamètre d'une particule sphérique ayant la même mobilité électrique Z_p . L'apparition de la mobilité dynamique B dans l'équation caractérise les forces exercées par le gaz porteur sur la particule en mouvement :

$$D_m = \frac{C_c}{3\pi\mu B} \quad (3.8)$$

3.2.6 Le diamètre de giration D_g

Le diamètre de giration D_g donne une estimation de la répartition massique des agrégats. Ce diamètre D_g correspond à la moyenne des carrés des distances (d_i) entre les particules primaires et le centre de masse de l'agrégat :

$$D_g^2 = \frac{4}{N_{pp}} \sum_i d_i^2 \quad (3.9)$$

Ce diamètre, intervenant dans la relation fractale est généralement déterminé par analyse de clichés de microscopie électronique à balayage.

3.2.7 Le diamètre de l'agrégat $D_{agrégat}$

Ce diamètre correspond au diamètre de la sphère enveloppant l'agrégat.

3.3 Régime d'écoulement et forme des particules

La forme d'une particule peut être définie à partir de la force de traînée. Il convient alors de définir les régimes d'écoulement en présence qui dépendent du diamètre de la particule considérée et de son nombre de Knudsen associé qui est décrit dans la section (1.8.4).

3.3.1 Force de traînée

Les forces qui s'appliquent sur une sphère de rayon R_p en mouvement rectiligne uniforme dans un fluide visqueux en régime laminaire sont déterminées comme suit :

- On se place dans le référentiel de la sphère. Le champ des vitesses est alors donné, en coordonnées cylindriques, par:

$$\vec{v} = \begin{cases} v_\infty \cos \theta \left(1 - \frac{3R_p}{2r} + \frac{R_p^3}{2r^3} \right) \\ -v_\infty \sin \theta \left(1 - \frac{3R_p}{4r} - \frac{R_p^3}{4r^3} \right) \end{cases} \quad (3.10)$$

Où v_∞ est la vitesse de la sphère par rapport au fluide.

- Le calcul de Δv donne :

$$\Delta \vec{v} = -\overline{\text{rot}}(\overline{\text{rot}}(\vec{v})) = \frac{3v_\infty R_p}{2r^3} (2 \cos \theta \vec{e}_r + \sin \theta \vec{e}_\theta) = -\overline{\text{grad}}\left(\frac{3v_\infty R_p \cos \theta}{2r^3}\right) \quad (3.11)$$

Cette équation est compatible avec l'équation de Navier-Stokes en régime laminaire à condition de poser :

$$P = P_0 - \frac{3\mu v_\infty R_p \cos \theta}{2r^2} \quad (3.12)$$

- On a par ailleurs $v(R_p, \theta) = 0$ quelque soit θ et $v \xrightarrow{r \rightarrow \infty} v_\infty$.
- On peut alors calculer la projection selon O_z des forces appliquées:
 - Pour les forces de pression on a :

$$dF_{z\text{pres}} = d\vec{F}_z = -P(R_p, \theta) R_p^2 \sin \theta d\theta d\phi \vec{e}_r \vec{e}_z = \frac{3\mu v_\infty R_p \cos^2 \theta \sin \theta}{2} d\theta d\phi \quad (3.13)$$

- Pour les forces visqueuses on a :

$$dF_{z\text{visc}} = d\vec{F}_{z\text{visc}} = \mu \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial r} \right)_{r=R} R_p^2 \sin \theta d\theta d\phi \vec{e}_\theta \vec{e}_z = \frac{3\mu v_\infty R_p \sin^3 \theta}{2} d\theta d\phi \quad (3.14)$$

- On intègre sur toute la surface, on trouve la résultante:

$$\vec{F} = 6\pi\mu R_p v_\infty \vec{e}_z \quad (3.15)$$

Une correction de l'équation de force de traînée doit être introduite pour tenir compte de la réduction de traînée qui se produit lorsque la vitesse relative du gaz à la surface de la particule est différente de zéro. La traînée est significative quand l'écoulement autour de la particule est en dehors du régime continuum ($K_n > 0.1$), alors à partir du nombre de Knudsen on peut alors définir le facteur de correction de Cunningham C_C (paragraphe 1.8.6).

Dans le régime de transition, l'asymptote entre les régimes d'écoulement permet un prolongement de la force de traînée sans percussions sur la correction de traînée.

L'asymptote de facteur de correction de traînée C_C tend vers 1 dans la limite de régime continu ($K_n = 0,1$) et dans le régime libre-moléculaire l'équation (1.21) devient :

$$C_C(K_n) \approx K_n[\alpha + \beta] \quad (3.16)$$

Pour une particule de diamètre D_p , évoluant à la vitesse v_∞ dans un gaz de viscosité μ on définit la force de traînée F_D (Baron et Willeke, 2001b) par :

$$F_D = \frac{3\pi\mu v_\infty D_p}{C_C(D_p)} \quad (3.17)$$

Le facteur de correction de Cunningham $C_C(D_p)$ permet de prendre en considération le régime d'écoulement présent autour de la particule considérée. Ainsi, la force de traînée dans les régimes transition et moléculaire est plus petite que la traînée pour le régime continu.

Selon le régime d'écoulement considéré (continu, transition ou libre-moléculaire) on peut simplifier plus ou moins ce facteur de correction et par la même occasion simplifier l'expression de la force de traînée des particules, comme il est montré dans le tableau 3.1 :

Tableau 3.1 Synthèse du nombre de Knudsen, du facteur de Cunningham et de la force de traînée dans différents régimes d'écoulement

| Régime | Continue | Transition | Libre-moléculaire |
|---------------------|------------------------|--------------------------------------|--------------------------------|
| D_p vs 2λ | $D_p \gg 2\lambda$ | $D_p \approx 2\lambda$ | $D_p \ll 2\lambda$ |
| K_n | $K_n \ll 1$ | $0.1 < K_n < 10$ | $K_n \gg 1$ |
| C_C | 1 | $1 + K_n[1,257 + 0,4 e^{-0,55/K_n}]$ | $1,66 K_n$ |
| F_D | $3\pi\mu v_\infty D_p$ | $3\pi\mu v_\infty D_p / C_C(D_p)$ | $1,8\pi\mu v_\infty D_p / K_n$ |

3.3.2 Force de traînée sur un corps axisymétrique

Dans le cas d'une sphère de diamètre D_p se déplaçant à une vitesse v_∞ dans un fluide, on a démontré qu'à partir des équations de l'hydrodynamique, la traînée est donnée par la formule de Stokes (3.15). Le facteur 6π est propre à la sphère, mais la structure du terme est générale. Dans la mesure où la traînée, qui est une force, est proportionnelle à la vitesse et à la viscosité (dont la dimension est celle d'une pression multipliée par un temps), elle doit être également proportionnelle à une longueur (caractéristique de l'objet). Dans le cas d'un corps axisymétrique dans un écoulement laminaire comme le montre la Figure 3.2, le tenseur des contraintes est donné par :

$$\tau = -pI + 2\mu d, \text{ ou } d = [\nabla v + (\nabla v)^T] \quad (3.18)$$

Ici z est l'axe axiale, \mathfrak{R} l'axe radiale du système de coordonnées, s la tangentielle et n la normale des vecteurs unitaires.

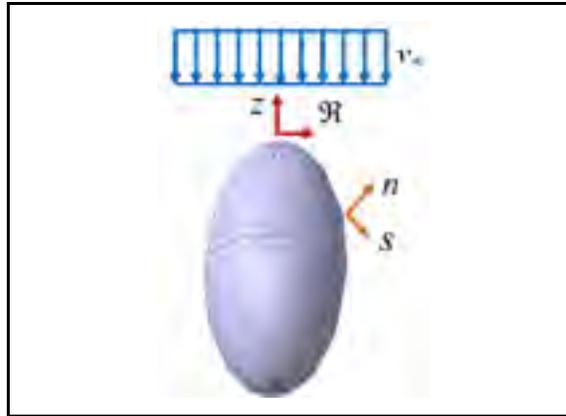


Figure 3.2 Schéma d'une particule axisymétrique dans un écoulement laminaire

Quand une particule de forme arbitraire se déplace dans un fluide, la résultante des contraintes agissant sur la surface du corps donne lieu à une force hydrodynamique F_D . En général, c'est donné par l'équation:

$$F_D = \int_S dS \tau \quad (3.19)$$

Où S est la surface du corps.

Pour un corps axisymétrique dans un écoulement laminaire, la résultante des contraintes n'est qu'une force de traînée agissant parallèlement à la direction de l'écoulement. On a :

$$F_z = F \cdot e_z = \int_S dS \tau e_z = \int_S n \tau e_z dS \quad (3.20)$$

Pour le système de coordonnées utilisé on a:

$$dS = 2\pi \mathfrak{R} ds \quad (3.21)$$

L'expression de $n \cdot \tau$ qui était évalués par (Happel et Brenner, 1983) est donnée par :

$$n \cdot \tau = -np + 2\mu \left(n \frac{\partial v_n}{\partial n} + s \frac{\partial v_n}{\partial s} \right) + s\mu \left(n \frac{\partial v_s}{\partial n} - \frac{\partial v_n}{\partial s} \right) = -np - 2\mu \nabla \left(\frac{1}{\mathfrak{R}} \frac{\partial \psi}{\partial s} \right) + s \frac{\mu}{\mathfrak{R}} E^2 \psi \quad (3.22)$$

Combinant (3.22) dans (3.20), il résulte:

$$F_z = \mu\pi \int \mathfrak{R}^3 \frac{\partial}{\partial n} \left(\frac{E^2 \psi}{\mathfrak{R}^2} \right) dS \quad (3.23)$$

Cette équation relie la fonction de ligne de courant Ψ avec la force de traînée d'un corps axisymétrique. L'évaluation de l'intégrale de l'équation (3.23) est assez compliquée.

Lorsque le fluide est au repos à l'infini, la force résultante dans un point pour un champ d'écoulement est donnée par :

$$\psi = \frac{F_z}{8\pi\mu} \frac{\mathfrak{R}^2}{r} \quad (3.24)$$

Avec

$$r^2 = \mathfrak{R}^2 + z^2 \quad (3.25)$$

Où r est le vecteur de position.

Comme, l'effet de l'écoulement sur une particule est similaire à un point, il s'ensuit que:

$$F_z = 8\pi\mu \lim_{r \rightarrow \infty} \frac{r\psi}{\mathfrak{R}^2} \quad (3.26)$$

Lorsque le fluide n'est pas au repos à l'infini, l'équation (3.26) est transformé a :

$$F_z = 8\mu\pi \lim_{r \rightarrow \infty} \frac{r(\psi - \psi_\infty)}{\mathfrak{R}^2} \quad (3.27)$$

Particules de forme sphéroïdale dans un écoulement laminaire

Considérons un écoulement laminaire qui passe par une particule de forme sphérique aplatie comme le montre la Figure 3.3.

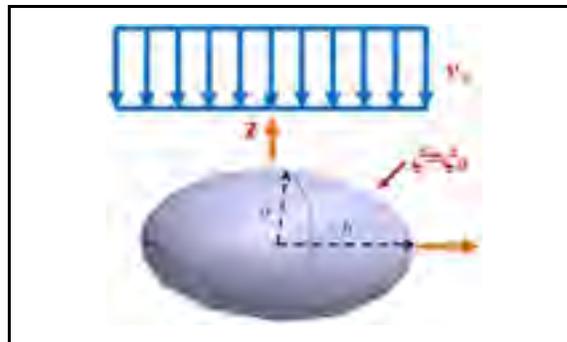


Figure 3.3 Schéma d'une particule sphéroïdale aplatie dans un écoulement laminaire

Les coordonnées de système appropriées sont les coordonnées de la particule sphéroïdale

(ξ, θ, ϕ) avec :

$$\begin{cases} x = c \cosh \xi \sin \theta \cos \phi \\ y = c \cosh \xi \sin \theta \sin \phi \\ z = c \sinh \xi \cos \theta \end{cases} \quad (3.28)$$

On pose :

$$\lambda = \sinh \xi, \quad \zeta = \cos \theta \quad (3.29)$$

Alors \mathfrak{R} et z peut être exprimée comme :

$$\mathfrak{R} = \sqrt{x^2 + y^2} = c \cosh \xi \sin \theta = c \sqrt{\lambda^2 + 1} \sqrt{1 - \zeta^2} \quad (3.30)$$

$$z = c \lambda \zeta \quad (3.31)$$

La plage de variation de λ et ζ est :

$$\infty > \lambda \geq 0 \text{ et } 1 \geq \zeta \geq -1 \quad (3.32)$$

Pour obtenir le champ d'écoulement autour de la particule de forme sphérique aplatie, l'équation d'écoulement bi-harmonique est donnée par :

$$E^4 \psi = 0 \quad (3.33)$$

Pour résoudre cette équation, on a posé les conditions aux limites suivantes :

$$\begin{aligned} \psi &= 0 \quad \text{à} \quad \lambda = \lambda_0 (\xi = \xi_0) \\ \frac{\partial \psi}{\partial \lambda} &= 0 \quad \text{à} \quad \lambda = \lambda_0 (\xi = \xi_0) \end{aligned} \quad (3.34)$$

$$\psi \rightarrow \frac{I}{2} \mathfrak{R}^2 v_\infty = \frac{v_\infty c^2}{2} (\lambda^2 + 1)(1 - \zeta^2) \quad \text{Si} \quad \lambda(\text{or} \xi) \rightarrow \infty \quad (3.35)$$

Aussi les équations suivant sont utilisés:

$$\frac{\partial}{\partial \xi} = \sqrt{\lambda^2 + 1} \frac{\partial}{\partial \lambda}, \quad \frac{\partial}{\partial \theta} = -\sqrt{1 - \zeta^2} \frac{\partial}{\partial \zeta} \quad (3.36)$$

En utilisant l'équation (3.36) dans l'expression de l'opérateur E :

$$E^2 = \frac{\partial^2}{\partial \mathfrak{R}^2} - \frac{\partial}{\mathfrak{R} \partial \mathfrak{R}} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \quad (3.37)$$

L'opérateur peut être reformulé comme :

$$E^2 = \frac{I}{c^2 (\lambda^2 + \zeta^2)} \left[(\lambda^2 + 1) \frac{\partial^2}{\partial \lambda^2} + (1 - \zeta^2) \frac{\partial^2}{\partial \zeta^2} \right] \quad (3.38)$$

La solution avec les conditions aux limites posées est sous forme :

$$\psi = (1 - \zeta^2) g(\lambda) \quad (3.39)$$

En injectant cette solution dans l'équation (3.33) et en utilisant l'opérateur de (Happel et Brenner, 1991), équation (3.38) on a :

$$\frac{(\lambda^2 + 1)(1 - \xi^2)}{c^4(\lambda^2 + \xi^2)} [4(G - \lambda G') + (\lambda^2 + \rho^2) G''] = 0 \quad (3.40)$$

Avec :

$$G(\lambda) = (\lambda^2 + 1) g''(\lambda) - 2g(\lambda) \quad (3.41)$$

Et :

$$E^2 \psi = \frac{1 - \zeta^2}{c^2(\lambda^2 + \zeta^2)} G(\lambda) \quad (3.42)$$

De l'équation (3.40), il résulte que :

$$4(G - \lambda G') + (\lambda^2 + \zeta^2) G'' = 0 \quad (3.43)$$

Il est à noter que le premier terme de l'équation (3.43) ne dépend que de λ , tandis que le second terme dépend λ et ζ . L'équation est satisfaite seulement si:

$$G'' = 0 \quad (3.44)$$

Et

$$G - \lambda G' = 0 \quad (3.45)$$

La solution adéquate avec les deux équations (3.44) et (3.45) est donné par :

$$G = C_1 \lambda \quad (3.46)$$

Où C_1 est une constante

De l'équation (3.46) il résulte que :

$$(\lambda^2 + 1)g'' - 2g = C_1\lambda \quad (3.47)$$

La solution générale de l'équation (3.47), qui est la somme des solutions homogènes et spécifique, sont données par :

$$g(\lambda) = \underbrace{-\frac{1}{2}C_1\lambda}_{\text{solution spécifique}} + \underbrace{\frac{1}{2}C_2[\lambda - (\lambda^2 + 1)\cot^{-1}\lambda] + C_3(\lambda^2 + 1)}_{\text{solution homogène}} \quad (3.48)$$

En injectons (3.48) dans (3.49), l'expression de la fonction Ψ devient :

$$\psi = (1 - \zeta^2) \left(-\frac{1}{2}C_1\lambda + \frac{1}{2}C_2[\lambda - (\lambda^2 + 1)\cot^{-1}\lambda] + C_3(\lambda^2 + 1) \right) \quad (3.49)$$

Les constantes C_1, C_2, C_3 sont déterminées en utilisant les conditions aux limites données par (3.34) et (3.35). Ceux-ci deviennent :

$$\begin{aligned} C_1 &= \frac{2v_\infty c^2}{\lambda_0 - (\lambda_0^2 - 1)\cot^{-1}\lambda_0} \\ C_2 &= -\frac{v_\infty c^2(\lambda_0^2 - 1)}{\lambda_0 - (\lambda_0^2 - 1)\cot^{-1}\lambda_0} \\ C_3 &= \frac{1}{2}v_\infty c^2 \end{aligned} \quad (3.50)$$

L'expression finale pour la fonction Ψ devient :

$$\psi = \frac{1}{2}v_\infty \Re^2 \left\{ I - \frac{\frac{\lambda}{(\lambda^2 + 1)} - \left[\frac{(\lambda_0^2 - 1)}{(\lambda_0^2 + 1)} \right] \cot^{-1}\lambda}{\frac{\lambda_0}{(\lambda_0^2 + 1)} - \left[\frac{(\lambda_0^2 - 1)}{(\lambda_0^2 + 1)} \right] \cot^{-1}\lambda} \right\} \quad (3.51)$$

Avec : $\lambda_0 = \sinh \xi_0$

Pour un déplacement d'une particule de forme sphérique aplatie avec une vitesse v_∞ dans un fluide au repos, la solution obtenue est :

$$\psi = \frac{1}{2} v_\infty \Re^2 \frac{\frac{\lambda}{(\lambda^2 + I)} - \left[\frac{(\lambda_0^2 - I)}{(\lambda_0^2 + I)} \right] \cot^{-1} \lambda}{\frac{\lambda_0}{(\lambda_0^2 + I)} - \left[\frac{(\lambda_0^2 - I)}{(\lambda_0^2 + I)} \right] \cot^{-1} \lambda} \quad (3.52)$$

La force exercée sur la particule de forme sphérique aplatie est obtenue à l'aide de (3.51) ou (3.52) dans les équations (3.26).

Pour $r \rightarrow c\lambda$ à des grandes distances de la particule de forme sphérique aplatie :

$$F_z = 8\mu\pi c \lim_{\lambda \rightarrow \infty} \frac{\lambda\psi}{\Re^2} \quad (3.53)$$

Il s'ensuit donc que :

$$F_z = \frac{8\mu\pi c v_\infty}{\lambda_0 - (\lambda_0^2 - I) \cot^{-1} \lambda_0} \quad (3.54)$$

L'équation (3.54) peut être exprimée comme :

$$F_z = 6\pi\mu a v_\infty \chi \quad (3.55)$$

Avec χ est le facteur de forme donné par l'équation suivante :

$$\chi = \frac{I}{\left\{ \frac{3}{4} \sqrt{\lambda_0^2 + I} \left[\lambda_0 - (\lambda_0^2 - I) \cot^{-1} \lambda_0 \right] \right\}} \quad (3.56)$$

Et :

$$c = \sqrt{a^2 - b^2}, \quad \lambda_0 = \frac{b}{c} = \frac{I}{\sqrt{\left(\frac{a}{b}\right)^2 - I}} \quad (3.57)$$

A partir de l'équation (3.55), la force de traînée pour les particules qui sont de révolution ellipsoïdales est donnée par :

$$F_D = 6\pi\mu v_\infty b \chi \quad (3.58)$$

Où b est le demi-axe équatorial de l'ellipsoïde et χ est un facteur de forme.

- Pour le mouvement d'une sphère allongée le long de l'axe polaire comme le montre la Figure 3.4.a, le facteur de forme est donné par :

$$\chi_{\square} = \frac{\frac{4}{3}(\beta^2 - 1)}{\frac{(2\beta^2 - 1)}{(\beta^2 - 1)^{1/2}} \ln \left[\beta + (\beta^2 - 1)^{1/2} \right] - \beta} \quad (3.59)$$

$$\text{avec : } \left(\beta = \frac{a}{b} \right)$$

Où β est le rapport entre le grand axe (a) au petit axe (b).

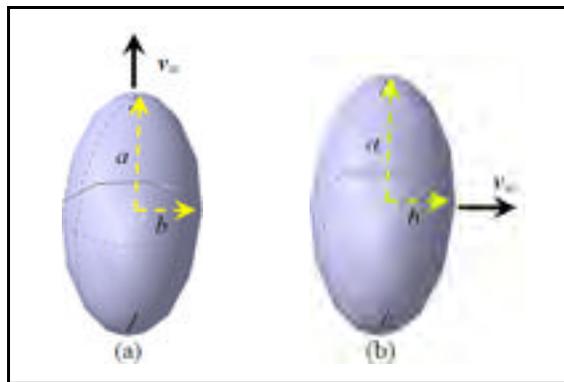


Figure 3.4 Représentation d'une particule rigide de forme sphéroïdal allongée

- Pour le mouvement d'une sphère de révolution allongée par rapport à l'axe polaire, comme le montre la Figure 3.4.b, le facteur de forme est donné par :

$$\chi_{\perp} = \frac{\frac{8}{3}(\beta^2 - 1)}{\frac{(2\beta^2 - 3)}{(\beta^2 - 1)^{1/2}} \ln \left[\beta + (\beta^2 - 1)^{1/2} \right] + \beta} \quad (3.60)$$

La Figure 3.5 montre une simulation numérique de l'écoulement de fluide autour d'une particule de forme sphéroïdale. Le domaine est cylindrique et est limité par une paroi dont la longueur est choisie suffisamment grande pour que l'état du fluide à cette extrémité influe

peu sur l'écoulement à proximité de la particule. Le fluide considéré est de l'air, pris dans les conditions standards.

Le générateur de maillage utilisé dans cette étude est Gambit 2.4.6. Le domaine physique est discrétisé de façon à ce que ce dernier soit plus raffiné, au niveau de la particule là où les mouvements d'air et le gradient de pression sont les plus importants. Loin de la particule le maillage est plus grossier et peu raffiné puisque, il n'est pas nécessaire d'investir trop de temps de calcul dans les régions qui influencent peu (11 564 nœuds, 23 364 faces et 11 800 cellules).

Une fois que la géométrie et le maillage du domaine physique étudié sont définis, on impose les conditions aux limites sur les différentes faces de la frontière. Le calcul numérique a été mené à l'aide du code de calcul Fluent 13.0.0, qui utilise la méthode des volumes finis.

D'après les résultats de simulation on remarque que la force exercée sur la particule est proportionnelle aux forces de pression dynamique exercées sur la surface caractéristique de chaque configuration. Comme la deuxième configuration présente la plus grande surface, la traînée sera plus importante (Figure 3.5.b).

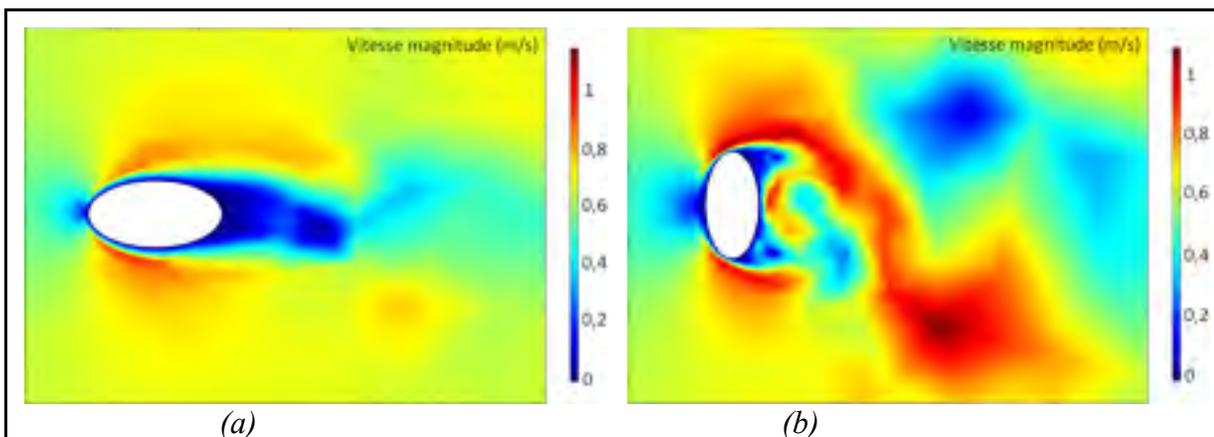


Figure 3.5 Simulation de l'écoulement autour d'une sphère allongée

- De même pour le mouvement d'une sphère aplatie de la révolution le long de l'axe polaire comme illustré à la Figure 3.6.a, le facteur de forme est donné par :

$$\chi_{\perp} = \frac{\frac{4}{3}(\beta^2 - 1)}{\frac{\beta(\beta^2 - 2)}{(\beta^2 - 1)^{1/2}} \tan^{-1}[(\beta^2 - 1)^{1/2}] + \beta} \quad (3.61)$$

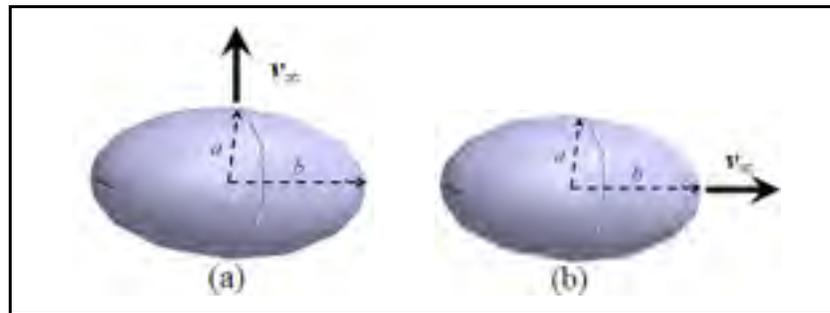


Figure 3.6 Représentation d'une particule rigide de forme sphéroïdal aplatie

- Pour le mouvement d'un sphéroïde aplatie transversale à l'axe polaire comme le montre la Figure 3.6.b, le facteur de forme est donné par :

$$\chi_{\square} = \frac{\frac{8}{3}(\beta^2 - 1)}{\frac{\beta(3\beta^2 - 2)}{(\beta^2 - 1)^{1/2}} \tan^{-1}[(\beta^2 - 1)^{1/2}] - \beta} \quad (3.62)$$

Disque mince de rayon b

La solution pour un disque de rayon b en mouvement perpendiculaire à son plan comme le montre la Figure 3.7 est obtenue en posant $\lambda_0 \rightarrow 0$ dans l'équation (3.52).

$$\psi = -\frac{v_{\infty} \mathfrak{K}^3}{\pi} \left(\frac{\lambda}{\lambda^2 + 1} + \cot^{-1} \lambda \right) \quad (3.63)$$

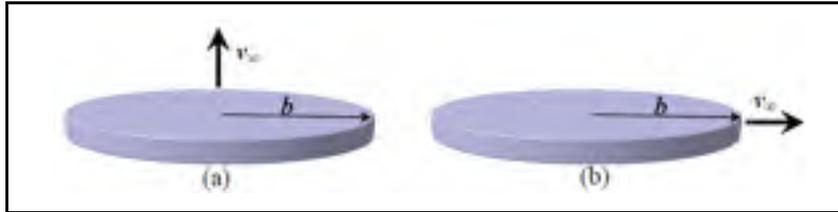


Figure 3.7 Représentation d'une particule rigide de forme d'un disque mince

- Pour le mouvement perpendiculaire au plan du disque comme le montre la Figure 3.7.a, la force de trainée est calculée comme suit :

$$F_D = 16\mu v_\infty b \quad (3.64)$$

- Pour le mouvement le long du plan du disque comme le montre la Figure 3.7.b, la trainée est donnée par :

$$F_D = \frac{32\mu v_\infty b}{3} \quad (3.65)$$

Tige allongée

Lorsque le grand axe a est beaucoup plus grande que le rayon équatorial b la particule de forme sphéroïdale ressemble à une tige longue et mince. Pour ce cas limite on a :

$$F_D = -\frac{4\mu\pi a v_\infty}{\ln\left(\frac{a}{b}\right) + \ln 2 - \frac{1}{2}} \quad (3.66)$$

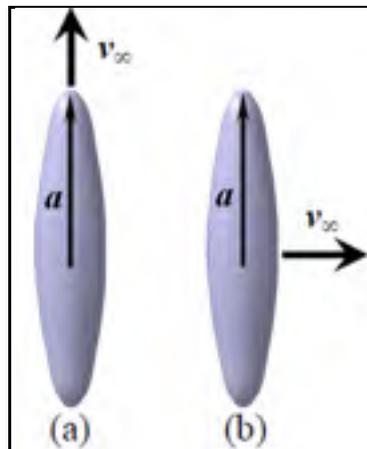


Figure 3.8 Représentation d'une particule rigide de forme d'une tige allongée

- Pour les mouvements le long de la tige comme le montre la Figure 3.8.a la force de trainée est calculée comme suit :

$$F_D = \frac{4\pi\mu v_\infty a}{\ln 2\beta} \quad (3.67)$$

- Pour les mouvements sur le côté de la tige comme le montre la Figure 3.8.b, la trainée est donnée par :

$$F_D = \frac{8\pi\mu v_\infty a}{\ln 2\beta} \quad (3.68)$$

3.3.3 Calcul de D_{ev} pour diverses formes de particules

a) Calcul de D_{ev} pour une particule de forme d'une sphère allongée

Le volume de la particule de forme d'une sphère allongée (Figure 3.9) est calculé de la manière suivante:

$$V = \frac{4}{3}\pi ab^2 \quad (3.69)$$

Avec a : demi-axe polaire, b : demi-axe équatorial.

Il résulte que le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{ab^2} \quad (3.70)$$

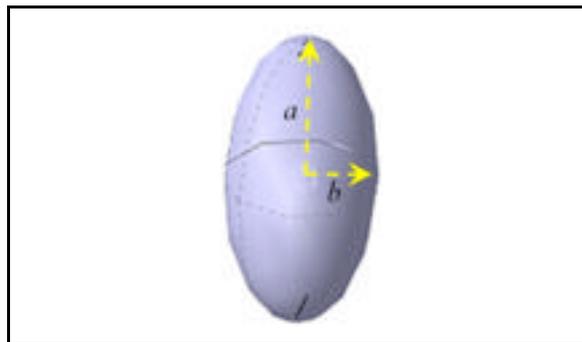


Figure 3.9 Représentation d'une particule rigide de forme sphéroïdal allongée

b) Calcul de D_{ev} pour un disque mince

Pour un disque mince (Figure 3.10), le volume est donnée par :

$$V = \pi R_C^2 h \quad (3.71)$$

Avec R_C : rayon du disque, h : hauteur de disque.

Alors, D_{ev} est calculé de la manière suivante:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{6R_C^2 h} \quad (3.72)$$

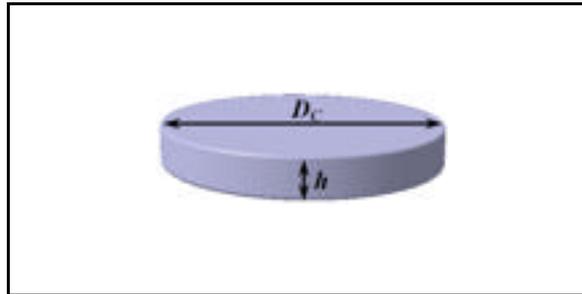


Figure 3.10 Représentation d'une particule rigide de forme cylindrique

c) Calcul de D_{ev} pour un cube

Pour une particule de forme cubique (Figure 3.11), D_{ev} est donnée par :

$$D_{ev} = s \sqrt[3]{\frac{6}{\pi}} \quad (3.73)$$

Avec :

s : côté d'un cube, $V = s^3$



Figure 3.11 Représentation d'une particule rigide de forme cubique

3.3.4 Estimation du facteur de forme dynamique χ

Les particules non-sphériques engendrent plus de traînée que leur volume ou masse sphérique équivalente car elles présentent une plus grande surface d'interaction avec l'air. Si la force de traînée est exprimée en fonction du diamètre de volume équivalent, un second facteur de correction doit être utilisé pour rendre compte de l'augmentation de la traînée due à la forme non sphérique. Cette correction est appelée le facteur de forme dynamique χ (Fuchs, 1964b). Le facteur de forme est défini comme étant le rapport entre la force de résistance F_D^p (la force de traînée) sur la particule non-sphérique considérée et la force de résistance F_D^{ev} exercée sur la particule sphérique de volume équivalent, lorsque les deux se déplacent à la même vitesse relative par rapport au gaz (Hinds, 1999a) on a :

$$\chi = \frac{F_D^p}{F_D^{ev}} \quad (3.74)$$

Pour des particules de forme irrégulière le facteur de forme est supérieur à 1 et pour des particules sphériques, il est logiquement de 1.

L'équation générale pour la force de traînée d'une particule dans un régime d'écoulement est donnée par l'équation (3.17). Pour la même particule évoluant à la vitesse relative v_∞ dans un gaz de viscosité dynamique μ et exprimé par un diamètre équivalent en volume D_{ev} , on définit la force de traînée F_D^p par :

$$F_D^p = \chi F_D^{ev} = \frac{3\pi\mu v_\infty \chi \cdot D_{ev}}{C_C(D_{ev})} \quad (3.75)$$

La Figure 3.12 montre la variation de diamètre équivalent en volume en fonction des différents facteurs de forme.

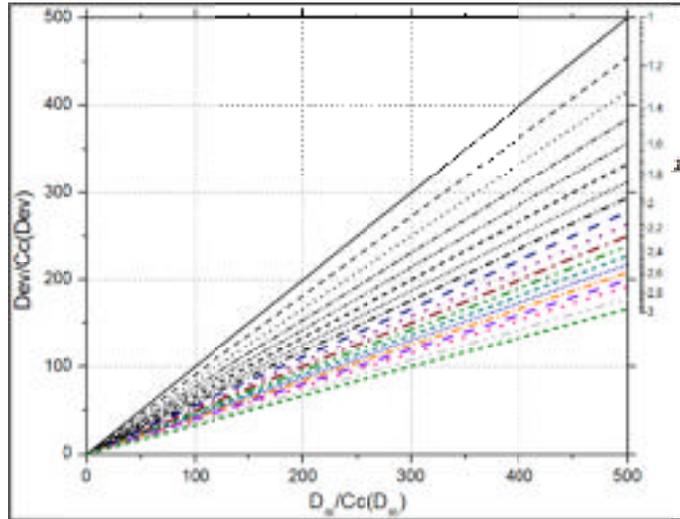


Figure 3.12 Influence de l'augmentation du facteur de forme sur la valeur de diamètre équivalent en volume

Estimation de χ_c dans le régime continu

Le facteur de forme dynamique χ_c dans le régime continu est:

$$\chi_c = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{D_p}{D_{ev}} \quad (3.76)$$

Où D_{ev} est le diamètre d'une sphère ayant le même volume que la particule non sphérique.

- Pour une particule de forme sphérique allongée :

- Le mouvement le long de la particule est:

$$F_D^P = \frac{4\pi\mu v_\infty a}{\ln 2\beta} \quad (3.77)$$

avec : $(\beta = \frac{a}{b})$

$$F_D^{ev} = 3\pi\mu v_\infty D_{ev} \quad (3.78)$$

- Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{ab^2} \quad (3.79)$$

$$\chi_c = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{4a}{3 \ln 2 \beta \sqrt[3]{ab^2}} \quad (3.80)$$

- Le mouvement sur le côté de la particule de forme sphérique allongée est:

$$F_D^P = \frac{8\pi\mu v_\infty a}{\ln 2 \beta} \quad (3.81)$$

$$F_D^{ev} = 3\pi\mu v_\infty D_{ev} \quad (3.82)$$

- Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{ab^2} \quad (3.83)$$

$$\chi_c = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{8a}{3 \ln 2 \beta \sqrt[3]{ab^2}} \quad (3.84)$$

- Pour une particule de forme d'un disque mince:

- Le mouvement perpendiculaire au plan du disque est:

$$F_D^P = 16\mu v_\infty R_c \quad (3.85)$$

$$F_D^{ev} = 3\pi\mu v_\infty D_{ev} \quad (3.86)$$

- Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{6R_c^2 h} \quad (3.87)$$

$$\chi_c = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{16R_c}{3\pi\sqrt[3]{6R_c^2h}} \quad (3.88)$$

○ Pour le mouvement le long du plan du disque est :

$$F_D^P = \frac{32\mu v_\infty R_c}{3} \quad (3.89)$$

$$F_D^{ev} = 3\pi\mu v_\infty . D_{ev} \quad (3.90)$$

○ Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{6R_c^2h} \quad (3.91)$$

$$\chi_c = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{32R_c}{9\pi\sqrt[3]{6R_c^2h}} \quad (3.92)$$

Estimation de χ_v dans le régime libre-moléculaire

Le facteur de forme dynamique χ_v dans le régime libre-moléculaire est comme suite :

$$\chi_v = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{D_p}{D_{ev}} \frac{C_C(D_{ev})}{C_C(D_p)} \quad (3.93)$$

Avec :

$$C_C(D) \approx \frac{2\lambda}{D} [1.257 + 0.4] = \frac{3,314\lambda}{D} \quad (3.94)$$

Alors :

$$\chi_v = \left(\frac{D_p}{D_{ev}} \right)^2 \quad (3.95)$$

• Pour une particule de forme d'une sphère allongée :

○ Le mouvement le long de la particule est:

$$F_D^P = \frac{4\pi\mu v_\infty a}{C_C(a) \ln 2\beta} \quad (3.96)$$

$$\text{avec : } (\beta = \frac{a}{b})$$

$$F_D^{ev} = \frac{3\pi\mu v_\infty D_{ev}}{C_C(D_{ev})} \quad (3.97)$$

- Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{ab^2} \quad (3.98)$$

$$\chi_v = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{4}{3} \frac{a^2}{\sqrt[3]{ab^2} \ln 2\beta} \quad (3.99)$$

- Le mouvement sur le côté de la particule de forme sphérique allongée est:

$$F_D^P = \frac{8\pi\mu v_\infty a}{C_C(a) \ln 2\beta} \quad (3.100)$$

$$F_D^{ev} = \frac{3\pi\mu v_\infty D_{ev}}{C_C(D_{ev})} \quad (3.101)$$

- Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{ab^2} \quad (3.102)$$

$$\chi_v = \frac{F_D^P}{F_D^{ev}} = \frac{8}{3} \frac{a^2}{\sqrt[3]{ab^2} \ln 2\beta} \quad (3.103)$$

- Pour une particule de forme d'un disque mince:

- Le mouvement perpendiculaire au plan du disque est:

$$F_D^P = \frac{16\mu v_\infty R_c}{C_C(R_c)} \quad (3.104)$$

$$F_D^{ev} = \frac{3\pi\mu v_\infty D_{ev}}{C_C(D_{ev})} \quad (3.105)$$

- Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{6R_c^2 h} \quad (3.106)$$

$$\chi_v = \frac{F_D^p}{F_D^{ev}} = \frac{16}{3} \frac{R_c^2}{\pi \cdot \sqrt[3]{6R_c^2 h}} \quad (3.107)$$

- Le mouvement le long du plan du disque est :

$$F_D^p = \frac{32\mu v_\infty R_c}{3C_C(R_c)} \quad (3.108)$$

$$F_D^{ev} = \frac{3\pi\mu v_\infty D_{ev}}{C_C(D_{ev})} \quad (3.109)$$

- Le diamètre de la sphère équivalente en volume est:

$$D_{ev} = \sqrt[3]{6R_c^2 h} \quad (3.110)$$

$$\chi_v = \frac{F_D^p}{F_D^{ev}} = \frac{32}{9} \frac{R_c^2}{\pi \cdot \sqrt[3]{6R_c^2 h}} \quad (3.111)$$

Estimation de χ_t dans le régime de transition

Dahneke a introduit l'expression de la sphère ajustée pour permettre l'estimation de la force de traînée sur une particule à travers les régimes d'écoulement (Dahneke, 1973a). Dans cette formulation, le diamètre de la sphère ajustée (D_{aj}) remplace D_{ev} dans le facteur de correction de glissement dans le calcul de traînée:

$$F_D^{ev} = \frac{3\pi\mu v_\infty \chi_c D_{ev}}{C_C(D_{aj})} \quad (3.112)$$

D_{aj} est un diamètre qui permet une transition du régime continu jusqu'au régime libre-moléculaire, il est donnée par :

$$D_{aj} = \frac{\chi_v}{\chi_c} D_{ev} \quad (3.113)$$

En utilisant l'équation (3.113) et l'équation générale de la force de traînée (3.17), on peut estimer le facteur de forme dynamique dans le régime de transition par:

$$\chi_t(K_n) = \chi_c \frac{C_c(D_{ev})}{C_c\left(\frac{\chi_v}{\chi_c} D_{ev}\right)} \quad (3.114)$$

3.3.5 Estimation de diamètre équivalent en volume

La mesure du diamètre de mobilité électrique est obtenue par un équilibre de forces, entre la force électrique d'un champ électrique constant et la force de traînée de la particule. La force électrique sur la particule est:

$$F_{elec} = neE \quad (3.115)$$

Où, n est le nombre de charge de la particule, e est l'unité élémentaire de charge, et E est l'intensité du champ électrique.

Dans les conditions typiques de l'analyseur différentiel de mobilité (Figure 3.13), une particule atteint une vitesse de migration rapidement quand la force de traînée et électrique sont égales et opposées. La relation entre le diamètre équivalent en volume (D_{ev}) et de mobilité (D_m) est obtenue par la mobilité électrique, Z_p , définie comme la vitesse de l'état d'équilibre de migration d'une particule par unité d'intensité de champ électrique :

$$Z_p = \frac{neC_c(D_{ev})}{3\pi\mu\chi_i D_{ev}} = \frac{neC_c(D_m)}{3\pi\mu D_m} \quad (3.116)$$

La Figure 3.13.b illustre les trajectoires des particules sphériques de différentes tailles dans un champ électrique. Elle montre également une particule irrégulière avec un volume identique à celle de la sphère plus grande qui suit la même trajectoire. A partir de l'équation

(3.116) et en supposant que la particule et sa sphère équivalent en volume ont la même mobilité électrique comme le montre la Figure 3.13, on obtient la relation suivante:

$$\frac{D_m}{C_c(D_m)} = \frac{\chi_t D_{ev}}{C_c(D_{ev})} \quad (3.117)$$

Avec χ_t le facteur de forme en régime de transition.

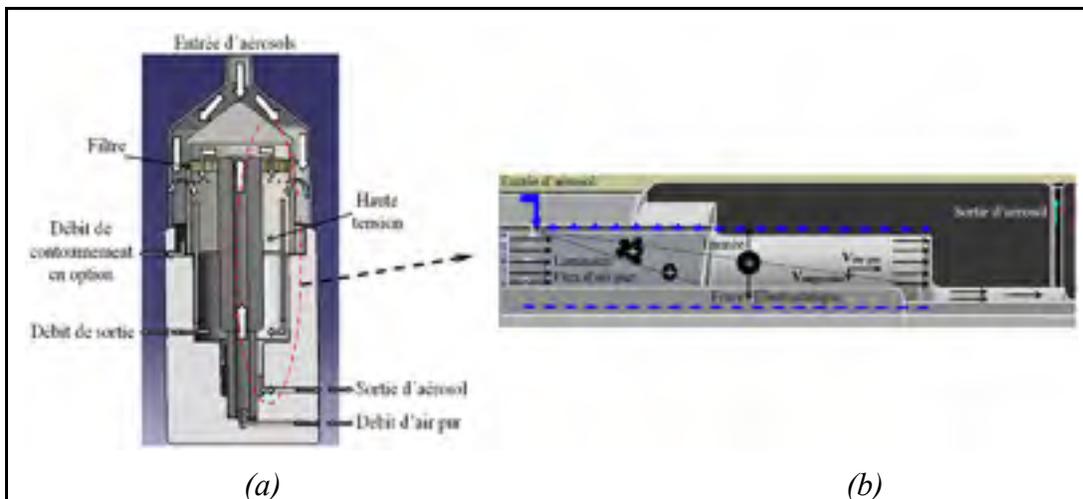


Figure 3.13 Illustration d'un analyseur différentiel de mobilité (DMA)

Ici c'est la vitesse de la particule par rapport au gaz environnant qui est le paramètre important. Aux faibles vitesses, l'écoulement du gaz environnant autour de la particule est laminaire, c'est-à-dire sans turbulences. L'air possède une vitesse locale, égale à celle du corps à la surface de celui-ci, et décroissant régulièrement en fonction de son éloignement du corps. Les couches de l'air glissent les unes sur les autres, avec frottement interne; c'est le phénomène de viscosité. L'effet résultant sur le corps de ces forces de frottement internes le freine et donne la traînée. Dans ces situations, on peut admettre que la traînée, dirigée en sens inverse de la vitesse, lui est proportionnelle. Un autre régime se rencontre pour des vitesses relatives nettement plus élevées. La particule pousse violemment le gaz environnant devant elle et il se forme à l'arrière un sillage avec turbulences où l'air est partiellement entraîné avec la particule. Dans ce régime, c'est la mise en mouvement du gaz environnant par la

particule, donc son inertie, qui prédomine dans l'effet de traînée. Entre ces deux régimes, il existe toute une gamme de vitesses intermédiaires pour lesquelles les deux propriétés, viscosité et inertie du fluide, jouent un rôle, et la relation traînée-vitesse n'y possède pas d'expression simple. Les particules dans l'analyseur différentiel de mobilité (DMA) sont généralement dans le régime de transition. La Figure 3.14 représente un exemple de courbe d'une réponse en masse pour des particules ultrafines émises durant l'usinage à sec.

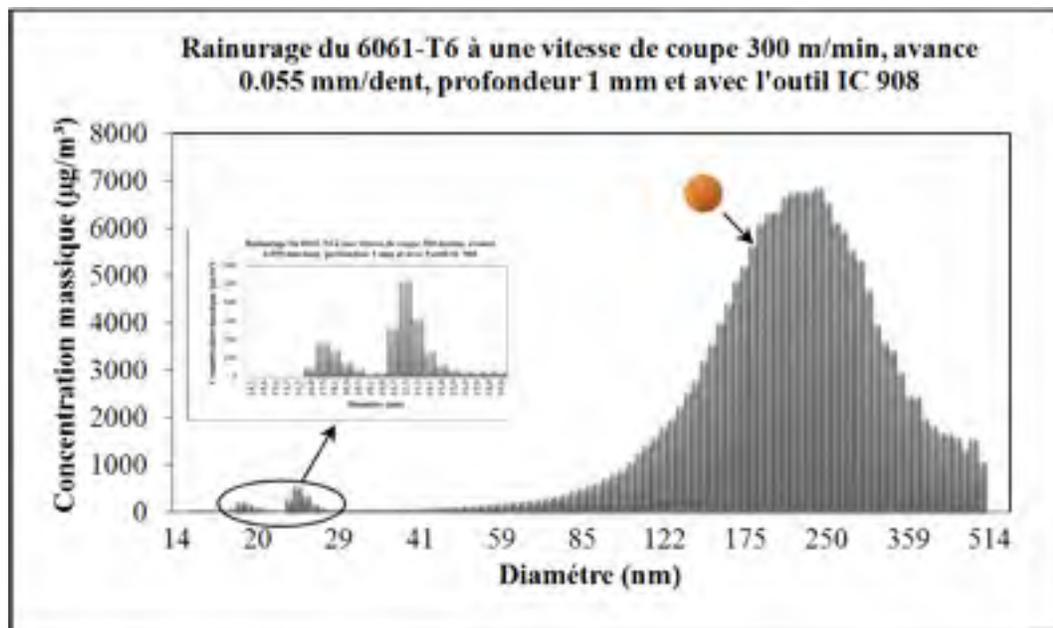


Figure 3.14 Distribution en masse des particules ultrafines en fonction de leur diamètre

3.3.6 La forme des particules

Après la collecte des particules ultrafines avec le MOUDI, des images obtenues au microscope électronique à transmission et à balayage ont montré différentes formes de particules ultrafines parfaitement hétérogènes (Figure 3.15) et en agglomérat (Figure 3.16). Cette morphologie dépend, à la fois, de la nature du matériau et du mécanisme qui les a produites. De même, l'agglomération des particules ultrafines ne conduit pas à la production de particules sphériques (Figure 3.16). En fait, à l'exception de particules ultrafines produites par condensation et solidification d'une vapeur, on ne rencontre que rarement des particules

solides sphériques. Par contre le spectre de distribution des particules donné par le SMPS est représenté sous l'hypothèse que ces particules sont parfaitement sphériques, ce qui ne présente pas la réalité de la forme de nos particules.

Généralement, on distingue deux familles morphologiques :

- les isométriques qui ont sensiblement les mêmes dimensions selon les trois dimensions (Figure 3.15) obtenus par le MET;
- les platées qui sont des particules dont deux dimensions sont grandes par rapport à la troisième (Figure 3.16) obtenus par le MEB.

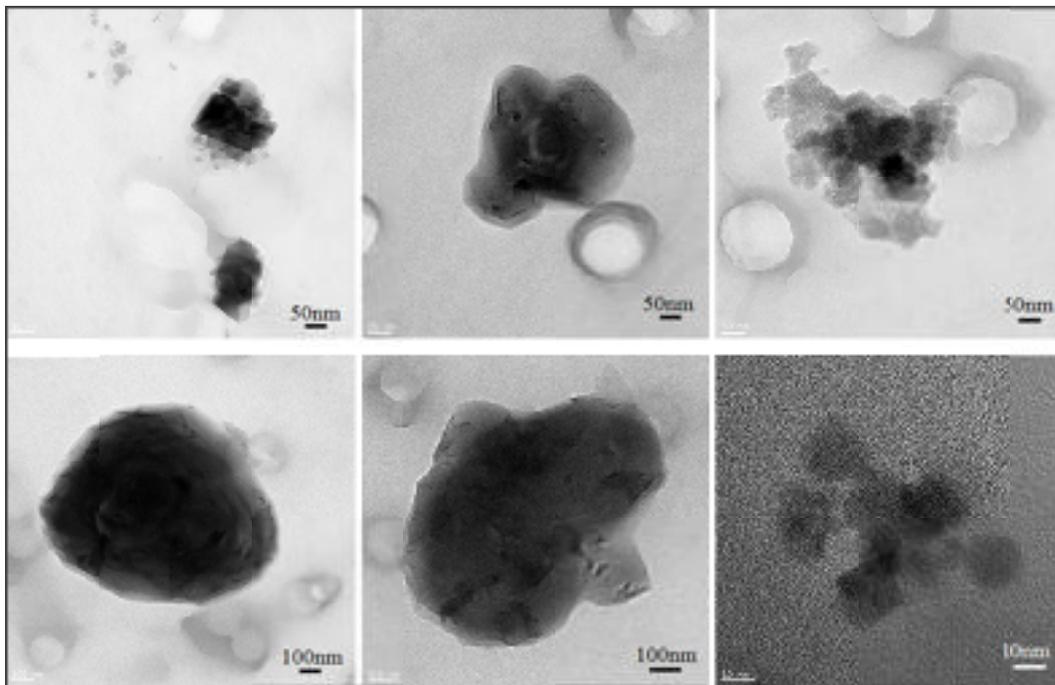


Figure 3.15 Particules ultrafines produite pendant l'usinage (MET)

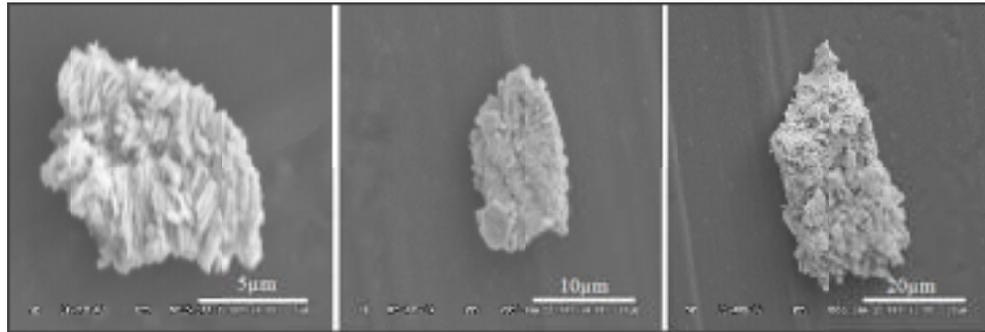


Figure 3.16 Particules produites pendant le rainurage en fraisage à une vitesse de coupe de 300 m/min, avance 0,055 m/dent, profondeur de 1 mm et avec un outil IC 908 (MEB)

La forte agglomération est due soit à leur charge électrique acquise lors leur génération, soit lors de l'échantillonnage par l'augmentation du taux de collision qui entraîne une augmentation d'agglomération. La taille moyenne de ces particules est de 100 nm, par contre les agglomérats formés sont de taille variant de quelque micron à des centaines de micron et leur forme est très irrégulière. Une correction de forme sur la réponse en masse pour les différentes formes observées à l'aide de microscopie (disque mince, sphère allongée, cube régulier) est représentée dans la Figure 3.17. Pour des particules sphériques, D_m est égal à D_{ev} . Pour des particules non sphériques, D_m est toujours supérieure à D_{ev} parce que $\chi_t > 1$, et C_C est une fonction décroissante de D_{ev} (Figure 3.18).

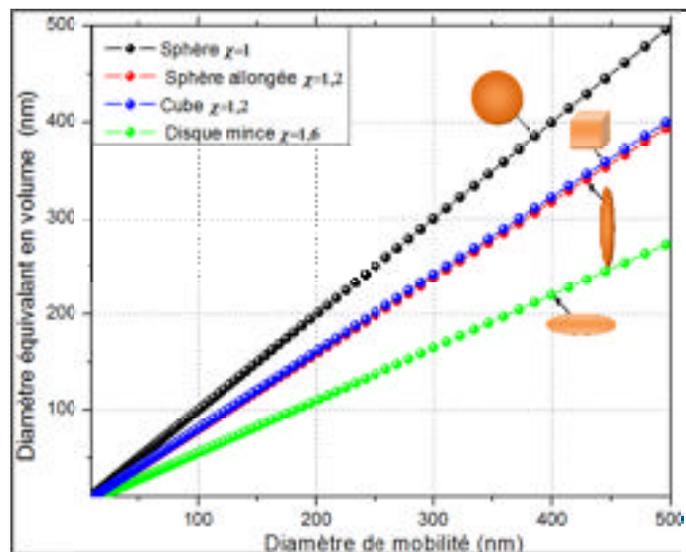


Figure 3.17 Variation de diamètre en fonction des facteurs de forme évalués par rapport aux images de MET et MEB

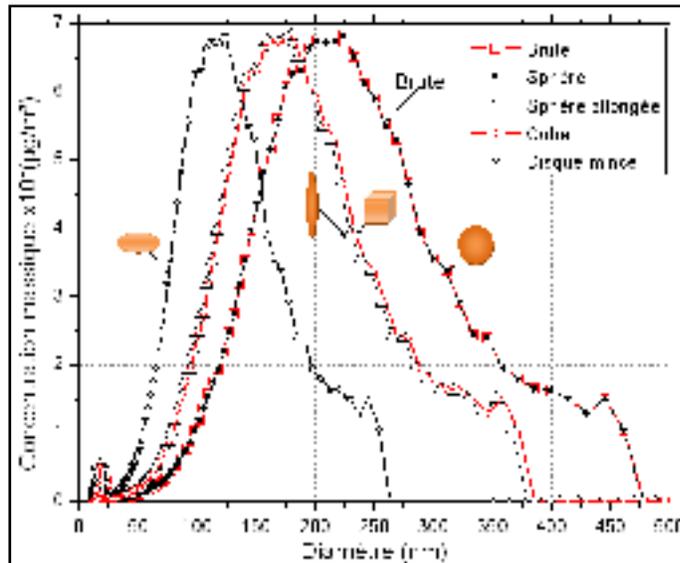


Figure 3.18 Correction des données brutes pour des formes non sphériques observées par microscopie MET et MEB

3.3.7 Effets de régime d'écoulement sur les mesures

La vitesse limite (v_∞) est une mesure des propriétés aérodynamiques de la particule. Elle est obtenue lorsque la force gravitationnelle (F_g) est égale et de sens opposée à la force de traînée:

$$F_g = m_p g = \rho_p \frac{\pi}{6} D_{ev}^3 g = \frac{3\pi\mu v_\infty \chi D_{ev}}{C_c(D_{ev})} = F_D^{ev} \quad (3.118)$$

Comme indiqué plus haut à la section 1.3.1.2, le diamètre aérodynamique correspond au diamètre d'une particule sphérique, de masse volumique unitaire et ayant la même vitesse limite que la particule considérée. L'équation (3.118) peut être exprimée comme suit :

$$F_g = m_p g = \rho_0 \frac{\pi}{6} D_a^3 g = \frac{3\pi\mu v_\infty \chi D_a}{C_c(D_a)} \quad (3.119)$$

A l'aide des deux équations 3.118 et 3.119, on parvient :

$$D_a = D_{ev} \sqrt{\frac{1}{\chi} \frac{\rho_p}{\rho_0} \frac{C_c(D_{ev})}{C_c(D_a)}} \quad (3.120)$$

Diamètre aérodynamique dans le régime Continu

Dans la limite du régime continu, le diamètre aérodynamique est notée D_{ac} et $C_c(D_{ac}) = C_c(D_{ev}) = 1$. En utilisant cette relation on obtient :

$$D_{ac} = D_{ev} \sqrt{\frac{1}{\chi_c} \frac{\rho_p}{\rho_0}} \quad (3.121)$$

Diamètre aérodynamique de vide

Dans le régime libre-moléculaire, le diamètre aérodynamique est appelé le diamètre aérodynamique de vide (D_{av}). Le diamètre aérodynamique de vide est lié à D_{ev} par :

$$D_{av} = D_{ev} \frac{1}{\chi_v} \frac{\rho_p}{\rho_0} \quad (3.122)$$

Avec :

$$C_c(D_{ev}) = \frac{3,314\lambda}{D_{ev}} \quad (3.123)$$

$$C_c(D_{av}) = \frac{3,314\lambda}{D_{av}}$$

Dans ce régime, la vitesse des particules reste constante en raison de l'absence de collisions avec des molécules de gaz. L'effet de la gravité est négligeable, car il produit une vitesse verticale très faible par rapport à une vitesse horizontale.

Diamètre aérodynamique de transition

Dans le régime de transition, le diamètre aérodynamique est appelé le diamètre aérodynamique de transition (D_{at}). Le diamètre aérodynamique de transition est lié aux deux régimes continus et libre-moléculaire:

- Dans la zone proche de régime continu, Le diamètre aérodynamique de transition est lié à D_{ev} par :

$$D_{at} = D_{ev} \sqrt{\frac{I \rho_p}{\chi_c \rho_0}} \quad (3.124)$$

- Dans la zone proche de régime libre-moléculaire, Le diamètre aérodynamique de transition est lié à D_{ev} par :

$$D_{at} = \frac{\rho_p}{\rho_0} \frac{D_{ev}}{\chi_v} \quad (3.125)$$

- Entre les deux régimes, Le diamètre aérodynamique de transition est lié à D_{ev} par:

$$D_{at} = \frac{D_{ev}^2 \frac{I \rho_p}{\chi_c \rho_0}}{\frac{\rho_p D_{ev}}{\rho_0 \chi_v}} \Leftrightarrow D_{at} = D_{ev} \frac{\chi_v}{\chi_c} = D_{adj} \quad (3.126)$$

Chen, Cheng, Dahneke montrent dans leurs travaux que cette formulation est en accord avec les données expérimentales dans le régime de transition pour les particules ultrafines (Chen, 1993; Cheng, 1991; Dahneke, 1973a). Au sein du classificateur DMA, l'écoulement des particules collectées est dans un régime transitoire. En combinant les équations (3.117), (3.120) et (3.114) on obtient:

$$D_a = \frac{C_c(\chi_v D_{ev})}{\chi_c C_c(D_m)} \sqrt{\frac{1}{\chi_c} \frac{\rho_p}{\rho_0} D_m} \quad (3.127)$$

Knutson a déterminé la relation entre les paramètres de classification de la particule et de la mobilité électrique dans l'équation 1.42 (Knutson, 1975). En combinant les deux équations (3.127) et (1.42), on obtient une relation qui relie le diamètre aérodynamique de la particule à la tension, au nombre de charges, au débit et à la géométrie de DMA:

$$D_a = \frac{2Ne\bar{V}LC_c(\chi_v D_{ev})}{3\mu q_{sh} \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)\chi_c} \sqrt{\frac{1}{\chi_c} \frac{\rho_p}{\rho_0}} \quad (3.128)$$

Les travaux de (Hess, 1986; Kutz, 1990; Schmidt-Ott, 1990; Van Gulijk et al., 2004) montrent qu'il existe une relation entre le nombre de particule primaire N_p et le diamètre de giration D_g de l'agrégat. Schmidt-Ott admet qu'il existe un rapport constant entre le diamètre de mobilité électrique et celui de giration (Schmidt-Ott, 1990) :

$$N_p \propto D_g^{D_f} \propto \left(\frac{D_m}{D_{pp}}\right)^{D_f} \quad (3.129)$$

En fonction de cette équation, Ouf et al. (2008) ont proposé une relation entre le diamètre de mobilité électrique et le nombre de particule primaire en fonction de dimension fractale, qui est donné par :

$$D_m = \alpha \cdot D_{pp} \cdot N_p^{1/D_f} \quad (3.130)$$

En combinant les deux équations (3.127) et (3.130), on obtient une relation qui relie le diamètre aérodynamique de la particule à la tension, et au nombre de charges, au débit, et à la géométrie de DMA et la dimension fractale:

$$D_a = \frac{\alpha \cdot D_{pp} \cdot N_p^{1/D_f} \cdot C_c \left(\frac{\chi_v}{\chi_c} D_{ev} \right)}{\chi_c C_c(D_{pp})} \sqrt{\frac{1}{\chi_c} \frac{\rho_p}{\rho_0}} \quad (3.131)$$

3.4 Densité effective de mobilité

La densité effective ou apparente est un paramètre souvent définie dans la littérature à partir du matériau d'aérosols étudié. Diverses définitions de la densité effective qui sont utilisées donnent des valeurs différentes pour une particule donnée. Ainsi, il est important de comprendre comment une densité effective est obtenue pour leur adéquate utilisation. L'idée proposée ici est de calculer une densité effective propre à la technique utilisée pour dimensionner les particules submicroniques engendrées. Dans notre cas, on considère que la densité des particules est égale à une densité effective de mobilité ρ^m_{eff} .

La densité des particules (ρ_p) tel que défini dans l'équation (3.5) est considérée comme une densité effective par rapport à la densité intégrale du matériau (ρ_m) de la particule en question. Pour des particules sphériques, la densité des particules ρ_p est identique pour les différents diamètres équivalents. Lorsque la particule est non sphérique, dans ce cas ρ_p est différente de la densité du matériau ρ_m . La différence entre ρ_m et ρ_p est donc purement une fonction du facteur de forme de la particule et du facteur de Cunningham.

La définition de la densité effective de mobilité (ρ^m_{eff}) est le ratio de la masse des particules mesurées (m_p) au volume des particules calculées en supposant une particule sphérique avec un diamètre égal au diamètre de mobilité (D_m) mesurée. Par définition, la masse des particules peut être écrite en fonction de ρ^m_{eff} comme suit :

$$m_p = \rho^m_{eff} \cdot \frac{\pi}{6} D_m^3 \quad (3.132)$$

En combinant l'équation (3.5) et (3.132) par le remplacement de m_p , l'équation (3.132) on obtient:

$$\frac{\pi}{6} D_{ev}^3 \rho_p = \frac{\pi}{6} D_m^3 \rho_{eff}^m \quad (3.133)$$

En simplifiant l'équation (3.133), ρ_{eff}^m on obtient:

$$\rho_{eff}^m = \rho_p \left(\frac{D_{ev}}{D_m} \right)^3 \quad (3.134)$$

Cette densité effective (ρ_{eff}^m) est celle de particules sphériques de diamètre D_m et ayant la même masse que la particule réelle, $\rho_{eff}^m = \rho_p$. Pour des particules de forme irrégulières, le diamètre donné par le DMA est plus grand que le diamètre équivalent en volume : ce qui implique que $\rho_{eff}^m \leq \rho_p$ (Figure 3.19).

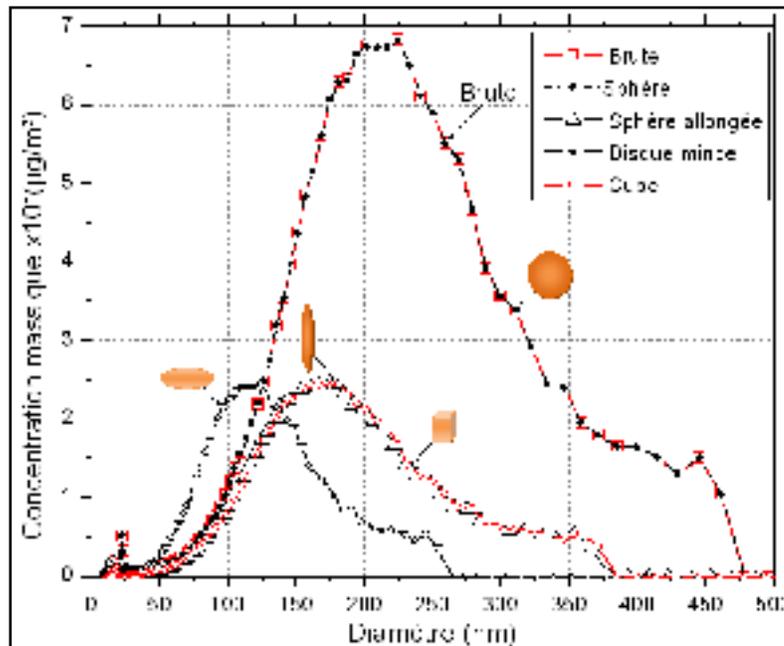


Figure 3.19 Correction de la densité pour différentes formes de particules ultrafines observées

D'après les résultats obtenues par MET et MEB, nous remarquons que les particules ultrafines au dessous de 100 nm sont généralement de forme isométriques (cubique ou sphère allongée). Au-delà de 100 nm, les particules sont de forme platées (disque mince). La correction de la réponse brute obtenue par le SMPS sera effectuée par rapport à la forme et la densité est représentée par la Figure 3.20.

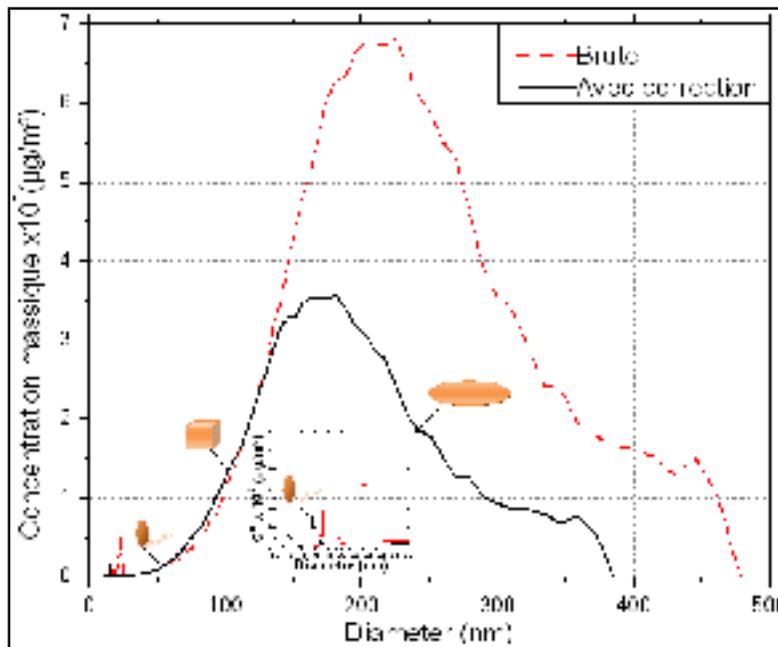


Figure 3.20 Correction des données brutes de SMPS pour des formes non sphériques observées

Les hypothèses utilisées par l'instrument SMPS ne prennent pas en compte la morphologie des particules ultrafines dans le calcul. L'inconvénient de cet instrument tient au risque de surévaluation de la mesure, comme le montre la Figure 3.20. La taille des particules est largement surévaluée tant que la correction n'est pas appliquée au système. Afin d'améliorer le résultat, les hypothèses utilisées par l'instrument SMPS reste donc à modifier afin d'obtenir une réponse plus représentative de la réalité.

3.5 Conclusion

Une approche mathématique pour la correction des résultats obtenus par le SMPS a été l'objectif d'évaluation. Une assez grande variabilité de taille et de forme a été observé pour

les PUF générés durant l'usinage ; cette variabilité provient des divers mécanismes complexes qui participent dans la génération et dans l'évolution des particules. Ces mécanismes sont sensibles aux conditions de coupe et à l'environnement. Nous avons présenté les différentes théories permettant de déterminer la taille des PUF. Bien que les théories semblent maintenant bien établies, nous avons constaté, qu'il n'existe pas de validation complète intégrant notamment la mesure de la densité. Par ailleurs, nous avons montré que l'interprétation des données obtenues par les appareils métrologiques commerciaux généralement employés pour la caractérisation des PUF, surévalue leurs tailles qui a un lien direct avec la densité. L'impact de cette correction s'est révélé important d'un point de vue quantitatif (facteur de 2). L'application de cette correction nécessite une investigation. La correction semble donc améliorer la qualité des informations fournies par le SMPS par l'augmentation de la sensibilité et la précision de l'instrument.

CHAPITRE 4

ETUDE DU PHENOMENE DE GENERATION DES PARTICULES ULTRAFINES DURANT L'USINAGE

4.1 Introduction

L'étude du phénomène de génération des particules ultrafines par la coupe des matériaux tels que les alliages d'aluminium consiste à rechercher les relations entre les caractéristiques du matériau à usiner, de l'outil et les paramètres fondamentaux caractérisant les conditions de coupe. Dans l'absolu, on pourrait imaginer dissocier l'effet de l'environnement du procédé lui-même qui résume les interactions entre la pièce et l'outil. On cherche cependant à limiter les effets périphériques à la coupe pour focaliser l'observation dans une zone proche de la coupe (Remadna, 2001). Les émissions dans l'usinage à sec sont constituées de substances solides extrêmement hétérogènes en taille et forme, présentant une vitesse de chute négligeable. Donc, il est nécessaire de connaître toute la gamme de taille et de forme produites lors d'un procédé d'usinage. Le but de cette partie d'étude est la compréhension de l'influence des paramètres de coupe sur la génération des PUF et la prédiction de la quantité générée. Pour vérifier la variabilité de la génération des PUF en fonction des paramètres de coupe, une série d'essais a été faite pour tracer des cartes de générations des PUF et connaître l'influence de chaque paramètre.

4.2 Méthodologie comparative de type plan d'expériences

Afin de vérifier l'influence et la variabilité des paramètres de coupe sur la génération des particules ultrafines, une série d'essais a été effectuée pour collecter, mesurer et modéliser la génération de particules ultrafines lors d'un processus d'usinage à sec. Les expériences sont effectuées sur la machine-outil HURON – K2X10 (Puissance: 50 kW, Vitesse: 28000 rpm, Couple: 50 Nm). L'instrumentation utilisée pour déterminer la distribution granulométrique des particules ultrafines est le SMPSTM et le MOUDI pour une analyse par la microscopie électronique à transmission et à balayage. Une enceinte est utilisée afin de confiner le volume

d'air qui contient les particules émises par le procédé d'usinage. L'échantillonnage est assuré par un pompage ou aspiration de l'air provenant de la zone de coupe. L'ensemble expérimental est donné par la figure 4.1. La collecte des particules ultrafines au cours de l'usinage se fait sur des substrats en métal ou en polycarbonate.

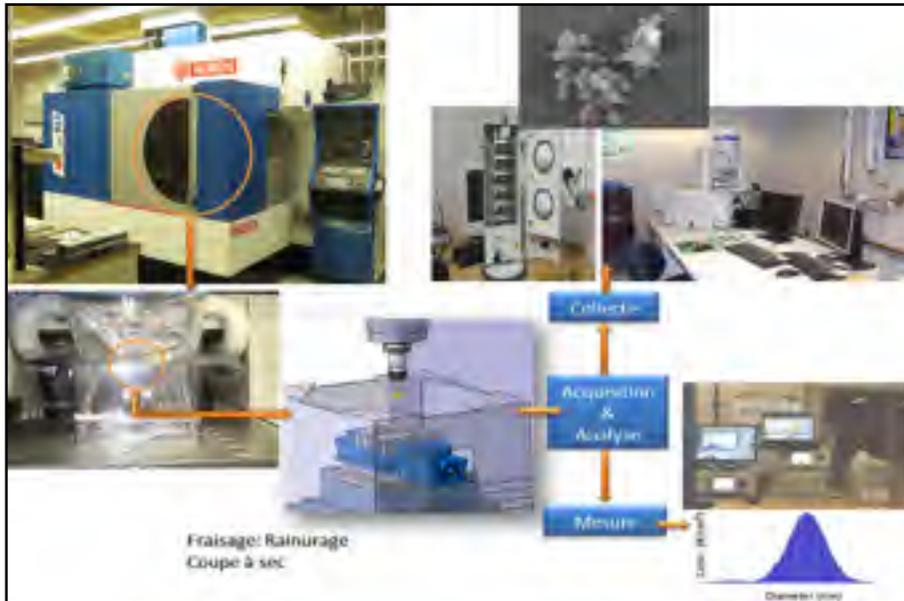


Figure 4.1 Montage expérimental

Après la génération de ces PUF, elles seront projetées vers l'extérieur de la zone de coupe. Comme il l'a été montré précédemment dans le chapitre II, la dispersion des PUF dépend du processus utilisé (Figure 2.2, 2.3 et 2.4). En effet, il suffit de se placer derrière l'outil de coupe dans le sens opposé à l'avance pour assurer une bonne captation de ces PUF (Figure 4.2).

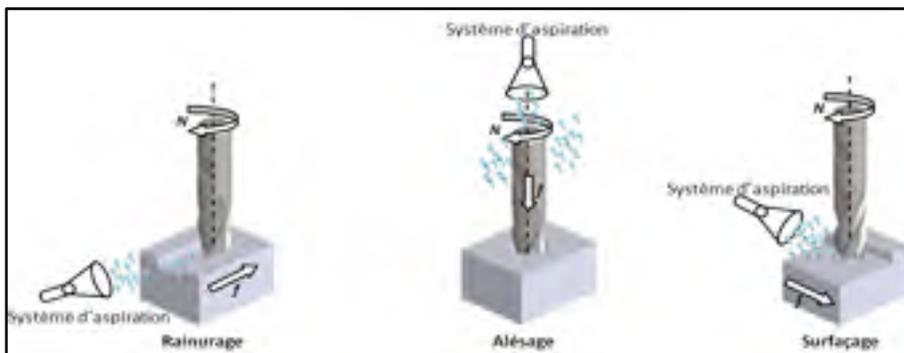


Figure 4.2 Représentation de position de tuyau d'aspiration

La détermination du domaine d'étude est étroitement liée aux connaissances initiales sur le phénomène, mais également aux objectifs visés par l'expérimentation. Nous définissons le domaine d'étude et de validité de l'expérience menée en considérant les limites possibles pour la variation des facteurs, sur le banc d'essai et spécialement au niveau de la machine-outil HURON.

Nous rappelons que les résultats de l'étude ne seront valables que sur le domaine de variation des facteurs considérés. L'usinage est effectué sans lubrification et les valeurs recommandées par le fabricant des outils sont :

- vitesse de coupe V_c : 300-1500 m/min ;
- la vitesse d'avance f_z : 0.15-0.28 mm/dent.

Les matériaux utilisés dans ce travail sont des alliages d'aluminium dont le champ d'application est très vaste dans l'industrie de fabrication mécanique. Les caractéristiques mécaniques sont présentées dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 Caractéristiques mécaniques des matériaux
(Bauccio, 1993)

| Matériau | Dureté – Brinell | Limite élastique |
|---------------|------------------|------------------|
| Al 6061- T6 | 95 | 190 Mpa |
| Al 2024- T351 | 120 | 324 Mpa |
| Al 7075-T6 | 150 | 462 Mpa |

Un outil constitué d'un corps en acier (Iscar Réf: E90A-D.75-W.75-M) sur lequel trois plaquettes de coupe sont assemblées a été utilisé (tableau 4.2). La méthodologie comparative de type plan d'expériences (noté DOE) est utilisée pour comprendre la relation entre les paramètres du procédé de coupe et les concentrations des particules ultrafines émises lors de l'usinage. L'étude d'un plan complet multi-niveau consiste à varier la vitesse de coupe, l'avance et la profondeur de coupe en fonction des différents outils et matériau de la pièce. On a choisi ici les limites du domaine de telle sorte qu'il soit le plus large possible. Les niveaux ont fait l'objet de compromis entre deux risques :

- si les niveaux sont trop proches l'un de l'autre, on risque de ne pas mettre en évidence l'effet des facteurs ;
- si les niveaux sont trop éloignés les uns des autres, l'hypothèse de linéarité est moins réaliste et on risque en plus d'aboutir à des combinaisons entre facteurs irréalisables dans la pratique.

Sur la base des facteurs identifiés dans le tableau 4.2 et à l'aide d'un outil d'analyse (StatGraphics) applicable à l'évaluation des paramètres sélectionnés, on a créé un plan factoriel multi-niveaux contenant 162 essais (N) calculé par l'expression :

$$N = 3^k 2^l \quad (4.1)$$

Où k est le nombre de facteurs à 3 niveaux et l est le nombre de facteurs à 2 niveaux.

Tableau 4.2 Paramètres d'usinage utilisés dans l'étude expérimentale

| Facteurs | Niveau de facteurs | | | |
|--|---------------------------|-----------------|------------------|--|
| | 1 | 2 | 3 | |
| A: Vitesse de coupe (m/min) | 300 | 750 | 1200 | |
| B: Avance par dent (mm) | 0.01 | 0.055 | 0.1 | |
| C: Profondeur de coupe (mm) | 1 | 2 | | |
| D: matériau de la pièce | Al 6061-T6 | Al 2024-T351 | Al 7075-T6 | |
| E: Outil de coupe (Iscar Réf: E90A-D.75-W.75-M); 3 dents | Réf. | IC 328 | IC 908 | IC 4050 |
| | Revêtements et duretés | TiCN 2400 HV | TiAlN 3000 HV | TiCN+Al ₂ O ₃ +TiN 2400 HV (top coating) |
| | Rayon de bec r [mm] | 0.5 | 0.83 | 0.5 |
| Fluide de coupe | Non | | | |

Pour évaluer les paramètres de coupe, le nombre des particules produites (noté C^P), la surface spécifique moyenne des particules (noté C^S), et la masse totale des particules (noté C^m) ont été utilisés comme la production des réponses. Les variables de sorties ont été mesurées avant, pendant et après tous le procédé de coupe jusqu'au retour à la concentration ambiante. C^P , C^m et C^S sont calculés à partir d'équations données dans le tableau suivant :

Tableau 4.3 Différentes concentrations utilisées pour évaluer les paramètres de coupe

| | C^p (#/cm ³) | C^s (nm ² /cm ³) | C^m (µg/m ³) |
|---------------|-----------------------------------|--|--|
| Concentration | $\sum_l^u \frac{c \phi}{tQ \eta}$ | $\sum_l^u \pi D_p^2 \frac{c \phi}{tQ \eta}$ | $\sum_l^u \rho \frac{\pi D_p^3}{6} \frac{c \phi}{tQ \eta}$ |

Avec :

c : Concentration en nombre des particules par taille (#/cm³).

η : Facteur d'efficacité.

ϕ : Facteur de dilution.

D_p : Diamètre de mobilité de la particule (nm).

Q : Débits d'échantillonnages (cm³/secondes).

t : Temps d'échantillonnage en secondes.

ρ : Densité de la particule.

Les données brutes du SMPS enregistrées varient par classe de taille. Il est important de se rappeler que dans le cas des particules engendrées durant l'usinage, le diamètre mesuré est un diamètre de mobilité équivalent (c'est-à-dire le diamètre de la sphère qui aurait un comportement identique dans le champ électrique considéré). La concentration particulaire est calculée à partir de la mesure de la charge électrique portée par les particules (Tableau 4.3). L'analyse des particules par microscopie est utilisée pour connaître le paramètre de taille D_{ev} (diamètre équivalent en volume). Le diamètre équivalent en volume d'une particule correspond au diamètre qu'aurait une sphère de même volume que la particule. Ce diamètre permet une estimation de la densité des particules. Dans le cas des particules engendrées durant l'usinage, le diamètre équivalent en volume peut être exprimé en fonction de la forme de ceux-ci. La valeur de diamètre équivalent en volume est calculée à partir des facteurs de correction introduits pour des formes non sphériques. Les formes et les populations sont ensuite adaptées manuellement pour décrire au mieux la distribution SMPS. Ces corrections sont effectuées manuellement sur un tableau Excel. La correction des données brutes est appliquée à chaque réponse avant toute analyse. Le tableau 4.4 a été élaboré pour permettre la correction des concentrations définis par les équations dans le tableau 4.3. La correction

manuelle des concentrations doit être faite en fonction d'un diamètre équivalent en volume, quel que soit le niveau de distribution.

Tableau 4.4 Exemple d'une correction des concentrations données par le SMPS pour une distribution des particules métalliques

| Données brutes | | | | Données corrigées | | | |
|------------------------|---------------------------------|--|---------------------------------|---------------------------|---------------------------------|--|---------------------------------|
| Diamètre D_m (nm) | C^P_1 (#/cm ³) | C^S_1 (nm ² /cm ³) | C^M_1 (µg/m ³) | Diamètre D_{ev} (nm) | C^P_2 (#/cm ³) | C^S_2 (nm ² /cm ³) | C^M_2 (µg/m ³) |
| 14,1 | 1,62E+03 | 1,01E+06 | 0,0185 | 9,6 | 1,62E+03 | 4,65E+05 | 0,0018 |
| 14,6 | 1,46E+03 | 9,78E+05 | 0,0185 | 9,9 | 1,46E+03 | 4,50E+05 | 0,0058 |
| 15,1 | 4,76E+04 | 3,41E+07 | 0,6720 | 10,2 | 4,76E+04 | 1,57E+07 | 0,2096 |
| | | | | | | | |
| 49,6 | 2,29E+05 | 1,77E+09 | 113,8216 | 33,6 | 2,29E+05 | 8,14E+08 | 35,4992 |
| 51,4 | 2,27E+05 | 1,88E+09 | 126,2952 | 34,9 | 2,27E+05 | 8,66E+08 | 39,3895 |
| 53,3 | 2,29E+05 | 2,04E+09 | 141,8872 | 36,1 | 2,29E+05 | 9,40E+08 | 44,2524 |
| | | | | | | | |
| 94,7 | 2,54E+05 | 7,16E+09 | 880,9480 | 64,2 | 2,54E+05 | 3,29E+09 | 274,7540 |
| 98,2 | 2,68E+05 | 8,12E+09 | 1036,8680 | 66,6 | 2,68E+05 | 3,73E+09 | 323,3831 |
| 101,8 | 2,81E+05 | 9,15E+09 | 1208,3800 | 69,0 | 2,81E+05 | 4,21E+09 | 376,8750 |
| 105,5 | 2,88E+05 | 1,01E+10 | 1379,8920 | 71,5 | 2,88E+05 | 4,63E+09 | 430,3669 |

4.3 Effets directs des facteurs sur la réponse

La courbe des effets directs de chaque paramètre (Figure 4.3.a et 4.3.b) du nombre et de la masse des particules générées fait ressortir immédiatement les facteurs importants qui sont le matériau (E) et l'outil (D). Un changement de matériau par exemple le 2024-T351 par le 7075-T6, permet d'obtenir une réduction d'émission des particules ultrafines (diminution de près de 13 %). Ici les pertes dans le système de mesure ne sont pas prises en compte pour l'estimation de cette réduction. Tandis qu'un changement d'outil de rayon de bec petit par un outil de rayon de bec plus grand fait augmenter l'émission des particules ultrafines. Les paramètres tels que la profondeur de coupe (C), la vitesse de coupe (A) et l'avance (B) apparaissent comme des facteurs ayant une action beaucoup moins importante sur la réponse. Par contre, la courbe des effets directs (Figure 4.3.c) de la surface spécifique des particules fait ressortir immédiatement les facteurs vitesse de coupe, profondeur de coupe, avance et

outil comme des paramètres ayant une action importante. Le paramètre matériau apparaît comme un facteur qui a une action beaucoup moins importante sur la réponse C^S .

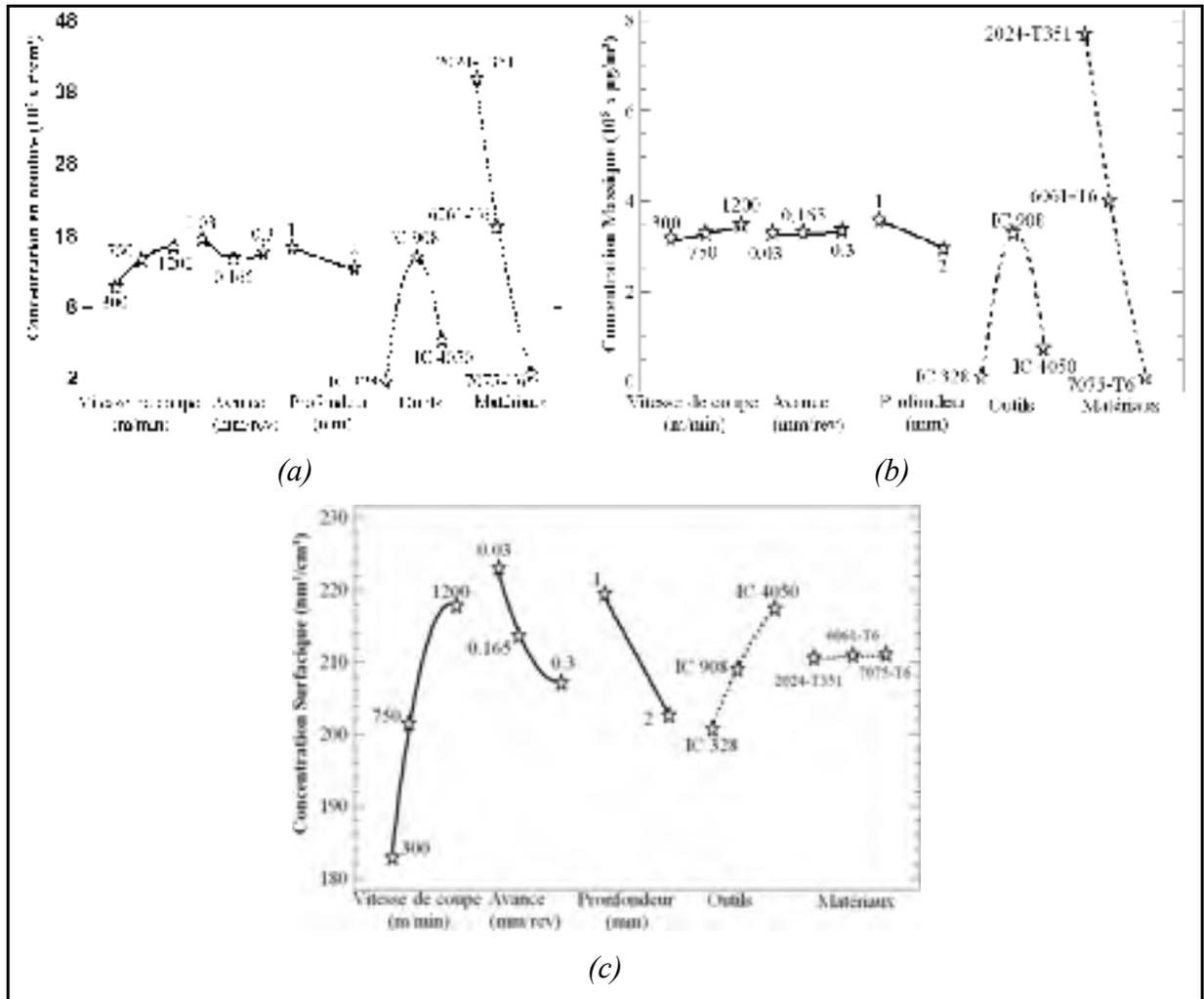


Figure 4.3 Graphique des effets directs des facteurs sur la réponse : (a) concentration en nombre C^P (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^S

Effets directs de la vitesse de coupe et le matériau sur la réponse

La figure 4.4 montre un spectre de répartition des particules ultrafines par taille en fonction de leurs concentrations numériques. À partir de cette figure on remarque une diminution des émissions de particules ultrafines quand la vitesse de coupe augmente. Ainsi la comparaison des différents alliages d'aluminium, la figure 4.4 montre que les émissions de particules

métalliques diminuées avec la permutation de matériau. Cette observation peut s'expliquer par le fait que chacun des matériaux à une ténacité différents (150 HB pour 7075-T6 et 95 HB pour 6061-T6). D'autre part, leurs propriétés mécaniques ainsi que leur dureté pourraient avoir joué un rôle important. Ce résultat est en bon accord avec les résultats de Khettabi (2009b), qui a montré que pour la même famille de matériaux, selon les conditions de coupe et la géométrie de l'outil, les matériaux ductiles produisent plus de particules fines par rapport aux matériaux fragiles. La même conclusion peut être faite pour les particules ultrafines.

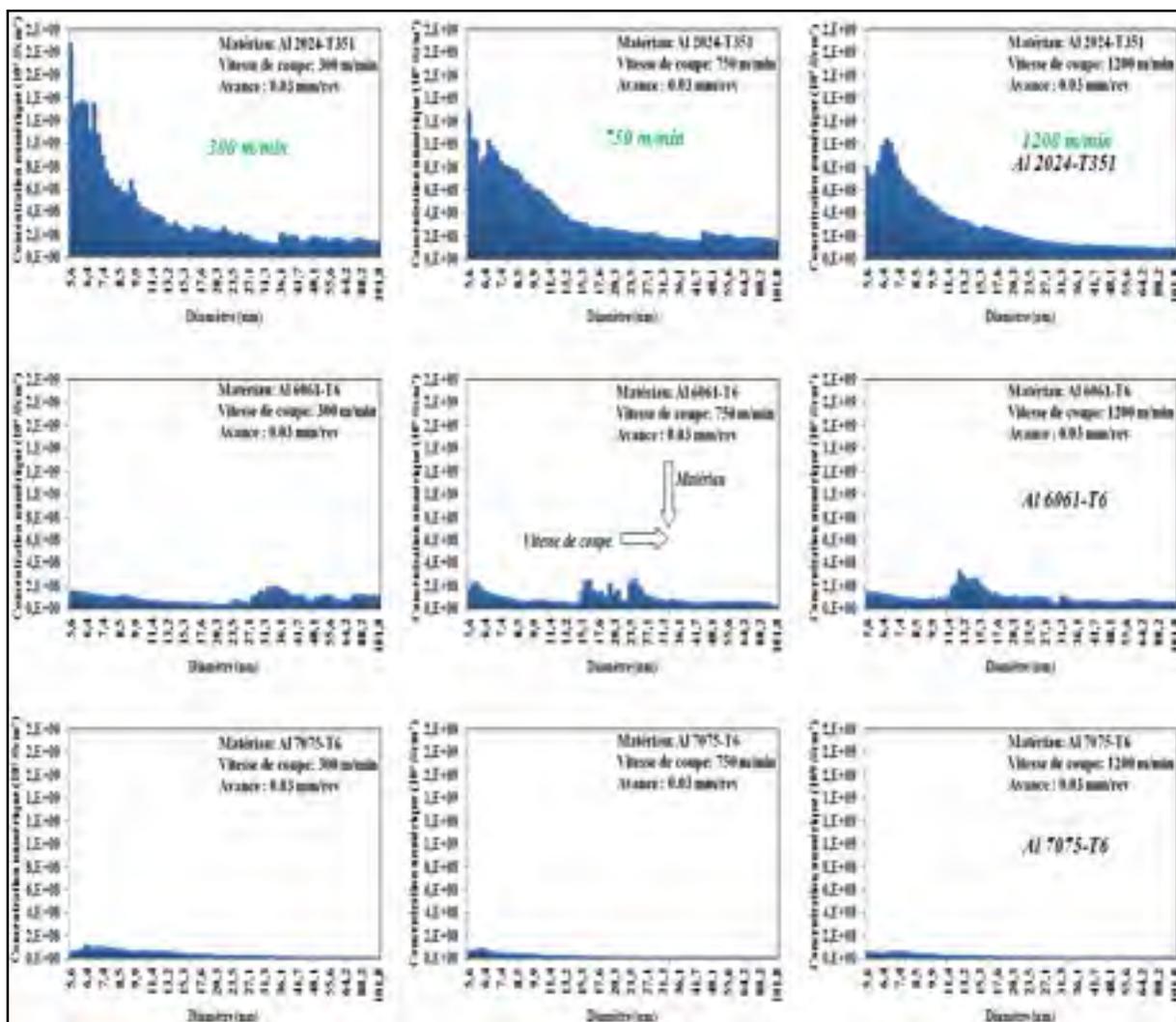


Figure 4.4 Concentration numérique en fonction de la distribution de taille pour les différents alliages d'aluminium

4.4 Diagramme de Pareto

L'étude de l'influence des paramètres sélectionnés a pour but de déterminer la combinaison des facteurs qui permettraient d'augmenter la génération des particules ultrafines. Le diagramme de Pareto permet de déterminer les facteurs influents par ordre de contribution décroissante. La lecture du diagramme de Pareto (Figure 4.5) met en évidence la prédominance du rôle du facteur matériau sur la réponse concentration en nombre et en masse. Par contre pour la réponse surface spécifique c'est le facteur outil qui domine. Ainsi, nous pouvons voir qu'à eux seuls les deux facteurs matériau et outil expliquent plus de 90% de la variation de la réponse. Les contributions des facteurs avance et profondeur de coupe sont dissimulées vue que leur influence est faible.

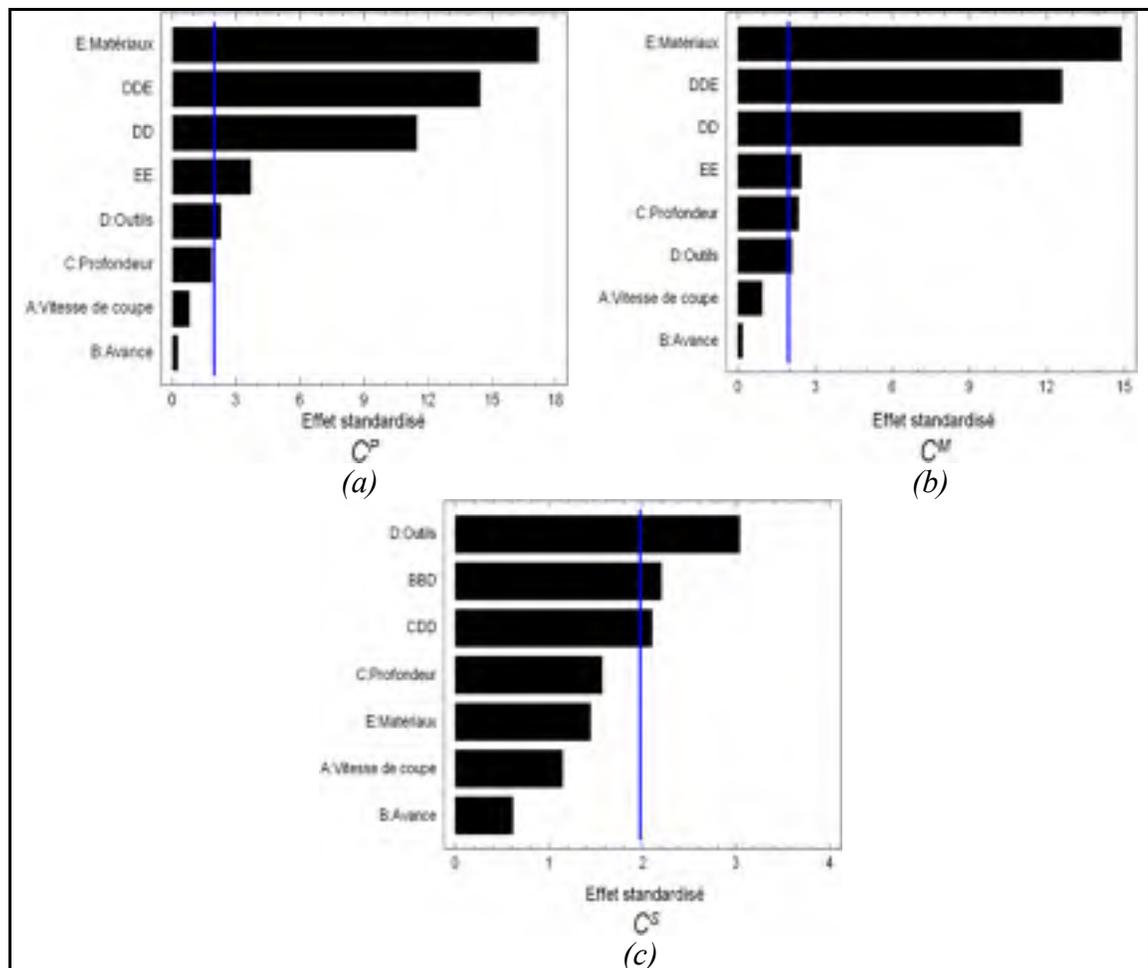


Figure 4.5 Diagramme de Pareto: (a) concentration en nombre C^P (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^S

C'est ainsi que les facteurs matériau et outil apparaissent comme étant ceux à contrôler afin de réduire les émissions des particules ultrafines. L'analyse des effets directs des facteurs sur la réponse, leurs interactions et l'ordre de contribution nous a permis de distinguer la grande influence de l'outil de coupe et le matériau usiné sur la génération des particules ultrafines. Ainsi, cette analyse nous a permis de classer les trois matériaux étudiés en fonction de leur pouvoir de génération des particules ultrafines (Figure 4.6).

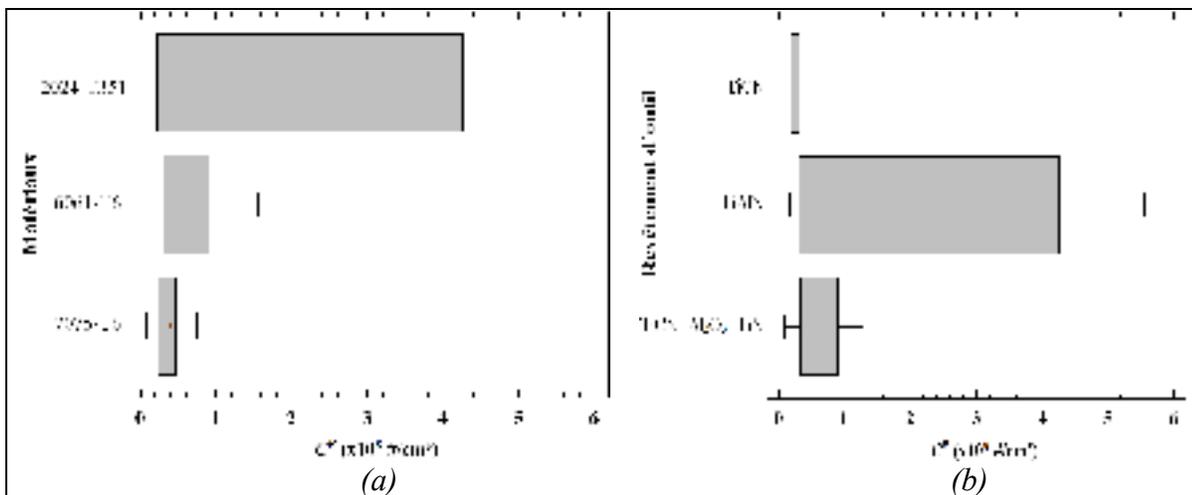


Figure 4.6 Tracé de pouvoir d'émission des particules ultrafines: (a) Matériaux (b) Outils

Pour formuler le modèle de prédiction de génération des particules ultrafines par rapport à l'influence de ces facteurs, nous allons analyser le pouvoir de générer des particules ultrafines pour le matériau 2024-T351 avec l'outil de revêtement TiAlN et rayon de bec de 0,83 mm, qui représente la grande concentration émise. L'analyse de variance (ANOVA) permet d'étudier les effets principaux des paramètres indépendants ainsi que leurs interactions afin de connaître leurs effets combinés sur la réponse dépendante. En fonction des variables significatives et de leurs interactions, une analyse de régression multiple va permettre d'établir un modèle empirique présentant un coefficient de détermination R^2 . ANOVA détermine lequel de ces effets dans le modèle de régression est statistiquement significatif en utilisant les valeurs P. L'analyse de la variance (Tableau 4.5) nous montre que le seul effet d'interaction significatif est celui de vitesse de coupe avec l'avance.

Tableau 4.5 Analyse de la variance pour les différentes réponses C^P , C^M et C^S

| Analyse de variance pour C^P ($R^2=70\%$) | | | | | |
|---|---------------------------------------|-----|--------------------------|---------|----------|
| Source | Somme des carrés ($\times 10^{17}$) | DDL | Rms ($\times 10^{17}$) | F-Ratio | Valeur-P |
| A:Vc | 1,999 | 1 | 1,999 | 17,71 | 0,0012 |
| B:fz | 0,104 | 1 | 0,104 | 0,92 | 0,3565 |
| C:P | 0,015 | 1 | 0,015 | 0,14 | 0,7175 |
| BB | 0,967 | 1 | 0,967 | 8,56 | 0,0127 |
| ABB | 1,371 | 1 | 1,371 | 12,14 | 0,0045 |
| Total erreur | 1,355 | 12 | 0,113 | | |
| Total (corr.) | 4,442 | 17 | | | |
| Analyse de variance pour C^M ($R^2=88\%$) | | | | | |
| Source | Somme des carrés (10^{12}) | DDL | Rms (10^{12}) | F-Ratio | Valeur-P |
| A:Vc | 1,0307 | 1 | 1,0307 | 51,89 | 0,0000 |
| B:fz | 0,0862 | 1 | 0,0862 | 4,34 | 0,0614 |
| C:P | 0,0014 | 1 | 0,0014 | 0,07 | 0,7954 |
| AA | 0,1366 | 1 | 0,1366 | 6,88 | 0,0237 |
| BB | 0,2977 | 1 | 0,2977 | 14,99 | 0,0026 |
| ABB | 0,8550 | 1 | 0,8550 | 43,05 | 0,0000 |
| Total erreur | 0,2185 | 11 | 0,0198 | | |
| Total (corr.) | 1,7986 | 17 | | | |
| Analyse de variance pour C^S ($R^2=78\%$) | | | | | |
| Source | Somme des carrés | DDL | Rms | F-Ratio | Valeur-P |
| A:Vc | 9,92 | 1 | 9,92 | 9,92 | 0,0016 |
| B:fz | 3,24 | 1 | 3,24 | 3,24 | 0,0719 |
| C:P | 10,14 | 1 | 10,14 | 10,14 | 0,0015 |
| AA | 4,27 | 1 | 4,27 | 4,27 | 0,0388 |
| AB | 37,41 | 1 | 37,41 | 37,41 | 0,0000 |
| BB | 13,56 | 1 | 13,56 | 13,57 | 0,0002 |
| BC | 11,80 | 1 | 11,80 | 11,80 | 0,0006 |
| AAB | 33,37 | 1 | 33,37 | 33,37 | 0,0000 |
| ABB | 7,59 | 1 | 7,59 | 7,59 | 0,0059 |
| ABC | 10,81 | 1 | 10,81 | 10,81 | 0,0010 |
| BBC | 48,30 | 1 | 48,30 | 48,30 | 0,0000 |
| Total erreur | 86,25 | 6 | 14,37 | | |
| Total (corr.) | 384,98 | 17 | | | |

Les résultats de l'analyse de variance présentés dans le tableau 4.5 montrent notamment l'importance prépondérante sur la concentration en nombre et en masse des effets de la vitesse de coupe, avec une contribution de 45% pour la concentration en nombre et de 57,3% pour la concentration en masse. L'avance a une contribution de 2,34 % pour la concentration en nombre et de 4,8% pour la concentration en masse. Le tableau 4.5 montre aussi

l'importance prépondérante sur la surface spécifique des effets de la vitesse et la profondeur de coupe, avec une contribution de 2,57% et 2,63% respectivement. Les effets de ces facteurs sont par ailleurs beaucoup plus significatifs que le reste des effets. De plus, les caractères significatifs de l'interaction AAB (vitesse× vitesse× avance), ABB (vitesse × avance × avance) et BBC (avance × avance × profondeur), AB (vitesse × avance) sont mis en évidence par le tableau 4.5 de l'ANOVA.

4.5 Modèle du système étudié

Dans le cas présent, nous allons utiliser un modèle additif avec interactions. La forme générale du modèle, exprimant la réponse Y (concentration) en fonction des paramètres x étudiés, s'écrit alors de la manière suivante :

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (4.2)$$

Avec β_0 est la moyenne arithmétique des données, β_i est l'effet du facteur i , x_i est le niveau ou la valeur du facteur i , β_{ij} sont les effets des interactions entre les facteurs testés et ε l'erreur.

Afin d'établir un modèle pour expliquer la réponse, il faut tout d'abord vérifier la qualité de celui-ci. Le test statistique qui mesure la qualité de la modélisation est le coefficient de corrélation multiple R^2 , qui exprime le rapport entre la variance expliquée par le modèle et la variance totale. Pour déterminer les paramètres qui sont plus influents sur les réponses dépendantes dans notre modèle empirique, nous avons comparé R^2 en suivant la méthode pas à pas utilisée manuellement, qui démarre du modèle complet et à chaque étape la variable associée qui a la plus grande valeur P (Tableau 4.5) est éliminée du modèle. Les résultats compilés dans le tableau 4.5 montrent que toutes les variables C (Profondeur), B (avance), A (vitesse de coupe) et les interactions d'ordre 2 à savoir (AA), (BB), (AB), (ABB), (AAB), et (BBC) ont un effet significatif sur les variables dépendantes C^P , C^M et C^S .

Cette méthode nous a permis de classifier selon le degré d'ajustement et de choisir le modèle recherché qui est du type suivant :

- *Modèle proposé pour la réponse C^P :*

$$C^P = 5.54 \times 10^8 + 4.45 \times 10^5 V_c - 2.83 \times 10^{10} f_z - 1.86 \times 10^7 P + 2.63 \times 10^{11} f_z^2 - 2.49 \times 10^8 V_c \cdot f_z^2 \quad (4.3)$$

- *Modèle proposé pour la réponse C^M :*

$$C^M = 1.14 \times 10^6 + 6.17 \times 10^2 V_c - 6.42 \times 10^7 f_z + 1.76 \times 10^4 P - 0.9 V_c^2 + 6.01 \times 10^8 f_z^2 - 6.21 \times 10^5 V_c \cdot f_z^2 \quad (4.4)$$

- *Modèle proposé pour la réponse C^S :*

$$C^S = 221.5 - 0.07 V_c + 458.34 f_z + 1.05 P + 4.94 \times 10^{-5} V_c^2 + 0.51 V_c f_z - 4.67 \times 10^3 f_z^2 - 4.19 \times 10^3 f_z P + 10^{-5} V_c^2 f_z - 1.85 V_c f_z^2 + 3.43 \times 10^3 V_c \cdot f_z \cdot P + 10^{-5} f_z^2 P \quad (4.5)$$

La valeur du coefficient de corrélation multiple, par exemple pour la concentration en masse C^m qui est égale à 0,88 signifie que la réponse est expliquée à 88 % par le modèle proposé.

L'équation du modèle choisi permet aussi de déduire les facteurs principaux et les interactions correspondantes ayant le moins d'influence (les facteurs manquants) sur la perte de qualité du modèle original (modèle complet, $R^2 = 94\%$). La validation des résultats donnés par le modèle consiste à vérifier si les hypothèses retenues au départ du plan d'expérience sont bien vérifiées. Dans notre cas, tous les nœuds du maillage de notre plan d'expérience sont bien testés. Nous avons donc pu calculer toutes les interactions. Il reste cependant l'hypothèse de linéarité de la réponse à vérifier. Pour cela, si la répartition des valeurs d'effets est normale, les points ainsi reportés doivent s'aligner sur une droite. Si un effet ne vérifie pas cette condition, cela signifie qu'il s'éloigne de la normalité, et donc qu'il est susceptible d'être significatif. Le facteur ou l'interaction correspondante peut donc être influente dans ce cas.

Après analyse de la normalité, la répartition des valeurs des effets est normale. Les points reportés sont presque alignés sur une droite. Les effets qui s'écartent de la droite et qui sont considérés comme « significatifs ou probablement actifs » sont due aux erreurs de mesure (Figure 4.7).

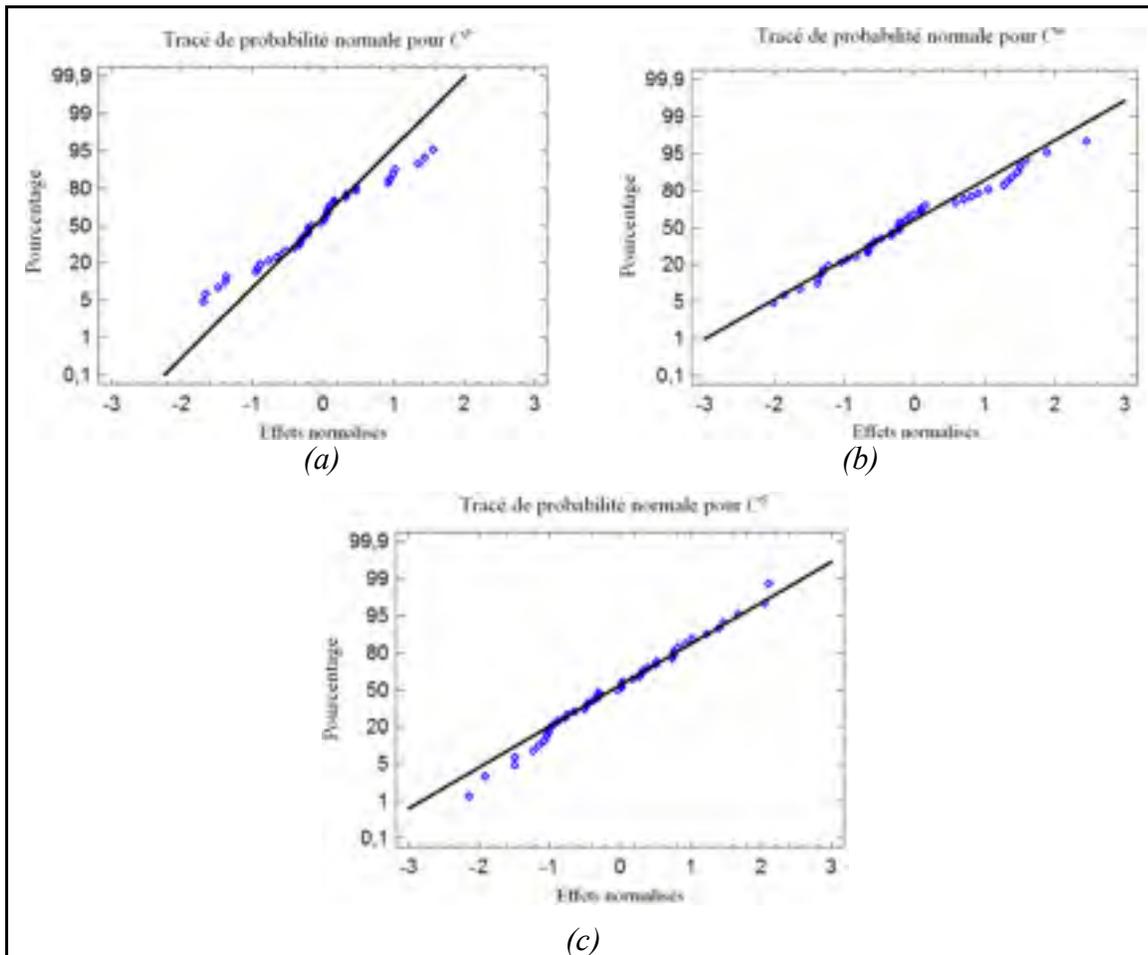


Figure 4.7 Normalité de la répartition des valeurs d'effets : (a) concentration en nombre C^P (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^S

Pour déceler les défaillances de nos modèles proposés, l'analyse des résidus est nécessaire pour tester la validité d'un modèle de régression. Après le test, on observe une variance homogène des résidus en fonction des valeurs prédites et de chaque paramètre significatif. La distribution des résidus en fonction des prédictions est aléatoire (ceci ne fait pas apparaître de forme géométrique simple); ce qui nous conduit à juger que le modèle choisi n'occulte pas de phénomène susceptible d'être significatif. La répartition aléatoire des résidus en fonction de l'organisation des essais vérifie l'hypothèse de l'indépendance des résidus (Figure 4.8).

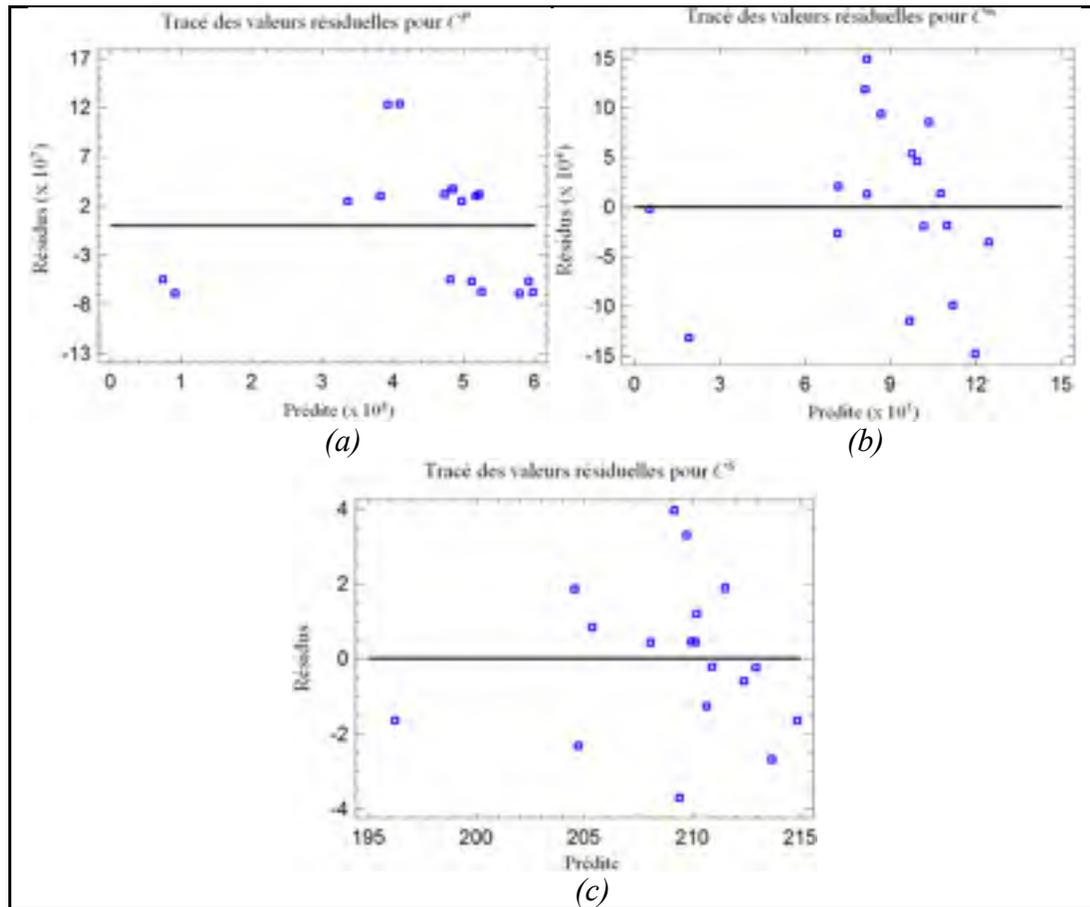


Figure 4.8 Distribution des résidus en fonction des prédictions :
 (a) concentration en nombre C^p (b) concentration en masse C^m (c) surface spécifique C^s

4.6 Surface de réponse

La surface de réponse (Figure 4.9) matérialise la variation de l'émission des particules ultrafines en fonction de la vitesse de coupe et de l'avance. La restitution sous forme graphique de l'équation du modèle permet d'illustrer les variations de la réponse et éventuellement d'identifier des zones du domaine expérimental dans laquelle l'émission des particules ultrafines est maximale ou minimale. Dans notre étude, le maximum est donné par une vitesse de coupe critique ($V_c \approx 800$ m/min) pour une géométrie spécifique de l'outil ($r = 0,83$ mm).

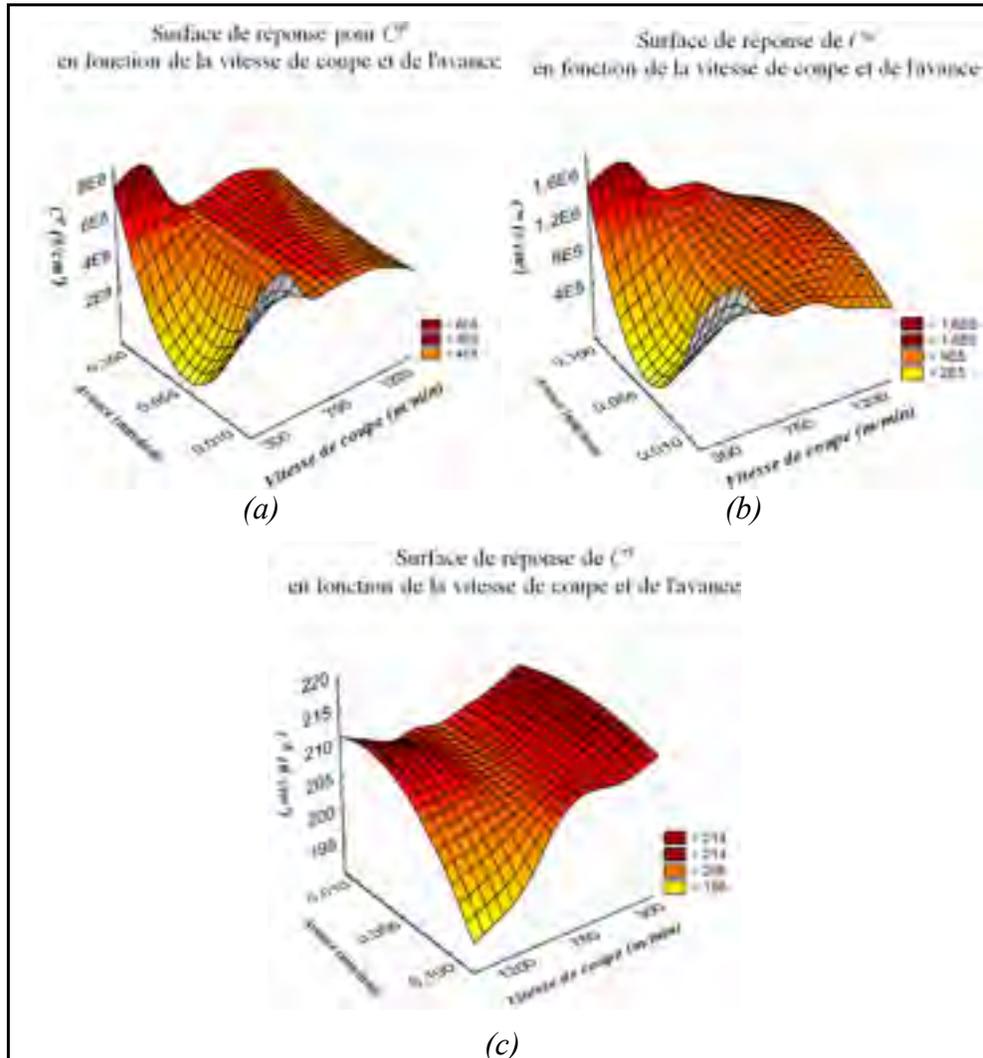


Figure 4.9 Surface de réponse de C^P , C^M and C^S en fonction de la vitesse de coupe et l'avance (matériau 2024-T351 et l'outil TiAlN)

Les surfaces de réponse (Figure 4.9) matérialisent la variation de l'émission des particules ultrafines en fonction de la vitesse de coupe et de l'avance. Elles montrent une variation qui identifiée des zones du domaine expérimental dans laquelle l'émission des particules ultrafines est maximale ou minimale pour les trois matériaux. La principale conclusion qu'on peu tiré de ces courbes est qu'il ya des combinaisons entre la vitesse de coupe et l'avance pour laquelle les émissions des particules ultrafines sont faibles. Dans le domaine expérimental considéré, les courbes de contributions soulignent l'importance majeure du facteur matériau et outil sur le niveau de vitesse de coupe atteint par l'émission des particules

ultrafines. Le facteur profondeur de coupe joue aussi un rôle non négligeable dans l'obtention de grande génération des particules ultrafines, mais à un degré moindre par rapport à l'avance, ce qui peut aussi s'expliquer par la plage de profondeur de coupe explorée relativement faible. Ce qui nous conduit à conclure que l'importance capitale du facteur vitesse de coupe dans la gérance des émissions et l'existence d'une vitesse critique là où l'émission des particules ultrafines est plus grande est à présent bien connue.

4.7 Discussion

Les effets que nous venons de décrire, ont été suffisamment développés pour analyser de manière complète le mode d'émission des particules ultrafines. Nous cherchons les paramètres de coupe pour lesquels nous obtenons le minimum d'émission. L'application de la méthode de plan d'expérience a permis d'analyser statistiquement les résultats de génération des particules ultrafines, malgré leur aspect aléatoire dans le cas d'usinage. L'analyse a montré que le paramètre de matériau a un effet direct sur la génération des particules ultrafines. Cet effet est significatif si la vitesse de coupe choisie égale à une vitesse critique (vitesse de coupe qui correspond à la zone de grande émission). Pour les sources de génération de poussières, certains chercheurs l'ont expliqué par le phénomène de frottement dont certaines sont propres au perçage (Khattabi, 2009b; Kouam et al., 2011; Songmene, 2008b). Ces zones de frottement ne sont pas les seules génératrices de poussières. La formation du copeau est l'élément principal qu'on peut étudier pour mieux comprendre le phénomène d'émission de poussières. La formation du copeau s'identifie par quatre zones, dans lesquelles les modes de sollicitation sont différents (Figure 4.10) et chacune de ces zones a une influence sur la formation de poussière.

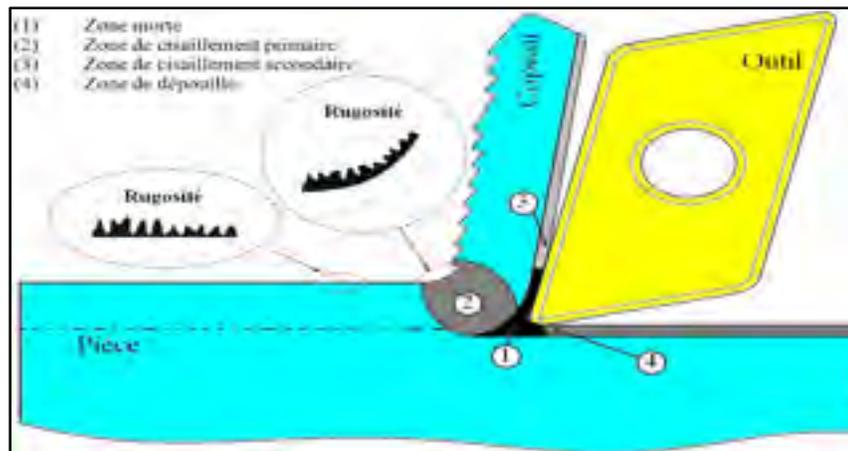


Figure 4.10 Représentation des différentes zones de la coupe

Une partie de la matière change brutalement de direction à l'avant de l'outil, elle est alors détachée du reste de la pièce et forme le copeau. Le copeau qui se forme est donc soumis à des sollicitations de compression qui provoquent une fissuration du matériau et un glissement du copeau apparaît. Ce changement de direction provoque de fortes déformations de la matière à des vitesses très élevées. Ce phénomène brutal comprime la face extérieure du copeau dans un espace très réduit (Zone 2). En générale, la surface des pièces sont déterminées par des aspérités irrégulières. Ces aspérités se heurtent entre eux dans cet espace restreints, qui génère des poussières par cisaillement des crêtes de ces aspérités (Figure 4.11).

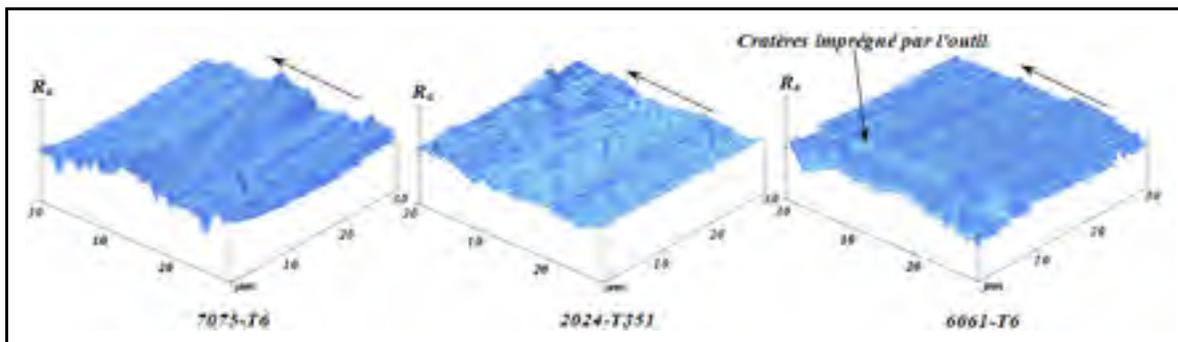


Figure 4.11 Principaux états de surface observés après l'usinage pour les trois alliages d'aluminium (La flèche indique la direction de l'avance)

A la sortie de la zone de cisaillement primaire, le copeau n'est pratiquement plus sollicité, en dehors d'une zone située à l'interface outil copeau. Sous l'effet des frottements à de fortes

pressions et fortes températures, se crée une zone de déformation locale appelée zone de cisaillement secondaire. A cet endroit, il existe sur une faible épaisseur du copeau, un gradient de vitesse. Cette gradient à l'intérieur de la zone de cisaillement secondaire entraîne des déformations dans cette zone et segmente le copeau. La déformation dans cette zone libère des particules pour atteindre un équilibre par rapport à la création des nouvelles surfaces (libère les tensions surfacique). Khettabi et al. 2009 illustre le mécanisme de formation de poussières par frottement à l'interface outil-copeau (Figure 4.12). Le copeau est formé par des micro-segments qui subissent localement, à leurs extrémités, un écrouissage. Les parties écrouies se durcissent et se séparent par la suite par une rupture fragile locale. La taille des particules générées dépend de la rugosité de la face de coupe de l'outil, des conditions de coupe et du matériau de la pièce.

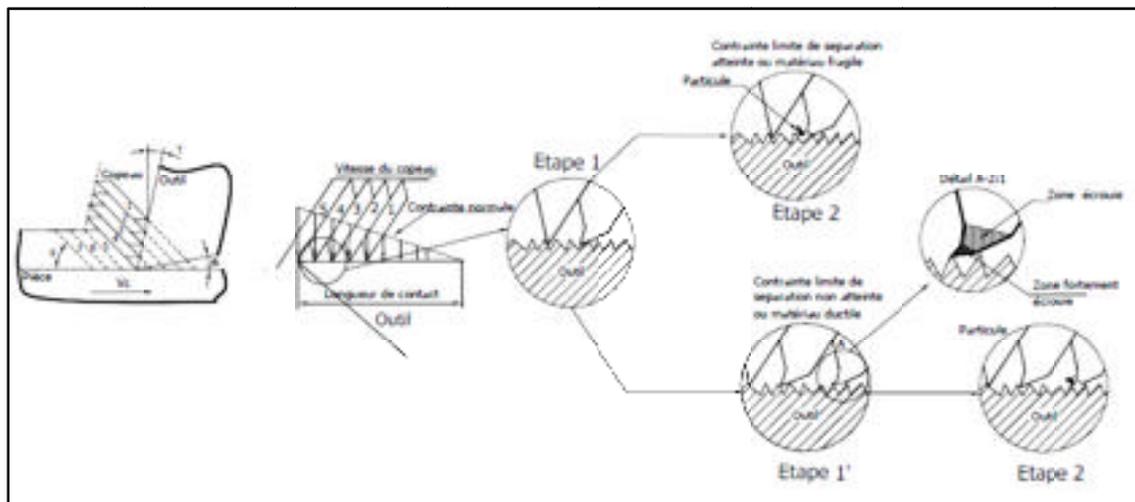


Figure 4.12 Cisaillement secondaire
Tirée de Khettabi (2009)

En avant de l'arête de l'outil, existe une zone dans laquelle la matière coupée stagne (zone morte). En fonction des conditions de coupe et du matériau, les dimensions de la zone morte peuvent varier et engendrer la formation d'une arête rapportée à la pointe de l'outil (Figure 4.13). La déformation élasto-plastique d'origines mécanique et thermique de l'arête rapportée sera un des origines des émissions de particules.

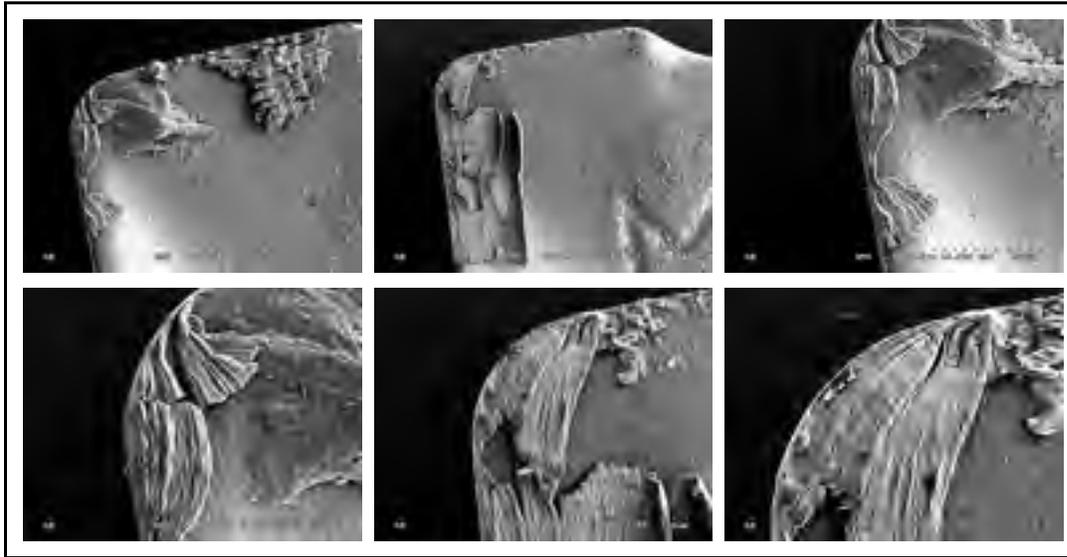


Figure 4.13 Arête rapportée à la pointe de l'outil TiAlN et TiCN+Al₂O₃+TiN

L'arête rapportée va s'évacuer soit en passant du côté du copeau (zone de cisaillement secondaire), soit en passant du côté de la pièce (zone de dépouille), avec pour conséquence une détérioration de la qualité de la surface réalisée et génération des particules (Figure 4.11). Astakhov et al. 2006 ont montré que le phénomène de coupe est un processus cyclique. Comme le phénomène de génération de particules est liée directement à la formation de copeau, nous aussi considèrent que la génération de particules est un processus cyclique (Figure 4.14). Chaque cycle comprend cinq phases:

- (1) phase d'émission de la zone de cisaillement primaire et cisaillement des crêtes d'aspérités ;
- (2) phase d'émission de la zone de segmentation de copeau ;
- (3) phase d'émission de la zone de cisaillement secondaire ;
- (4) phase d'émission de la zone de dépouille ;
- (5) phase d'émission par rapporte a l'arête rapportée.

Les phases 2, 3 et 5 se produisent en même temps et de même pour les phases 4 et 5. S'il n'y a pas de création de l'arête rapportée, la phase 5 s'annulera du cycle.

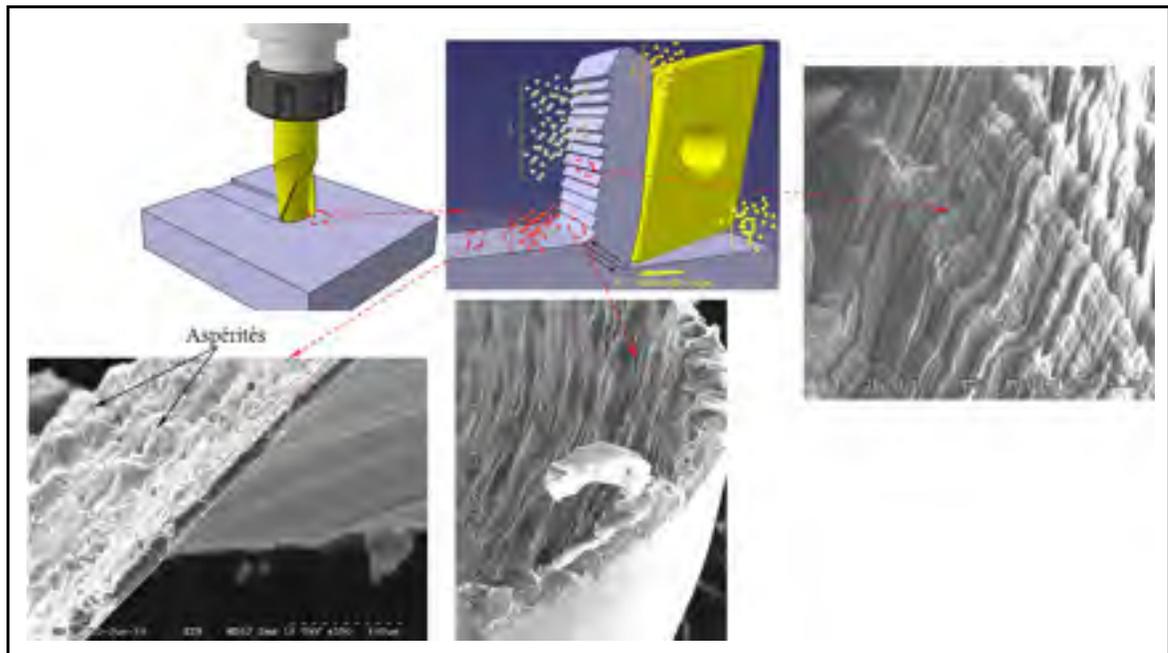


Figure 4.14 Représentation des différentes zones de coupe

Cette description phénoménologique du processus peut être interprétable par l'introduction des familles de copeaux pour expliquer la phase la plus productive en poussières d'usinage. Selon les conditions de coupe, on peut distinguer trois familles de copeaux (Figure 4.15) :

- Copeau avec segmentation ouverte: il est en majorité formé des segments séparés, dus à la rupture du matériau (2024-T351).
- Copeau avec segmentation moyennement ouverte: il est composé des segments plus ou moins connectés entre eux, résultant de variations périodiques de la déformation locale très peu cisillées (6061-T6).
- Copeau avec segmentation clos: la continuité du matériau y est préservée, et les déformations plastiques dans les zones de cisaillement sont quasi uniformes (7075-T6).

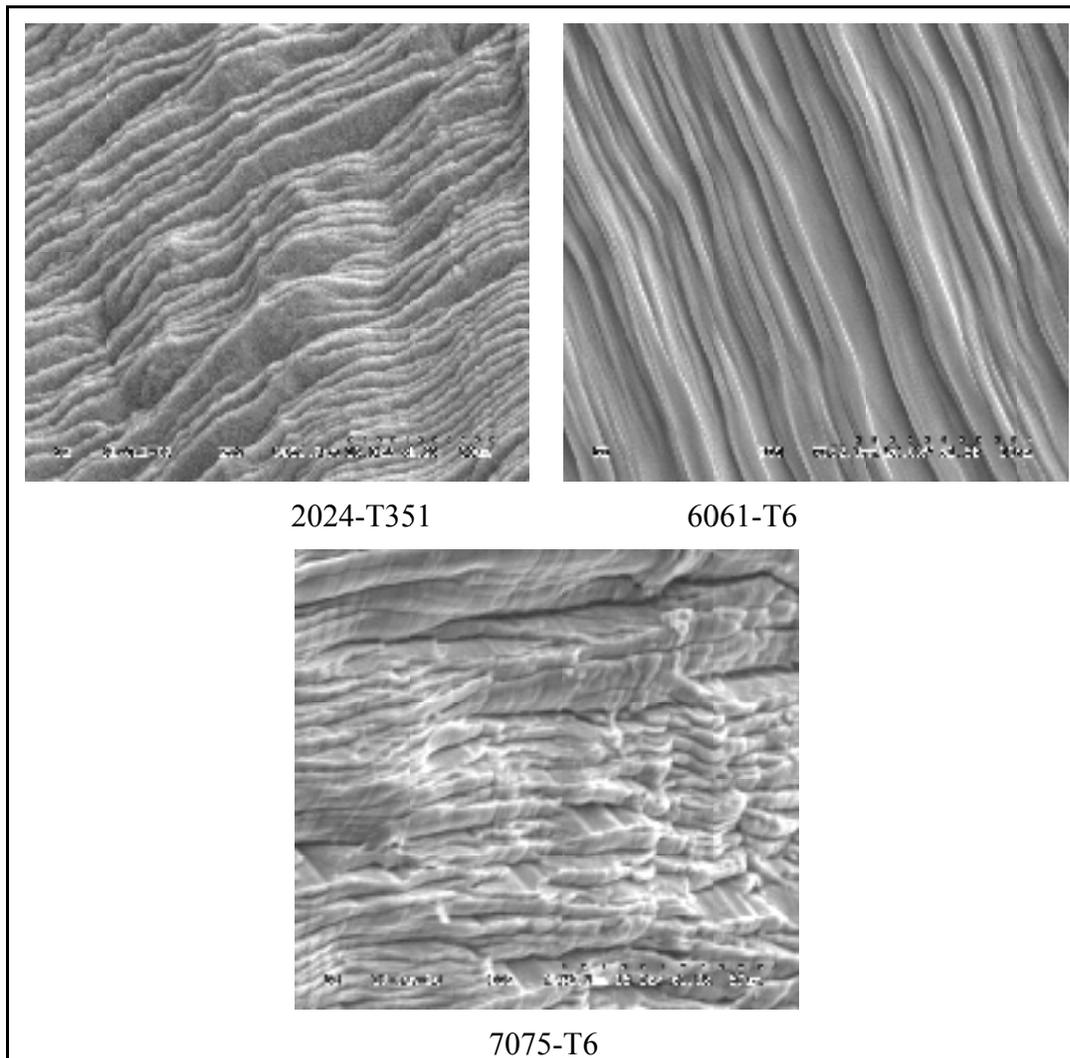


Figure 4.15 La face segmentée des copeaux dans les mêmes conditions d'usinage

L'irrégularité de la surface observée de la face extérieure du copeau (Figure 4.15) montre que le degré de séparation entre les bandes coïncide avec le pouvoir d'émission des particules (Figure 4.6.a). Ces résultats reflètent que le nombre élevé de segmentation et l'espacement entre ces derniers engendrent une grande quantité de poussières. Il est fort probable qu'une grande partie de poussières émises vient de cette zone (Figure 4.16).

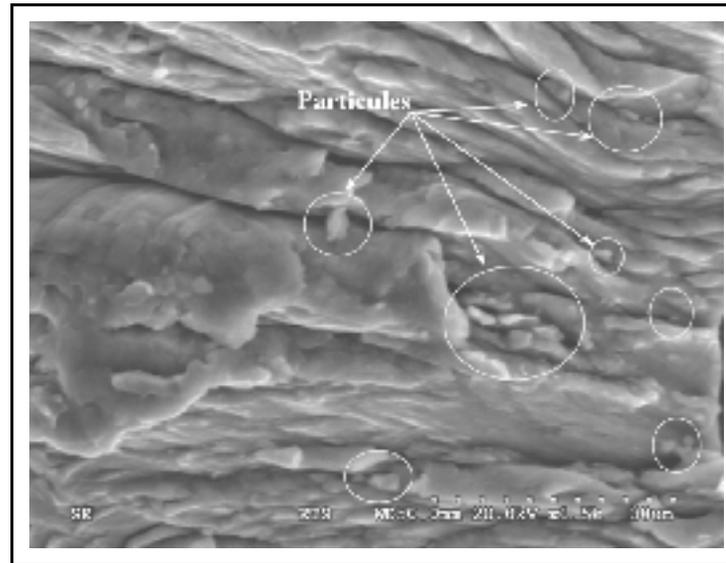


Figure 4.16 Particules émises de la zone segmentée de copeau

4.8 Conclusion

La réduction des émissions de particules devrait contribuer à protéger l'environnement et améliorer la qualité de l'air dans les ateliers d'usinage. Dans cette partie de travail, on a montré que les paramètres et les conditions de coupe influencent significativement la production de particules métalliques. Nos résultats expérimentaux démontrent que les émissions des particules ultrafines durant l'usinage sont affectées par le matériau de la pièce et l'effet combiné de la vitesse de coupe et l'avance. Les résultats confirment également l'existence de gammes de vitesse de coupe et d'avance dans lesquelles les émissions de particules ultrafines sont minimales. Les facteurs qui gouvernent la réponse de surface spécifique des particules ultrafines sont différents de ceux régissant la réponse en nombre et en masse. La réponse de la surface spécifique est influencée par les paramètres de coupe dans cet ordre : vitesse de coupe, vitesse d'avance, profondeur et outils de coupe utilisés. Alors que la réponse en nombre ou en masse est principalement régi par la géométrie de l'outil et du matériau. Cependant, il appartient au toxicologue à déterminer la métrique pour caractériser la toxicité de ces particules ultrafines.

ORIGINALITE

Cette thèse a pour but d'apporter une contribution à la compréhension des facteurs qui influencent la génération des PUF durant l'usinage. L'objectif primaire était de développer une méthode efficace de mesure, de contrôle et de caractérisation des PUF. Cette technique a été appliquée aux procédés d'usinage afin de pouvoir caractériser ces procédés en termes de production de PUF jugées dangereuses par les toxicologues. La thèse est divisée en deux parties qui peuvent se lire indépendamment.

La première partie de la thèse a été consacrée au développement d'une procédure de prélèvement et de préparations des substrats adaptées aux PUF manufacturées et aux différents microscopes utilisés (MEB, MET et AFM). Une des difficultés pour réaliser cette méthode a été rencontrée dans les problèmes liés à l'échantillonnage. Des mesures expérimentales ont été exécutées afin de déterminer l'effet de position du tube et de la distance sur l'efficacité du captage. Une simulation des procédés d'usinage a été effectuée sur un bloc de glace sèche pour connaître la direction prise par les particules lors de leurs générations. Cette expérimentation, innovatrice, a permis de confirmer qu'une grande partie de ces particules reste piégée au niveau d'un tourbillon engendré par le mouvement rotatif de l'outil. Les particules sont soumises à une dynamique collective importante et le nuage de particules persiste en tant qu'entité cohésive pendant un temps court. Ce résultat montre que la dispersion des PUF dépend de la nature du champ de vitesses engendrées par l'outil. La première réflexion est tenue sur la définition des conditions expérimentales de la mesure (localisation des capteurs, paramètres des machines d'échantillonnage, durée) qui a été défini pour chaque procédé de coupe testé. Cette étude a abouti à la définition d'une procédure de mesure de manière fiable et reproductible. Certaines règles ont été imposées pour augmenter l'efficacité de la mesure avant l'échantillonnage et ensuite durant l'échantillonnage lui-même. Les résultats obtenus ont permis d'avoir une meilleure connaissance de la composition de l'atmosphère ambiante proche de la zone de coupe tout en faisant progresser les moyens de captation et de caractérisation des PUF.

La seconde partie de cette thèse a été consacrée à l'étude des émissions de PUF lors de l'usinage par fraisage des alliages d'aluminium (2024-T351; 6061-T6 et 7075-T6). Elle s'est concentrée sur les particules dont la taille varie entre 10 nm – 500 nm. La revue de littérature a révélé un très faible nombre d'études portant sur l'émission de PUF lors de la coupe, malgré le fort potentiel d'exposition à ces particules pour les personnes. La nécessité et l'originalité de cette partie tiennent au fait qu'il n'existe pas de normes canadiennes ou québécoises relatives aux PUF émises par les procédés de fabrication. Aussi, il demeure encore difficile de prévoir les émissions de PUF selon leur taille, défis qu'il faudra tout de même souligner car la détermination des tailles de PUF en suspension permet la définition d'équipement de protection adéquat. La plus grande contribution de cette partie a été le développement d'une méthode de caractérisation basée sur les observations microscopiques (MET, MEB) et la correction des données en se servant des formes réelles et de la densité effective des particules. On a démontré que l'influence de la morphologie, la dimension et la distribution des particules sur la mesure a un rôle crucial. L'application de cette méthode de caractérisation au fraisage des alliages d'aluminium a montré que l'interprétation des données apportées par les appareils métrologiques généralement employés pour la caractérisation des PUF, surévalue ou sous-estime la taille des particules due au fait que les formes réelles des particules ne sont pas connues.

Par la suite, une correction des courbes brutes est appliquée à chaque test avant toute analyse. Après l'analyse, les résultats expérimentaux ont démontré que les émissions de PUF d'usinage sont affectées par le matériau de la pièce et l'effet combiné de la vitesse de coupe et l'avance. En particulier, la vitesse de coupe a une influence significative sur la génération des PUF en usinage. Il existe une gamme de vitesse de coupe et d'avance dans lesquelles les émissions de ces particules sont minimales. Nous avons aussi montré que sous des conditions spécifiques de coupe, la production des PUF diminue, ce qui est une avancée fort remarquable. Il est donc très bénéfique d'usiner à très haute vitesse afin de respecter trois points importants : santé, environnement et productivité. Il est également montré que les paramètres d'usinage qui gouvernent la surface spécifique des PUF sont différents de ceux gouvernant le nombre et la masse des particules ; ce qui rend compliqué une optimisation

globale. La définition d'un couple outil-matière spécifique à l'émission de PUF semble un développement nécessaire pour une prise en compte industrielle de la qualité de l'air sur le lieu de travail.

L'ensemble de ce travail a permis d'appréhender les interactions entre les paramètres de coupe et les modes de génération de PUF. Il ressort de cette analyse que la mise en évidence de la sensibilité du processus d'émission aux variations des paramètres de coupe montre l'importance de la chaîne de mesure. Le présent travail de recherche vient palier à cette lacune. Ce travail pourra permettre des études ultérieures en toxicologie pour accélérer la mise en place d'une norme sur les émissions de PUF pour une amélioration de la qualité de l'air dans les ateliers d'usinage et donc la protection de la santé des travailleurs.

CONCLUSION

Ce travail de thèse a pour objectif la caractérisation des particules ultrafines émises lors d'une opération d'usinage. Pour effectuer ce travail, nous avons procédé à une évaluation à la fois expérimentale et quantitative. Dans le premier chapitre, nous avons réuni diverses informations sur la physique des particules en abordant les spécificités de grandeurs caractéristiques des particules mais également les instruments de mesure. Après une revue bibliographique qui a mis en relief les besoins de recherche dans le domaine de caractérisation, nous avons pu noter à cette occasion que les études traitant de l'incidence de l'usinage sur la qualité de l'air sont assez peu nombreuses et que la situation des ateliers d'usinage en termes d'exposition aux PUF selon une démarche de surveillance de la qualité de l'air restent encore aujourd'hui quasi inexistantes.

Afin de mieux cerner les aspects liés à l'émission des particules ultrafines, il a fallu passer en revue les différentes phases provoquant cette émission de particules à savoir: la génération des particules ultrafines, sa diffusion dans le volume d'étude, son dépôt sur les surfaces destinées à l'analyse par microscopie et enfin la correction de la réponse brute. La première phase a consisté à vérifier l'influence et la variabilité des paramètres de coupe sur la génération des particules ultrafines qui sera utilisée tout le long des expérimentations. À cet effet, une série d'expérimentations ont donc été opérées au sein d'une enceinte ayant un volume plus conséquent. Ces essais ont permis d'aboutir à un contrôle optimal des conditions expérimentales.

Les chapitres trois et quatre font une synthèse des articles soumis dans des revues spécialisées. Notons ici, que les résultats expérimentaux que nous avons obtenus nous ont permis d'accroître les connaissances sur l'émission des PUF lors d'une opération d'usinage. Dans ce but, le suivi de particules dans la gamme 10 nm – 500 nm a été assuré durant un processus de fraisage. Une base de données a été constituée et complétée par les paramètres métrologiques. Durant chaque opération d'usinage, la concentration en nombre (10 nm - 500 nm) s'est étendue essentiellement de $0,1 \times 10^8$ à $4,15 \times 10^8$ particules/cm⁻³. La comparaison avec

les observations d'autres études montre que les résultats se situent à des niveaux élevés de pollution. D'autre part, on observe que la fraction des particules ultrafines (10 - 100 nm) est dominante dans la concentration en nombre. Par contre, les particules dans la gamme (100 - 500 nm) étant à même de jouer un rôle non-négligeable en terme massique. Ceci montre bien le fait que les moyens de surveillance actuels, basés sur la mesure de la concentration massique, sont influencés par les particules supérieures à 100 nm.

La réduction de la génération des particules devrait contribuer à protéger l'environnement et améliorer la qualité de l'air dans les ateliers d'usinage. Pour limiter la génération des particules ou pour la prédire, il est essentiel de connaître sous quelles conditions elles sont formées et les mécanismes à la base de la formation de ces particules. La géométrie de l'outil, les propriétés des matériaux, les conditions et les paramètres de coupe sont les paramètres influençant la formation des particules ultrafines et aide à la prédiction et le contrôle. Ce travail a conduit aux conclusions suivantes:

- Le processus de rainurage étudié a souligné la présence de particules fines et ultrafines de tailles différentes: 15% entre 100 et 300 nm, 20% entre 20 et 100 nm et 65% en dessous de 20 nm.
- La forme des particules ultrafines conditionne leurs effets biologiques. Les particules ultrafines émises lors de l'usinage peuvent avoir des formes diversifiées. L'observation au microscope électronique à transmission et à balayage ont montré différentes formes de particules ultrafines parfaitement hétérogènes (sphériques, cubiques et planes) et en agglomérat très irréguliers. Généralement, on classe ces particules ultrafines suivant deux familles morphologiques :
 - les isométriques qui ont sensiblement les mêmes dimensions selon les trois dimensions ;
 - les platées : il s'agit des particules dont deux dimensions sont grandes par rapport à la troisième

- Les particules ultrafines peuvent également s'agréger entre elles, si elles sont soumises à des forces plus importantes, telle que les forces de Van der Waals, électrostatiques ou aux tensions de surface. Ces agglomérats ou agrégats, allant jusqu'à une dimension micrométrique, peuvent avoir des formes complexes.
- Les facteurs qui gouvernent la réponse de surface spécifique des particules ultrafines sont différents de ceux régissant la réponse en nombre et en masse. La réponse de la surface spécifique est influencée par les paramètres de coupe dans cet ordre : vitesse de coupe, vitesse d'avance, profondeur et outils de coupe utilisés. Alors que la réponse en nombre ou en masse est principalement régi par le matériau et la géométrie de l'outil. En revanche, il appartient au toxicologue à déterminer la métrique pour caractériser la toxicité de ces particules ultrafines.
- Les résultats expérimentaux démontrent l'existence d'une gamme de vitesse de coupe et d'avance pour laquelle les émissions de particules ultrafines sont minimales. Afin de minimiser les émissions de particules ultrafines durant le fraisage à sec, il est recommandé d'usiner à la vitesse de coupe élevée avec de faibles profondeurs de coupe.
- Sans une correction adéquate relative à la forme et à la densité des particules, les données apportées par les appareils métrologiques testés surévaluent la taille des particules. L'impact de correction sur ces données s'est révélé important d'un point de vue quantitatif (facteur de 2).

Finalement, de nombreux paramètres entrant en jeu restent méconnus pour pouvoir modéliser de manière réaliste les émissions. Ces paramètres peuvent être liés soit aux particules, soit à l'échantillonnage. Par exemple, la méthode d'évaluation globale ne permette pas de prendre en compte les inhomogénéités dans l'écoulement au sein de l'enceinte utilisé ce qui explique sans doute l'agglomération des particules ultrafines.

RECOMMANDATIONS

Ce travail focalise sur la caractérisation des particules ultrafines émises lors d'une opération d'usinage. Face aux pressions grandissantes concernant les émissions de PUF et aux difficultés rencontrées lors de la mesure de ces particules, des développements métrologiques et l'élaboration des protocoles d'évaluation en émissions des procédés de fabrication sont nécessaires.

La plupart des particules sont électriquement chargés et leurs propriétés électriques influencent fortement leur transport et leur dépôt. Le chargeur bipolaire utilisé par le système SMPS contribue à la neutralisation des particules. Toutefois, la connaissance de l'état de charge électrique de ces particules est essentielle dans le domaine de la métrologie. Plusieurs études montrent l'inadéquation de l'équilibre de Boltzmann employé par SMPS pour décrire la répartition des charges électriques sur les particules. C'est pourquoi, on recommande d'étudier les mécanismes d'évolution de la charge électrique des particules générées durant l'usinage.

Aussi, les particules ultrafines peuvent se coaguler entre elles en raison de l'agitation brownienne. La concentration en masse n'est pas affectée par ce phénomène. Par contre, La coagulation entraîne un grossissement des particules et une diminution de la concentration numérique. En conséquence, le spectre granulométrique d'un aérosol ultrafin ne peut être considéré comme stationnaire si la concentration numérique est trop élevée. Une analyse de la coagulation de ces particules ultrafines semble nécessaire. Il serait également intéressant d'estimer l'effet de paroi et la sédimentation des particules ultrafines. Une étude sur les modes et lieux de coagulation s'impose.

Dans le contexte de développement métrologique et d'amélioration des connaissances sur les émissions de particules ultrafines, il faudra adapter un algorithme de correction générale aux données fournies par un SMPS pour améliorer les mesures de granulométrie. En plus, mètre sur pied une méthodologie de traitement d'incertitude adaptée aux mesures de SMPS.

D'autre part, une méthode d'extraction des informations statistiques sur la morphologie des particules par traitement automatique d'images (MEB ou MET) est nécessaire. On a besoin d'un outil qui traite les images par une méthode automatique et calcule les données : concentration, granulométries, morphologie, taille, dimension fractale, etc. En exploitant ces informations, l'outil produit une liste de formes constituant l'échantillon et servant de base pour adapter un algorithme de correction générale aux données fournies par un SMPS.

ANNEXE I

AN EXPERIMENTAL INVESTIGATION ON ULTRAFINE PARTICLES EMISSION DURING SLOT MILLING USING STATISTICAL ANALYSIS

A. DJEBARA, V. SONGMENE, J. KOUAM AND R. KHETTABI

International Journal of Advances in Machining and Forming Operations (IJAMFO) Vol. 1 No. x, (2012) x-x
Received 25 November 2011; received in revised form 17 February 2012; **accepted 24 February 2012.**

ABSTRACT: Manufacturing industries are adopting the dry high speed machining because of its benefits on productivity, environment and machining costs reduction. Although using this process eliminates the generation of wet aerosols, dry aerosols containing nano-size or micro-size particles are nevertheless generated during dry machining processes. Because of the potential risk associated with ultrafine particles, strategies must be sought to control their formation and limit possible exposure. The purpose of this study is to understand the factors that influence the generation of nanoparticles during machining. A multi-level factorial design of experiments (DOE) is used for this investigation. The workpiece materials tested are 6061-T6, 7075-T6 and 2024-T351 aluminum alloys. Full slot milling machining operations are performed with TiCN, TiAlN and TiCN+Al₂O₃+TiN coated cutting tools. The metric used to characterize ultrafine particles are the number, the specific surface and the mass. It is found that about 65% of ultrafine particles produced have aerodynamic diameters less than 20 nm, and the cutting process factors governing the specific surface of particles ultrafine are different from those governing the number and specific mass. It is also recommended to machine at high speed with small depths of cut as this setting provides a good economic return and meets ecological needs.

Keywords: alloys, dry machining, ultrafine particles, DOE.

BIBLIOGRAPHIE

- Afsset. 2008. « Les nanomatériaux ». Rapport de l'Agence française de sécurité sanitaire de l'environnement et du travail, p. 82.
- Ahlvik, P., L. Ntziachristos, J. Keskinen et A. Virtanen. 1998. « Real Time Measurements of Diesel Particle Size Distribution with an Electrical Low Pressure Impactor ». SAE Tech., p. Pap. No. 980410.
- Allen, M. D. , et O. G. Raabe. 1982. « Re-evaluation of millikan's oil drop data for the motion of small particles in air ». J. Aerosol Sci., vol. 13, p. 537–547.
- Astakhov, V.P. 2006. « Tribology of metal cutting ». Elsevier Science, vol. 52, p. 12-18.
- Balashazy I., Hofmann W. & Heistracher T. 2003. « Local particle deposition patterns may play a key role in the development of lung cancer ». J Appl Physiol, vol. 94, p. 1719-1725.
- Balout, B. , V. Songmene et J. Masounave. 2002. « Usinabilité des alliages de magnésium et d'aluminium Partie I: Forces de coupe ». Proc. of the International Symposium on Enabling Technologies for Light Metal and Composite Materials and Their End-Products, vol. 41th Conf. of Metallurgists of CIM, p. 223–242.
- Balout, B., Songmene, V., Masounave, J. . 2007. « An experimental study of dust generation during dry drilling of pre-cooled and pre-heated workpiece material ». Journal of Manufacturing Processes, vol. 9, no 1, p. 23-34.
- Baron, P.A. , et K. Willeke. 2001a. « In Aerosol measurement: principles, techniques, and applications ». Baron, P. A., Willeke, K., Eds.; John Wiley and Sons p. 45–60.
- Baron, P.A., et K. Willeke. 2001b. Aerosol fundamentals. New York: John Wiley and Sons 45–60 p.
- Bauccio, Michael. 1993. ASM Metals Reference Book. Materials Park. OH: Ed. ASM International.
- Momas, I., Caillard, J.F., Lesaffre, B. 2004. « Rapport de la Commission d'orientation du Plan national santé-environnement ». Environnement, Risques & Santé 3(3): 141-144.
- Behne, Martin. 1999. « Indoor air quality in rooms with cooled ceilings.: Mixing ventilation or rather displacement ventilation? ». Energy and Buildings, vol. 30, no 2, p. 155-166.

- Belabed, W., Kestali, N., Semsari, S., Gaid, A. 1994. « Evaluation de la toxicite de quelques metaux lourds a l'aide du test daphnia ». *Techniques Sciences Methodes*, no 6, p. 331-335.
- Bell, DD., Chou, J., Liang, SY. . 1999. « Modeling of cutting fluid effect on shop floor environment. ». *Tribol Trans* vol. 42, no 1, p. 168–173.
- Bergeron, V., Metahni, A. 2009. « Qualité de l'air intérieur: une préoccupation croissante ». *Annales des falsifications, de l'expertise chimique toxicologique*, vol. 971, p. 32-40.
- Biskos, G., K. Reavell et N. Collings. 2005. « Description and theoretical analysis of a differential mobility spectrometer ». *Aerosol Science and Technology*, vol. 39, no 6, p. 527-541.
- Brown, DM., MR. Wilson, W. MacNee, V. Stone et K. Donaldson. 2001. « Size-dependent proinflammatory effects of ultrafine polystyrene particles: a role for surface area and oxidative stress in the enhanced activity of ultrafines Toxicol ». *Appl Pharmacol* vol. 175, p. 191–199.
- Buckley, R.L. , et S.K. Loyalka. 1989. « Cunningham correction factor and accommodation coefficient ». *Journal of Aerosol Science*, vol. 20, no 3, p. 347.
- Chen, B. T., Irwin, R., Cheng, Y. S., Hoover, M. D., and Yeh, H. C 1993. « Aerodynamic Behavior of Fiber-Like and Disk-Like Particles in a Millikan Cell Apparatus ». *J. Aerosol Sci*, vol. 24, no 2, p. 181-195.
- Cheng, Y. S. 1991. « Drag Forces on Nonspherical Aerosol-Particles ». *Chem. Eng. Comm*, vol. 108, p. 201–223.
- Chung, KY, R.J. Cuthbert, G.S. Revell, S.G. Wassel et N. Summers. 2000. « A study on dust emission, particle size distribution and formaldehyde concentration during machining of medium density fibreboard ». *Annals of Occupational Hygiene*, vol. 44, no 6, p. 455.
- Clement, CF., Harrison, RG. 1992. « The charging of radioactive aerosols ». *Journal of aerosol science*, vol. 23, no 5, p. 481-504.
- Dahneke, B. 1971. « The capture of aerosol particles by surfaces ». *Journal of colloid and interface science*, vol. 37, no 2, p. 342-353.
- Dahneke, B. 1982. « Viscous resistance of straight-chain aggregates of uniform spheres ». *Aerosol Science and Technology*, vol. 1, no 2, p. 179-185.
- Dahneke, B.E. 1973b. « Slip correction factors for nonspherical bodies--I Introduction and continuum flow ». *Journal of Aerosol Science*, vol. 4, no 2, p. 139-145.

- Daniel, Bloch. . 2008. « Nanoparticules et santé au travail : une problématique nouvelle, médecin du travail ». CEA ENSERG. Marseille, A.P., vol. Séminaire annuel de l'OMNT, p. 1-27.
- Dasch, Jean., D'Arcy, James., Gundrum, Aaron., Sutherland, John., Johnson, John., Carlson, David. 2005. « Characterization of Fine Particles from Machining in Automotive Plants ». *Journal of occupational and environmental hygiene*, vol. 2, no 12, p. 609 - 625.
- Davies, CN. 1945. « Definitive equations for the fluid resistance of spheres ». *Proceedings of the Physical Society*, vol. 57, p. 259.
- Derk B (2010) Exposure to manufactured nanoparticles in different workplaces, *Journal of Toxicology*, 269, doi:10.1016/j.tox.2009.11.017, p120–127.
- Dhar, NR, MW Islam, S. Islam et MAH Mithu. 2006. « The influence of minimum quantity of lubrication (MQL) on cutting temperature, chip and dimensional accuracy in turning AISI-1040 steel ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 171, no 1, p. 93-99.
- Dhar, NR, M. Kamruzzaman et M. Ahmed. 2006. « Effect of minimum quantity lubrication (MQL) on tool wear and surface roughness in turning AISI-4340 steel ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 172, no 2, p. 299-304.
- Djebara, Abdelhakim., Khettabi, Riad., Kouam, Jules., Songmene, Victor. 2011. « Comparison of the Capability of Peak Function in Describing Real Condensation Particle Counter Profiles ». *Advanced Materials Research*, vol. 227, (April, 2011), p. 96-100.
- Driscoll, KE. . 1996. « Role of inflammation in the development of rat lung tumors in response to chronic particle exposure ». *Inhal Toxicol* vol. 8, no suppl, p. 139–153.
- Eckhoff, R.K. 1991. *Dust explosions in the process industries*. Butterworth-Heinemann, Oxford.
- Eckhoff, R.K. 1996. « Prevention and mitigation of dust explosions in the process industries: A survey of recent research and development ». *Journal of loss prevention in the process industries*, vol. 9, no 1, p. 3-20.
- Elder A.C, Gelein R, Azadniv M, Frampton M, Finkelstein J, Oberdörster G (2004) Systemic Effects of Inhaled Ultra Fine Particles in Two Compromised, Aged Rat Strains, *Inhale Toxicol.*, 16, p 461–471.

- Elihn, K., F. Otten, M. Boman, P. Heszler, F. E. Kruis, Fissan H. et J. O. Carlsson. 2001. « Size distributions and synthesis of nanoparticles by photolytic dissociation of ferrocene ». *Appl. Phys.*, vol. 72, p. 29-34.
- EPA, U.S. 1995. « Characterizing Air Emissions from Indoor Sources, ». EPA report:EPA/, vol. 600/F-95/005, p. U.S. Environmental Protection Agency, Washington, DC.
- Erikson, H. A. 1921. « The Change of Mobility of the Positive Ions in Air with Age ». *Phys. Rev.*, vol. 18, p. 100-101.
- Ernst E, FERG, Peter L, Gabriela G (2008) The Influence of Particle Size and Composition on the Quantification of Airborne Quartz Analysis on Filter Paper, *Industrial Health* 2008, 46, 144–151.
- Ferin, J., Oberdörster, G., Penney, DP. 1992. « Pulmonary retention of ultrafine and fine particles in rats ». *American journal of respiratory cell and molecular biology*, vol. 6, no 5, p. 535.
- Fierz, M., Scherrer, L., Burtscher, H. 2002. « Real-time measurement of aerosol size distributions with an electrical diffusion battery ». *Journal of aerosol science*, vol. 33, no 7, p. 1049-1060.
- Fletcher, RA, GW Mulholland, MR Winchester, RL King et DB Klinedinst. 2009. « Calibration of a Condensation Particle Counter Using a NIST Traceable Method ». *Aerosol Science and Technology*, vol. 43, no 5, p. 425-441.
- Fuchs, N. A. 1963. « On the stationary charge distribution on aerosol particles in a bipolar ionic atmosphere ». *Pure and Applied Geophysics*, vol. 56, no 1, p. 185-193.
- Fuchs, N. A. . 1964a. « The Mechanics of Aerosols ». Pergamon Press, Oxford, England, and The Macmillan Company, p. pp422.
- Gäggeler, H. W., Baltensperger, U., Emmenegger, M., Jost, D. T., Schmidt-Ott, A., Haller, P., Hofmann, M. 1989. « The epiphaniometer, a new device for continuous aerosol monitoring ». *Journal of aerosol science*, vol. 20, no 5, p. 557-564.
- Garcia, J., Colosio, J. 2001. Les indices de qualité de l'air: élaboration, usages et comparaisons internationales. Transvalor Presses des Mines.
- Gérald Baillargeon (1989) Probabilités, Statistique et technique de régression, p. 280-325.
- Gradus L, Popov Y (1984) Methods of Decontaminating Emissions during Machining of Materials, *Khim. Neft. Mashinostr.*, 2, p 10–11.

- Grésillon, J.M., Charron, S. 2007. « Réponse à l'échelle française: programmes de recherche du MEDD sur la gestion des risques inondation (RIO, RDT, ERA-Net CRUE) ». La Houille Blanche, no 2, p. 64-69.
- Gunn, R. 1955. « The statistical electrification of aerosols by ionic diffusion ». *Journal of Colloid Science*, vol. 10, no 1, p. 107-119.
- Hallé, S., Morency, F., Dufresne, L. 2009. « Modeling Nanoparticles Transport in an Animal Exposure Chamber: Comparison with Experimental Measurements ». *Compte-rendu du 2e Congrès international sur l'ingénierie des risques industriels*, Reims, France, 13-15 mai., vol. 2.
- Hanley, SJ, et DG Gray. 1999. « AFM images in air and water of kraft pulp fibres ». *Journal of pulp and paper science*, vol. 25, no 6, p. 196-200.
- Happel, J. , et H. Brenner. 1965. « Low Reynolds number hydrodynamics with special applications to particulate media ». Englewood Cliffs, Prentice-Hall, p. 553.
- Happel, J., et H. Brenner. 1983. *Low Reynolds number hydrodynamics*. Medium: X; Size: Pages: 553 p.
- Happel, J., et H. Brenner. 1991. *Low Reynolds number hydrodynamics: with special applications to particulate media*. Kluwer Academic Print on Demand.
- Hartman, R.P.A. , D.J. Brunner, D.M.A. Camelot, J.C.M. Marijnissen et B. Scarlett. 2001. « Jet break-up in electro-hydrodynamic atomization in the cone-jet mode ». *J. Aerosol Sci.*, vol. 31, p. 65–95.
- Hayes, SR. 1989. « Estimating the effect of being indoors on total personal exposure to outdoor air pollution ». *JAPCA*, vol. 39, no 11, p. 1453.
- Hervé-Bazin, B. 2007. *Les nanoparticules: Un enjeu majeur pour la santé au travail?* : L'Editeur: EDP Sciences, 626 p.
- Hess, W., Frisch, H. L., & Klein, R. . 1986. « On the hydrodynamic behavior of colloidal aggregates. ». *Journal of Physics*, vol. B, no Condensed Matter, p. 65–76.
- Hewitt, G. W. . 1957. « The Charging of Small Particles for Electrostatic Precipitation ». *Trans. Amer. Inst. Elect. Engr.* , vol. 76, p. 300-306.
- Hinds, W.C. 1999. *Aerosol technology: properties, behavior, and measurement of airborne particles*. Medium: X; Size: Pages: 480 p.
- Honnert, B., Vincent, R. 2007. « Production et utilisation industrielle des particules nanostructurées ». *Hygiène et sécurité du travail ND 2277*, vol. 209, no 07, p. 5-21.

- International Organization for Standardization. 2007. ISO/TR 27628:2007. « Workplace atmospheres; Ultrafine, nanoparticle and nano-structured aerosols; Inhalation exposure characterization and assessment », ICS 13.040.30, Workplace atmospheres.
- Jin, R. C. , Y. C. Cao, E. Hao, G. S. Metraux, G. C. Schatz et C.A. Mirkin. 2003. « Controlling Anisotropic Particle Growth through Plasmon Excitation ». *Nature*, vol. 425, p. 487-490.
- Joseph, G., Dale, E.N., Patrick, E., Charles, E.L., David, C.J., Eric, L., Sawyer, L.C., Michael, J.R. 1992. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis, 1.* : Springer Verlag.
- Kasper, G. 1982a. « Dynamics and measurement of smokes. I Size characterization of nonspherical particles ». *Aerosol Science and Technology*, vol. 1, no 2, p. 187-199.
- Kasper, G. 1982b. « Dynamics and measurement of smokes. II The aerodynamic diameter of chain aggregates in the transition regime ». *Aerosol Science and Technology*, vol. 1, no 2, p. 201-215.
- Kasper, G. . 1983. « Note on the slip coefficient of doublets of spheres ». *J. Aerosol Sci.*, vol. 14, no 6, p. 753-754.
- Keefe, D. Nolan, P.J. Rich, T.A. 1959. « Charge equilibrium in aerosols according to the Boltzmann law ». In. Vol. 60, p. 27-45. JSTOR.
- Khettabi, R., et V. Songmene. 2009. « Particles emission during orthogonal and oblique cutting ». *International Journal of Advances in Machining and Forming Operations*, vol. 1, no N1, p. 1-10.
- Khettabi, R., V. Songmene et J. Masounave. 2007. « Effect of tool lead angle and chip formation mode on dust emission in dry cutting ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 194, no 1-3, p. 100-109.
- Khettabi, R., V. Songmene, J. Masounave et I. Zaghbani. 2008. « Understanding the Formation of Nano and Micro Particles During Metal Cutting ». *Int. J. Signal Syst. Control Eng. Appi*, vol. 1, no 3, p. 203-210.
- Khettabi, R., Songmene, V., Masounave, J. 2010a. « Effects of Speeds, Materials, and Tool Rake Angles on Metallic Particle Emission During Orthogonal Cutting ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 19, no 6, p. 767-775.
- Khettabi, R., Songmene, V., Zaghbani, I., Masounave, J. 2010b. « Modeling of Particle Emission During Dry Orthogonal Cutting ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 19, no 6, p. 776-789.

- Khettabi, Riad. 2009. « Modélisation Des Émissions De Particules Microniques Et Nanométriques En Usinage ». Thèse, Montréal, ÉTS, 180 p.
- Klepeis, N.E. 2007. « Modeling Human Exposure to Air Pollution ». *Exposure Analysis*, CRC Press, Taylor & Francis, Boca Raton, FL, p. 445-470.
- Knoll, G.F. 1989. « Radiation Detection and Measurement ». Edition John Wiley & Sons USA, p. 840.
- Knutson, E. O. 1976. « Extended Electric Mobility Method for Measuring Aerosol Particle Size and Concentration, in *Fine Particles: Aerosol Generation, Measurement, and Sampling* ». (B. Y. H. Liu, ed.) Academic Press, New York p. 740-762.
- Knutson, E. O., Whitby, K. T. . 1975. « Aerosol classification by electric mobility: Apparatus, theory, and applications ». *Journal of Aerosol Science*, vol. 6, no 443, p. 451.
- Kouam, J., V. Songmene, A. Djebara et R. Khettabi. 2011. « Effect of Friction Testing of Metals on Particle Emission ». *Journal of Materials Engineering and Performance*, p. 1-8.
- Kutz, S., & Schmidt-Ott, A. 1990. « Use of a low-pressure impactor for fractal analysis of submicron particles. ». *Journal of Aerosol Science*, vol. 21, no 47–50.
- Lajoie, P. Juin 1997. «Particules Dans L'atmosphère : Des Normes Plus Sévères Pour Protéger La Santé ». En ligne. < http://www.inspq.qc.ca/bulletin/bise/1997/bise_8_3.asp >. Consulté le 31 juillet 2011.
- Lauwerys, R.R., Haufroid, V., Hoet, P., Lison, D. 2007. *Toxicologie industrielle et intoxications professionnelles*, 5e édition. Elsevier Masson SAS, 1235 p.
- Lévesque, B., Auger, P.L., Bourbeau, J., Duchesne, J.F., Lajoie, P., Menzies, D. 2003. « Qualité de l'air intérieur ». *Environnement et santé publique: fondements et pratiques*. Volume Chapitre, vol. 12, p. 317-332.
- Lissowski, P. 1940. « Das Laden von Aerosolteilchen in einer bipolaren Ionenatmosphäre ». *Acta Physicochimica URSS*, vol. 13, p. 157-192.
- Long J.F., Waldman W.J., Kristovich R., Williams M., Knight D. & Dutta P.K. 2005. « Comparison of ultrastructural cytotoxic effects of carbon and carbon/iron particulates on human monocyte-derived macrophages ». *Environ Health Perspect*, vol. 113, p. 170-174.
- MacNee W. & Donaldson K. 2000. « Exacerbations of COPD: environmental mechanisms ». *Chest*, vol. 117, p. 390-397.

- Malkovsky, Victor, et Alexander Pek. 2009. « Effect of Elevated Velocity of Particles in Groundwater Flow and Its Role in Colloid-facilitated Transport of Radionuclides in Underground Medium ». *Transport in Porous Media*, vol. 78, no 2, p. 277-294.
- Malshe, A.P., Naseem, H.A., Brown, W.D. 1998. Apparatus for and method of polishing and planarizing polycrystalline diamonds, and polished and planarized polycrystalline diamonds and products made therefrom. Patent, United States (inv.). 5725413.
- Maricq, M.M., D.H. Podsiadlik et R.E. Chase. 2000. « Size distributions of motor vehicle exhaust PM: a comparison between ELPI and SMPS measurements ». *Aerosol Science and Technology*, vol. 33, no 3, p. 239-260.
- McMurry, P.H., X. Wang, K. Park et K. Ehara. 2002. « The relationship between mass and mobility for atmospheric particles: A new technique for measuring particle density ». *Aerosol Science and Technology*, vol. 36, no 2, p. 227-238.
- Millikan, R.A. 1923. « The general law of fall of a small spherical body through a gas, and its bearing upon the nature of molecular reflection from surfaces ». *Physical Review*, vol. 22, no 1, p. 1.
- Morency, F., Hallé, S. 2010. « Nanoparticles Transport and Diffusion in an Animal Exposure Chamber ». *Advanced in Fluid Mechanics VIII*, editor M. Rahman, C.A. Brebbia, WIT Press, Southampton, England p. 533-544.
- Moshhammer, H., et M. Neuberger. 2003. « The active surface of suspended particles as a predictor of lung function and pulmonary symptoms in Austrian school children ». *Atmospheric Environment*, vol. 37, no 13, p. 1737-1744.
- Mulholland, G.W., et B.J. Bauer. 2000. « Nanometer calibration particles: what is available and what is needed? ». *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 2, no 1, p. 5-15.
- Nageswara Rao, D., et P. Vamsi Krishna. 2008. « The influence of solid lubricant particle size on machining parameters in turning ». *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 48, no 1, p. 107-111.
- Nicolle, Jerome. 2009. « Développement d'une méthodologie d'analyse de composés organiques volatils en traces pour la qualification de matériaux de construction ». These p. 23-69.
- Nolan, P.J., Kennan, EL. 1948. « Condensation Nuclei from Hot Platinum: Size, Coagulation Coefficient and Charge-Distribution ». In. Vol. 52, p. 171-190. JSTOR.

- Oberdörster, G., JN. Finkelstein, C. Johnston, R. Gelein, C. Cox et R. Baggs. 2000. « Acute pulmonary effects of ultrafine particles in rats and mice ». *Res Rep Health Eff Inst*, vol. 96, p. 5-74.
- Oberdörster, G., Cherian, MG., Baggs, RB. 1994. « Correlation between cadmium-induced pulmonary carcinogenicity, metallothionein expression, and inflammatory processes: a species comparison ». *Environmental health perspectives*, vol. 102, no Suppl 3, p. 257.
- Oberdörster, G., RM. Gelein, J. Ferin et B. Weiss. 1995. « Association of particulate air pollution and acute mortality: involvement of ultrafine particles? ». *Inhal Toxicol* vol. 7, p. 111-124.
- Oberdörster, G. Oberdörster, E. Oberdörster, J. 2005. « Nanotoxicology: an emerging discipline evolving from studies of ultrafine particles ». *Environmental health perspectives*, vol. 113, no 7, p. 823.
- Oberdörster, G. Oberdörster, E. Oberdörster, J. 2007. « Concepts of nanoparticle dose metric and response metric ». *Environmental health perspectives*, vol. 115, no 6, p. A290.
- Olivier, P., Wroblewski, A. 2001. *Application d'un modèle de dispersion de polluants atmosphériques en zone rurale influencée*. 52 p.
- Ostiguy C, Roberge B, Ménard L, Endo C. 2009. « A good practice guide for safe work with nanoparticles: The Quebec approach ». IOP Publishing, vol. 012037.
- Ostiguy, C. Lapointe, G. Trottier, M. Ménard, L. Cloutier, Y. Boutin, M. Antoun, M. 2006. « Health Effects of Nanoparticles ». Normand, Christian Studies and Research Projects/Report R-469, Montréal, IRSST, 55 pages.
- OMS, Organisation mondiale de la santé (World Health Organization WHO), (1999), «Hazard Prevention and Control in the Work Environment: Airborne Dust, Prevention and Control Exchange», WHO/SDE/OEH/99.14, Geneva, Switzerland, 1-219.
- Onder M, Onder S (2009) Evaluation of Occupational Exposures to Respirable Dust in Underground Coal Mines, *Industrial Health* 2009, 47, 43–49.
- Ouf, F.X., J. Vendel, A. Coppalle, M. Weill et J. Yon. 2008. « Characterization of soot particles in the plumes of over-ventilated diffusion flames ». *Combustion Science and Technology*, vol. 180, no 4, p. 674-698.
- Ouf, François-Xavier. . 2006. « Caractérisation des aérosols émis lors d'un incendie ». Thèse de Doctorat, p. 31.

- Payne, L.E., et WH Pell. 1960. « The Stokes flow problem for a class of axially symmetric bodies ». *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 7, no 04, p. 529-549.
- Perrin, M.L. . 1980. « Étude de la dynamique d'aérosols fins produits artificiellement, Application à l'atmosphère ». Thèse, Paris VI, vol. rapport CEA R-5062, p. 140.
- Peters, A., HE. Wichmann, T. Tuch, J. Heinrich et J. Heyder. 1997. « Respiratory effects are associated with the number of ultrafine particles ». *Am Respir Crit Care Med* vol. 155, p. 1376–1383.
- Poey, J., Philibert, C. 2000. « Toxicite des metaux ». *Revue Francaise des Laboratoires*, vol. 2000, no 323, p. 35-43.
- Pollak, L. W., Metnieks, A. L. 1962. « On the validity of Boltzmann's distribution law for the charges of aerosol particles in electrical equilibrium ». *Pure and Applied Geophysics*, vol. 53, no 1, p. 111-132.
- Pommery, J., Imbenotte, M., Erb, F. 1985. « Relation entre toxicite et formes libres de quelques metaux traces ». *Environmental Pollution Series B, Chemical and Physical*, vol. 9, no 2, p. 127-136.
- Raabe, O.G. . 1976. « Aerosol Aerodynamic Size Conventions for Inertial Sampler Calibration ». *J. Air Pollut. Contr. Assoc.*, vol. 26, p. 856–860.
- Rader, D.J. . 1990. « Momentum slip correction factor for small particles in nine common gases ». *J. Aerosol Sci.*, vol. 21, p. 161-168.
- Remadna, Mehdi. 2001. « Le comportement du systeme usinant en tournage dur. Application au cas d'un acier trempé usine avec des plaquettes CBN (Nitrure de Bore Cubique) ». Thèse, (13 juin 2001), p. 16-52.
- Ramulu M, Young P, Kao H (1999) Drilling of Graphite / Bismaleimide Composite Material, *J. Mater. Eng. Perform.*, 8, p 330–338.
- Rautio S, Hynynen P et al. (2002) Modeling of airborne dust emissions in CNC MDF milling, *Holz als Roh- und Werkstoff*, vol. 65, (7), p 335-341.
- Renoux, D. Boulaud. 1998b. « Les aérosols, physique et métrologie ». TEC DOC, édition Lavoisier p. pp 301.
- Rogak, Steven N., Flagan, Richard C. 1992. « Bipolar diffusion charging of spheres and agglomerate aerosol particles ». *Journal of aerosol science*, vol. 23, no 7, p. 693-703, 705-710.

- Rohmann, H. 1923. « Methode sur Messung der Grosse von Schwebeteilchen ». *Phys.*, vol. 17, no 2, p. 253-265.
- Rossmoore, H.W., et L.A. Rossmoore. 1990. « Effect of Microbial Growth Products on Biocide Activity in Metalworking Fluids, ». *Symposium on Extra cellular Microbial Products in Bio-deterioration*, vol. 27, no 2, p. 145–156.
- Sager, T.M., Castranova, V. 2009. « Surface area of particle administered versus mass in determining the pulmonary toxicity of ultrafine and fine carbon black: comparison to ultrafine titanium dioxide ». *Particle and Fibre Toxicology*, vol. 6, p. 15-15.
- Sandu, A., Allard, F. 1999. « Numerical study of the turbulent transport of particles in a cavity: Prediction of particle spreading in a ventilated enclosure ». La Rochelle, FRANCE, Université de La Rochelle, 203 p.
- Schmidt-Ott, A., Baltensperger, U., Gfaggeler, H. W., & Jost, D. T. 1990. « Scaling behavior of physical parameters describing agglomerates ». *Journal of Aerosol Science*, vol. 21, p. 711–717.
- Shin, W.G., J. Wang, M. Mertler, B. Sachweh, H. Fissan et D.Y.H. Pui. 2009. « Structural properties of silver nanoparticle agglomerates based on transmission electron microscopy: relationship to particle mobility analysis ». *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 11, no 1, p. 163-173.
- Sondossi, M. , H.W. Rossmoore et R. Williams. 2001. « Relative Formaldehyde Resistance Among Bacterial Survivors of Biocide-Treated Metalworking Fluid ». *Int. Bio-deteriorat. Biodegrad*, vol. 48, no 1-4, p. 286–300.
- Songmene, V. , Balout, B., Masounave, J. . 2008a. « Clean machining : Experimental investigation on dust formation part 1 : Influence of machining parameters and chip formation ». *International Journal of Environmentally Conscious Design & Manufacturing*, vol. 14, no 1, p. 1-16.
- Songmene, V., B. Balout et J. Masounave. 2008. « Clean Machining: Experimental Investigation on Dust Formation - Part II: Influence of Machining Strategies and Drill Condition ». *Int. J. Enviro.*, vol. 14, no Conscious Des. Manuf. (ECDM), p. 17-33.
- Songmene, V., Balout, B., Masounave, J. 2008b. « Clean Machining: Experimental Investigation on Dust Formation—Part I: Influence of Machining Parameters and Chip Formation ». *Int. J. Environ. Conscious Des. Manuf.(ECDM)*, vol. 14, no 1, p. 17-33.
- Standard, A. 1981. « Ventilation for Acceptable Indoor Air Quality ». Philip Morris, p. 62.

- Sutherland, J.W. , V.N. Kukur et N.C. King. 2000. « Experimental Investigation of Air Quality in Wet and Dry Turning, ». CIRP Ann. Manuf. Technol., vol. 49, no 1, p. 61-64.
- Sutherland, J.W., Kukur, V.N., King, N.C. 2000. « An Experimental Investigation of Air Quality in Wet and Dry Turning ». CIRP Ann. Manufactur. Technol, vol. 49, no 1, p. 61-64.
- Swuste, P., Corn, M., Goelzer, B. 1995. « Hazard prevention and control in the work environment. Report of a WHO meeting ». International journal of occupational medicine and environmental health, vol. 8, no 1, p. 7.
- Tammet, H. . 1995. « Size and mobility of nanometer particles, clusters and ions ». J. Aerosol Sci, vol. 26, p. 459–475.
- Taylor, M.A. 2002. « Quantitative measures for shape and size of particles ». Powder technology, vol. 124, no 1-2, p. 94-100.
- Terence, A. . 2003. « Powder Sampling and Particle Size Determination ». Elsevier B.V. , vol. 1st edition p. 57-136.
- Tönshoff, HK., Arendt, C., Amor, R.B. 2000. « Cutting of hardened steel ». CIRP Annals-Manufacturing Technology, vol. 49, no 2, p. 547-566.
- Tönshoff, HK., Peters, J., Inasaki, I., Paul, T. 1992. « Modelling and simulation of grinding processes ». CIRP Annals-Manufacturing Technology, vol. 41, no 2, p. 677-688.
- Tran, CL., D. Buchanan, RT. Cullen, A. Searl, AD. Jones et K. Donaldson. 2000. « Inhalation of poorly soluble particles. II. Influence of particle surface area on inflammation and clearance ». Inhal Toxicol vol. 12, p. 1113–1126.
- TSI. 2006. « Scanning Mobility Particle Sizer™ (SMPS™) Spectrometer Model 3936, Ultrafine Water-based Condensation Particle Counter Model 3786 ». Operation and Service Manual, vol. Revision L&B, no P/N 1933796 & 1930072, p. 83.
- Van Gulijk, C., JCM Marijnissen, M. Makkee, JA Moulijn et A. Schmidt-Ott. 2004. « Measuring diesel soot with a scanning mobility particle sizer and an electrical low-pressure impactor: performance assessment with a model for fractal-like agglomerates ». Journal of aerosol science, vol. 35, no 5, p. 633-655.
- Virtanen, A., J. Ristimäki et J. Keskinen. 2004. « Method for measuring effective density and fractal dimension of aerosol agglomerates ». Aerosol Science and Technology, vol. 38, no 5, p. 437-446.

- Weinert, K.I., J.W. Sutherland et T. Wakabayashi. 2004. « Dry Machining and Minimum Quantity Lubrication ». *CIRP Ann. Manufact. Technol.*, vol. 53, no 2, p. 511–537.
- Wen, HY., Reischl, GP., Kasper, G. 1984. « Bipolar diffusion charging of fibrous aerosol particles--I. charging theory ». *Journal of aerosol science*, vol. 15, no 2, p. 89-101.
- World Health Organisation (WHO). 1999. « Hazard Prevention and control in the work environment: Airborne dust ». Occupational and Environmental Health Department of Protection of the Human Environment, WHO, Geneva.
- Whitby, K. T., Clark, W. E. 1966. « Electrical Aerosol Particle Counting and Size Distribution Measuring System for the 0.015 to 1 μm Size Range ». *Tellus* vol. 18, p. 573-586.
- Wiedensohler, A. 1988a. « An approximation of the bipolar charge distribution for particles in the submicron size range ». *Journal of aerosol science*, vol. 19, no 3, p. 387-389.
- Wiedensohler, A., Fissan, HJ. 1988b. « Aerosol charging in high purity gases ». *Journal of aerosol science*, vol. 19, no 7, p. 867-870.
- Wiedensohler, A., Lütke-meier, E., Feldpausch, M., Helsper, C. 1986. « Investigation of the bipolar charge distribution at various gas conditions ». *Journal of aerosol science*, vol. 17, no 3, p. 413-416.
- Williams, M.M.R., et S.K. Loyalka. 1991. « Aerosol Science – Theory and Practice, With Special Applications to the Nuclear Industry ». Pergamon Press vol. Chapter II, p. 12-105.
- Witschger, O., Fabriès, J.F. 2005. *Particules ultra-fines et santé au travail: Caractéristiques et effets potentiels sur la santé*, ND 2227-199-05. Montréal: Institut national de sécurité, 15 p.
- Yang, X., Chen, Q. 2001. « A coupled airflow and source/sink model for simulating indoor VOC exposures ». *Indoor Air*, vol. 11, no 4, p. 257-269.
- Young, P., Byrne, G., Cotterell, M. 1997. « Manufacturing and the environment ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 13, no 7, p. 488-493.
- Zeleny, J. 1898. « On the Ratio of the Velocities of the Two Ions Produced in Gases by Rontgen Radiation; and on Some Related Phenomena ». *Phil. Mag*, vol. 46, p. 120-154.
- Zeleny, J. 1900. « The Velocity of the Ions Produced in Gases by Rongten Rays ». *Phil. Trans. Roy. Soc. A*, vol. 195, p. 193-234.

Zeleny, J. 1929. « The Distribution of Mobilities of Ions in Air ». Phys. Rev, vol. 34, p. 310-334.

Zhang Q, Kusaka Y, Donaldson K (2000) Comparative Pulmonary Responses Caused by Exposure to Standard Cobalt and Ultra Fine Cobalt, J. Occup. Health, 42, p 179–184.

Zhuming, Bi, Design and simulation of dust extraction for composite drilling. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2011. 54(5), p. 629-638.

