

Prévention des risques chimiques et biologiques

# Études et recherches

RAPPORT R-814



## Mesure, contrôle et caractérisation des nanoparticules Procédure appliquée à l'usinage et au frottement mécanique

*Victor Songmene  
Riad Khettabi  
Martin Viens  
Jules Kouam  
Stéphane Hallé  
François Morency  
Jacques Masounave  
Abdelhakim Djebara*





Solidement implanté au Québec depuis 1980, l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) est un organisme de recherche scientifique reconnu internationalement pour la qualité de ses travaux.

## NOS RECHERCHES

*travaillent pour vous !*

### Mission

Contribuer, par la recherche, à la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles ainsi qu'à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes;

Assurer la diffusion des connaissances et jouer un rôle de référence scientifique et d'expertise;

Offrir les services de laboratoires et l'expertise nécessaires à l'action du réseau public de prévention en santé et en sécurité du travail.

*Doté d'un conseil d'administration paritaire où siègent en nombre égal des représentants des employeurs et des travailleurs, l'IRSST est financé par la Commission de la santé et de la sécurité du travail.*

### Pour en savoir plus

Visitez notre site Web ! Vous y trouverez une information complète et à jour. De plus, toutes les publications éditées par l'IRSST peuvent être téléchargées gratuitement. [www.irsst.qc.ca](http://www.irsst.qc.ca)

Pour connaître l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, abonnez-vous gratuitement au magazine Prévention au travail, publié conjointement par l'Institut et la CSST. Abonnement : [www.csst.qc.ca/AbonnementPAT](http://www.csst.qc.ca/AbonnementPAT)

### Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec  
2014  
ISBN : 978-2-89631-716-5 (PDF)  
ISSN : 0820-8395

IRSST - Direction des communications  
et de la valorisation de la recherche  
505, boul. De Maisonneuve Ouest  
Montréal (Québec)  
H3A 3C2  
Téléphone : 514 288-1551  
Télécopieur : 514 288-7636  
[publications@irsst.qc.ca](mailto:publications@irsst.qc.ca)  
[www.irsst.qc.ca](http://www.irsst.qc.ca)  
© Institut de recherche Robert-Sauvé  
en santé et en sécurité du travail,  
mai 2014

Prévention des risques chimiques et biologiques

# Études et recherches

RAPPORT R-814

## Mesure, contrôle et caractérisation des nanoparticules Procédure appliquée à l'usinage et au frottement mécanique

### Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document. En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information.

Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle.

*Victor Songmene, Riad Khettabi, Martin Viens,  
Jules Kouam, Stéphane Hallé, François Morency,  
Jacques Masounave, Abdelhakim Djebara*

*École de technologie supérieure*



Cette publication est disponible  
en version PDF  
sur le site Web de l'IRSST.

Cette étude a été financée dans le cadre d'une entente entre l'IRSST et NanoQuébec.  
Les conclusions et recommandations sont celles des auteurs.

**CONFORMÉMENT AUX POLITIQUES DE L'IRSS**

Les résultats des travaux de recherche publiés dans ce document  
ont fait l'objet d'une évaluation par des pairs.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier les organismes suivants :

- L'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) pour le support financier, le soutien technique et pour la collaboration des chercheurs Yves Cloutier en métrologie et Chantal Dion en caractérisation par microscopie électronique à transmission;
- Nano-Québec pour le support financier;
- L'École de technologie supérieure (ÉTS) pour les équipements et pour le soutien du Décanat de la recherche à ce projet;
- Le Laboratoire d'ingénierie des produits, procédés et systèmes (LIPPS) pour nous avoir permis d'utiliser son infrastructure;
- Le Centre de recherche sur l'aluminium (REGAL) pour avoir offert un complément de bourse aux étudiants qui ont participé au projet;
- L'Équipe de recherche en sécurité du travail (ÉREST) pour sa collaboration.



## SOMMAIRE

Alors que les nanotechnologies émergentes ouvrent des voies prometteuses dans plusieurs secteurs d'activité, des études suggèrent que les nanoparticules (NP) qu'elles génèrent pourraient avoir des effets négatifs, notamment sur la santé et sur l'environnement. Celles-ci peuvent être générées lors de la fabrication, de la manutention et de l'assemblage de pièces métalliques ordinaires et de celles à base de nanomatériaux. D'autres activités quotidiennes, telles que le freinage des automobiles, peuvent aussi produire des NP. Il est donc urgent de trouver des moyens de contrôler ces risques. Cependant, les techniques et méthodes usuelles d'évaluation du risque ne sont pas directement applicables aux NP. L'objectif de ce projet est d'établir une méthode efficace de mesure, de contrôle et de caractérisation des NP applicable aux procédés de fabrication industrielle.

Des tests d'usinage et de frottement en laboratoire, effectués sur des machines-outils de calibre industriel, couplés avec des simulations du comportement des particules dans l'air et des écoulements de l'air dans l'enceinte des machines, ont été nécessaires pour réaliser cette étude. Plusieurs équipements d'échantillonnage de particules (SMPS, APS, MOUDI) et de caractérisation (microscope électronique à balayage – MEB, microscope électronique à transmission – MET et microscope à force atomique – MFA) ont été utilisés. Le présent projet a, entre autres, permis de :

- ✓ Constituer une procédure d'échantillonnage, de collecte et de mesure : développement de méthodes de prélèvement et de préparation des substrats adaptées aux NP et aux différents microscopes utilisés (*MEB, MET et MFA*) ; amélioration de la mesure par le développement de facteurs de correction de la forme et de la densité des particules.
- ✓ Déterminer les conditions qui entourent la génération des NP lors du frottement et de l'usinage des pièces en alliage d'aluminium ainsi que les concentrations et les distributions en diamètre aérodynamique de ces particules. Nous avons ainsi élaboré des stratégies de réduction à la source des émissions de NP lors de l'usinage et du frottement, stratégies basées sur le choix des conditions opératoires.
- ✓ Démontrer que l'usinage d'alliages courants, qui ne sont pas considérés comme des nanomatériaux, émet plus de NP que de particules de taille micrométrique et que la majorité de ces NP ont une taille inférieure à 20 nanomètres.
- ✓ Classer les opérations courantes d'usinage (fraisage, tournage et perçage) et de frottement à sec selon leur capacité d'émission de NP. Pour les alliages d'aluminium testés, le fraisage est l'opération qui émet le plus de NP.

Ce travail a démontré la nécessité de connaître la trajectoire des particules lors de leur émission et la forme de celles-ci afin d'améliorer la captation et la précision de la mesure. Il a également mis en évidence la présence de particules ultrafines lors des opérations de mise en forme par usinage des matériaux ordinaires ne contenant pas de NP. L'émission de ces particules dépend des procédés et de leurs paramètres, des matériaux coupants et des matériaux coupés, d'où la possibilité de pouvoir contrôler les émissions de ces particules. Les cas typiques des nanomatériaux et des composites contenant ou pas de nanoparticules méritent d'être examinés.

Dans le présent rapport, le terme nanoparticules (NP) désigne les *particules ultrafines* qui sont émises lors de l'usinage de pièces métalliques (ou autres procédés) et qui sont de dimensions nanométriques.



## TABLE DES MATIÈRES

<b>1. INTRODUCTION.....</b>	<b>1</b>
<b>2. PROBLÉMATIQUE, ÉTAT DES CONNAISSANCES ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE .....</b>	<b>2</b>
<b>2.1 Problématique .....</b>	<b>2</b>
2.1.1 Les NP en milieu de travail.....	2
2.1.2 Mesure, contrôle et réduction à la source des NP.....	4
<b>2.2 État des connaissances scientifiques et techniques .....</b>	<b>5</b>
2.2.1 Effets potentiellement nocifs des NP en relation avec leur taille .....	5
2.2.2 La mesure et les paramètres caractéristiques .....	7
2.2.3 Progrès dans l'étude des particules métalliques générées lors de l'usinage .....	9
2.2.4 Les progrès dans l'étude du comportement des NP dans l'air.....	11
<b>2.3 Objectifs de recherche .....</b>	<b>13</b>
<b>3. MÉTHODE DE RECHERCHE.....</b>	<b>14</b>
<b>3.1 Procédure d'étude des émissions de NP lors de l'usinage et lors du frottement.....</b>	<b>14</b>
<b>3.2 Étude du mouvement des particules dans un flux d'air et intégration avec le système de mesure .....</b>	<b>15</b>
<b>3.3 Procédures de captation et de préparation des échantillons de particules pour microscopie .....</b>	<b>17</b>
3.3.1 Montage des dispositifs de captation des NP.....	17
3.3.2 Procédure de préparation des substrats .....	21
<b>3.4 Caractérisation des concentrations des NP par SMPS.....</b>	<b>22</b>
<b>3.5 Autres consignes d'échantillonnage pour des appareils de type SMPS ou MOUDI 24</b>	
3.5.1 Conditions de branchement et conditions opératoires des instruments .....	24
3.5.2 Réglage de la charge, de la densité et de la forme des particules .....	25
<b>4. RÉSULTATS ET ANALYSES.....</b>	<b>28</b>
<b>4.1 Caractérisation des formes et de la composition des particules par microscopie.....</b>	<b>28</b>
4.1.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB).....	28
4.1.2 Caractérisation par microscopie électronique à transmission (MET).....	31
4.1.3 Caractérisation par microscopie à force atomique (MFA) .....	31

<b>4.2</b>	<b>Correction des données en fonction de la forme, de la morphologie et de la nature des particules .....</b>	<b>32</b>
<b>4.3</b>	<b>Étude des émissions des NP lors du frottement.....</b>	<b>36</b>
<b>4.4</b>	<b>Étude des émissions de NP lors de la mise en forme par usinage.....</b>	<b>38</b>
<b>4.5</b>	<b>Modélisation et prédiction des émissions de particules .....</b>	<b>50</b>
<b>5.</b>	<b>DISCUSSION.....</b>	<b>54</b>
<b>5.1</b>	<b>Comportement aérodynamique des particules .....</b>	<b>54</b>
<b>5.2</b>	<b>Effet du procédé et des stratégies de coupe .....</b>	<b>57</b>
<b>5.3</b>	<b>Effets de l'outil : Géométrie et revêtement.....</b>	<b>59</b>
<b>5.4</b>	<b>Effet du matériau .....</b>	<b>64</b>
<b>5.5</b>	<b>Vitesse critique et conditions expérimentales.....</b>	<b>65</b>
<b>6.</b>	<b>CONCLUSION .....</b>	<b>67</b>
<b>7.</b>	<b>APPLICABILITÉ DES RÉSULTATS .....</b>	<b>69</b>
<b>8.</b>	<b>RECOMMANDATIONS .....</b>	<b>71</b>
<b>9.</b>	<b>RÉFÉRENCES.....</b>	<b>72</b>

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Paramètres d'usinage utilisés dans l'étude expérimentale.....	14
Tableau 2 : Les dix étages d'impaction de MOUDI et les diamètres des particules qui correspondent à chaque étage. ....	20
Tableau 3 : Formules et métriques utilisées pour caractériser les NP par le SMPS. ....	23
Tableau 4 : Règles expérimentales suggérées lors de l'utilisation des instruments SMPS et MOUDI. ....	24
Tableau 5 : Exemples de correction des concentrations données par le SMPS pour une distribution de particules métalliques d'usinage. ....	34
Tableau 6 : Distribution du nombre de NP produites lors du fraisage, en fonction de leur diamètre.....	42
Tableau 7 : Résultats des analyses de variance effectuées sur les facteurs influençant les concentrations de NP émises lors du fraisage de l'alliage d'aluminium 2024-T351. ....	43

## LISTE DES FIGURES

Figure 1 – Distributions granulométriques moyennes des particules métalliques durant une opération d'usinage d'aluminium (6061-T6), suivant les quatre modes de distribution : (a) en nombre ( $M = 10^6$ ), (b) en diamètre moyen ( $\text{mm}/\text{cm}^3$ ), (c) en surface spécifique ( $B = 10^{-9} \text{ nm}^2/\text{cm}^3$ ) et (d) en masse ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ).....	8
Figure 2 – Influence de l'état de l'outil et des matériaux de la pièce sur les émissions de microparticules ( $\text{PM}_{2,5}$ ) lors du perçage .....	10
Figure 3 - Zones de production de poussières dans le cas du fraisage.. .....	10
Figure 4 - Dispositif expérimental : Machine-outil d'usinage et système de mesure des particules : SMPS + DMA+ APS + CPC.....	14
Figure 5 - Montage de pièces utilisées pour l'étude du frottement.....	15
Figure 6 - Simulation de la direction prise par les particules émises lors du rainurage (750 m/min, 0.165 mm/tour, diamètre de l'outil de 19 mm).....	16
Figure 7 - Montages expérimentaux pour échantillonnage des NP par le SMPS et le NAS. ....	17
Figure 8 - Présentation du MOUDI : a) Description d'un étage individuel, b) Vue de l'ensemble de la structure des étages.....	19
Figure 9 - Montage expérimental pour échantillonnage des NP par le MOUDI.....	20
Figure 10 - Substrat d'aluminium sans métallisation. ....	21
Figure 11 - Métallisation : a) métalliseur Sputter Coater EMITECH K550x, b) substrat avec dépôt d'une couche d'or de l'ordre de 7 nm. ....	22
Figure 12 - Différentes épaisseurs de couche de métallisation : a) 21 nm, b) 14 nm et c) 7 nm. ...	22
Figure 13 – Influence de la correction de charges multiples sur la distribution granulométrique.	26
Figure 14 – Exemple de particule émise lors du fraisage de l'Al7075-T6, analysée au MEB (Al : aluminium, O : oxygène). ....	28
Figure 15 – Images MEB des particules obtenues lors du fraisage, en fonction de la vitesse de coupe. ....	29
Figure 16 – Familles morphologiques des particules produites pendant l'usinage : (a, b) nanoparticules et (c) agglomérats. ....	30
Figure 17 – Images obtenues par MFA des particules générées lors de l'usinage, en fonction de la vitesse de coupe. ....	31
Figure 18 - Image obtenue par MEB d'un copeau montrant des particules émises dans la zone segmentée de ce copeau .....	32
Figure 19 – Représentation d'une particule en mouvement dans un instrument de mesure.....	33
Figure 20 – Effets de la correction de la forme sur la distribution en masse des particules ultrafines en fonction de leur diamètre .....	35

---

Figure 21 - Concentration en nombre des NP (7-500 nm) générées lors du frottement avec l'outil en rotation seul ou combiné à une translation, pour l'alliage d'aluminium 6061-T6. ....	36
Figure 22 - Concentration en nombre des NP (7-500 nm) générées lors du frottement avec l'outil en rotation seul ou combiné à une translation, pour l'alliage d'aluminium 7075-T6. ....	37
Figure 23 - Concentration en nombre des NP (7-500 nm) générées lors du frottement (avec ou sans translation) et du fraisage pour l'alliage d'aluminium 6061-T6. ....	37
Figure 24 - Concentration en nombre des particules de taille comprise entre 0.5 et 10 µm, émises lors du perçage de deux alliages d'aluminium de corroyage : 6061-T6 et 7075-T6. ....	39
Figure 25 - Concentration en nombre des particules de taille comprise entre 0.5 et 10 µm lors du perçage de deux alliages d'aluminium de fonderie : A356-T0 et A319-T0. ....	39
Figure 26 - Effets des conditions de fraisage sur la concentration en nombre ( $C^P$ ) des NP. ....	40
Figure 27 - Effets des conditions de fraisage sur la concentration en masse ( $C^M$ ) des NP. ....	41
Figure 28 - Effets des conditions de fraisage sur la concentration surfacique ( $C^S$ ) des NP. ....	41
Figure 29 - Diagramme de Pareto des effets des facteurs de fraisage sur la concentration en nombre des particules émises. ....	44
Figure 30 - Diagramme de Pareto des effets des facteurs de fraisage sur la concentration en masse des particules émises. ....	45
Figure 31 - Diagramme de Pareto des effets des facteurs de fraisage sur la concentration en surface spécifique des particules émises. ....	45
Figure 32 - Effets de l'interaction avance ( <i>feed rate</i> ) -matériau sur les concentrations en masse (a) et en surface spécifique (b) des NP émises lors du fraisage. ....	46
Figure 33 - Prédiction des concentrations en nombre et en surface spécifique des émissions de NP lors du fraisage (outil IC908) sur une pièce en alliage d'aluminium 2024-T351 : Effets de la vitesse et de l'avance de coupe. ....	47
Figure 34 - Prédiction des concentrations en nombre et en surface spécifique des émissions de NP lors du fraisage (outil IC908) sur une pièce en alliage d'aluminium 6061-T6 : Effets de la vitesse et de l'avance de coupe. ....	48
Figure 35 - Prédiction des concentrations en nombre et en surface spécifique des émissions de NP lors du fraisage (outil IC908) sur une pièce en alliage d'aluminium 7075-T6 : Effets de la vitesse et de l'avance de coupe. ....	49
Figure 36 - Résultats des simulations (Éq. 5) de l'influence de la vitesse de coupe et de l'avance sur les émissions de NP pour l'alliage Al6061-T6. ....	52
Figure 37 - Résultats expérimentaux et simulation des émissions de particules lors de l'usinage à sec. ....	53

---

Figure 38 – Coefficient de diffusion Brownienne en fonction du diamètre aérodynamique obtenu pour quatre modèles .....	56
Figure 39 – Fraction massique des NP aéroportées dans une conduite circulaire (1 cm) en fonction de la longueur .....	57
Figure 40 – Comparaison des émissions de différents procédés, en se servant du Dust Unit (Éq. 2) .....	58
Figure 41 – Comparaison des émissions d'aérosols (PM <sub>2,5</sub> ) lors du tournage de l'aluminium 6061-T6 en fonction des conditions de lubrification .....	59
Figure 42 – Représentation schématique simplifiée de la géométrie de l'outil : angle de coupe, angle de cisaillement, angle de dépouille et rayon du bec .....	60
Figure 43 – Effets des interactions entre la vitesse de coupe et le grade (revêtement de l'outil) sur la surface spécifique des particules fines (PM <sub>2.5</sub> ) .....	60
Figure 44 – Effet de l'angle de coupe ( <i>rake angle</i> ) de l'outil sur la concentration en nombre et la distribution granulométrique des NP lors du tournage orthogonal de l'acier AISI 1018 : a) angle négatif; b) angle positif .....	62
Figure 45 – Effet de l'angle de coupe ( <i>rake angle</i> ) de l'outil sur la surface spécifique et la distribution granulométrique des NP lors du tournage orthogonal de l'acier AISI 1018 : a) angle négatif; b) angle positif .....	63
Figure 46 – Effet de l'angle de coupe ( <i>rake angle</i> ) de l'outil sur la concentration massique et la distribution granulométrique des NP lors du tournage orthogonal de l'acier AISI 1018 : a) angle négatif; b) angle positif .....	64
Figure 47 – Comparaison de l'influence du matériau sur les émissions de NP lors du fraisage de 2 alliages d'aluminium par rapport à l'alliage d'aluminium 2024-T351 .....	65

## LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

ANOVA	Analyse de variance
APS	Spectromètre de mesure du diamètre aérodynamique des particules ( <i>Aerodynamic Particle Sizer or APS Spectrometer</i> )
C <sup>P</sup>	Concentration en nombre des particules (#/cm <sup>3</sup> )
C <sup>S</sup>	Concentration en surface spécifique moyenne des particules (nm <sup>2</sup> /cm <sup>3</sup> )
C <sup>M</sup>	Concentration en masse des particules (µg/m <sup>3</sup> )
CPC	Compteur de particules de condensation
DMA	Classificateur électrostatique ( <i>Differential Mobility Analyser</i> )
EDX	Spectrométrie de diffraction à rayon-X ( <i>Electronic Diffraction X</i> )
ELPI	Impacteur à basse pression ( <i>Electrical Low Pressure Impactor</i> )
ÉTS	École de technologie supérieure
EPA	Agence américaine de protection de l'environnement ( <i>Environmental Protection Agency</i> )
EU-OSHA	Agence européenne pour la sécurité et la santé au travail
IRSST	Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail
LDMA	Analyseur différentiel de mobilité avec longue colonne de classification ( <i>Long Differential Mobility Analyser</i> ), pour les plages de 20 à 1000 nm
MOUDI	Séparateur à impact à micro-orifices pour dépôts uniformes ( <i>Micro-Orifice Uniform Deposit Impactor</i> )
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique à transmission
MFA	Microscope à force atomique
NAS	Échantillonneur d'aérosols nanométriques par précipitation électrostatique ( <i>Nanometer Aerosol Sampler</i> )
NDMA	Analyseur différentiel de mobilité avec petite colonne de classification ( <i>Nano Differential Mobility Analyser</i> ), pour les plages de 5 à 500 nm
NP	Nanoparticules : Particules dont l'une des trois dimensions est de taille

nanométrique (inférieure à 100 nm)

NIOSH	National Institute for Occupational Safety and Health
OMS	Organisation mondiale de la santé
PC	Polycarbonates
PM <sub>2,5</sub>	Particules polluantes de diamètre inférieur à 2.5 µm, servant d'indice de la qualité de l'air ( <i>Particulate Matter for 2.5 µm or less</i> )
SMPS	Spectromètre à mobilité pour classer les particules ( <i>Scanning Mobility Particle Sizer</i> )
SUVA	Caisse nationale suisse d'assurance en cas d'accidents ( <i>Schweizerische Unfallversicherungsanstalt</i> )
VLEP	Valeur limite d'exposition professionnelle

## 1. INTRODUCTION

L'apparition des nanomatériaux a permis d'ouvrir de nouvelles perspectives dans le monde industriel, scientifique et même social. En raison des risques associés à l'utilisation grandissante des nanomatériaux, les organismes de régulation cherchent à établir de nouvelles normes pour les particules dont la taille est inférieure à 100 nm. En effet, des nanoparticules (NP) sont présentes lors de la fabrication, de la manutention et de l'assemblage de pièces métalliques ordinaires et de celles à base de nanomatériaux. D'autres activités quotidiennes, telles que le freinage des automobiles, peuvent aussi générer des NP. Il est donc urgent de rechercher des moyens de maîtrise ou de protection.

Des essais conduits au Laboratoire de fabrication et de caractérisation de matériaux composites de l'École de technologie supérieure (ÉTS) ont montré qu'il est possible de réduire à la source la formation de particules de taille micrométrique. Nous estimons qu'une réduction semblable devrait être également possible pour les NP. Toutefois, les connaissances sur les NP sont encore au stade embryonnaire; il en est de même des méthodes de mesures reproductibles et fiables. Il est donc essentiel d'établir une procédure de mesure fiable pour valider les efforts de réduction à la source des NP.

Le présent rapport est divisé en neuf sections incluant une introduction. La Section 2 est consacrée à la problématique de mesure des NP, aux connaissances scientifiques actuelles ainsi qu'aux objectifs de la recherche. La Section 3 présente la méthodologie utilisée alors que la Section 4 relate les résultats obtenus. La discussion est présentée à la Section 5. On y retrouve le comportement aérodynamique des NP, les effets du procédé, du matériau coupé, de l'outil et des conditions de coupe. Une conclusion (Section 6), l'applicabilité des résultats (Section 7), les recommandations (Section 8) et les références (Section 9) complètent le rapport.

## 2. PROBLÉMATIQUE, ÉTAT DES CONNAISSANCES ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE

### 2.1 Problématique

#### 2.1.1 Les NP en milieu de travail

Les NP se retrouvent dans de nombreux milieux industriels, y compris ceux de la fabrication des matériaux composites. Plusieurs travaux de recherches s'intéressent à l'interaction entre les NP et la matrice dans les matériaux composites afin de mieux comprendre le phénomène. Les NP n'agissent pas comme de simples additifs conventionnels, mais aussi comme un important renfort qui améliore significativement les propriétés mécaniques des matériaux (Bensadoun, 2011; Jancar et coll. 2010; Pustkova et coll. 2009; Laoutid et coll. 2009).

D'après Witschger et coll., (2012) l'exposition aux NP peut avoir lieu lors de la synthèse, de la manipulation et de la mise en forme des nanomatériaux (incluant l'usinage, le ponçage et le polissage), ainsi que lors du nettoyage des équipements et lors de la collecte, du transport et des traitements des déchets.

En 2010, à l'échelle mondiale, on évaluait à 20 000 le nombre de travailleurs du secteur des nanotechnologies (Boczkowski et Lanone, 2010), mais le nombre de personnes qui peuvent être exposées aux NP est étonnamment plus élevé, à cause des procédés additionnels susceptibles d'en produire. En effet, plusieurs procédés de fabrication génèrent des aérosols (secs ou humides) qui peuvent être nuisibles à la santé des opérateurs de machines-outils ou à l'environnement. Ainsi, il a été prouvé que les procédés d'usinage des métaux produisent de larges spectres de particules (Tönshoff et coll. 1997; Malshe et coll. 1998) dont certaines sont des NP (Zaghbani et coll. 2009; Khettabi et coll. 2010); C'est aussi le cas pour le bois (Subra et coll. 1999) dont l'usinage produit des poussières. Les résultats de tests d'usinage effectués en laboratoire sur des métaux ont cependant montré que l'émission de particules métalliques diminue avec l'augmentation de la vitesse de coupe (Songmene et coll. 2008a; Zaghbani et coll. 2009). Ces résultats sont très intéressants du point de vue pratique, car il est possible d'usiner des pièces à de très hautes vitesses de coupe, garantissant ainsi une très grande productivité, et ce, en réduisant la production de poussières nocives.

Aitken et coll. (2004) estiment qu'en Angleterre, environ un million d'employés seraient exposés aux NP via des procédés tels que le soudage, l'élaboration ou le traitement des matériaux métalliques. Les travaux de Malshe et coll. (1998) indiquent que la majorité des poussières générées lors de l'usinage sont constituées de très fines particules (de moins de 1 µm de diamètre). Leur concentration numérique est de l'ordre de 10 à 35 fois plus élevée que celle des plus grosses particules (de l'ordre de 5 µm de diamètre) et dépend du type d'outil utilisé.

Alors que des pays comme l'Allemagne, les États-Unis et l'Angleterre ont fixé des limites (ou des valeurs indicatives) d'exposition aux poussières pour les travailleurs du secteur de la fabrication, le Canada n'a pas encore de règlement spécifique à cet égard. Des travaux effectués

par Tönshoff et coll. (1997), en Allemagne, ont montré que, sans un système d'aspiration, l'émission des poussières de taille micrométrique lors de la rectification d'une pièce représentait un réel danger pour la santé des opérateurs, car cette émission dépassait de 100 % la limite permise en Allemagne, qui était de  $6 \text{ mg/m}^3$ . Notons que la taille des particules étudiées par ces auteurs variait de 0,03 à 16 micromètres.

Aux États-Unis, le National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH) a recommandé des limites d'exposition de  $1,5 \text{ mg/m}^3$  pour le  $\text{TiO}_2$  fin et de  $0,1 \text{ mg/m}^3$  pour le  $\text{TiO}_2$  ultrafin, en concentrations moyennes pondérées dans le temps, pour un maximum de 10 h/j et 40 h/semaine<sup>1</sup>. De même, l'Agence européenne pour la sécurité et la santé du travail (EU-OSHA, 2009) indique aussi que des valeurs des références (ou valeurs limites d'exposition) ont été proposées au Royaume-Uni (UK) pour quatre classes de nanomatériaux:

- Nanomatériaux insolubles :  $0,066 \times$  limite d'exposition professionnelle (VLEP) du matériau de base de taille micrométrique correspondant (exprimé en concentration massique);
- Nanomatériaux de type fibreux : 0,01 fibres/ml;
- Nanomatériaux très solubles :  $0,5 \times$  VLEP;
- Nanomatériaux de type CMAR (*carcinogenic, mutagenic, asthmagenic or reproductive*) :  $0,1 \times$  VLEP du matériau de base de taille micrométrique correspondant (exprimé en concentration massique).

Boczkowski et Lanone (2010), après avoir regretté l'inexistence d'une valeur limite professionnelle d'exposition spécifique aux NP, proposent d'adopter une attitude prudente vis-à-vis des NP manufacturées en limitant les expositions en milieu industriel et en instaurant une protection collective intégrée au procédé de fabrication.

En 2012, la Caisse nationale suisse d'assurance en cas d'accidents (SUVA, 2012) a publié des valeurs de référence pour quelques NP ( $6 \text{ mg/m}^3$  pour les poussières inertes;  $2 \text{ mg/m}^3$  pour le bois dur;  $0,2 \text{ mg/m}^3$  pour les brouillards d'huiles minérales,  $0,15 \text{ mg/m}^3$  pour la silice cristalline et  $0,1 \text{ mg/m}^3$  pour le plomb).

D'après la SUVA (2013), aucune limite n'a encore été établie ou publiée à l'échelle internationale pour les NP. Par contre, la SUVA (2013) mentionne les limites indicatives suivantes :

Poussières en général :

- Poussière alvéolaire :  $3 \text{ mg/m}^3$
- Poussière inhalable :  $10 \text{ mg/m}^3$

---

<sup>1</sup> NIOSH Current Intelligence Bulletin: Evaluation of Health Hazard and Recommendations for Occupational Exposure to Titanium Dioxide. **Draft, November 22, 2005.**

Nanoparticules :

- Nanotubes et nanofibres de carbone (longueur supérieure à 5  $\mu\text{m}$ , diamètre inférieur à 3  $\mu\text{m}$ , rapport entre longueur et diamètre supérieur à 3:1) : 0,01 fibre/ml
- Nanoparticules de dioxyde de titane : 0,3  $\text{mg}/\text{m}^3$  (fraction alvéolaire)

Dans le présent rapport, nous nous sommes concentrés sur les procédés de mise en forme par usinage et sur le frottement mécanique entre deux matériaux métalliques. Le développement d'une méthode de mesure des NP et la mise sur pied d'une banque de données sur les émissions générées lors de la fabrication et le frottement de pièces aideraient sans doute les législateurs canadiens à proposer des règlements dans ce domaine. Ces résultats pourraient aussi conscientiser les manufacturiers afin qu'ils implantent des moyens de correction ou de prévention.

### **2.1.2 Mesure, contrôle et réduction à la source des NP**

La réduction à la source peut se faire à trois niveaux : la production, la substitution et les pratiques de travail (OMS, 1999). Les procédés de production ou de fabrication peuvent être améliorés en appliquant des méthodes qui génèrent moins de particules. Pour ce qui est des matériaux, ou de la nature des poussières, on peut changer les matériaux afin qu'ils génèrent moins de poussière. Hoover et coll. (1990) ont montré que les matériaux fragiles produisent plus de poussière que les matériaux ductiles, et que les métaux en produisent davantage (de l'ordre de 500 fois plus) que les alliages. Si la substitution n'est pas possible, des stratégies de réduction à la source des particules doivent être recherchées ou développées (OMS, 1999).

Des essais d'usinage conduits au Laboratoire de fabrication de l'École de technologie supérieure (ÉTS), à Montréal, ont montré qu'il est possible de réduire à la source la formation de particules de taille micrométrique, et ce, parfois par un facteur de 10, en modifiant les paramètres et les stratégies d'usinage (Songmene et coll. 2008) ou en refroidissant localement les matériaux avant l'usinage (Balout et coll. 2007). Nous estimons donc qu'il est également possible de réduire à la source la génération des NP. Des travaux préliminaires (Zaghbani et coll. 2009; Khettabi et coll. 2007, 2008, 2009a) confirment cette hypothèse pour quelques matériaux et dans certaines conditions d'usinage. Songmene et coll. (2012) ont aussi montré qu'on peut réduire, sans effets néfastes sur la productivité, les concentrations massiques des particules émises lors de l'usinage en utilisant la bonne géométrie de l'outil ou en combinant judicieusement les paramètres de coupe : la vitesse et l'avance.

Toutefois, afin d'y arriver, il est primordial d'établir une procédure fiable de mesure des NP parce qu'elles présentent un comportement différent des microparticules et qu'elles sont plus difficiles à mesurer. Notons également que l'air ambiant, surtout celui des ateliers de fabrication, contient déjà de nombreuses NP de sources et de tailles variées. D'où la nécessité, pour toute étude portant sur le contrôle ou la réduction à la source des NP d'être conduite dans un environnement contrôlé et le plus près possible de la source de génération (par exemple, l'enceinte de la machine-outil dans le cas de l'usinage). Ceci est nécessaire afin d'identifier la méthode qui génère le moins de particules possible.

Cependant, on connaît peu l'interaction entre le procédé, le matériau et la formation des NP. Cette lacune est encore plus préoccupante pour les nanomatériaux qui peuvent générer beaucoup de NP. De plus, les méthodes employées habituellement en hygiène du travail pour se protéger contre les aérosols ne sont pas adaptées et ne permettent pas de détecter ou de caractériser adéquatement les aérosols ultrafins, inférieurs à 0.1  $\mu\text{m}$  (Mark, 2004). Le potentiel de collecte de ce type de particules est faible parce qu'on ne maîtrise pas encore leur comportement dans l'air (Witschger et Fabriès, 2005b).

La maîtrise des NP dans l'air ambiant par ventilation à la source ou par ventilation générale pose un défi en raison de leur comportement aérodynamique, associé généralement au comportement d'un scalaire passif. À faible concentration, les NP ont tendance à se comporter comme un gaz dans un écoulement d'air forcé, d'où l'importance de modéliser la dispersion d'un gaz traceur pour prédire et améliorer l'efficacité des moyens de captation. Par ailleurs, selon Vincent (1989), l'évaluation de l'exposition professionnelle aux aérosols est devenue plus complexe, car il faut prendre en compte la nature des procédés mis en œuvre au poste de travail et le type d'aérosol qui se dégage.

## **2.2 État des connaissances scientifiques et techniques**

### **2.2.1 Effets potentiellement nocifs des NP en relation avec leur taille**

Les études épidémiologiques montrent que les poussières métalliques, y compris celles produites lors des procédés de fabrication, représentent un risque pour la santé des travailleurs (Tönshoff et coll. 1997; Sutherland et coll. 2000; OMS, 1999; Ostiguy et coll. 2006). Leurs effets vont de la simple irritation des voies respiratoires aux cancers, en incluant la bronchite et l'asthme. L'Agence américaine de protection de l'environnement (EPA) confirme que même de faibles concentrations de certains métaux peuvent causer des effets pulmonaires aigus (Sutherland et coll. 2000). Les personnes les plus à risque de développer le cancer de l'estomac, du pancréas, de la prostate et du rectum sont celles qui sont souvent exposées aux particules métalliques de coupe (Hands et coll. 1996; Mackerer, 1989).

À cause de ces problèmes, les agences de régulation en matière d'hygiène et de sécurité du travail incitent de plus en plus les manufacturiers à réduire l'émission de NP et de poussières métalliques. Il est bien connu que le niveau de pénétration des particules dans l'arbre respiratoire est fonction de la taille des particules (Ostiguy et coll. 2006). De façon générale, des particules de moins de 2,5  $\mu\text{m}$  auront tendance à se déposer dans la région alvéolaire du poumon alors que les plus grosses se déposeront dans les voies supérieures. Le chercheur Khettabi et ses collègues (2007) ont mis sur pied un modèle mathématique de prédiction de la génération de microparticules. D'après les travaux de Witschger et Fabriès (2005a), les plages de tailles auxquelles on doit prêter une attention particulière sont celle de 1 à 2,5  $\mu\text{m}$ , ainsi que celle de 5 à 20 nm, car les particules dont le diamètre aérodynamique est inclus dans cette dernière plage se déposent majoritairement dans les alvéoles. Il est donc tout à fait justifié de travailler avec des NP de taille supérieure à 5 nm de diamètre lors d'études *in vitro* sur des cellules alvéolaires.

Selon Zhang et coll. (2000), les NP seraient aussi dommageables que les microparticules, surtout quand elles sont absorbées par les cellules du corps humain. Des études expérimentales réalisées par Oberdörster et coll. (2005) ont montré que des particules, même inertes, peuvent devenir biologiquement actives quand elles sont de taille nanométrique. En raison de cette taille, les nanoparticules peuvent entrer dans le corps humain par le nez, la bouche et à travers la peau, et se disperser par la suite pour atteindre les alvéoles pulmonaires, le système sanguin, le foie, le cerveau; elles peuvent même traverser les parois intestinales et le placenta (Ostiguy et coll. 2006). Gatti (2004) a confirmé que certaines NP pouvaient migrer vers les reins et le pancréas. Ahamed et coll. (2010) ont, quant à eux, confirmé le risque de pénétration des NP par voie cutanée ainsi que le risque d'effets dommageables sur les organes vitaux.

Il a aussi été démontré qu'il est possible d'améliorer le facteur de pénétration de particules thérapeutiques à travers la peau malade, en particulier par les ouvertures des follicules pileux, en réduisant la taille de ces particules à l'échelle nano (Tarl et coll. 2011). Ces travaux font penser aux risques de pénétration des NP métalliques à travers la peau. Cependant, d'autres études, incluant celle de Sadrieh et coll. (2010), ont conclu que des oxydes métalliques de taille nanométrique, en particulier ceux de  $TiO_2$  et  $ZnO$ , sont incapables de pénétrer une peau saine. De même, selon Lademann et coll. (2011) qui ont analysé la littérature sur les aspects de santé et de sécurité des NP, il n'y a aucune indication que les particules de taille  $\geq 100$  nm puissent traverser la barrière d'une peau saine. Pour des NP de taille  $\leq 100$  nm, les recherches se poursuivent et on s'attend à ce que celles dont le diamètre est  $\leq 40$  nm ne puissent pas non plus traverser la peau.

Il reste également à réaliser des études similaires avec les NP qui ne sont pas générées de façon intentionnelles, notamment celles produites lors de la mise en forme des matériaux. Elder et coll. (2004) ont montré que la toxicité des NP est en relation directe avec leur nombre et leur surface spécifique, et pas seulement en fonction de leur concentration massique comme c'est le cas avec les microparticules. Il est aussi admis que la réactivité des particules augmente quand leur taille diminue. En particulier, le degré d'oxydation s'accroît avec la diminution de la taille des particules. Les particules métalliques s'oxydent et cette réaction se fait très rapidement dans l'air; la plupart du temps, elle est instantanée.

Une mesure adéquate des NP permettrait éventuellement d'examiner les corrélations entre la toxicité, la nature, la forme et la taille des NP, pour ensuite trouver des moyens pour prédire et limiter la production de particules dangereuses. En l'absence de standard de mesures des particules métalliques, en particulier de celles générées lors de la fabrication des pièces, il est impossible :

- de comparer les résultats entre les différents laboratoires;
- de connaître les matériaux ou les procédés qui émettent moins de ces particules métalliques;
- d'identifier des techniques de fabrication propres et économiques.

## 2.2.2 La mesure et les paramètres caractéristiques

L'évaluation des émissions de particules métalliques en relation avec les procédés, les matériaux ou toute autre variable contrôlable doit se faire avec des méthodes à sensibilité élevée. Les mesures prises à l'air libre et loin de la source sont intéressantes pour tester la qualité de l'air, mais elles ne sont pas appropriées pour étudier l'émissivité des procédés ou des matériaux et ont aussi pour effet d'accroître le temps de mesure (Songmene et coll. 2007).

Le contrôle de la qualité de l'air ou la caractérisation des particules en suspension dans l'air est souvent fait en se servant de leur concentration comme paramètre principal. Dans le cas de nombreux instruments, ce paramètre est évalué en comptant le nombre de particules repérées par le détecteur de l'instrument de mesure qui aspire de l'air à un débit connu et en calculant la concentration massique ( $\text{mg}/\text{m}^3$ ) à partir de la densité des particules, selon l'hypothèse qu'elles sont sphériques. La masse des particules est aussi déduite par calcul. Ces paramètres (masse, concentration) sont adéquats pour les particules larges ou fines, mais pas nécessairement pour les NP (Witschger et Fabriès, 2005a).

De nombreux chercheurs (Ostiguy et coll. 2006, Witschger et Fabriès, 2005a) ont suggéré de considérer la surface spécifique comme un paramètre essentiel pour les NP; il y aurait une meilleure corrélation entre leur surface spécifique et leur toxicité, alors que ce n'est pas le cas avec les mesures relatives à la masse des NP. Tel qu'illustrée à la Figure 1, la distribution des particules varie selon qu'on s'intéresse au nombre, au diamètre moyen, à la surface spécifique ou à la masse de celles-ci.

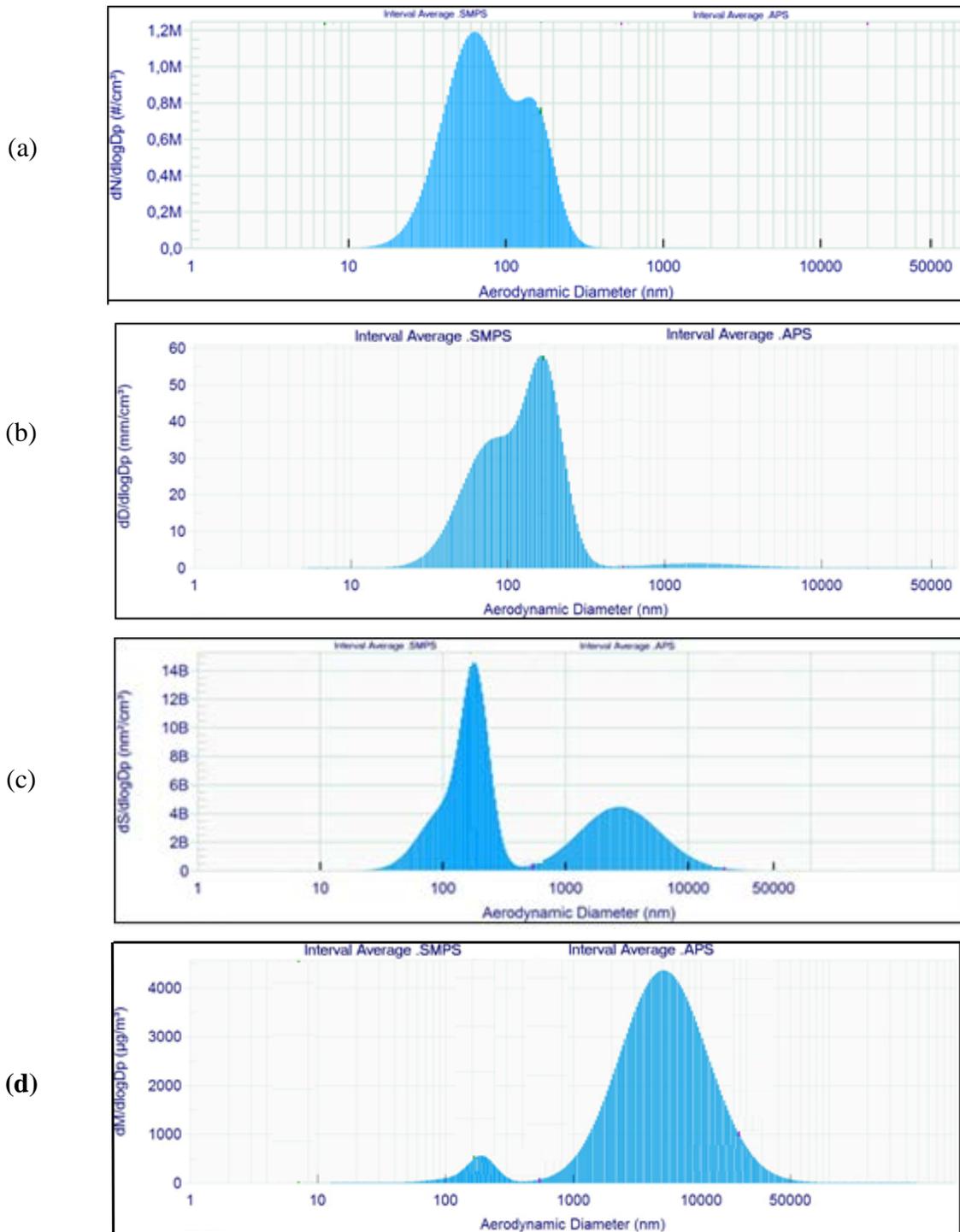
Palmqvist et Gustafsson (1999) ont proposé un paramètre, le *Dust Unit*, qui indique la quantité de poussières générées par unité de volume de bois enlevé selon l'équation :

$$\text{Dust Unit} = A * K \quad (1)$$

où :

A = valeur mesurée de la concentration de poussière ;

K =  $100 * (5,0/\text{s}) * (1,6/\text{d})$ , un paramètre variant selon la vitesse (s) et la profondeur de coupe (d). Le facteur K compenserait les valeurs des paramètres de coupe par rapport aux valeurs de référence soient  $s=5,0$  m/min et  $d=1,6$  mm. Les auteurs n'ont pas spécifié comment ces valeurs de référence ont été sélectionnées.



**Figure 1 – Distributions granulométriques moyennes des particules métalliques durant une opération d'usinage d'aluminium (6061-T6), suivant les quatre modes de distribution :**  
 (a) en nombre ( $M = 10^6$ ), (b) en diamètre moyen ( $mm/cm^3$ ), (c) en surface spécifique ( $B = 10^{-9} \text{ nm}^2/cm^3$ ) et (d) en masse ( $\mu g/m^3$ ).

Arumugan et coll. (2006) ont introduit un nouveau paramètre, le *Green Factor*, comme étant le rapport entre le taux d'enlèvement de métal ( $\text{m}^3/\text{min}$ ) et la concentration massique des aérosols ( $\text{mg}/\text{m}^3$ ). Plus ce facteur est important, moins élevée sera la concentration des particules dans l'air et plus le travail ou le procédé sera écologique. Ce facteur a une dimension qui prête à confusion ( $\text{m}^3$  de métal  $\times$   $\text{m}^3$  d'air  $\times$   $\text{min}^{-1}$   $\times$   $\text{mg}^{-1}$  de particule) et n'a aucune interprétation physique. C'est pour cette raison que des chercheurs de l'ÉTS (Khettabi et coll. 2007), puis Rautio et coll. (2007), ont préféré utiliser un paramètre adimensionnel (Dust Unit ou  $D_u$ ), défini comme étant le rapport entre la masse des particules et celle des copeaux générés, ceci sachant que le but de l'usinage est de donner une nouvelle forme à une pièce en enlevant du métal. Le nouveau paramètre (que nous entendons utiliser dans ce projet, en plus de la concentration, de la masse et de la surface spécifique) est défini par l'équation 2 :

$$Du = \frac{m_{Dust}}{m_{Chip}} \quad (2)$$

où :

$m_{Dust}$  (g) = masse totale de poussières mesurées (sous l'hypothèse de perte négligeable),

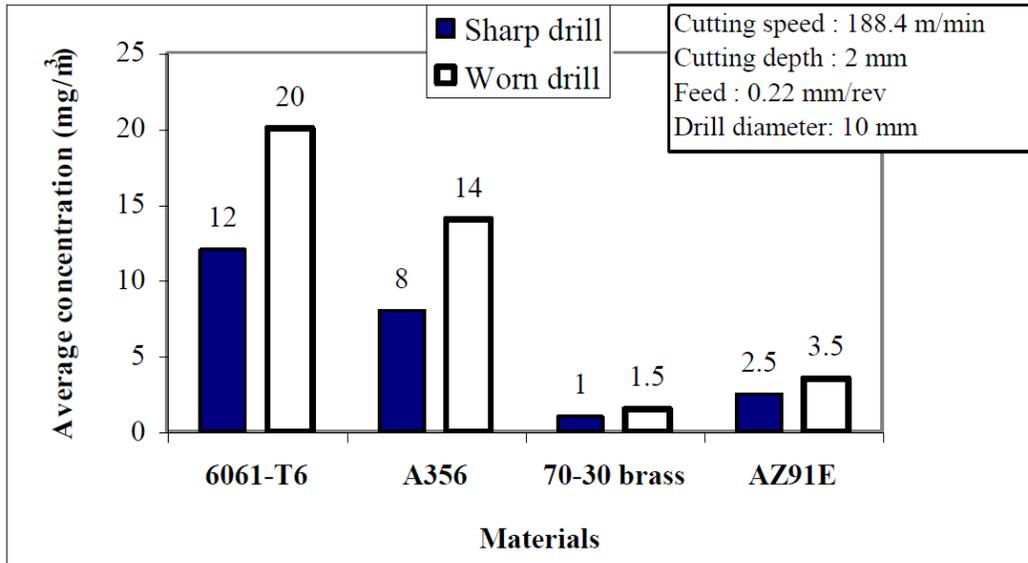
$m_{Chip}$  (g) = masse des copeaux enlevés.

### **2.2.3 Progrès dans l'étude des particules métalliques générées lors de l'usinage**

Tous les procédés d'usinage génèrent des aérosols (secs ou humides) qui peuvent être nuisibles à la santé des opérateurs des machines-outils ou qui détériorent l'environnement de travail (Sutherland, 2000; Aitken et coll. 2006; Yue et coll. 2000). L'exposition professionnelle aux NP est possible pour tous les procédés de fabrication et de manipulation des NP. En général, les NP sont plus toxiques que les particules plus grosses de même nature (Honnert, 2007). Les émissions des NP liées à certains procédés industriels (usinage, ponçage, polissage fin) sont aussi dangereuses pour la santé des travailleurs que les émissions de NP manufacturées (Hervé-Bazin, 2007; Witschger et et Fabriès, 2005a). La nature, le degré et la probabilité d'exposition à ces particules dépendent du procédé et de la phase de travail considérés (Derk, 2010).

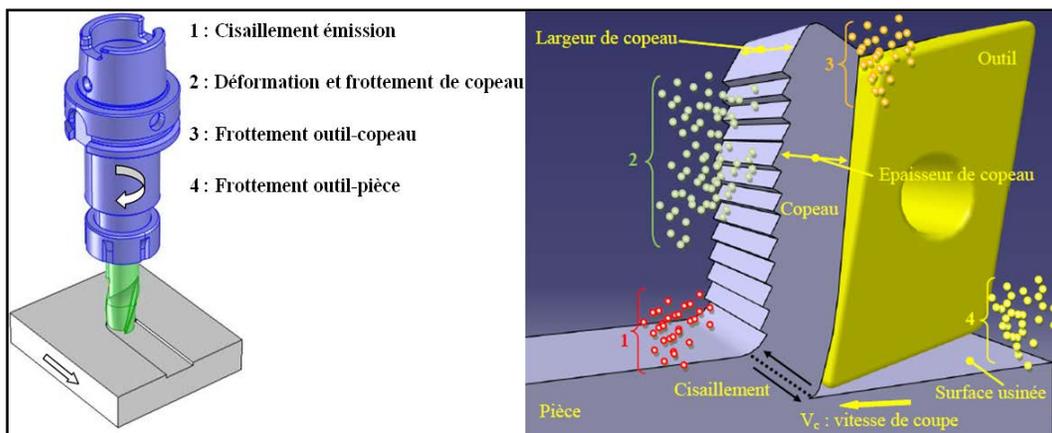
Songmene et coll. (2008b) ont montré qu'un outil usé à 50 % (usure en dépouille de 0.15 mm) génère plus de particules métalliques lors de l'usinage qu'un outil neuf et que cette émission varie en fonction du type de matériau, comme on peut le voir à la Figure 2. Les matériaux testés dans le cas de la Figure 2 sont des alliages d'aluminium (6061-T6 et A356), le laiton 70/30 et l'alliage de magnésium AZ91E.

De même, Djebara et coll. (2013) ont démontré que les conditions d'usinage (revêtement de l'outil, vitesse de coupe, vitesse d'avance et les interactions entre ces conditions) affectent la surface spécifique des particules fines (PM2.5). Il est donc intéressant de voir ce qu'il en est des NP, surtout qu'il est recommandé d'utiliser cette métrique, ou à défaut la concentration en nombre, pour étudier les NP et les particules ultrafines, car il est connu qu'il y a une meilleure corrélation entre la surface spécifique de ces particules et leur toxicité (Witschger et Fabriès, 2005a).



**Figure 2 – Influence de l'état de l'outil et des matériaux de la pièce sur les émissions de microparticules ( $PM_{2,5}$ ) lors du perçage (Songmene et coll. 2008b).**

Balout et coll. (2007) et Songmene et coll. (2008a) ont expliqué la génération des poussières par les phénomènes de cisaillement, de déformation et de friction. Les zones de friction génératrices de poussières sont décrites à la Figure 3 et représentent les zones d'émission de particules dans le cas d'une opération de fraisage par rainurage : zone de cisaillement, zone de déformation et glissement des bandes de copeaux, zone de frottement outil-copeau et zone de frottement outil-pièce.



**Figure 3 - Zones de production de poussières dans le cas du fraisage. Adapté de Balout et coll. (2007) et Songmene et coll. (2008a), par Djebara (2012).**

Il a été démontré qu'il existe une corrélation entre la forme des copeaux et l'émission de particules lors de la coupe de composites à matrice métallique (Kremer, 2009; Kremer et El Mansori, 2009). Si on contrôle la formation des copeaux, on peut aussi maîtriser les émissions de particules (Balout et coll. 2007). Kremer (2009) a observé que des composites contenant

25 % SiC et qui n'ont pas subi de traitement thermique produisent entre 3 et 23 fois moins de poussières que ceux qui ont subi un durcissement structural (traitement T4). Notons que Kremer (2009) n'a pas étudié les émissions de particules de taille nanométrique, ce qui reste encore à faire.

Depuis 2002, des chercheurs de l'ÉTS étudient la génération de poussières lors de procédés d'usinage à sec (moins coûteux et offrant des possibilités de recyclage des copeaux) en vue de réduire à la source la production de ces effluents. Ces études, portant majoritairement sur le perçage et centrées sur les microparticules, ont permis de :

- Développer de nouvelles stratégies de coupe qui réduisent la génération de particules métalliques (PM<sub>2.5</sub>) par un facteur de 10, tout en maintenant une productivité compétitive (Songmene et coll. 2008b; Balout et coll. 2007).
- Établir que la poussière est produite par le micro-frottement des plans de déformation les uns sur les autres (Balout et coll. 2003, 2007; Khettabi et coll. 2008). Tout mécanisme qui supprime ce micro-frottement diminuera de façon significative la production de particules.
- Montrer que, sous des conditions spécifiques de coupe, la production de poussières diminue (Songmene et coll. 2007, 2008b; Khettabi et coll. 2007).
- Démontrer que les matériaux ductiles produisent plus de poussières micrométriques que les matériaux fragiles. Nous avons d'ailleurs conçu une nouvelle stratégie de coupe qui favorise la génération des copeaux fragiles et qui réduit d'au moins 70 % le taux de génération de poussières (Balout et coll. 2007).

#### ***2.2.4 Les progrès dans l'étude du comportement des NP dans l'air***

La détermination des niveaux d'exposition aux NP passe par le raffinement des techniques expérimentales, notamment par l'utilisation de métriques d'expositions appropriées. Parallèlement au volet expérimental, la simulation numérique peut être avantageusement utilisée comme un outil de prévision des niveaux d'exposition. Cependant, une caractérisation précise du comportement aérodynamique des NP nécessite la prise en compte de plusieurs paramètres. Actuellement, il n'existe aucun modèle permettant de considérer simultanément tous les phénomènes régissant le comportement aérodynamique des nano-aérosols. Dans l'état actuel des connaissances, les travaux portent sur les paramètres jugés les plus importants. L'un d'eux est la diffusion Brownienne qui résulte du mouvement aléatoire (statistique) des particules soumises à l'effet des collisions avec les molécules environnantes. Ce mouvement Brownien peut être caractérisé par un coefficient de diffusion (Hervé-Bazin, 2007). Hinds (1999) fait appel à la relation de Stokes-Einstein pour exprimer le coefficient de diffusion en fonction de la mobilité particulaire. L'expression résultante indique que le coefficient de diffusion est proportionnel à la température du milieu et inversement proportionnel au carré du diamètre de la particule. Rudyak et coll. (2001) ont présenté les résultats d'une analyse basée sur la dynamique moléculaire pour déterminer la diffusion des NP en milieu dense. Les auteurs ont comparé leur modèle aux coefficients de diffusion obtenus de la théorie d'Einstein.

L'ensemble de ces travaux donnent des informations très utiles sur l'ordre de grandeur du coefficient de diffusion en fonction du diamètre aérodynamique des NP. Cependant, les coefficients obtenus varient selon l'approche utilisée. Il est évident que d'autres travaux de recherche seront nécessaires pour déterminer avec plus d'exactitude le coefficient de diffusion des NP. De plus, bien que la diffusion soit responsable du transport des NP sur des distances de l'ordre de quelques dizaines à quelques centaines de  $\mu\text{m}$ , le transport à l'échelle macroscopique est régi principalement par la « diffusion turbulente ». Compte tenu des vitesses d'écoulement habituellement observées en ventilation industrielle, Vincent (1989) a estimé que ce coefficient de diffusion « turbulent » est significativement plus élevé que celui caractérisant la diffusion Brownienne. Ce constat indique, qu'en pratique, le processus de transport par diffusion des NP est principalement régi par les effets turbulents.

Le mécanisme de coagulation est un autre facteur à considérer pour prévoir le comportement des NP. Contrairement aux molécules de gaz, les particules d'un aérosol qui se heurtent auront tendance à adhérer les unes aux autres pour former des agrégats, ce qui modifiera la distribution granulométrique dans le temps. Il existe toutefois peu d'études sur le sujet. Citons les travaux de Park et coll. (2002), qui présentent un modèle d'évolution temporelle de la granulométrie d'un aérosol due à la coagulation Brownienne et turbulente. Hinds (1999) a insisté sur le fait qu'il est nécessaire de différencier deux types de coagulation soit : a) la coagulation monodispersée, qui implique des NP de diamètre identique et b) la coagulation polydispersée pour laquelle le diamètre des NP présente une certaine distribution. Dans le cas d'un aérosol monodispersé, les données de Hinds (1999) suggèrent que le phénomène d'agglomération est négligeable si la concentration des particules est inférieure à  $10^5$  particules/cm<sup>3</sup>. La coagulation polydispersée implique, quant à elle, des relations très complexes.

Il ressort de cette analyse que les progrès dans la compréhension, la prévision et la réduction à la source des particules de taille micrométrique sont remarquables, mais pour ce qui est des NP, beaucoup reste à faire, notamment :

- Le raffinement de la méthode de mesure des nanoparticules;
- La caractérisation du comportement de ces particules dans l'air (au repos ou entraînées dans un fluide en mouvement) et l'influence de ce comportement sur la mesure;
- Le développement d'un standard de mesure, incluant des facteurs de correction relatifs à la forme, à la taille, à la densité, au degré d'agglomération et à la composition chimique;
- La conception de cartes d'émissions des procédés de fabrication courants, ainsi que l'élaboration de stratégies de réduction des NP ou de prévention;
- La création d'instruments de détection rapides, efficaces, portables et accessibles aux petites et moyennes entreprises.

## 2.3 Objectifs de recherche

L'objectif principal du présent projet était de développer une procédure de mesure, de contrôle et de caractérisation des NP. Cette procédure a par la suite été appliquée aux procédés de fabrication et au frottement, afin de définir ces procédés en termes de production de NP. Les objectifs spécifiques étaient de :

- i) Développer une procédure de mesure et de caractérisation des NP produites dans un environnement contrôlé (enceinte fermée d'une machine-outil);
- ii) Étudier le comportement des NP dans l'air afin de raffiner la mesure et de limiter les pertes de particules dans les différents systèmes de mesure;
- iii) Appliquer la procédure à l'évaluation d'un procédé de fabrication de pièces métalliques et à l'étude du frottement entre deux pièces, simulant ainsi certaines méthodes de freinage;
- iv) Concevoir des stratégies de réduction à la source des NP produites par les deux procédés précités.

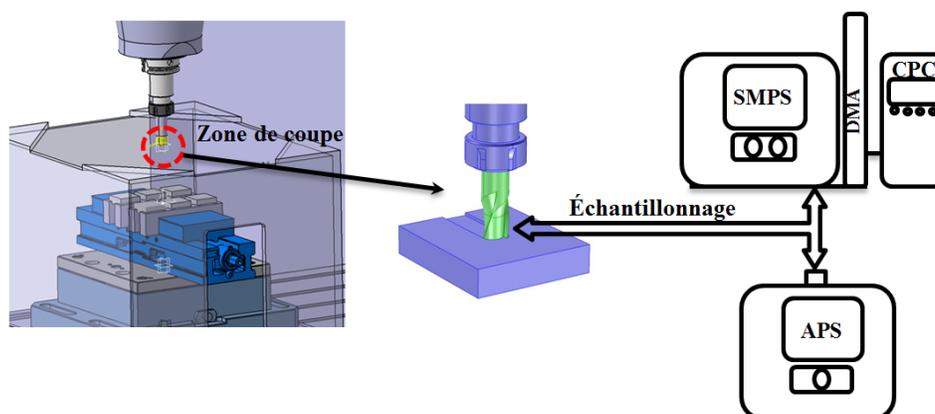
L'étude du procédé de fabrication par usinage nous a permis de dégager les influences de l'outil (géométrie et revêtement), des matériaux travaillés ainsi que des conditions et des paramètres de mise en forme sur les émissions de NP. De même, l'étude du frottement nous a permis de quantifier sa contribution sur les émissions de NP lors de l'usinage en plus de nous renseigner sur l'influence des paramètres comme la vitesse de coupe.

Ce projet ne portait pas sur la toxicité des NP, mais plutôt sur le développement d'une méthode efficace de mesure et de caractérisation, ainsi que la recherche des facteurs pouvant limiter la génération des NP jugées dangereuses par les toxicologues. À plus long terme, nous prévoyons élaborer des stratégies de réduction à la source des NP, en nous servant des effets des outils et des conditions de coupe étudiés.

### 3. MÉTHODE DE RECHERCHE

#### 3.1 Procédure d'étude des émissions de NP lors de l'usinage et lors du frottement

Nous avons conduit des essais d'usinage et de frottement au Laboratoire de fabrication de l'ÉTS sur des machines de calibre industriel (Fig. 4) : machine-outil haute vitesse (vitesse de rotation maximale : 30 000 tours par minute; couple maximal que peut supporter la machine : 50 Nm). Cette machine-outil était reliée à un système d'aspiration, de filtration et de traitement des particules ayant une capacité de 1,5 m<sup>3</sup>/h. Lors des essais d'usinage, l'outil coupait le métal et un dispositif d'échantillonnage permettait d'apporter l'air, chargé de particules, vers des instruments de mesure. Le Tableau 1 résume les paramètres et conditions d'usinage utilisés.

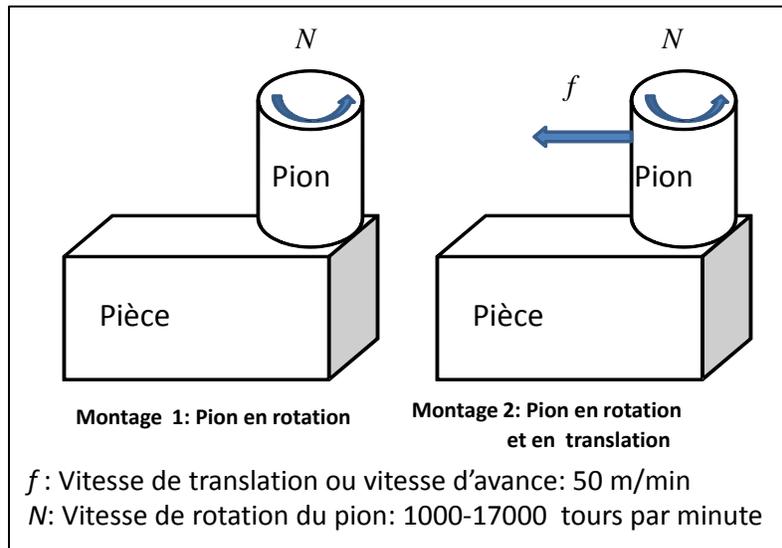


**Figure 4 - Dispositif expérimental : Machine-outil d'usinage et système de mesure des particules : SMPS + DMA+ APS + CPC.**

**Tableau 1 : 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 de coupe 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 dureté	TiCN 2400 HV	TiAlN 3000 HV	TiCN+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +TiN 2400 HV
	Rayon du bec (mm)	0.5	0.83	0.5
F: Fluide de coupe	Aucun			

Lors de l'étude du frottement, la pièce était montée dans la même machine-outil mais, à la place de l'outil, il y avait un pion qui tournait (Fig. 5). Deux montages ont ainsi été étudiés : un premier cas, appelé « montage 1 », dans lequel le pion tournait sur place, et un second cas, appelé « montage 2 », dans lequel le pion était animé de deux mouvements : une rotation et une translation. Le premier montage était similaire au mécanisme de freinage des autos et des trains, alors que le deuxième simulait le frottement qui se produit entre un outil et une pièce lors de l'usinage (zone 4 de la Fig. 3). Les pièces étaient en alliage d'aluminium (6061-T6 et 7075-T6), tandis que le pion consistait en un cylindre en carbure non revêtu, ayant un diamètre de 19,05 mm. Dans le cas du montage 2, l'outil (pion) tournait à des vitesses de rotation prédéterminées et se déplaçait le long de la pièce à une vitesse d'avance constante de 50 m/min.



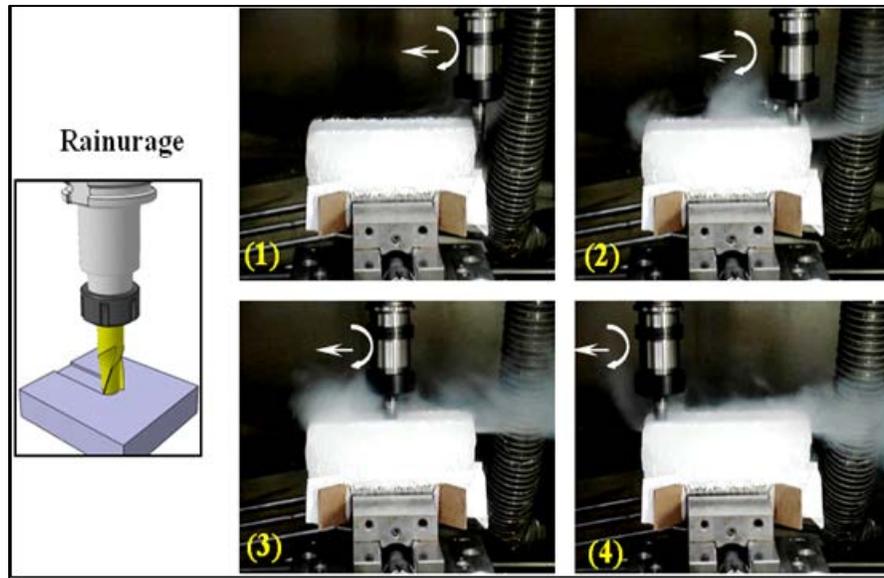
**Figure 5 - Montage de pièces utilisées pour l'étude du frottement (adapté de Kouam et coll. 2010).**

Lors des essais décrits ci-dessus, on a aussi mesuré les forces de coupe afin d'estimer l'énergie requise pour la coupe et pour le frottement. Les informations obtenues sur ces forces ont permis de raffiner les modèles de prédiction des émissions de particules lors de l'usinage et du frottement. Les copeaux ont aussi été collectés afin de corrélérer la formation de copeaux et les déformations avec les émissions de particules.

### **3.2 Étude du mouvement des particules dans un flux d'air et intégration avec le système de mesure**

Lors d'une procédure d'usinage, une difficulté supplémentaire à l'étude de la génération des particules provient du fait que les procédés génèrent des turbulences dans l'air causées par le mouvement relatif de l'outil-pièce, ce qui modifie le comportement des particules et peut affecter la précision de la mesure. Notons que, puisque les mesures étaient effectuées pendant l'usinage (possibilité de turbulence des particules) et après l'usinage, et ce, jusqu'à ce que la concentration atteigne le même niveau qu'avant l'opération de coupe, il y avait peu de chances que la

concentration totale soit largement affectée par le mouvement de rotation de l'outil. Malgré cela, une procédure permettant de visualiser le déplacement des particules et le mouvement de l'air lors de l'usinage a été conçue et appliquée (Fig. 6). Elle consistait à usiner des blocs de glace sèche et à filmer le mouvement de la poussière qui était dégagée.



**Figure 6 - Simulation de la direction prise par les particules émises lors du rainurage (750 m/min, 0.165 mm/tour, diamètre de l'outil de 19 mm).**

En se servant de cette approche d'usinage des blocs de glace sèche, Djebara et coll. (2012) ont développé une procédure de mise en évidence du comportement des microparticules et des NP au voisinage de la zone de coupe. Cette procédure, appliquée au perçage, au rainurage et au surfacage par fraisage, a révélé que les trajectoires des NP sont régies par le type d'opération d'usinage et le champ de vitesse créé par le mouvement de l'outil; elles dépendent donc aussi de la géométrie de l'outil de coupe et des conditions d'usinage. Par exemple, dans le cas d'usinage par rainurage (Fig. 6), la plupart des poussières produites est projetée suivant la fente usinée dans le sens inverse de la vitesse d'avance de coupe. Il est à noter que sur cette figure, l'outil se déplace de la droite du bloc vers sa gauche et est filmé aux positions 1, 2, 3 et 4. La connaissance de ces trajectoires a permis de mieux positionner le système de captation et/ou de mesure des particules métalliques lors des tests d'usinage par rainurage. Par contre, il a été montré que la trajectoire et le mode de dispersion des particules changent avec les procédés (surfacage, perçage, etc.)<sup>2</sup>.

De même, des modèles de simulation numériques ont été élaborés afin d'améliorer la fiabilité des prédictions numériques en mettant l'accent sur les phénomènes de diffusion Brownienne et turbulente des NP (Morency et Hallé, 2013; voir aussi Section 5.1 du présent rapport). Ce travail

<sup>2</sup> Djebara, thèse de doctorat (2012), disponible sur le site Web de l'ÉTS (<http://espace.etsmtl.ca/1014/>) [Dernière consultation : 10 février 2014].

a permis d'évaluer et de limiter les pertes dans les systèmes d'échantillonnage et de mesure, en limitant la longueur des tuyaux.

### 3.3 Procédures de captation et de préparation des échantillons de particules pour microscopie

L'échantillonnage était assuré par pompage ou aspiration de l'air provenant de la zone de coupe ou proche de cette zone. Une enceinte était utilisée afin de confiner le volume d'air qui contenait les particules émises par le procédé d'usinage. Des instruments de mesure ont été utilisés afin de classer les particules selon leur diamètre aérodynamique ou selon leur mobilité électrique.

Une procédure de captation des particules a été développée au laboratoire en vue de récupérer les particules sur des substrats afin qu'elles puissent être analysées par microscopie (MFA et MEB) ou par diffraction au rayon X, EDX classique. Deux types de substrats ont été utilisés lors de l'échantillonnage et de la caractérisation : des substrats en métal (aluminium) et des substrats en polycarbonate (PC). Le montage expérimental d'échantillonnage variait selon le type de substrat nécessaire à l'analyse microscopique. Pour le substrat en aluminium, les particules étaient directement dirigées vers l'échantillonneur (NAS) alors que pour celui en polycarbonate, une cassette était utilisée en amont du NAS comme source de pompage, afin d'aspirer les particules (Fig. 7).

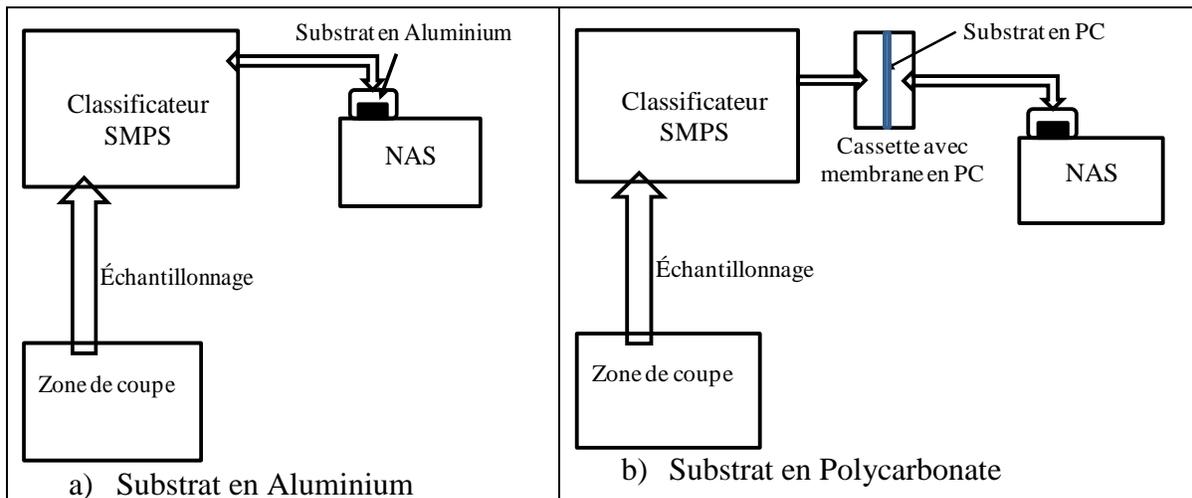


Figure 7 - Montages expérimentaux pour échantillonnage des NP par le SMPS et le NAS.

#### 3.3.1 Montage des dispositifs de captation des NP

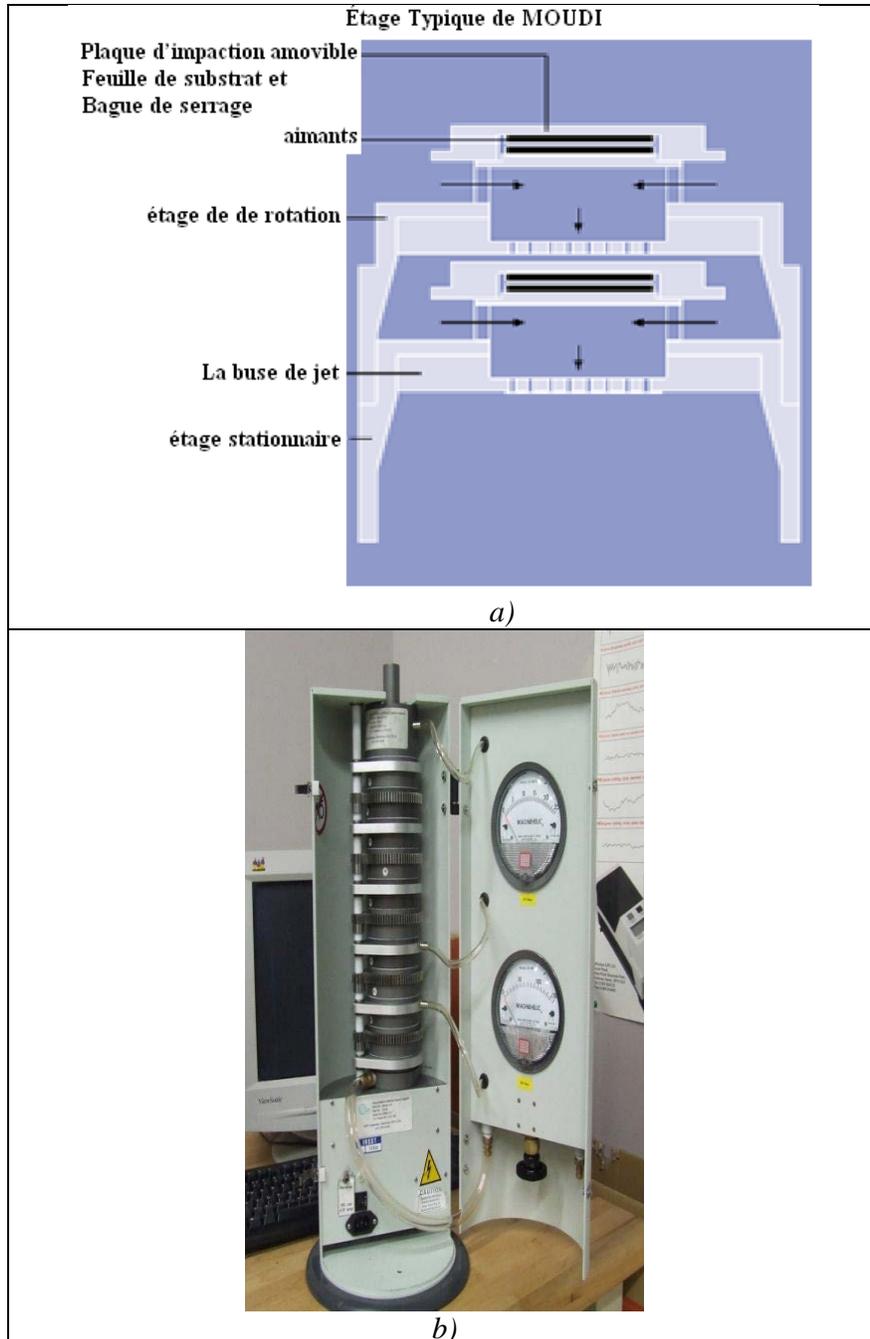
**Spectromètre à mobilité (Scanning Mobility Particle Sizer, SMPS) :** Le spectromètre à mobilité mesure la distribution de la taille des particules selon leur mobilité électrique liée à leur diamètre, entre 2.5 et 1000 nm. Il utilise un chargeur bipolaire pour établir un équilibre de charges connues pour l'aérosol échantillonné. Les particules sont classées sous l'effet d'un champ électrique. Le système utilisant la mobilité électrique adopte comme hypothèse que la forme des particules est sphérique. Il est possible de sélectionner la taille des particules selon la

différence de potentiel imposée par l'opérateur. De cette façon, il est possible de cibler une plage de tailles et d'utiliser une cassette avec un substrat afin de ne prélever que des particules de la taille voulue. Celles-ci seront par la suite analysées par microscopie. Le SMPS couple une technique de sélection des particules suivant leur mobilité à l'aide d'un analyseur de mobilité différentiel (DMA) et d'un compteur de particule à noyau de condensation (CPC). La mesure est précise, mais l'appareil est peu mobile et très cher, au-delà de 100 000 \$. Malgré ce coût élevé, le SMPS est l'un des instruments les plus couramment utilisés pour mesurer les spectres des aérosols dans la gamme de tailles allant de 2.5 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. L'échantillonnage se fait à travers un impacteur (MOUDI). Les particules avec une grande inertie finissent leur parcours par une impaction sur une plaque. Les plus petites particules ayant une faible inertie évitent tout contact avec la plaque et sortent de l'impacteur suivant la ligne d'écoulement formée à 90°. L'aérosol pénètre ensuite dans l'analyseur différentiel de mobilité (DMA) qui classe les particules en fonction de leur mobilité électrique (proportionnel au diamètre de la particule). Le DMA existe en deux types de colonne de classification : une longue colonne de classification (LDMA) ou une petite colonne de classification (NDMA). 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. Une fois l'unité activée, l'échantillon monodispersé 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 se condense sur toutes les particules. Ce phénomène augmente la taille initiale des particules. Ces gouttelettes de taille plus importante 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/cm<sup>3</sup> par seconde. Pour plus d'informations sur le SMPS, se référer à Witschger et Fabriès (2005b), à Görner et Fabriès (1990) ou au site Web du manufacturier TSI<sup>3</sup>.

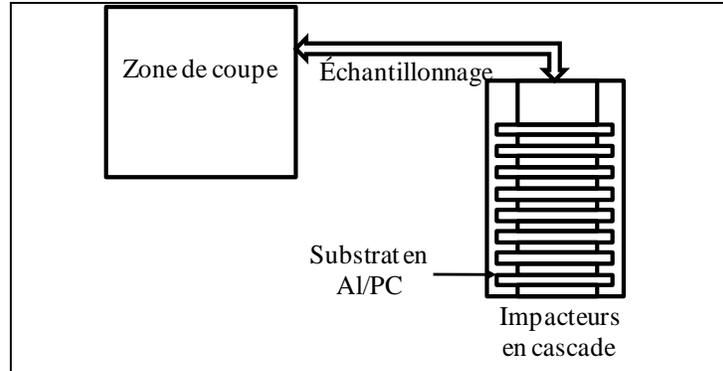
**MOUDI :** Cet appareil utilise des impacteurs en cascade afin de classer les particules selon leur diamètre aérodynamique (Fig. 8). Le MOUDI peut échantillonner des particules de diamètre compris entre 56 µm et 10 µm (Tableau 2). Pour des tailles plus petites que 10 µm, le NANO-MOUDI est utilisé. Ce dernier fonctionne selon le même principe sauf que la basse pression est utilisée pour les étages inférieurs. Une pompe d'aspiration ayant un débit de 30 l/min est reliée aux impacteurs afin d'assurer la collecte des particules. Pour obtenir une meilleure efficacité du MOUDI, une couche de graisse ou d'huile est appliquée délicatement sur les substrats pour éviter les phénomènes de rebond et de remise en suspension. Le MOUDI utilisé lors des essais effectués au laboratoire d'usinage de l'ÉTS est le modèle 110 rotatif avec 10 étages d'impaction.

<sup>3</sup> <http://www.tsi.com/scanning-mobility-particle-sizer-spectrometer-3936> [Dernière consultation : 10 février 2014].



**Figure 8 - Présentation du MOUDI : a) Description d'un étage individuel, b) Vue de l'ensemble de la structure des étages.**

Pour les deux types de substrats, le montage est le même pour le MOUDI. Les substrats sont placés sur ses différents étages afin d'y récupérer les particules déposées (Fig. 9). Les substrats doivent être traités pour les préparer à la caractérisation microscopique.



**Figure 9 - Montage expérimental pour échantillonnage des NP par le MOUDI.**

**Tableau 2 : Les dix étages d'impaction du MOUDI et les diamètres des particules qui correspondent à chaque étage.**

Étage du MOUDI	Diamètres aérodynamiques des particules aux points de coupure ( $\mu\text{m}$ )
1	18
2	10
3	5,6
4	3,2
5	1,8
6	1,0
7	0,56
8	0,32
9	0,18
10	0,1
Filtre	0,056

Pour l'échantillonnage, un substrat est déposé sur chaque étage des impacteurs. Le substrat doit être plat et suffisamment fin pour être emboîté sur la plaque de l'impacteur par une bague de serrage. Généralement, les substrats en aluminium de diamètre de 35 mm ou de 47 mm sont utilisés. Un jour avant leur utilisation, les substrats doivent être trempés dans le méthanol, rincés à l'eau distillée désionisée et séchés à l'étuve à 100°C pendant trois heures pour ensuite être stockés dans un endroit propre.

**Nanometer Aerosol Sampler (NAS) :** Avec l'échantillonneur NAS, un seul substrat est utilisé pour recueillir les NP. Un impacteur sert à présélectionner les particules aspirées. Cet instrument ne peut échantillonner que des particules chargées. Les trois possibilités sont:

- Utiliser directement le substrat du NAS;
- Utiliser un autre substrat métallique de forme plane, placé avant prélèvement sur le substrat du NAS : ceci permettra certaines manipulations comme l'application d'une couche de métallisation ou pour faire une transparence afin de l'utiliser sur le MET;
- Utiliser le NAS combiné au SMPS ou au APS, comme le montre la Figure 7.

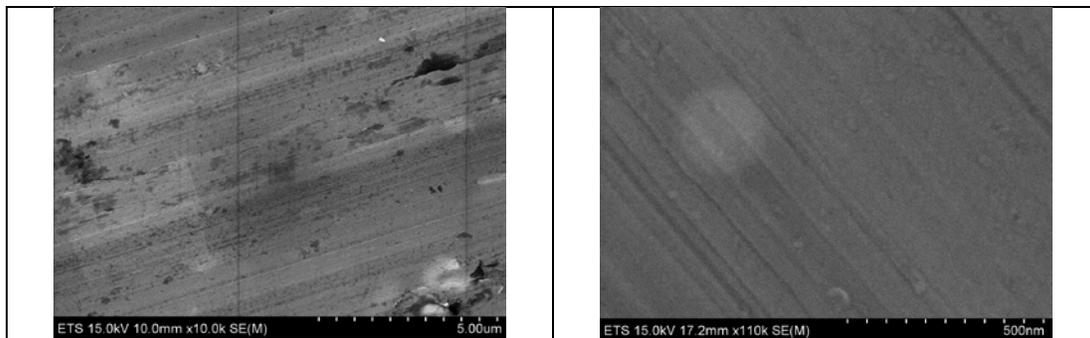
### 3.3.2 Procédure de préparation des substrats

Afin de caractériser les NP, il était nécessaire de les récupérer sur un substrat qui pouvait être utilisé en microscopie. Tel que mentionné précédemment, deux types de substrat ont été utilisés lors de l'échantillonnage : en polycarbonate ou métallique. Les substrats en polycarbonate ont été préparés pour être utilisés au MET. Par contre, le MEB exige des substrats conducteurs, d'où l'utilisation de substrats minces en aluminium.

Pour les substrats en polycarbonate (PC), un protocole a été élaboré à l'IRSST, selon les étapes suivantes :

- Première métallisation par couche de carbone sur le substrat vierge de PC afin d'obtenir un filtre prémétallisé;
- Échantillonnage sur le filtre prémétallisé;
- Seconde métallisation après l'échantillonnage;
- Transparenciation par transfert d'une partie du filtre sur une grille de cuivre. Celle-ci supportait ainsi l'échantillon pris en sandwich entre deux couches de métallisation en carbone.

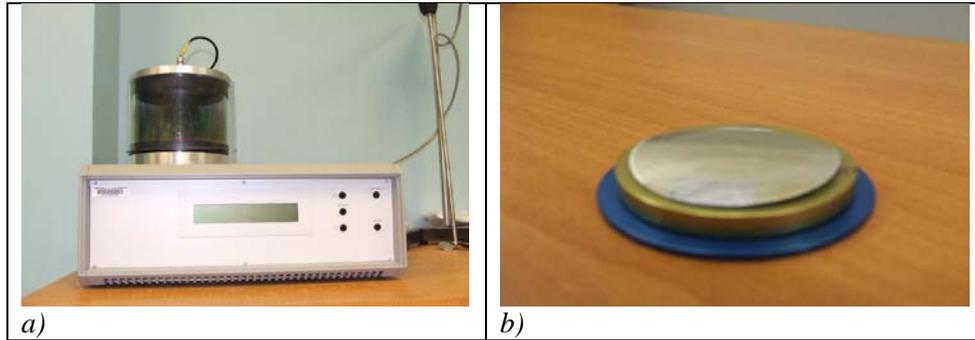
Pour les substrats métalliques en aluminium, plusieurs essais ont été réalisés afin de développer une méthode optimale de préparation et ainsi avoir une meilleure caractérisation par le MEB ou par le MAF. La Figure 10 montre un substrat vierge avant échantillonnage.



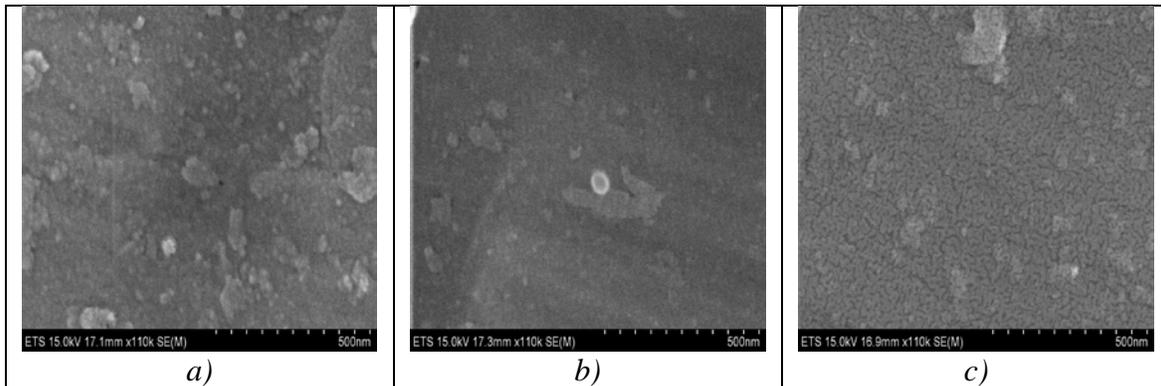
**Figure 10 - Substrat d'aluminium sans métallisation.**

Pour le MEB, le substrat devait être conducteur d'électricité, de forme plane et recouvert d'une couche de métallisation après échantillonnage, afin d'assurer la fixation des particules (l'application du vide dans le MEB pouvant arracher les particules) (Fig. 11). Cette couche de métallisation était une couche d'or appliquée par un dépôt plasma (Sputter Coater EMITECH K550x). L'épaisseur de cette couche varie en fonction de la taille des particules déposées. Donc, pour assurer une meilleure analyse des NP, il était nécessaire d'établir l'épaisseur optimale de la couche de métallisation. Pour les NP, différentes épaisseurs de couche de métallisation de substrat ont été appliquées soit 7 nm, 14 nm et 21 nm, avec un substrat vierge (sans revêtement). Les résultats montrent qu'une couche de 14 ou 21 nm cache complètement les particules nanométriques et que la couche observée par le MEB n'est que celle de la métallisation (Fig. 12a

et b). La couche de 7 nm laisse, quant à elle, un contraste entre les particules échantillonnées et la couche de métallisation (Fig. 12c).



**Figure 11 - Métallisation : a) métalliseur Sputter Coater EMITECH K550x, b) substrat avec dépôt d'une couche d'or de l'ordre de 7 nm.**



**Figure 12 - Différentes épaisseurs de couche de métallisation : a) 21 nm, b) 14 nm et c) 7 nm.**

### 3.4 Caractérisation des concentrations des NP par SMPS

Les NP émises lors de l'étude de l'usinage ou de l'étude du frottement ont été caractérisées en servant des instruments illustrés à la Figure 4 et décrits à la section suivante. Le système utilisé a rassemblé deux équipements afin de couvrir les plages de 2,5 nm à 20  $\mu\text{m}$ . Un logiciel a permis d'extraire toutes les informations provenant de ces deux instruments et de fusionner les résultats. Ce système était constitué d'un granulomètre à mobilité (SMPS) et d'un spectromètre (APS). Le SMPS a permis d'obtenir directement la distribution granulométrique et le nombre de particules mesurant entre 10 nm et 1  $\mu\text{m}$  alors que l'APS a permis de mesurer la distribution des particules de diamètres aérodynamiques compris entre 0,5 et 20  $\mu\text{m}$ .

Les particules ont ensuite été recueillies, soit sur un substrat placé sur le support de l'échantillonneur (NAS TSI 3089) par précipitation électrostatique, soit directement sur un étage du séparateur par impaction (MOUDI). Les substrats ont par la suite été analysés par microscopie (à balayage, à transmission, à force atomique) en vue d'identifier la composition et

le degré d'agglomération des particules ainsi que de confirmer leur taille et leur forme. Pour ce faire, les méthodes de préparation de substrats et d'analyse microscopique ont été adaptées aux NP.

Les premières analyses des NP effectuées pendant les opérations d'usinage et de frottement, en utilisant le spectromètre SMPS, ont fourni la concentration en nombre, la concentration massique et la concentration en surface spécifique en fonction des tailles mesurées (diamètre aérodynamique). Ces concentrations ont été mesurées avant, pendant et après le procédé de coupe, jusqu'au retour à la concentration ambiante.

En premier lieu, le SMPS se base sur une classification des particules suivant leur mobilité électrique pour déterminer leur diamètre. Ces particules sont ensuite quantifiées par un compteur, CPC (Fig. 4) et le système donne la concentration des particules en nombre par centimètre cube d'air ( $\#/cm^3$ ) pour chaque taille ( $C^P$ ). Les autres métriques telles la concentration massique ou masse totale des particules ( $C^M$ ) et la concentration en surface spécifique moyenne ou concentration surfacique ( $C^S$ ) ont été calculées en se servant des formules présentées au Tableau 3.

**Tableau 3 : Formules et métriques utilisées pour caractériser les NP par le SMPS.**

Concentration en nombre	Concentration en surface spécifique	Concentration en masse
$C^P$ ( $\#/cm^3$ )	$C^S$ ( $nm^2/cm^3$ )	$C^M$ ( $\mu g/m^3$ )
$\sum_l^u \frac{c}{tQ} \frac{\phi}{\eta}$	$\sum_l^u \pi D_p^2 \frac{c}{tQ} \frac{\phi}{\eta}$	$\sum_l^u \rho \frac{\pi D_p^3}{6} \frac{c}{tQ} \frac{\phi}{\eta}$

Où :

$c$  : Concentration en nombre des particules par taille ( $\#/cm^3$ )

$\eta$  : Facteur d'efficacité

$\phi$  : Facteur de dilution

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

$Q$  : Débits d'échantillonnage ( $cm^3/s$ )

$t$  : Temps d'échantillonnage (s)

$\rho$  : Densité de la particule ( $g/cm^3$ )

### 3.5 Autres consignes d'échantillonnage pour des appareils de type SMPS ou MOUDI

#### 3.5.1 Conditions de branchement et conditions opératoires des instruments

Selon les études effectuées par les différents membres de notre équipe, il était nécessaire de prendre en compte certaines règles pour augmenter l'efficacité de la mesure. Le Tableau 4 résume l'ensemble de ces règles dans le but d'assurer une démarche standard qui garantit la conformité des mesures.

**Tableau 4 : Règles expérimentales suggérées lors de l'utilisation des instruments SMPS et MOUDI.**

	Règles générales à respecter	Commentaires
1	Raccourcir la longueur du tuyau d'aspiration	Afin d'éviter les pertes.
2	Choisir la méthode de prélèvements	Récupérer les particules sur un substrat ou mesurer leur concentration.
3	Définir le débit d'aspiration	De 1,7 à 30 l/min pour augmenter l'efficacité de la mesure.
4	Brancher un seul système de mesure	L'utilisation de deux systèmes ou + résultera en un partage de la quantité générée. Les systèmes de mesure sont limités par les plages de taille.
5	Calibrer les instruments de mesure	S'assurer que les appareils fonctionnent correctement.
6	S'assurer que le niveau de concentration est le même et le plus bas entre chaque essai	Pouvoir séparer les opérations et déterminer la quantité générée par une seule opération.
7	S'assurer de la répétabilité des résultats	Vérifier les fluctuations des résultats de mesure.

Une étude réalisée par François Morency et Stéphane Hallé de l'ÉTS (Morency et coll. 2008, Morency et Hallé, 2010) a d'ailleurs déjà montré que les pertes dans le tube d'échantillonnage peuvent être considérables si on néglige la longueur, la taille et la nature de ce tube. Pour améliorer l'efficacité des mesures, il a donc fallu augmenter le débit, rendre le tube conducteur et le raccourcir le plus possible. Par contre, l'augmentation du débit d'échantillonnage peut engendrer une diminution du temps de séjour de l'air échantillonné dans l'appareil de mesure. Pour certains appareils, ceci peut causer des erreurs de mesures. En effet, ces appareils sont équipés d'un neutraliseur de charges électriques portées par l'aérosol et ils utilisent un chargeur

radioactif bipolaire permettant ainsi de neutraliser les particules entrantes. Celles-ci sont donc chargées sous l'influence d'un champ d'ions générés par une source radioactive de  $^{85}\text{Kr}$  pour satisfaire l'équilibre de Boltzmann. La précision et l'efficacité du neutraliseur exigent un équilibre de la distribution de la charge, ce qui nécessite un temps de séjour suffisant dans l'appareil de mesure.

### 3.5.2 Réglage de la charge, de la densité et de la forme des particules

Les appareils de mesure des NP présentent certaines limitations en raison de leur mode d'utilisation, ainsi que de la charge, de la densité et de la forme des particules. Le SMPS est considéré comme étant l'un des dispositifs les plus utilisés dans la mesure de NP avec les impacteurs ELPI et NANO-MOUDI. Dans ce type d'instruments, la particule échantillonnée est chargée, puis elle traverse un champ électrique. La capacité à traverser ce champ dépend donc de la charge de la particule et la charge, à son tour, varie en fonction de la taille de la particule. Plus la particule est grosse, plus elle peut être chargée. Avant d'opérer les instruments, il était nécessaire de configurer le logiciel de contrôle de ces appareils. Chaque instrument requiert une procédure spécifique pour effectuer le réglage de la charge, de la densité et de la forme des particules.

Le problème de *charge des particules* est difficile à résoudre. Si la charge multiple est trop élevée, la mesure peut être erronée. En se servant du SMPS, la correction peut se faire directement par la configuration adéquate de l'appareil, à condition que la polarité soit connue à l'avance. D'autres procédés sont utilisés pour résoudre le problème de la charge électrique élevée tels que le chargement par diffusion électrostatique unipolaire (Covert, et coll. 1997; Kruis et Fissan, 2001) ou le photo-chargement (Burtscher, 1992). La relation entre le champ électrique appliqué et la taille des particules peut être obtenue par l'équation suivante, pour le système SMPS (valable pour le long et le court DMA : LDMA et NDMA) :

$$\frac{D_m}{C_c} = \frac{2Ne\bar{V}L}{3\mu q_{sh} \ln\left(\frac{r_2}{r_1}\right)} \quad (3)$$

Où:  $D_m$  = Diamètre de mobilité électrique;

$\bar{V}$  = Potentiel moyen du cylindre interne (V);

$L$  = Longueur du classificateur (m);

$q_{sh}$  = Débit dans le classificateur ( $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ );

$r_1$  = Rayon interne (m);

$r_2$  = Rayon externe (m);

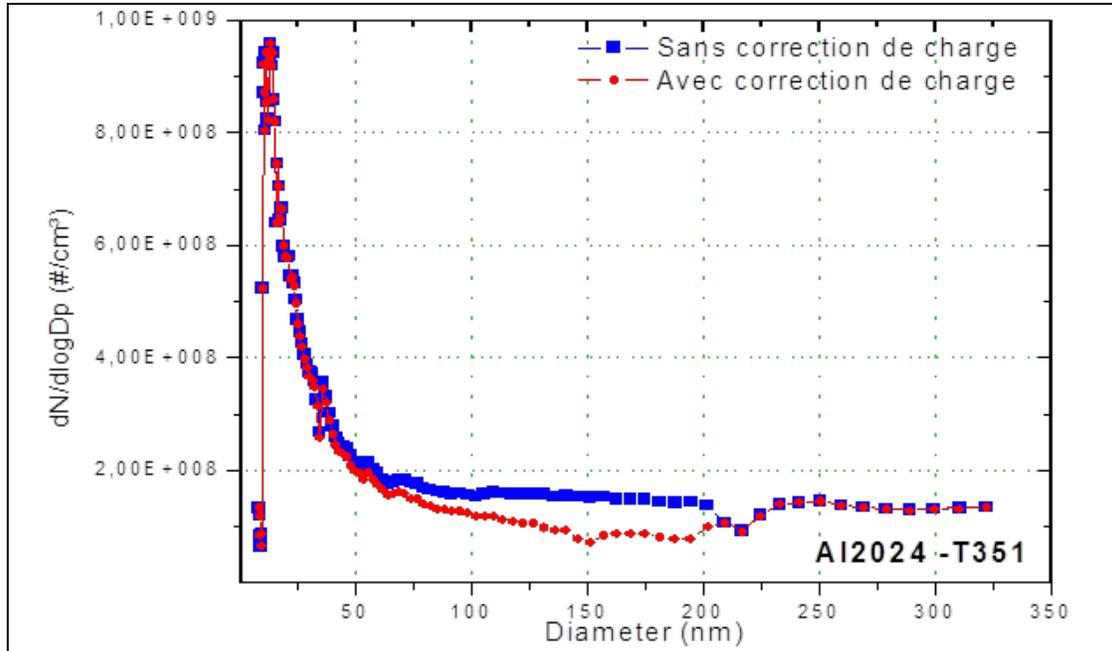
$N$  = Nombre de charges élémentaires portées par la particule;

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

$C_c$  = Facteur de correction de Cunningham;

$\mu$  = Viscosité dynamique du fluide ( $\mu=1,832 \times 10^{-5}$  Pas pour l'air, dans des conditions standards de température et de pression).

L'influence de l'activation ou non de la correction de charges multiples sur la mesure a été vérifiée en laboratoire. Pour le fraisage de l'alliage d'aluminium 2024-T351, aucune différence significative n'a été observée entre les données corrigées et celles qui ne le sont pas (Fig. 13) pour les tailles étudiées (diamètres de mobilité électrique inférieurs à 350 nm). Une légère différence a été observée pour des particules de taille comprise entre 50 et 200 nm de diamètre. Pour les particules de taille supérieure à 200 nm, la correction donnée par le système d'analyse du SMPS est largement suffisante. Plus la particule est grosse, moins la correction de charges multiples semble nécessaire. Il reste à confirmer ce résultat sur d'autres alliages utilisés en industrie.



**Figure 13 – Influence de la correction de charges multiples sur la distribution granulométrique.**

L'efficacité du neutraliseur de charge d'aérosol dans le cas du SMPS peut être limitée par les particules hautement chargées. Cependant, quand le débit est élevé, la performance du neutraliseur de charges d'aérosol chute. Afin d'obtenir une distribution de charge équilibrée, il est nécessaire d'avoir un temps de résidence suffisant des particules dans le système. La concentration d'ions et le temps de résidence doivent être suffisamment élevés pour obtenir de bons résultats. La correction de diffusion des particules est également nécessaire et doit être réalisée pour les particules inférieures à 100 nm.

L'autre élément qui est aussi lié à la forme et à la nature de la particule et qui doit être corrigé, c'est la **densité**. Il est important de connaître à l'avance la densité des particules pour introduire cette donnée dans la configuration de l'appareil. La densité peut être estimée seulement après la caractérisation de la particule échantillonnée. La forme et la réactivité des particules affectent considérablement la densité. Si l'air échantillonné contient des particules de différentes densités, la résolution devient compliquée voire impossible. La plupart des mesures donnent des

concentrations en fonction du diamètre aérodynamique ou de la mobilité électrique des particules (selon l'hypothèse que les particules sont sphériques, ce qui n'est pas toujours le cas). À partir des résultats d'analyse des formes de particules, des facteurs de correction tenant compte de la forme et de la densité des particules peuvent être développés.

La procédure et les équations de correction tenant compte de la forme et de la densité des particules sont présentées en détails au Chapitre 3 de la thèse de doctorat de Djebara (2012)<sup>4</sup>.

---

<sup>4</sup> Thèse disponible sur le site Web de l'ÉTS (<http://espace.etsmtl.ca/1014/>) [Dernière consultation : 10 février 2014].

## 4. RÉSULTATS ET ANALYSES

### 4.1 Caractérisation des formes et de la composition des particules par microscopie

#### 4.1.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage utilisé possède un microanalyseur (EDX) qui permet de récolter les photons produits par le faisceau d'électrons primaires. Le détecteur de rayon X est capable de déterminer l'énergie des photons qu'il reçoit. En analysant ces rayons, on obtient des informations sur la nature chimique de l'atome. Les Figures 14 et 15 montrent des particules recueillies lors du fraisage d'une pièce qui ont été analysées au MEB. Cette analyse permet de faire les constats suivants :

- Les particules émises sont oxydées (Fig. 14). L'analyse chimique effectuée démontre que la particule est formée d'aluminium et d'oxygène (résultats quantitatifs, Fig. 14), donc d'oxyde d'aluminium. Conséquemment, la densité introduite dans les instruments de mesure doit être ajustée afin de tenir compte du fait qu'il s'agit d'oxyde d'aluminium et non uniquement d'aluminium.
- La forme, la distribution et le degré d'agglomération des particules obtenues durant le fraisage varient en fonction de la vitesse de coupe (Fig. 15). La taille des particules est généralement inférieure à 100 nm (Fig. 15a, c et d), mais selon le degré d'agglomération, il est possible de trouver des agglomérats qui apparaissent comme étant de plus grandes tailles.

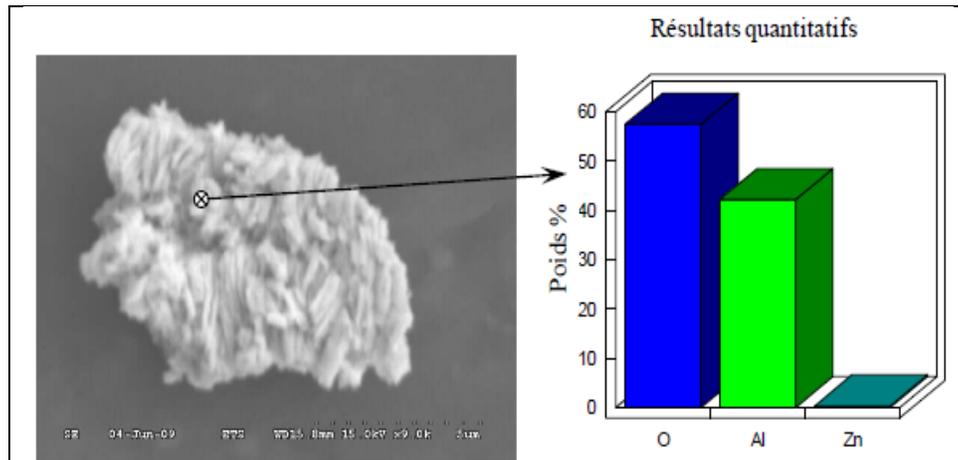
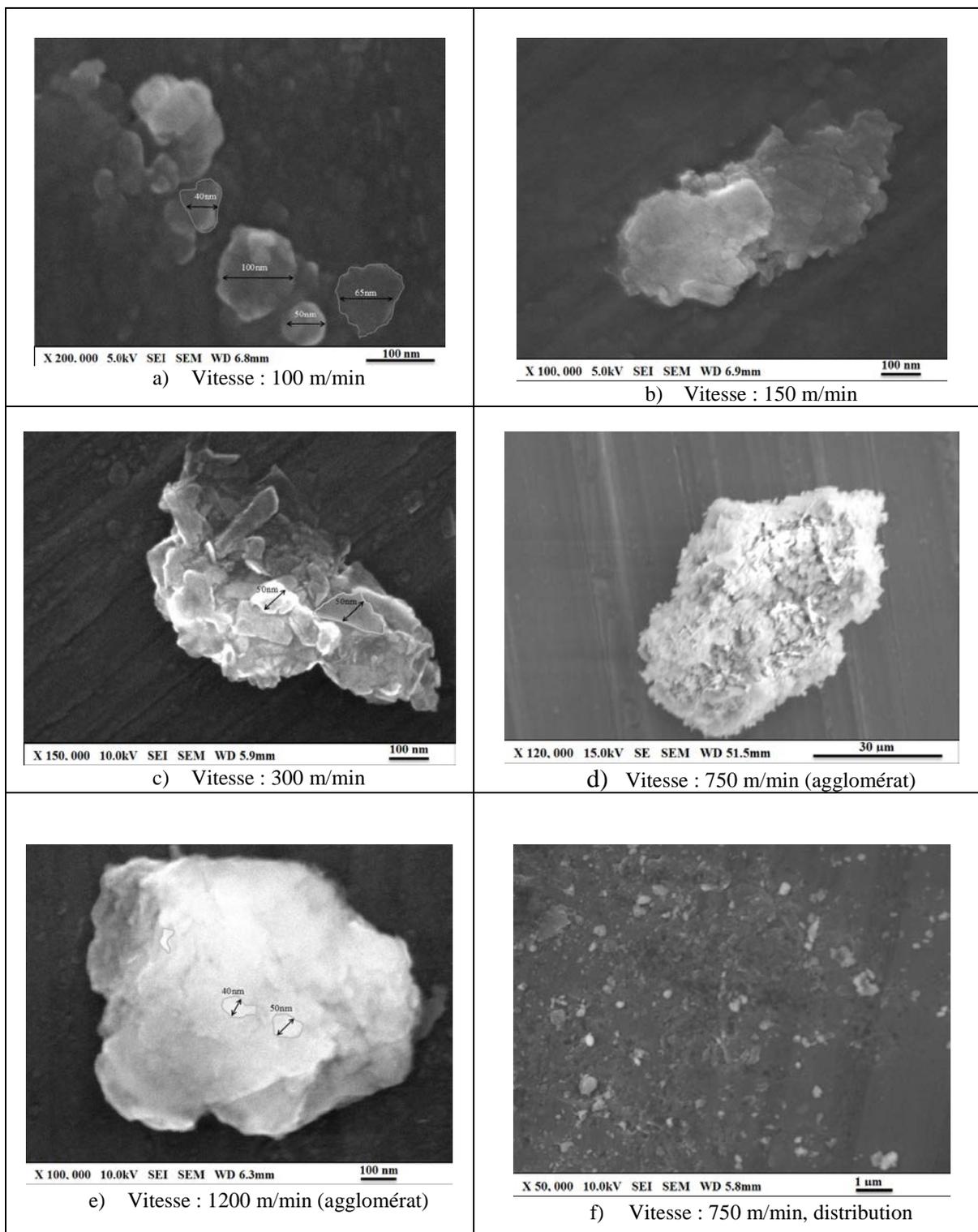


Figure 14 – Exemple de particule émise lors du fraisage de l'Al7075-T6, analysée au MEB (Al : aluminium, O : oxygène).

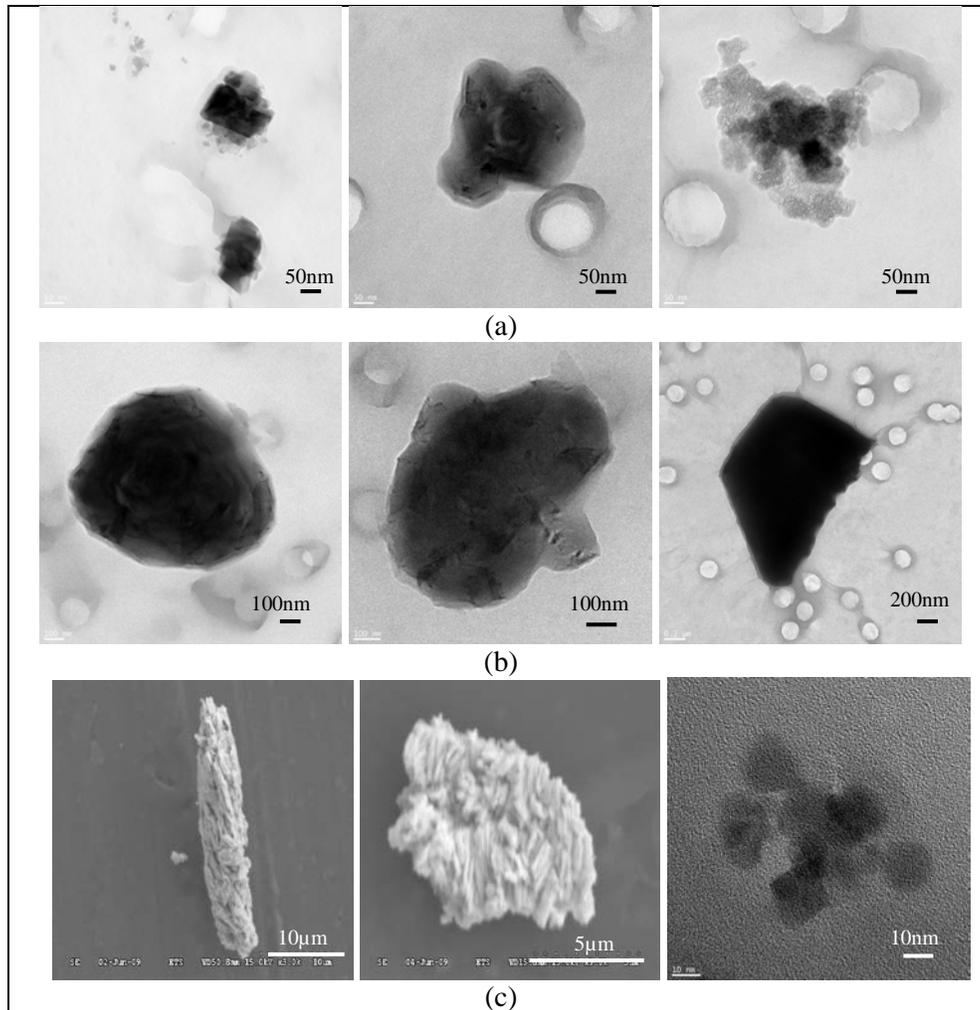


**Figure 15 – Images MEB des particules obtenues lors du fraisage, en fonction de la vitesse de coupe.**

L'analyse au microscope a aussi montré des formes différentes de NP hétérogènes, en plus des agglomérats (Fig. 16). Cette morphologie dépend à la fois de la nature du matériau qui les constitue et du mécanisme de génération. De même, l'agglomération des NP ne conduit pas plus à la production de particules sphériques. En général, on a pu distinguer deux grandes familles morphologiques :

- les particules nano-isométriques qui ont sensiblement les mêmes dimensions selon les trois dimensions (Fig. 16 a et b);
- les agglomérats (particules plates) : il s'agit de particules dont deux dimensions sont grandes par rapport à la troisième (Fig. 16c).

Ces informations sur la forme seront d'une grande utilité lors de la correction de la mesure (Section 4.2 du présent rapport), car les données par défaut de plusieurs appareils sont basées sur l'hypothèse que la particule est sphérique.



**Figure 16 – Familles morphologiques des particules produites pendant l'usinage : (a, b) nanoparticules et (c) agglomérats.**

### 4.1.2 Caractérisation par microscopie électronique à transmission (MET)

Les substrats en polycarbonate n'ont pas donné de résultats satisfaisants ni avec le microscope électronique à transmission ni avec le microscope électronique à balayage. Pour la MET, il n'a pas été possible de détecter de particules. L'origine du problème est peut-être la préparation des grilles. Ce point doit être résolu pour pouvoir caractériser les NP métalliques générées par usinage ou par frottement par MET.

### 4.1.3 Caractérisation par microscopie à force atomique (MFA)

Les mêmes substrats analysés par MEB ont été utilisés en microscopie à force atomique (MFA). La MFA est utilisée uniquement pour mieux visualiser la forme des particules et confirmer l'existence des agglomérats. Des résultats similaires ont donc été obtenus par MFA, mais à trois dimensions (Fig. 17). La forme, la distribution et le degré d'agglomération dépendent, entre autres, de la vitesse de coupe. L'analyse de la forme des particules à trois dimensions augmente la précision de la mesure et l'efficacité des appareils utilisés, permettant d'obtenir la taille des NP dans la troisième dimension, ce qui sert au calcul du facteur de correction avec une résolution spatiale plus précise et un rapport d'erreur minimal.

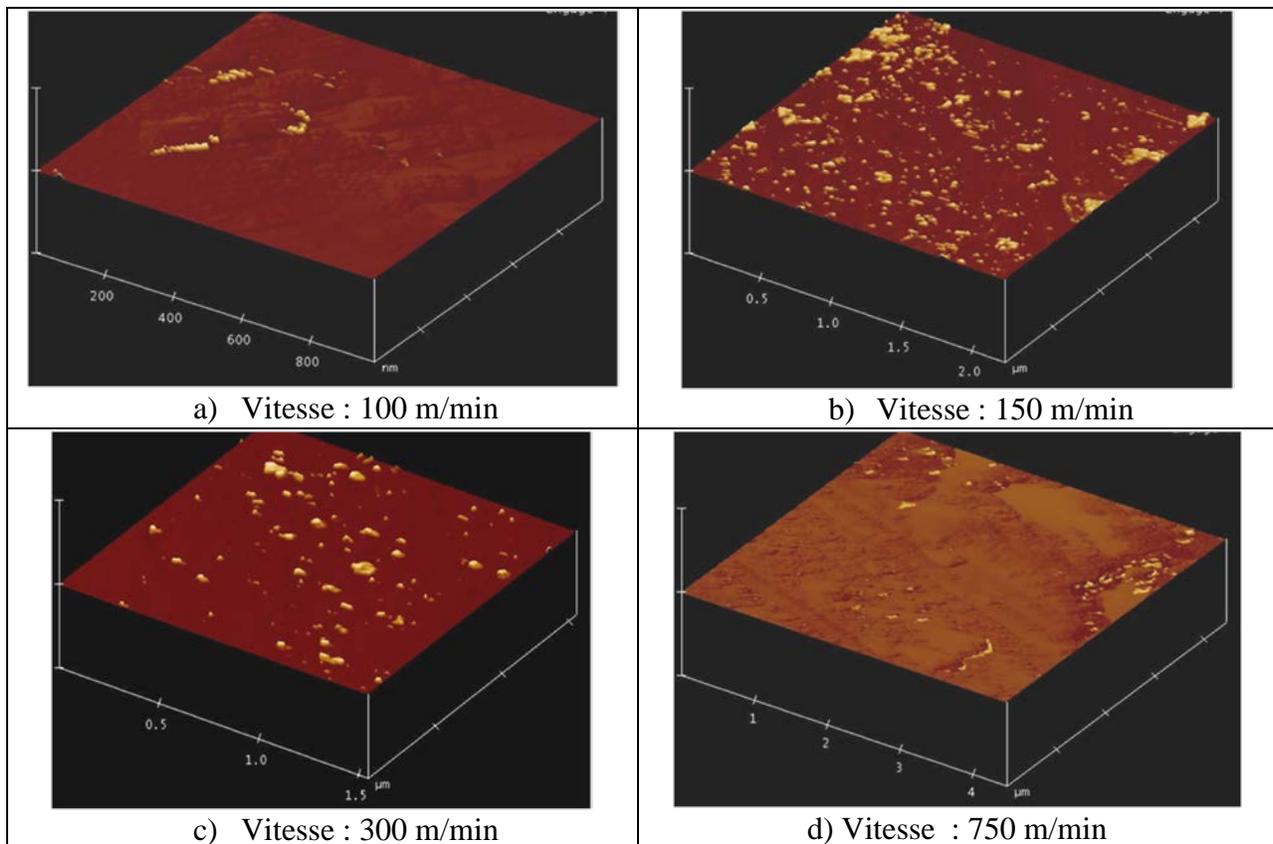
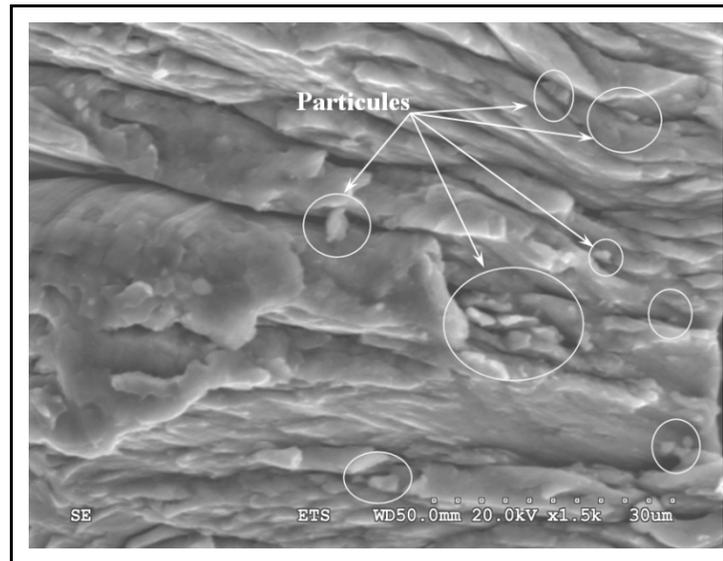


Figure 17 – Images obtenues par MFA des particules générées lors de l'usinage, en fonction de la vitesse de coupe.

Dans notre étude, l'analyse bidimensionnelle a montré l'irrégularité de la forme des particules. Le développement de la correction basé sur ces résultats a montré un grand succès, mais l'exploitation future de la MFA permettra certainement augmenter la précision de la mesure. L'analyse de la face extérieure d'un copeau produit lors du fraisage montre qu'il est fort probable que l'émission d'une grande partie des poussières a lieu lors du cisaillement et de la segmentation du copeau (voir les particules identifiées sur la face du copeau, Fig. 18).



**Figure 18 - Image obtenue par MEB d'un copeau montrant des particules émises dans la zone segmentée de ce copeau (Djebara, 2012).**

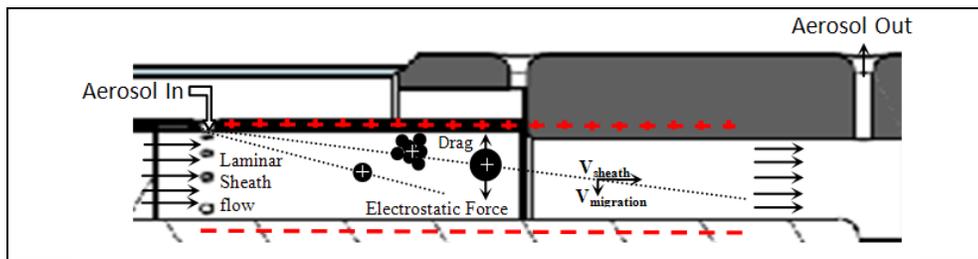
## **4.2 Correction des données en fonction de la forme, de la morphologie et de la nature des particules**

Avant de présenter les résultats de correction, il est nécessaire de rappeler la théorie et les hypothèses que la plupart des instruments de mesure utilisent. Généralement, les NP de nature solide présentent des formes très variables, contrairement aux NP liquides que l'on peut assimiler à des sphères. La détermination des paramètres qui caractérisent les NP solides fait donc appel à différentes techniques afin d'assurer une correction par rapport à la morphologie. Une particule, en mouvement à l'intérieur d'un instrument de mesure, est soumise à des forces réparties en surface, selon le gaz environnant, son état physique, sa vitesse relative et, bien sûr, la forme corpusculaire et la rugosité de sa surface. La résultante de ces forces qui influencent la mesure peut être divisée en une composante dirigée en sens inverse de la vitesse, appelée résistance ou traînée, et en une composante perpendiculaire appelée portance, en aérodynamique (Fig. 19).

Les particules non sphériques engendrent plus de traînée que leur volume ou leur masse sphérique équivalents, car elles présentent une plus grande surface d'interaction avec l'air environnant. Si la force de traînée est exprimée en fonction du diamètre d'un volume équivalent,

un second facteur de correction doit être utilisé pour compenser l'augmentation de la traînée due à la forme non sphérique. Cette correction est liée à un facteur appelé le « facteur de forme dynamique  $\chi$  » (Fuchs, 1964). Il est défini comme étant le rapport entre la force de résistance  $F^P_{traînée}$  (force de traînée) sur la particule non sphérique considérée et la force de résistance  $F^{ev}_{traînée}$  exercée sur la particule sphérique ayant un volume équivalent, lorsque les deux se déplacent à la même vitesse relative par rapport au gaz (Hinds, 1999):

$$\chi = \frac{F^P_{traînée}}{F^{ev}_{traînée}} \quad (4)$$



**Figure 19 – Représentation d’une particule en mouvement dans un instrument de mesure.**

Le comportement physique des aérosols est établi, le plus souvent, pour des particules sphériques alors qu’en réalité elles le sont rarement (voir Figs. 16 à 18 de la section précédente). Pour le SMPS, la mesure de cette distribution repose sur le principe de la sélection des particules suivant une mobilité électrique et en effectuant des hypothèses sur la forme sphérique et sur la densité des particules. Les résultats ont été corrigés pour les deux formes suivantes :

- Pour une taille inférieure à 100 nm, la particule appartient à la famille morphologique nano-isométrique (forme de sphère allongée);
- Pour une taille supérieure à 100 nm, la particule appartient à la famille morphologique nano-platée (forme parallépipédique mince ou disque mince).

Le Tableau 5 et la Figure 20 présentent des exemples de données corrigées. Les données brutes du SMPS varient par classe de tailles. Il est important de se rappeler que dans le cas des particules engendrées durant l’usinage, le diamètre mesuré en est un de mobilité équivalent ( $D_m$ ), c’est-à-dire le diamètre d’une sphère qui aurait un comportement identique à celui de la particule mesurée, si cette sphère se retrouvait dans le même champ électrique. La concentration particulaire est alors calculée à partir de la mesure de la charge électrique portée par les particules (voir Éq. 3 et Tableau 3). L’analyse des particules par microscopie est utilisée pour évaluer le paramètre de taille appelé « diamètre équivalent en volume » ( $D_{ev}$ ). Il correspond au diamètre qu’aurait une sphère de même volume que la particule et il permet une estimation de la densité des particules.

Dans le cas des particules engendrées durant l'usinage, le  $D_{ev}$  peut être exprimé en fonction de la forme de ces particules et il est calculé à partir des facteurs de correction introduits pour des formes non sphériques. Les formes et les populations sont ensuite adaptées manuellement (à l'aide du chiffrier Excel) pour décrire au mieux la distribution par le SMPS. La correction des données brutes est ainsi appliquée à chaque réponse avant toute analyse.

**Tableau 5 : Exemples de corrections des concentrations données par le SMPS pour une distribution de particules métalliques d'usinage.**

Données brutes				Données corrigées			
Diamètre $D_m$ (nm)	$C^P$ (#/cm <sup>3</sup> )	$C^S$ (nm <sup>2</sup> /cm <sup>3</sup> )	$C^M$ (µg/m <sup>3</sup> )	Diamètre $D_{ev}$ (nm)	$C^P$ (#/cm <sup>3</sup> )	$C^S$ (nm <sup>2</sup> /cm <sup>3</sup> )	$C^M$ (µg/m <sup>3</sup> )
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

$D_m$  : diamètre de mobilité équivalent ;  $D_{ev}$  : diamètre équivalent en volume

$C^P$  : concentration en nombre ;  $C^S$  : concentration en surface spécifique ;  $C^M$  : concentration en masse

Le Tableau 5 compare les résultats bruts et les résultats corrigés en se servant des équations du Tableau 3. La correction manuelle des concentrations doit être faite en fonction d'un diamètre équivalent en volume, quel que soit le niveau de distribution. Comme on pouvait s'y attendre la correction affecte la surface spécifique et la concentration massique des particules, mais pas la concentration en nombre.

La Figure 20 représente la correction de nos résultats bruts. À partir de cette correction, on peut remarquer que la morphologie des particules et leur densité ont des effets importants sur la mesure des concentrations des particules (surestimation d'un facteur de 2) et sur la distribution selon les diamètres de ces particules.

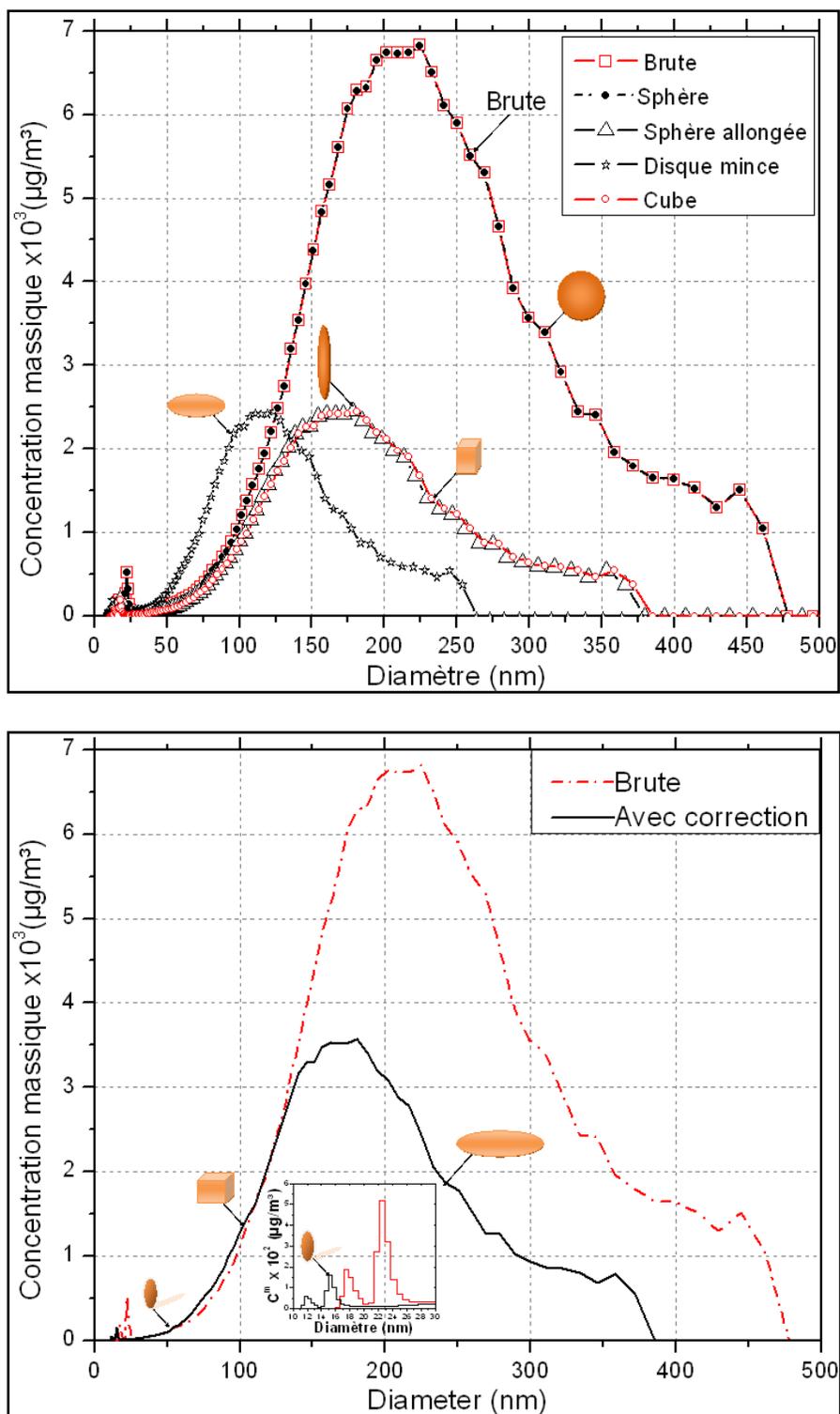


Figure 20 – Effets de la correction de la forme sur la distribution en masse des particules ultrafines en fonction de leur diamètre (tiré de Djebara, 2012).

### 4.3 Étude des émissions des NP lors du frottement

Plusieurs mécanismes font intervenir le frottement (freinage des autos et des trains, par exemple). Lors du frottement, deux matériaux entrent en contact et les interactions interfaciales jouent un rôle important. Les essais de frottement ont été conduits en se servant de la procédure et du montage décrits à la Section 3.1. Rappelons que deux montages ont été utilisés : un mécanisme similaire à celui permettant le freinage des autos et des trains (Fig. 5, montage 1) et l'autre mécanisme simulant le frottement qui a lieu entre un outil et une pièce lors de l'usinage (Fig. 5, montage 2). Dans le cas du montage 2, l'outil (pion) tournait à des vitesses de rotation prédéterminées et se déplaçait le long de la pièce à une vitesse d'avance constante de 50 m/min.

Les Figures 21 et 22 présentent les concentrations totales en nombre des NP émises au cours du frottement des alliages d'aluminium 6061-T6 et 7075-T6, respectivement. La Figure 23 illustre les concentrations en nombre des NP émises au cours du fraisage, comparées à celles obtenues lors du frottement pour le cas de l'alliage d'aluminium 6061-T6.

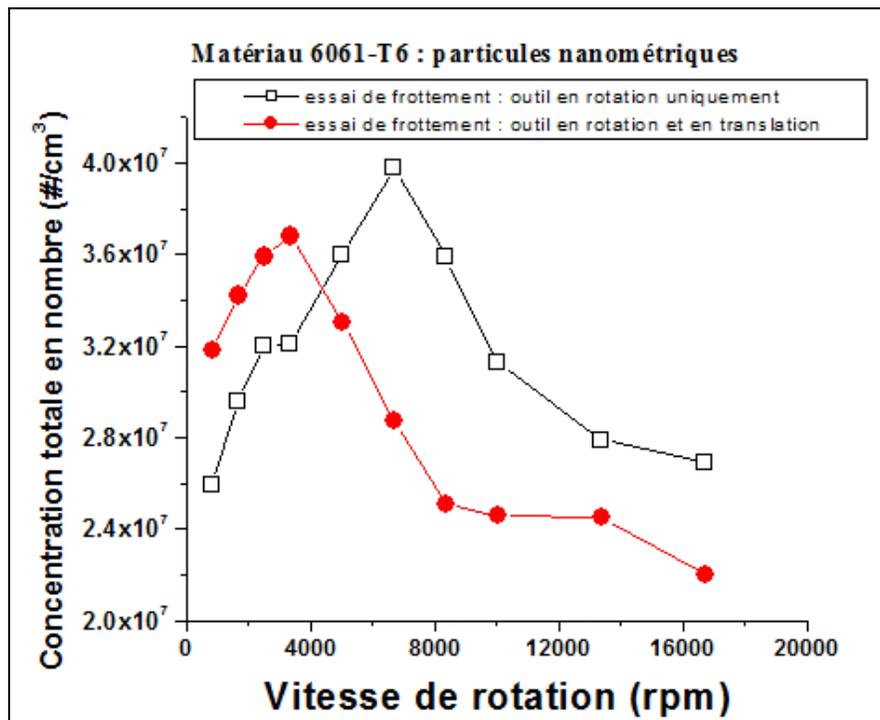


Figure 21 - Concentration en nombre des NP (7-500 nm) générées lors du frottement avec l'outil en rotation seul ou combiné à une translation, pour l'alliage d'aluminium 6061-T6.

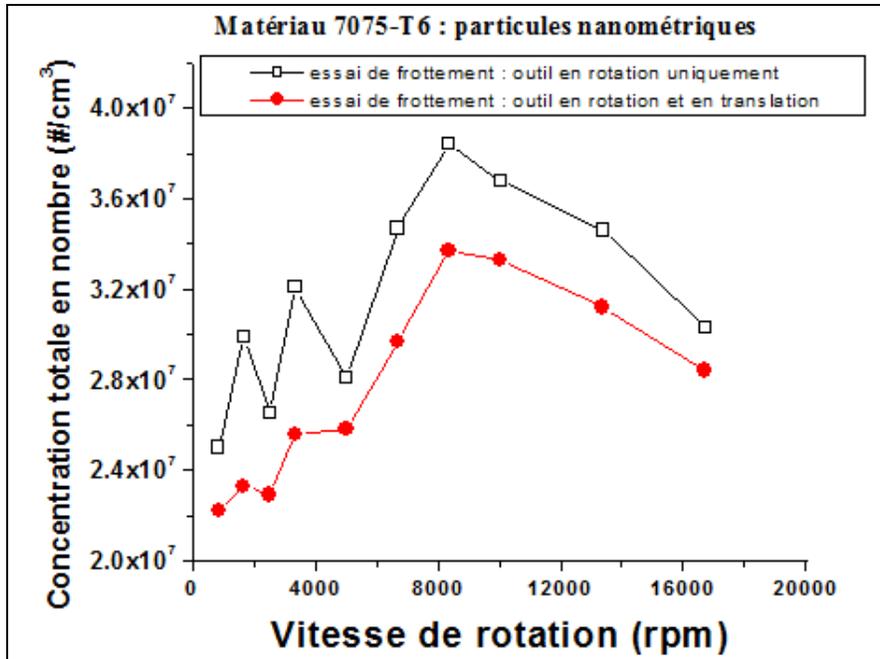


Figure 22 - Concentration en nombre des NP (7-500 nm) générées lors du frottement avec l'outil en rotation seul ou combiné à une translation, pour l'alliage d'aluminium 7075-T6.

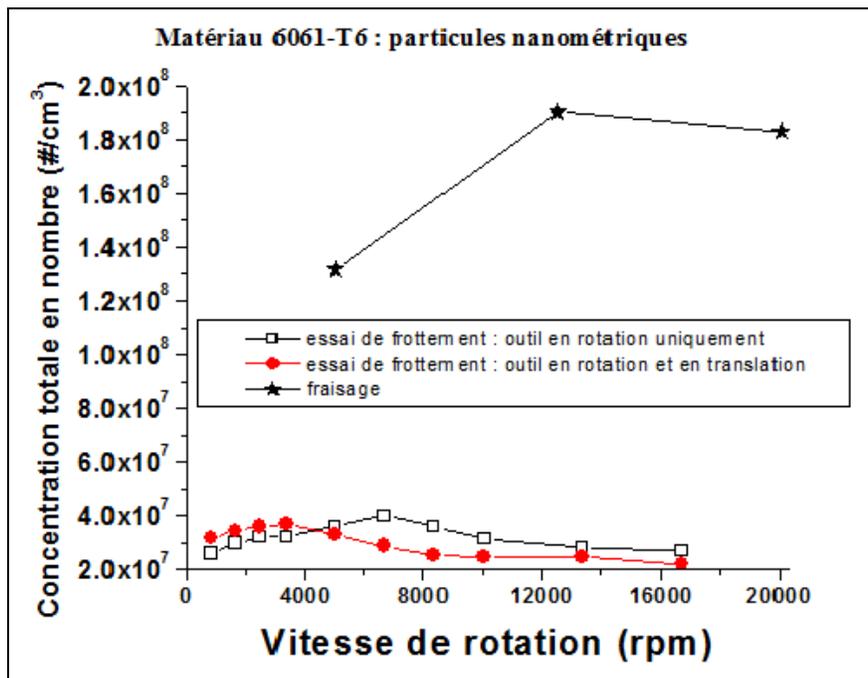


Figure 23 - Concentration en nombre des NP (7-500 nm) générées lors du frottement (avec ou sans translation) et du fraisage pour l'alliage d'aluminium 6061-T6.

Ces résultats ont permis de démontrer que:

- En général, il y a plus d'émission de NP lorsque l'outil tourne sur place que lorsque l'outil en rotation se déplace en translation (Figs. 21 et 22). Il s'ensuit donc que le frottement au cours duquel la surface de contact est constamment renouvelée (cas du frottement entre l'outil et la pièce lors de l'usinage), produit moins de NP que lorsque l'outil ou le pion tourne sur place (Kouam et coll. 2011).
- L'existence de vitesses de rotation critiques auxquelles les émissions de NP sont maximales a été confirmée pour le frottement (Figs. 21 et 22). Dans le cas du frottement, en fonction de la vitesse angulaire, l'émission de NP passe par un maximum correspondant à une vitesse critique. La plage de vitesse intermédiaire entre les basses et hautes vitesses doit donc être évitée afin de réduire à la source la production de NP (Kouam et coll. 2011).
- Cependant, le frottement produit beaucoup moins de NP que le procédé de fraisage comme le montre la Figure 23. Pour les alliages d'aluminium 6061-T6 et 7075-T6 testés, la concentration en nombre des particules obtenues lors du frottement était de 2 à 10 fois plus faible que celle obtenue lors du fraisage (Kouam et coll. 2011).

#### 4.4 Étude des émissions de NP lors de la mise en forme par usinage

Nous avons présenté, à la Section 4.1, la caractérisation des différentes formes et la composition des particules obtenues lors du fraisage. Les effets du matériau de la pièce et de l'outil, ainsi que les effets des conditions de coupe ont également été étudiés pour d'autres procédés d'usinage lors de ce projet. Les tests de perçage effectués ont révélé que la présence d'un pré-trou entraîne l'émission d'une plus grande quantité de particules de taille inférieure à 10  $\mu\text{m}$ , mais la vitesse de coupe critique pour laquelle les émissions sont maximales demeure inchangée (Figs. 24 et 25).

Les alliages d'aluminium de fonderie (Fig. 25), considérés comme étant des matériaux fragiles, émettent toutefois moins de particules que les alliages de corroyages (Fig. 24), considérés comme étant des matériaux ductiles. Ceci confirme les résultats de Balout et coll. (2007) selon lesquels les matériaux ductiles produisent plus de microparticules que les matériaux fragiles. Cette constatation confirme les hypothèses adoptées lors de la modélisation ainsi que les résultats des différents procédés de coupe et de frottement (Section 4.5). Il reste néanmoins à les confirmer pour les NP.

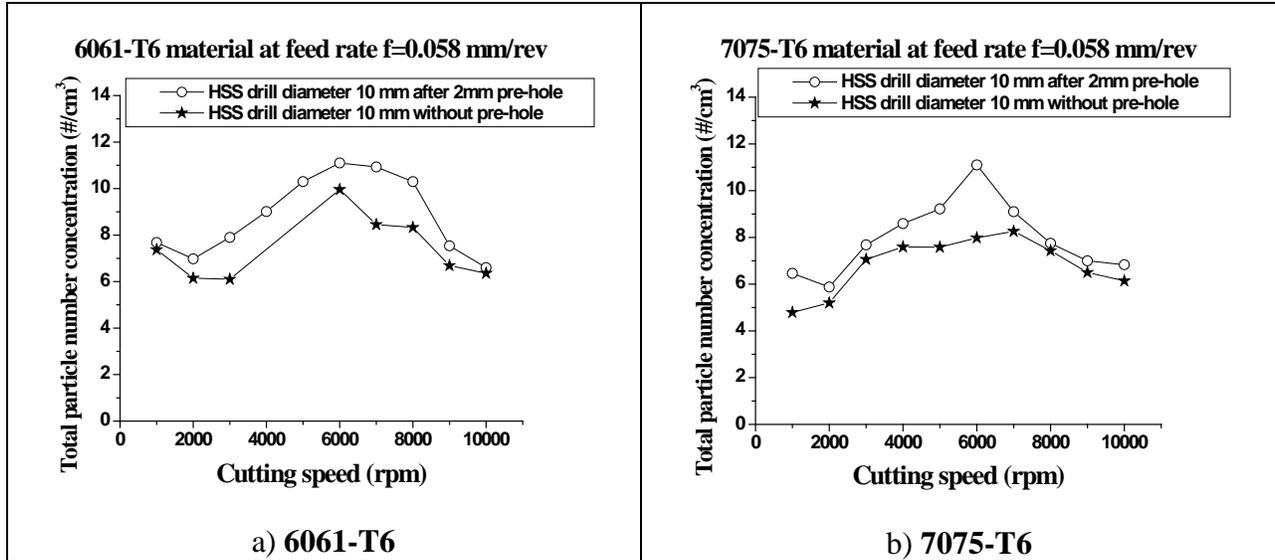


Figure 24 - Concentration en nombre des particules de taille comprise entre 0.5 et 10 µm, émises lors du perçage de deux alliages d'aluminium de corroyage : 6061-T6 et 7075-T6 (Kouam et coll. 2010b).

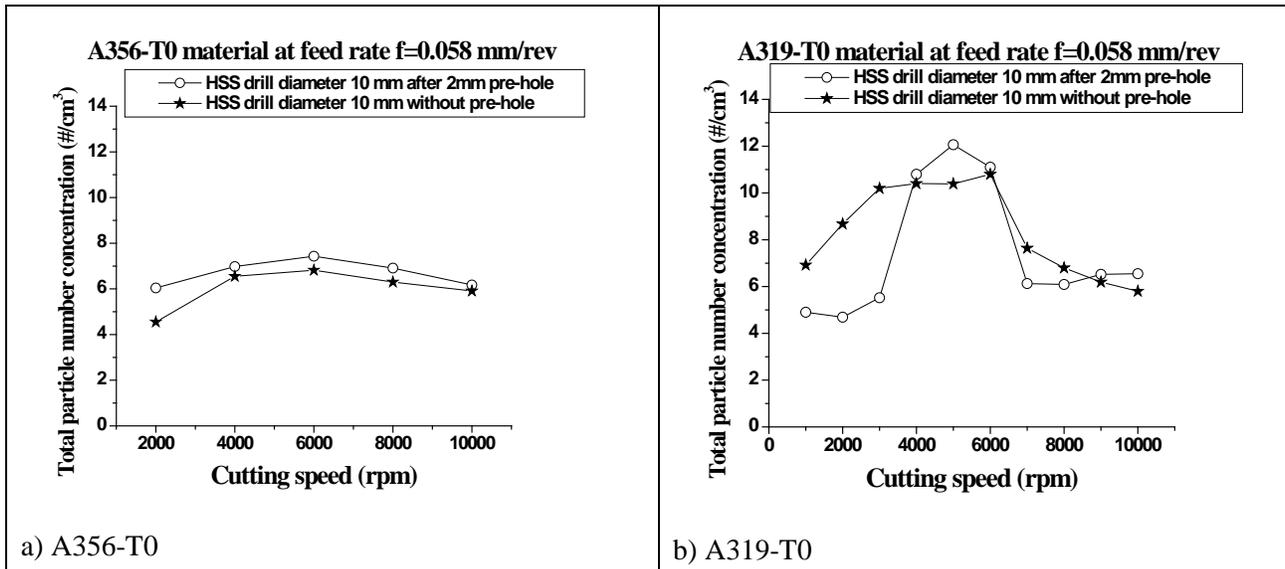


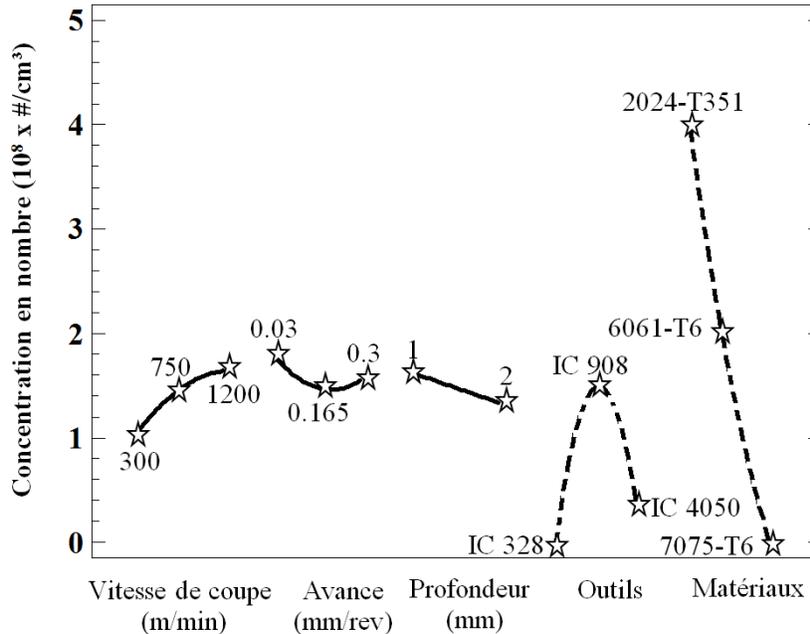
Figure 25 - Concentration en nombre des particules de taille comprise entre 0.5 et 10 µm lors du perçage de deux alliages d'aluminium de fonderie : A356-T0 et A319-T0 (Kouam et coll. 2010b).

Pour le fraisage, des essais ont été conduits dans les conditions décrites au Tableau 1 (Chapitre 3). Le but était de déterminer les conditions et les facteurs influençant la génération des NP. Au total, 162 essais ont été effectués. Les courbes des effets de chaque paramètre sur la concentration en nombre (Fig. 26) et sur la concentration en masse (Fig. 27) des particules

généralisées font immédiatement ressortir les facteurs influençant le plus l'émission des NP, soient le matériau et le type d'outil. En effet, il ressort que :

- Un changement de matériau, par exemple en remplaçant le 2024-T351 par le 7075-T6, permet d'obtenir une réduction d'émission des NP (de  $4 \times 10^8$  à  $0,2 \times 10^8$  particules par cc, Fig. 26 ; soit une diminution de près de 95 %) ;
- De même, le changement d'un outil ayant un bec de petit rayon (IC328 ou IC4050, dont le rayon est de 0,5 mm) par un outil ayant un bec de rayon plus grand (IC908, dont le rayon est de 0,83 mm), fait augmenter l'émission des NP.

Par contre, les courbes des effets des conditions de fraisage sur la concentration surfacique des particules émises (Fig. 28) fait ressortir immédiatement les facteurs « vitesse de coupe », « profondeur de coupe », « avance » et « outil » comme étant des paramètres influençant grandement l'émission de NP lors du fraisage. Par contre, la concentration en surface spécifique ne semble pas être dépendante du matériau usiné.



**Figure 26 - Effets des conditions de fraisage sur la concentration en nombre ( $C^P$ ) des NP.**

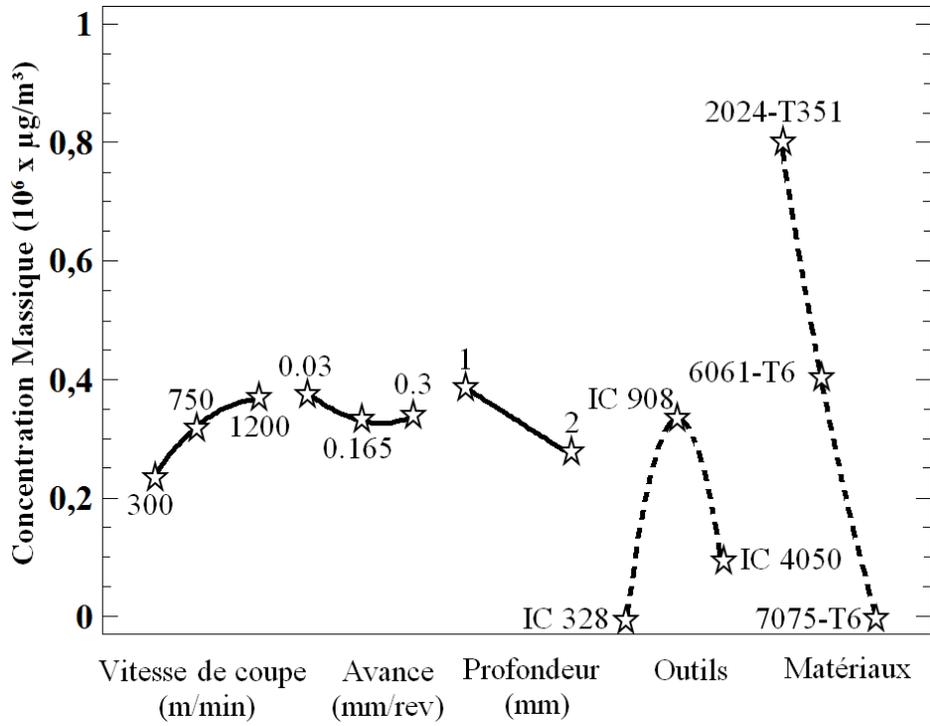


Figure 27 - Effets des conditions de fraisage sur la concentration en masse (C<sup>M</sup>) des NP.

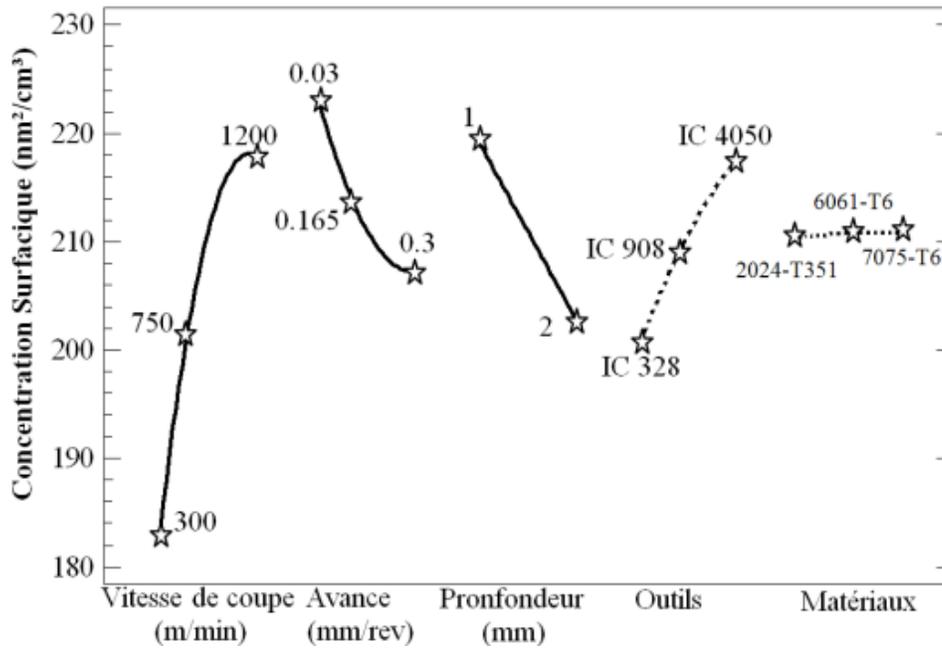


Figure 28 - Effets des conditions de fraisage sur la concentration surfaique (C<sup>S</sup>) des NP.

En examinant l'ensemble des 162 données obtenues, on constate que près de 65 % des NP produites ont des diamètres aérodynamiques inférieurs à 20 nm (Tableau 6).

**Tableau 6 : Distribution du nombre de NP produites lors du fraisage, en fonction de leur diamètre (Djebara et coll. 2012).**

Plage de diamètre	Pourcentage du nombre total de particules générées
100 nm < $\Phi$ < 300 nm	15
20 nm < $\Phi$ < 100 nm	20
$\Phi$ < 20 nm	65

Une analyse de variance (ANOVA) a permis d'étudier les effets principaux des paramètres indépendants ainsi que leurs interactions, afin de connaître leurs effets combinés sur la réponse dépendante. L'ANOVA détermine lequel de ces effets dans le modèle de régression est statistiquement significatif en utilisant les probabilités (P) et les ratios F du Tableau 7. Plus le ratio F est élevé, plus l'effet considéré influence fortement la réponse étudiée. Les résultats de l'analyse de variance présentés au Tableau 7 montrent, pour l'alliage d'aluminium 2024-T351 analysé, l'importance prépondérante sur les concentrations des NP (en nombre et en masse) de la vitesse de coupe parmi les principaux paramètres de fraisage que sont la vitesse, l'avance et la profondeur. Pour ce qui est de la surface spécifique, les effets de la profondeur de coupe et des interactions avec l'avance sont les plus significatifs. Les autres effets significatifs des interactions incluant l'avance en ce qui concerne la surface spécifique sont : AAB (vitesse  $\times$  vitesse  $\times$  avance), ABB (vitesse  $\times$  avance  $\times$  avance) et BBC (avance  $\times$  avance  $\times$  profondeur), AB (vitesse  $\times$  avance). L'avance doit donc être choisie avec soin si on veut contrôler la concentration en surface spécifique des NP produites lors du fraisage de l'alliage d'aluminium 2024-T351.

**Tableau 7 : Résultats des analyses de variance effectuées sur les facteurs influençant les concentrations de NP émises lors du fraisage de l'alliage d'aluminium 2024-T351.**

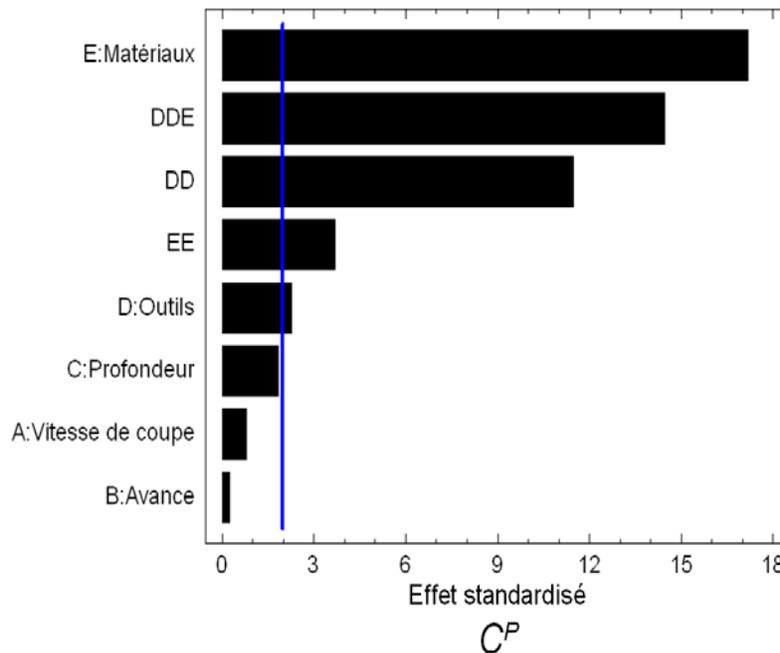
Analyse de variance de la concentration en nombre, $C^P$ ( $R^2 = 0.7$ )				
Facteurs	Somme des carrés ( $\times 10^{17}$ )	DDL	F	P
A:Vitesse	1,999	1	17,71	0,0012
B:Avance	0,104	1	0,92	0,3565
C:Profondeur	0,015	1	0,14	0,7175
BB :	0,967	1	8,56	0,0127
ABB	1,371	1	12,14	0,0045
Erreur totale	1,355	12		
Analyse de variance de la concentration massique, $C^M$ ( $R^2 = 0.88$ )				
Facteurs	Somme des carrés ( $\times 10^{17}$ )	DDL	F	P
A:Vitesse	1,0307	1	51,89	0,0000
B: Avance	0,0862	1	4,34	0,0614
C:Profondeur	0,0014	1	0,07	0,7954
AA	0,1366	1	6,88	0,0237
BB	0,2977	1	14,99	0,0026
ABB	0,8550	1	43,05	0,0000
Erreur totale	0,2185	11		
Analyse de variance de la concentration en surface spécifique, $C^S$ ( $R^2 = 0.78$ )				
Facteurs	Somme des carrés ( $\times 10^{17}$ )	DDL	F	P
A:Vitesse	9,92	1	9,92	0,0016
B:Avance	3,24	1	3,24	0,0719
C:Profondeur	10,14	1	10,14	0,0015
AA	4,27	1	4,27	0,0388
AB	37,41	1	37,41	0,0000
BB	13,56	1	13,57	0,0002
BC	11,80	1	11,80	0,0006
AAB	33,37	1	33,37	0,0000
ABB	7,59	1	7,59	0,0059
ABC	10,81	1	10,81	0,0010
BBC	48,30	1	48,30	0,0000
Erreur totale	86,25	6		

DDL : degrés de liberté

Les diagrammes de Pareto présentés aux Figures 29 à 31 classent les facteurs testés et les interactions entre eux par ordre d'importance. La ligne de référence verticale apparaissant dans chacun de ces diagrammes indique les effets qui sont statistiquement significatifs, avec un degré de confiance de 95 %. Le diagramme de Pareto où les coefficients sont classés par ordre de valeur absolue décroissant aide à déterminer la valeur au-dessous de laquelle un facteur n'a pas

un effet significatif sur la réponse étudiée; auquel cas le dit facteur peut être supprimé du modèle de prédiction.

Les paramètres du procédé et les conditions régissant la concentration en surface spécifique des particules émises sont différents de ceux gouvernant les concentrations en nombre ou en masse des particules (Figs. 29, 30 et 31). Ces dernières sont gouvernées par le matériau usiné et le type d'outil utilisé (facteurs E et D, et interactions DDE, DD et EE, Figs. 29 et 30), alors que la concentration en surface spécifique est régie par l'outil (facteur D) et les interactions entre l'outil et l'avance (facteur BBD) d'une part et l'outil et la profondeur (facteur CDD) d'autre part. La prescription des meilleures conditions opératoires devient donc difficile à identifier si la métrique qui sera utilisée par les toxicologues n'est pas connue. Cette difficulté se reflète, par exemple, à la Figure 32 qui montre l'influence de l'interaction entre l'avance d'usinage et le matériau sur la concentration massique et sur la concentration en surface spécifique des NP. Ainsi, pour une avance de 0.1 mm par dent de fraise, la coupe des alliages d'aluminium 2024-T351 et 7075-T6 génère des NP de même concentration en surface spécifique (Fig. 32b), mais des concentrations massiques très différentes (Fig. 32a).



**Figure 29 - Diagramme de Pareto des effets des facteurs de fraisage sur la concentration en nombre des particules émises (Djebara, 2012).**

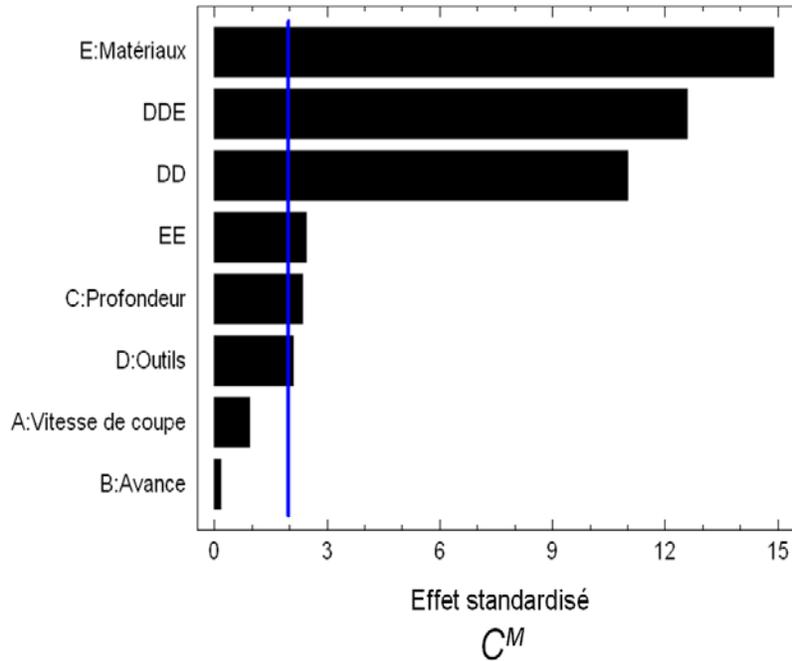


Figure 30 - Diagramme de Pareto des effets des facteurs de fraisage sur la concentration en masse des particules émises (Djebara, 2012).

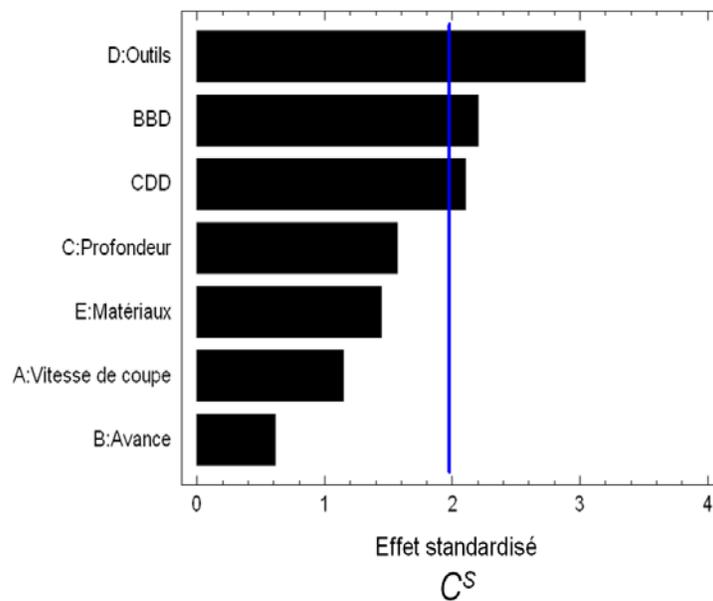
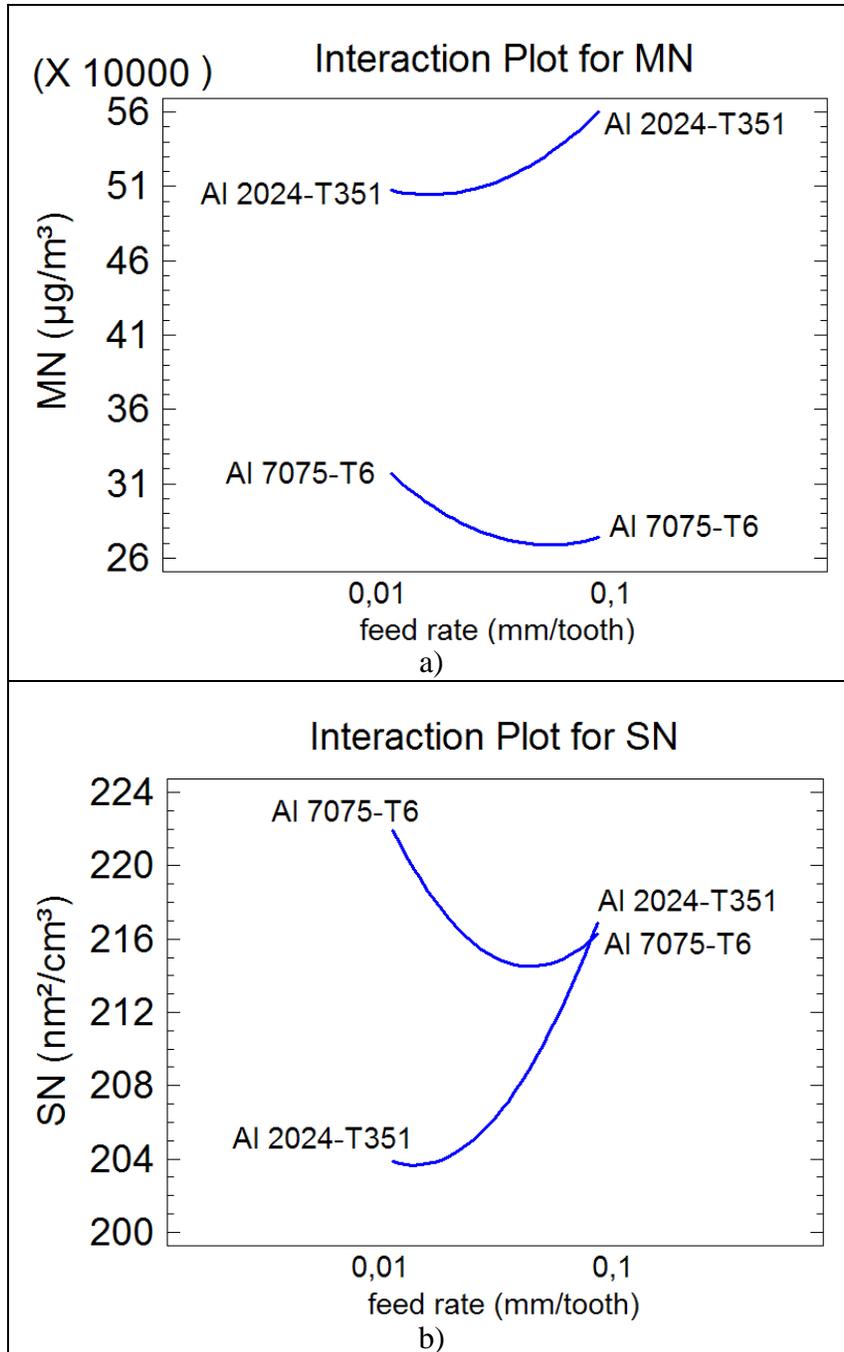
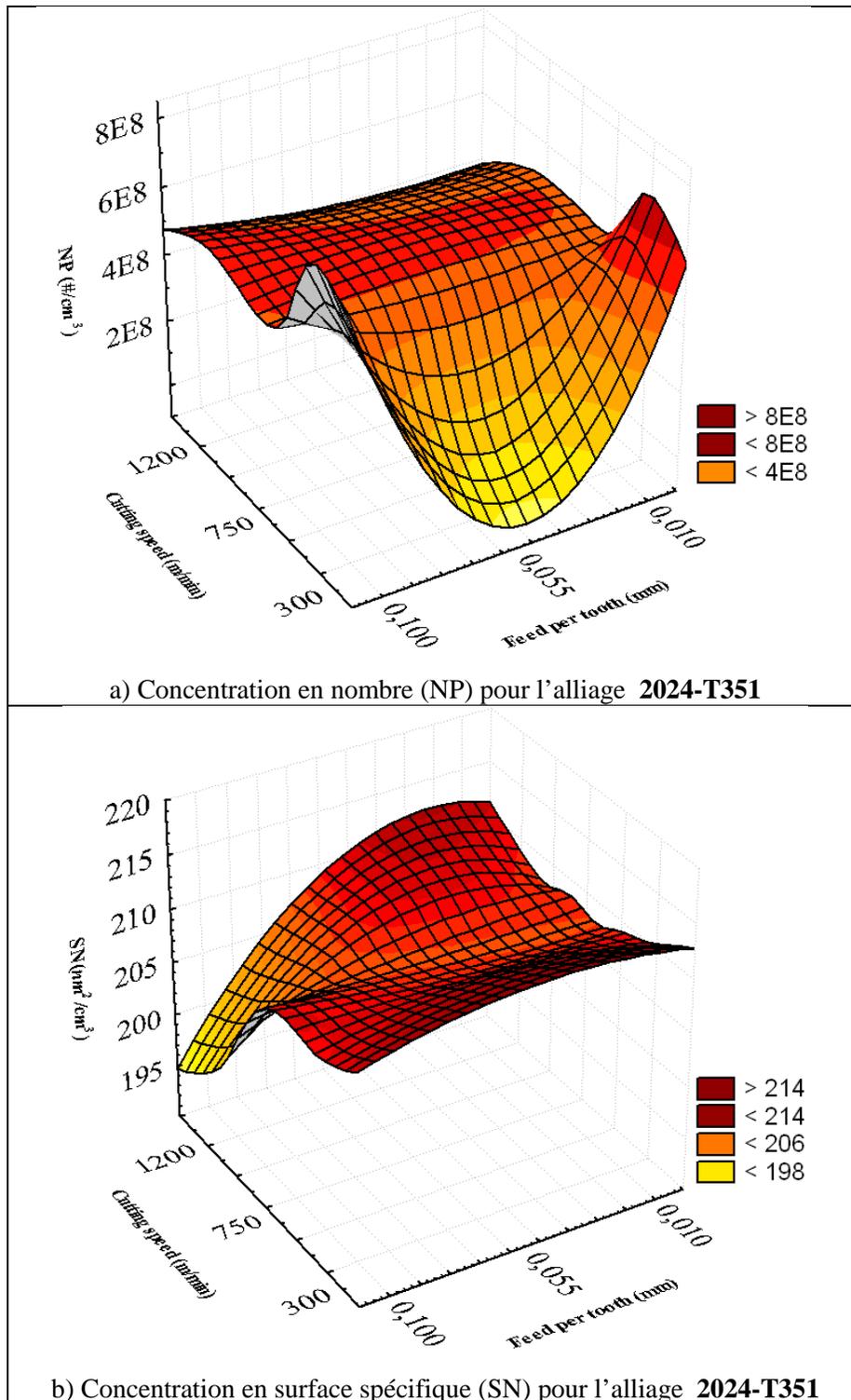


Figure 31 - Diagramme de Pareto des effets des facteurs de fraisage sur la concentration en surface spécifique des particules émises (Djebara, 2012).

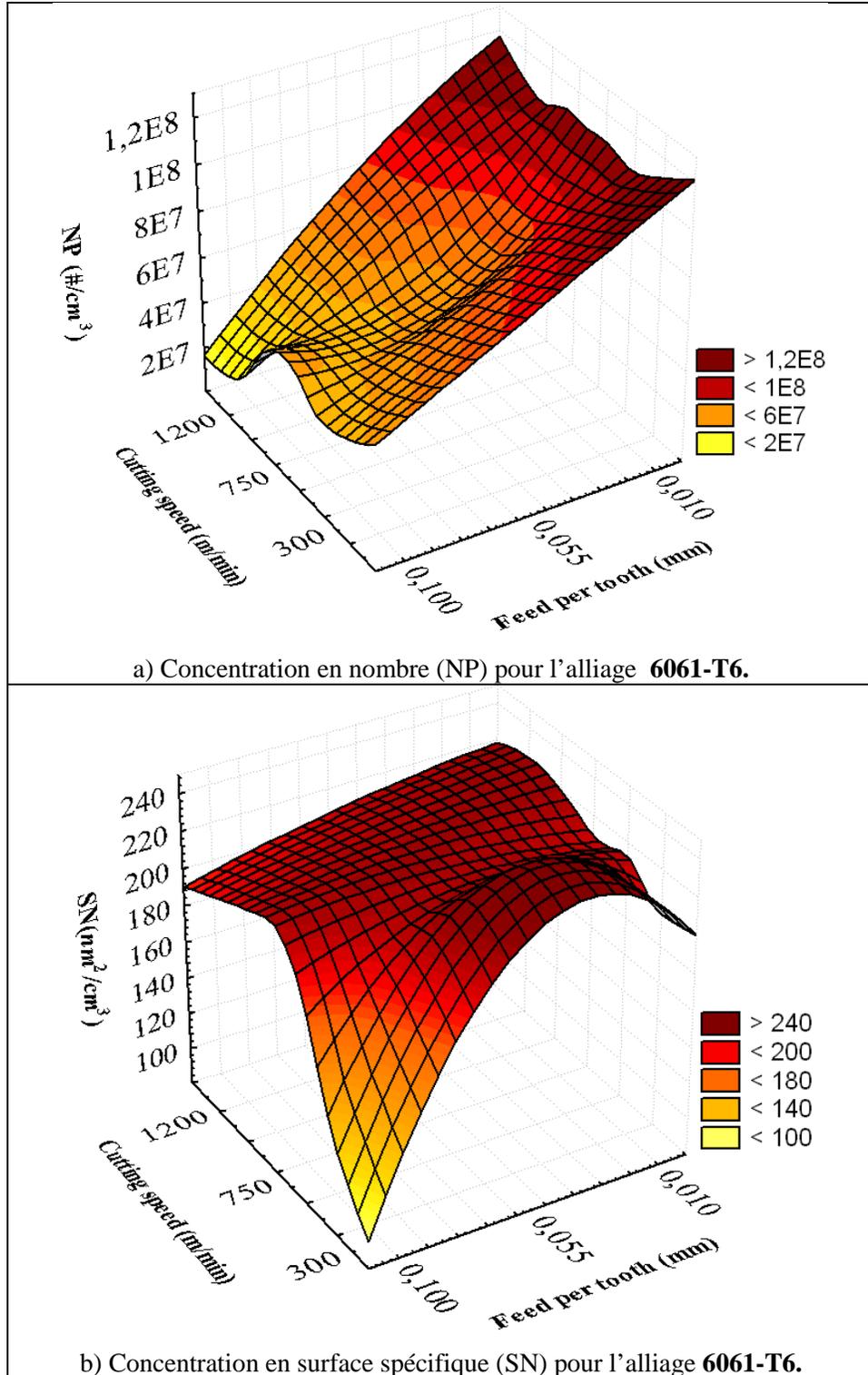


**Figure 32 - Effets de l'interaction avance (*feed rate*) -matériau sur les concentrations en masse (a) et en surface spécifique (b) des NP émises lors du fraisage (Djebara et coll. 2012).**

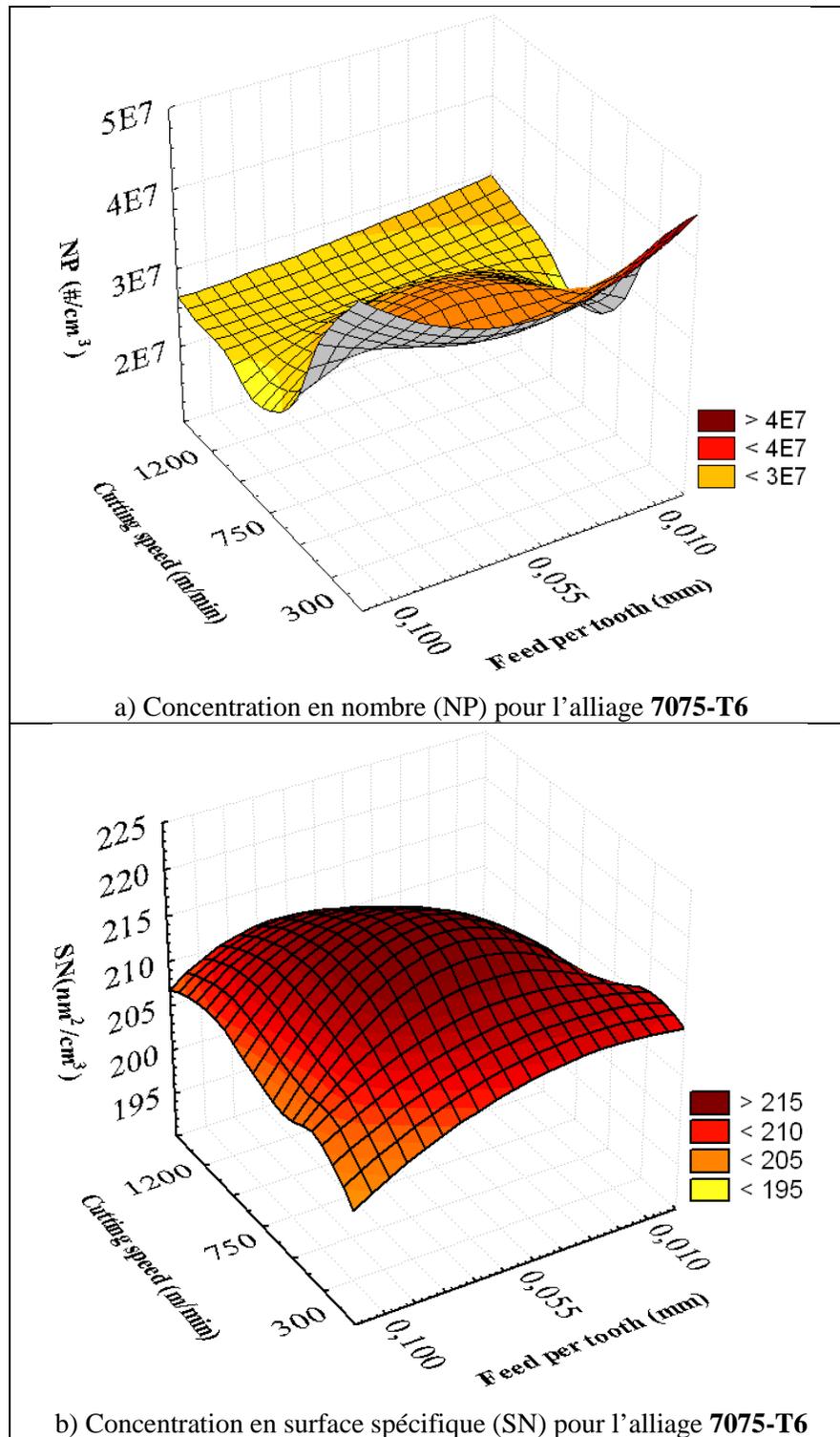
A la suite d'une analyse statistique complète, des modèles de régression prédisant les émissions en fonction de l'outil, du matériau coupé et des conditions d'usinage ont été développés (pour les détails méthodologiques de cette approche, consulter la thèse de doctorat de Djebara, 2012). Ces modèles ont servis à élaborer des courbes de surface telles que celles présentées aux Figures 33, 34 et 35.



**Figure 33 – Prédiction des concentrations en nombre et en surface spécifique des émissions de NP lors du fraisage (outil IC908) sur une pièce en alliage d'aluminium 2024-T351 : Effets de la vitesse et de l'avance de coupe (Djebara et coll. 2010a).**



**Figure 34 – Prédiction des concentrations en nombre et en surface spécifique des émissions de NP lors du fraisage (outil IC908) sur une pièce en alliage d'aluminium 6061-T6 : Effets de la vitesse et de l'avance de coupe (Djebara et coll. 2010a).**



**Figure 35 – Prédiction des concentrations en nombre et en surface spécifique des émissions de NP lors du fraisage (outil IC908) sur une pièce en alliage d'aluminium 7075-T6 : Effets de la vitesse et de l'avance de coupe (Djebara et coll. 2010a).**

Ces courbes de surface illustrent la variation des concentrations de NP, en fonction de la vitesse de coupe et de l'avance. Elles démontrent une variation qui identifie des zones du domaine expérimental pour lesquelles l'émission des NP est maximale ou minimale selon le matériau usiné. Les principales conclusions découlant de ces courbes sont :

- Il existe des combinaisons de vitesse de coupe et d'avance pour lesquelles les émissions de NP sont faibles.
- Dans le domaine expérimental considéré, les courbes de surface soulignent l'importance des facteurs « matériau » et « outil » sur la vitesse de coupe atteint par l'émission des NP.
- Le facteur « profondeur de coupe » joue aussi un rôle non négligeable dans l'obtention d'une forte émission de NP, mais à un degré moindre par rapport à l'avance; ce qui peut aussi s'expliquer par la plage de profondeur de coupe relativement faible qui a été testée. Ceci nous permet de conclure que le facteur « vitesse de coupe » est important dans la gestion des émissions et que l'existence d'une vitesse critique à laquelle ces émissions sont maximales est à présent bien connue (Khattabi, 2009).

## 4.5 Modélisation et prédiction des émissions de particules

La prédiction des émissions de particules a été basée sur un indice conçu par Khattabi et coll. (2007) qui consiste à calculer la masse des particules émises par rapport à la masse du copeau débité. Cet indice, appelé *Du* (*Dust Unit*), a été défini à l'équation 1 à la Section 2.2.2. L'étude des émissions de microparticules et de NP durant ce projet a permis le développement d'un modèle prédictif servant à la réduction à la source des émissions. Cette modélisation a adopté une approche hybride en intégrant l'aspect énergétique, les micro et macro frictions (Khattabi et coll. 2010a).

L'aspect énergétique repose sur le fait que l'énergie fournie par l'outil de coupe doit être suffisante pour rompre les liaisons chimiques et former des corpuscules de différentes tailles. La quantité de particules produites lors de l'usinage suit donc une loi exponentielle de type

Arrhénien ( $D_U \propto e^{-\frac{E_A}{E}}$ ). Cette quantité de particules est fonction de l'énergie appliquée (l'énergie de coupe  $E$ ) par rapport à l'état énergétique de la particule avant détachement ( $E_A$ ). On doit admettre dans cette situation que les particules de même taille qui se détachent de la même zone se retrouvent dans le même état énergétique (même énergie d'activation). En d'autres termes,  $E_A$  dépend de la taille de la particule, de la zone d'émission ( $E_A$  à la surface est la moins élevée) et du matériau.

L'influence des mécanismes multiples sur le processus de coupe rend la quantification difficile. L'aspect énergétique est aussi lié à d'autres phénomènes responsables des émissions de NP. Cet aspect doit donc être couplé à l'effet des frottements macro et microscopiques. Le mode de formation du copeau qui favorise la création de bandes de glissement de type alterné entre couches molle et dure provoque aussi un microfrottement entre ces bandes. Le degré de segmentation peut donner un caractère quantifiable à ce phénomène. Un coefficient de segmentation  $\beta$ , qui identifie l'apparition de la segmentation selon les conditions de coupe et le

matériau élaboré par Xie et coll. (1996), a été utilisé en modélisation. L'effet du frottement à l'interface outil-copeau sur les émissions de microparticules est régi par deux paramètres : la densité de segmentation du  $\eta_s$  et la rugosité de la face de coupe de l'outil  $R_a$ . La corrélation entre les différents aspects conduit à les combiner en adoptant le caractère multiplicatif afin de concevoir un modèle général :

$$D_u = A \times \frac{\beta_{max} - \beta}{\beta_c} \times R_a \times \eta_s \cdot \left( \frac{V_0}{V} \right)^\delta \exp \left( \frac{-E_A}{\tan \varphi (1 - C_h \sin \alpha) V \frac{F_{sh}}{bf}} \right) \quad (5)$$

- où
- A : facteur de proportionnalité;
  - $\beta$  : coefficient de segmentation qui identifie l'apparition de la segmentation selon les conditions de coupe et le matériau de la pièce;
  - $\beta_c$  (reps.  $\beta_{max}$ ) : valeur critique (resp. valeur maximale) pour laquelle le copeau devient segmenté;
  - $R_a$  : rugosité moyenne arithmétique du fini de surface;
  - $\eta_s$  : densité de segmentation;
  - V (resp.  $V_0$ ) : Vitesse de coupe (resp. vitesse critique à laquelle les émissions de particules sont maximales);
  - $E_A$  : Énergie d'activation du matériau;
  - $\varphi$  : angle de cisaillement lors de l'usinage;
  - $C_h$  : Taux de compression du copeau;
  - $\alpha$  : angle de coupe de l'outil;
  - $F_{sh}$  : Force de cisaillement;
  - $b$  : largeur de coupe;
  - $f$  : Vitesse d'avance;
  - $\delta$  : paramètre du matériau qui caractérise sa capacité à produire des particules métalliques.

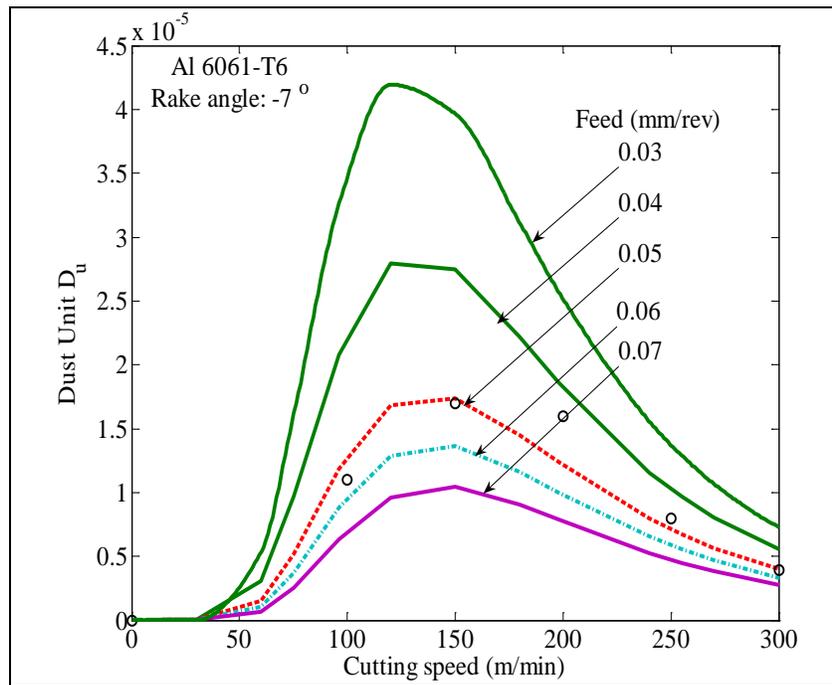
Le paramètre  $\delta$  est déterminé expérimentalement et sa valeur permet de classer les matériaux de la façon suivante :

$$\delta \equiv \begin{cases} \delta \geq 1.0 \rightarrow \text{Matériau : Ductile} \\ 0.5 < \delta < 1 \rightarrow \text{Matériau : semi-ductile} \\ 0 < \delta \leq 0.5 \rightarrow \text{Matériau : Fragile} \end{cases} \quad (6)$$

Pour les alliages d'aluminium de fonderie, considérés fragiles,  $0 \leq \delta \leq 0.5$  alors que pour les alliages d'aluminium de corroyage, considérés ductiles,  $\delta \geq 1.5$  (exemple, pour 6061-T6:  $\delta=1.5$ ).

Les paramètres comme l'angle de coupe  $\alpha$ , l'angle de cisaillement  $\varphi$ , la vitesse de coupe V, l'avance  $f$ , la rugosité  $R_a$ , ainsi que  $\beta_{max}$  et  $\beta_c$  peuvent facilement être déterminés. La force de cisaillement et la température peuvent être mesurées directement ou évaluées théoriquement.

Néanmoins, la mesure est très difficile dans certains procédés. Les équations constitutives de Needelman-Lemonds peuvent être utilisées afin d'estimer les efforts et la température. Le développement d'un algorithme représente le comportement de certaines propriétés (Khettabi et coll. 2011). Zaghbani et coll. (2009) ont proposé un modèle prédictif de la force – température pour le fraisage à grande vitesse à sec des matériaux ductiles. Ce modèle de coupe oblique est transféré à un modèle de calcul afin de déterminer les efforts de cisaillement et la température pour une coupe orthogonale. Les résultats des simulations (Fig. 36) ont été validés expérimentalement (Fig. 37). Pour plus d'informations, nous recommandons aux lecteurs de consulter Khettabi et coll. (2010a).



**Figure 36 – Résultats des simulations (Éq. 5) de l'influence de la vitesse de coupe et de l'avance sur les émissions de NP pour l'alliage Al6061-T6 (Khettabi et coll. 2010a).**

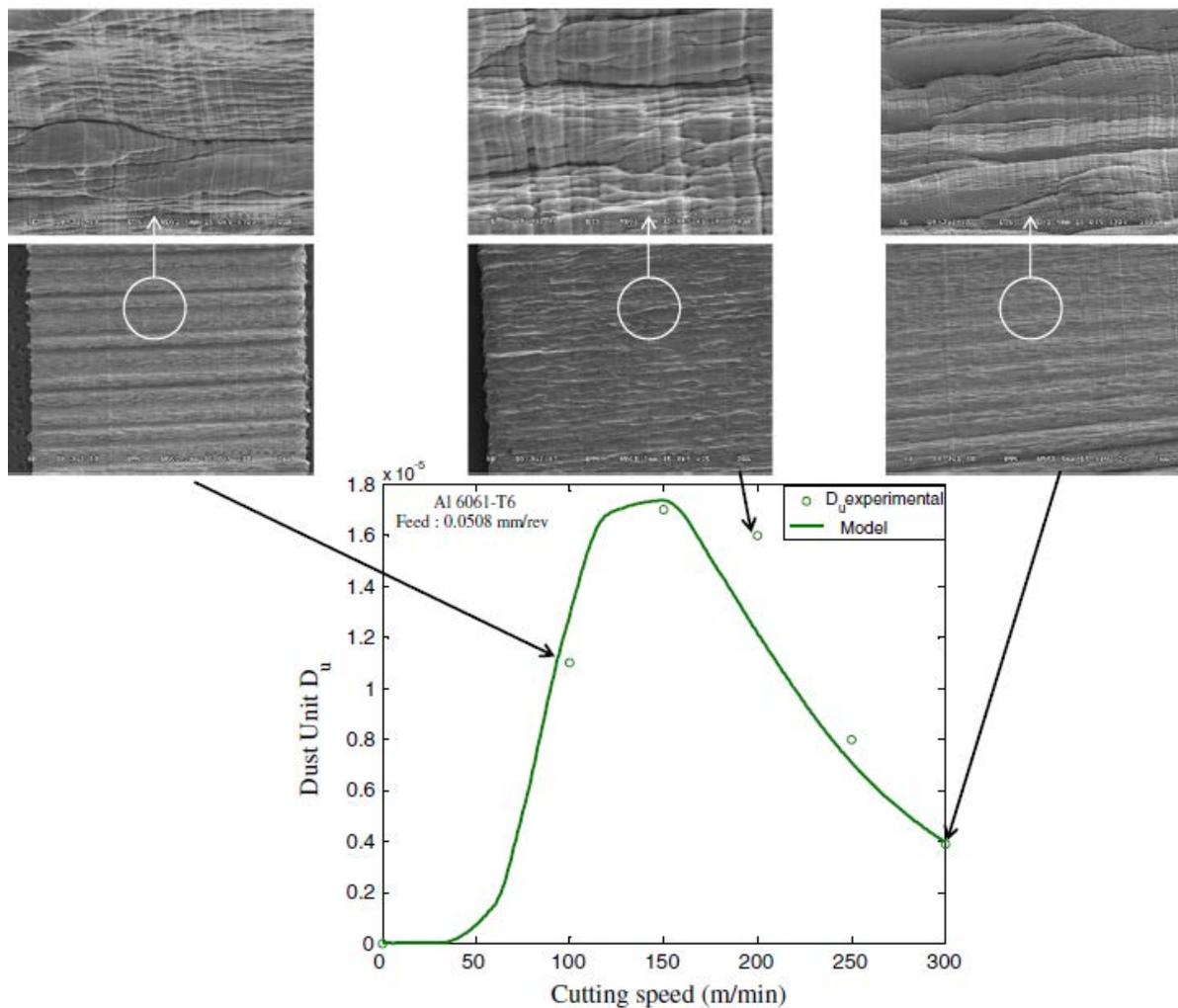


Figure 37 – Résultats expérimentaux et simulation des émissions de particules lors de l'usinage à sec (Khettabi et coll. 2010a).

## 5. DISCUSSION

Aux fins de la présente étude, la technique d'échantillonnage a été revue et améliorée afin de correspondre aux principes théoriques et aux exigences expérimentales. Une procédure permettant de visualiser le déplacement des particules et le mouvement de l'air lors de l'usinage a aussi été développée et appliquée. Elle consiste à usiner des blocs de glace sèche et à filmer le mouvement des particules qui s'en dégagent. Cette étude a permis de mieux positionner le système de mesure. De même, des modèles ont été élaborés afin d'améliorer la fiabilité des prédictions numériques en mettant l'accent sur les phénomènes de diffusion Brownienne et turbulente des NP. Ce travail a également permis d'évaluer et de limiter les pertes dans les systèmes d'échantillonnage et de mesure, en limitant la longueur des tuyaux.

Une procédure de captation des particules et de leur préparation pour observation aux microscopes a été conçue et utilisée. L'étude des formes des particules et la simulation des écoulements autour d'elles ont montré la nécessité de concevoir des algorithmes de correction, des techniques d'échantillonnage mieux adaptées et même des instruments de mesures plus performants. Cependant, pour les substrats en polycarbonate, le protocole et/ou la méthode de préparation doivent être revus afin d'améliorer la caractérisation, notamment pour le microscope électronique à transmission (MET).

Les résultats de cette étude ont montré que les conditions de frottement et celles de l'usinage (géométrie de l'outil, procédé, matériau de la pièce ainsi que son état thermique) affectent considérablement les émissions des NP. La maîtrise de ces effets aidera à mieux contrôler les NP, à réduire à la source les émissions ou à cibler l'émission d'une taille particulière, par exemple, celle moins nocive. Le modèle prédictif élaboré par Khettabi et coll. (2010a-d) montre la corrélation entre ces différents paramètres et l'émission de NP. De nouvelles stratégies d'usinage et de frottement ont été développées dans le cadre de cette étude et elles permettront la réduction à la source de la génération des NP (Khettabi, 2009; Khettabi et Songmene 2009, Khettabi et coll. 2010a-d; Songmene et coll. 2008a,b; Kouam et coll. 2010a,b; Djebara et coll. 2010a,b).

### 5.1 Comportement aérodynamique des particules

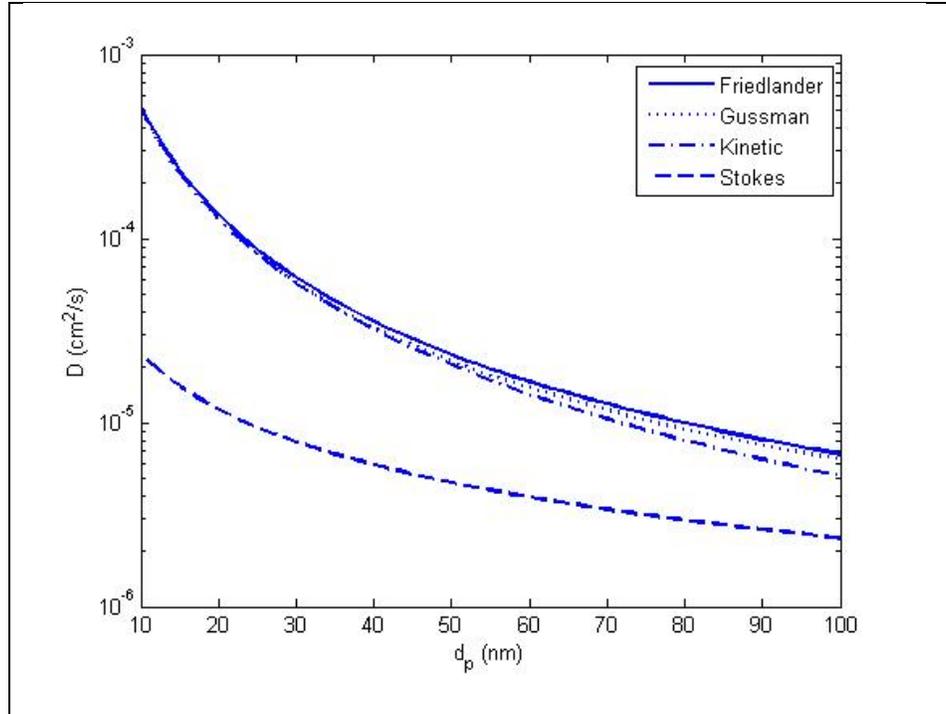
Lors de la fabrication, une difficulté supplémentaire à l'étude de la génération des particules provient du fait que les procédés génèrent des turbulences dans l'air causées par le mouvement relatif outil-pièce; ce qui modifie le comportement des particules et peut affecter la précision de la mesure. Pour réduire cet effet indésirable, les mesures des concentrations étaient prises quelques secondes avant le début du processus de coupe et l'échantillonnage continuait quelques minutes après le processus (quand aucun élément de la machine n'était encore en rotation), jusqu'à ce que la concentration soit équivalente à celle mesurée avant l'opération de coupe.

Comme mentionné dans la procédure expérimentale, une technique permettant de visualiser le déplacement des particules et le mouvement de l'air lors de l'usinage a été développée et

appliquée afin de déterminer comment positionner le système de mesure de façon optimale. De même, une modélisation et une simulation par gaz traceur ont été réalisées. Les particules de petite taille ont tendance à se comporter comme un scalaire passif dans un écoulement d'air forcé. Par conséquent, la modélisation de la dispersion d'un gaz traceur est susceptible de fournir des informations très utiles pour prédire la dispersion des NP selon les conditions opératoires autour de la machine-outil. Parallèlement à la caractérisation du comportement de ces particules dans l'air et à l'influence de ce comportement sur la mesure, nous avons effectué des essais expérimentaux avec un gaz traceur. Les modélisations du transport/diffusion des NP ont été comparées aux concentrations locales d'un gaz traceur de façon à 1) vérifier si la technique du gaz traceur peut effectivement être utilisée en milieu de travail pour évaluer l'exposition des travailleurs aux NP et 2) déterminer les limites d'application de cette technique.

Il a été démontré que la modélisation de la dispersion d'un gaz traceur est en mesure de fournir des informations très utiles pour prédire le transport et la diffusion des NP selon les conditions de ventilation (Hallé et coll. 2009, Morency et coll. 2010). La modélisation de l'écoulement dans une enceinte d'usinage est très complexe en raison *i*) de l'absence de symétrie dans le volume à discrétiser et *ii*) de la difficulté associée à l'imposition des conditions frontières, que ce soit lors des opérations de perçage, de fraisage ou de tournage. Par conséquent, les publications citées plus haut se sont attardées à la modélisation de l'écoulement et du transport de NP aéroportées dans une chambre d'inhalation qui représente une géométrie plus « simple » à modéliser. La résolution numérique des équations de Navier-Stokes en régime turbulent, couplée à l'équation de transport de masse des NP, ont permis la prédiction du transport et de la diffusion d'un aérosol de  $\text{TiO}_2$  de 30 nm de diamètre (diamètre aérodynamique), en tenant compte du phénomène de capture des NP par les parois. Les résultats numériques ont été comparés à des résultats expérimentaux obtenus à l'aide d'un impacteur en cascade Dekati. Les résultats ont montré que l'accord entre les fractions massiques prédites numériquement et les résultats expérimentaux est excellent, soit  $6,02 \times 10^{-8}$  kg de  $\text{TiO}_2$ /kg d'air (numérique) vs  $5,59 \times 10^{-8}$  de  $\text{TiO}_2$ /kg d'air (expérimental).

Morency et coll. (2008) ont également évalué quatre modèles de diffusion Brownienne des NP. Les coefficients de friction ( $f$ ) et de diffusion ( $D$ ) de trois modèles différents ont été comparés aux prédictions de la théorie cinétique des gaz. Mis à part les résultats obtenus de la théorie cinétique des gaz, il a été démontré que les coefficients  $f$  et  $D$  des différents modèles sont très comparables. Les différences les plus significatives ont été observées pour le modèle de Stokes qui sous-estime légèrement le coefficient de diffusion comparativement aux modèles de Friedlander et Gussman, les écarts étant plus significatifs pour des diamètres aérodynamiques supérieurs à 60 nm. La Figure 38 compare les coefficients  $D$  pour des NP de  $\text{TiO}_2$  en fonction du diamètre aérodynamique. Il a également été démontré que le coefficient de diffusion Brownienne croît avec la température (Morency et Hallé, 2013). Cependant, cette dépendance ne devrait pas affecter de façon significative le comportement aérodynamique des NP dans le contexte des procédés d'usinage à haute vitesse.



**Figure 38 – Coefficient de diffusion Brownienne en fonction du diamètre aérodynamique obtenu pour quatre modèles (Morency et Hallé, 2013).**

Un autre volet de cette étude était l'application de la technique de gaz traceur pour la prédiction du coefficient de dépôt des NP dans les systèmes de mesure utilisant un tube d'aspiration pour la collecte de l'aérosol tel que le SMPS. L'étude de ces pertes par diffusion laminaire et turbulente dans un conduit circulaire de 1 cm de diamètre a été publiée, en partie, par Morency et Hallé (2010). La Figure 39 compare les résultats numériques obtenus aux corrélations de Friedlander pour la fraction massique des NP, en fonction de la longueur du conduit d'aspiration. D'après ces résultats, il ressort que plus le diamètre du tuyau d'aspiration est grand, plus les pertes sont petites. On pourrait donc utiliser des tubes plus longs. Par contre, pour des tubes de petits diamètres (p. ex. de l'ordre de 10 mm ou moins), on a intérêt à ne pas dépasser un mètre en longueur.

Morency et Hallé (2013) ont également étudié le dépôt des NP par l'approche des gaz traceurs dans des enceintes ventilées selon le principe de dilution. Une telle étude permet de mieux visionner la dispersion des particules et pourrait aider à faire le choix du positionnement de l'entrée et de la sortie d'air. Cependant, son application aux machines-outils doit être raffinée pour tenir compte des pièces en mouvement lors du processus de coupe par machine-outil.

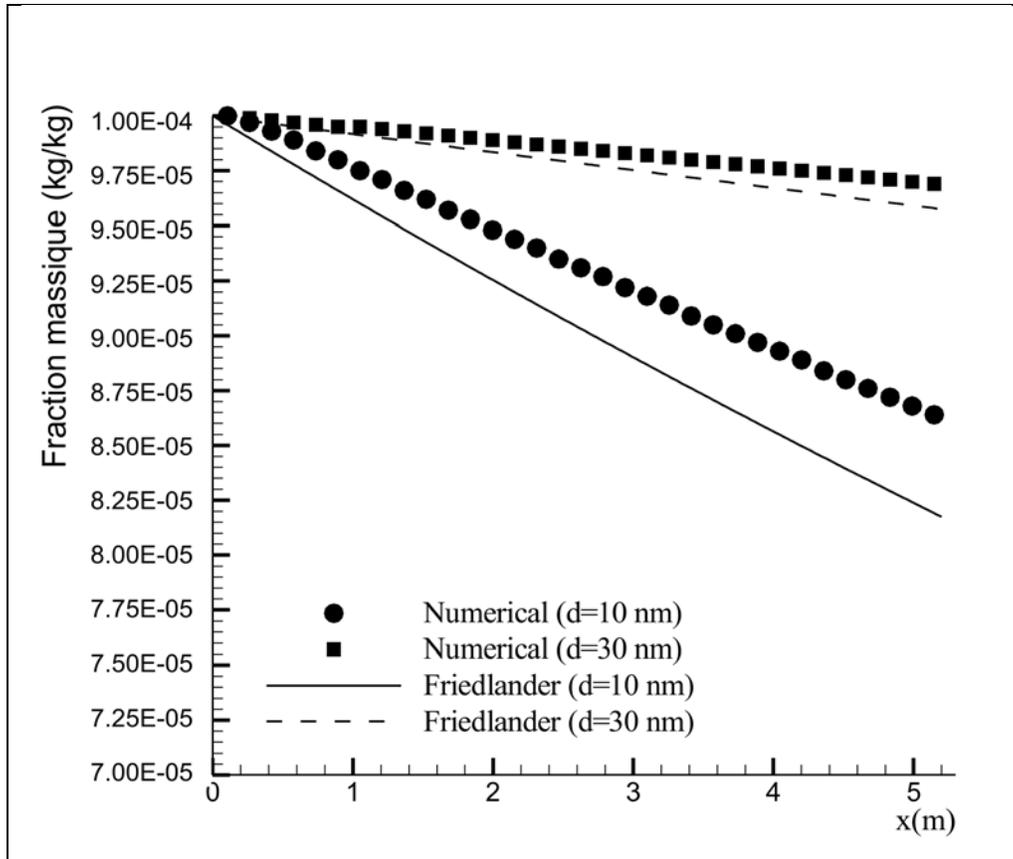
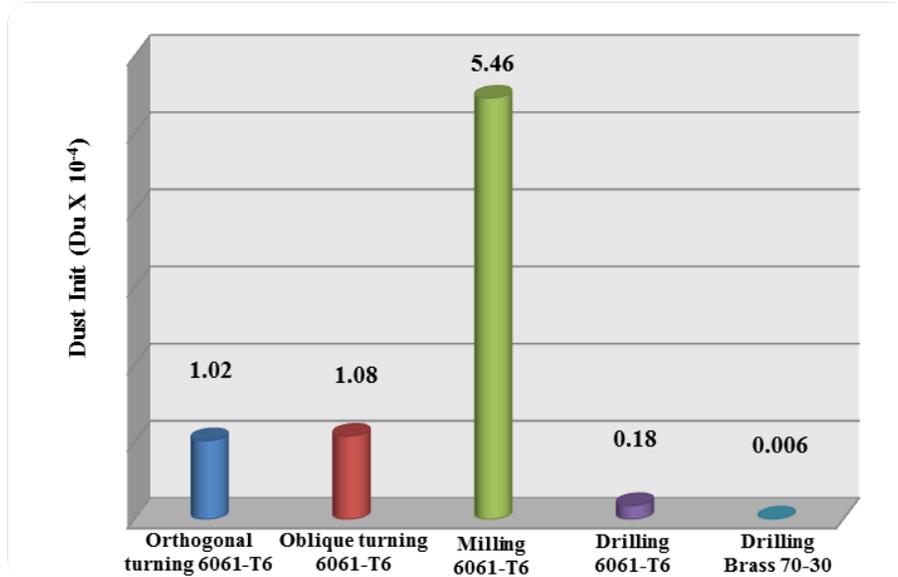


Figure 39 – Fraction massique des NP aéroportées dans une conduite circulaire (1 cm) en fonction de la longueur (adapté de Morency et Hallé, 2010).

## 5.2 Effet du procédé et des stratégies de coupe

Le comportement du matériau de la pièce lors de la déformation ainsi que le mode de formation du copeau témoignent de la difficulté de comparer les différents procédés d'usinage. Du point de vue de l'émission de particules, la comparaison est possible mais l'interprétation demeure complexe. Il est important de rappeler que les procédés de frottement produisent beaucoup moins de NP que les procédés d'usinage (Kouam et coll. 2011). Cependant, il serait préférable de pouvoir classer les procédés d'usinage selon leur pouvoir d'émission des particules.

Faisant suite à ce projet, Khettabi et coll. (2011) ont conçu un modèle d'évaluation de l'aspect durable de l'usinage des alliages d'aluminium. Ce modèle inclut les émissions de particules, les coûts d'usinage et les énergies requises pour la coupe. Avec ce modèle, il est désormais possible de classer les matériaux et les procédés d'après leurs aspects durables ainsi que leur émission de particules (Fig. 40). À la suite de cette classification, le fraisage apparaît comme étant le procédé qui génère le plus de particules, suivi par le tournage. Le perçage, opération très courante dans l'industrie, émet peu de particules comparativement aux autres procédés.



**Figure 40 – Comparaison des émissions de différents procédés, en se servant du Dust Unit (Éq. 2) (Khettabi et coll. 2011).**

La lubrification joue aussi un rôle sur les émissions de particules (Fig. 41) (Kouam et coll. 2012). En présence de lubrifiant, la quantité d'aérosol augmente en raison des gouttelettes produites lors de l'impact du fluide sur la pièce ou lors du mouvement des éléments du système outil-pièce. Cette augmentation d'aérosols formés de particules métalliques et de gouttelettes de fluide de coupe est plus importante dans la coupe semi-lubrifiée (Fig. 41), car le fluide est projeté sur l'outil sous forme de brouillard. Il serait nécessaire de faire une étude supplémentaire pour déterminer exactement la proportion de particules métalliques dans l'ensemble des aérosols mesurés en vue d'établir les effets du fluide de coupe et ses conditions d'application sur la génération des NP (Kouam et coll. 2012).

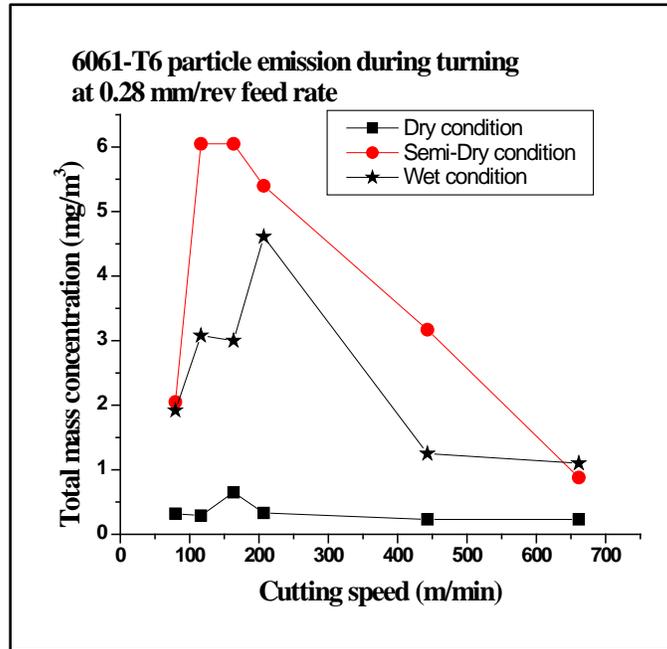


Figure 41 – Comparaison des émissions d’aérosols ( $PM_{2.5}$ ) lors du tournage de l’aluminium 6061-T6 en fonction des conditions de lubrification (Kouam et coll. 2012).

### 5.3 Effet de l’outil : Géométrie et revêtement

Les paramètres de l’outil susceptibles d’influencer la formation des copeaux, le cisaillement, les déformations, les efforts de coupe et la chaleur générée lors de l’usinage et, par conséquent, les particules émises incluent sa géométrie (angle de coupe, angle de dépouille, angle d’hélice, rayon de bec et préparation des arêtes) et le revêtement extérieur de l’outil. La figure 42 présente une géométrie simplifiée de l’outil de coupe. Le copeau s’écoule sur la face de coupe de l’outil. Cette face (qui peut être revêtue ou non) fait un angle de coupe ou *rake angle* ( $\gamma$ ) avec la normale de la surface fraîchement usinée. Cet angle de coupe peut être positif ou négatif (comme indiqué à la figure 42), ce qui va influencer la formation et l’écoulement des copeaux, le cisaillement du matériau, la déformation de celui-ci et les énergies nécessaires pour la coupe.

Pour ce qui est du revêtement de l’outil, Djebara et coll. (2013) ont testé deux outils de fraisage de même rayon de bec (0.5 mm), mais faits d’un revêtement différent (TiCN pour le grade IC328 comparé aux multicouches TiCN/ $Al_2O_3$ /TiN pour le grade IC4050) sur des alliages d’aluminium. Les résultats ont démontré que le revêtement influence en premier la surface spécifique des particules fines ( $PM_{2.5}$ ), devant les paramètres du procédé d’usinage (vitesse, avance, profondeur) et le type de matériau usiné (alliages d’aluminium : 6061-T6, 7075-T6 et 2024-T351) (Fig. 43). L’outil multicouche (IC4050) a généré des particules dont la surface spécifique totale était plus élevée que celle des particules générées lors d’usinage avec l’outil revêtu de TiCN (IC328). Cela s’explique par la différence entre les finis de surface de ces deux revêtements, ce qui modifie la surface réelle de contact.

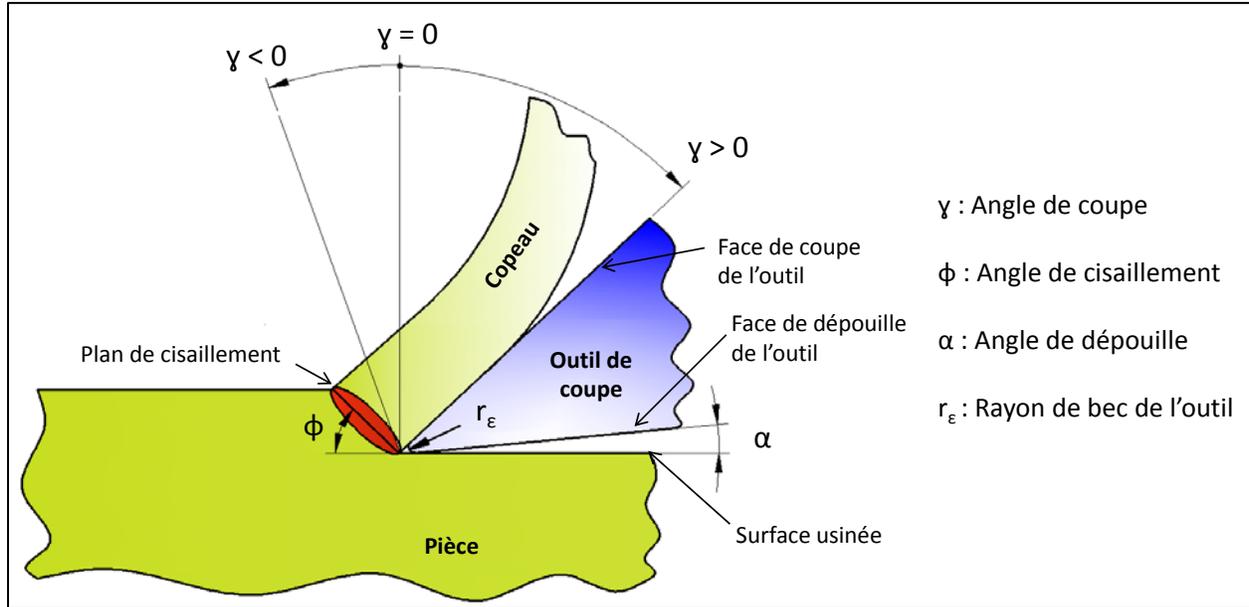


Figure 42 – Représentation schématique simplifiée de la géométrie de l'outil : angle de coupe, angle de cisaillement, angle de dépouille et rayon du bec.

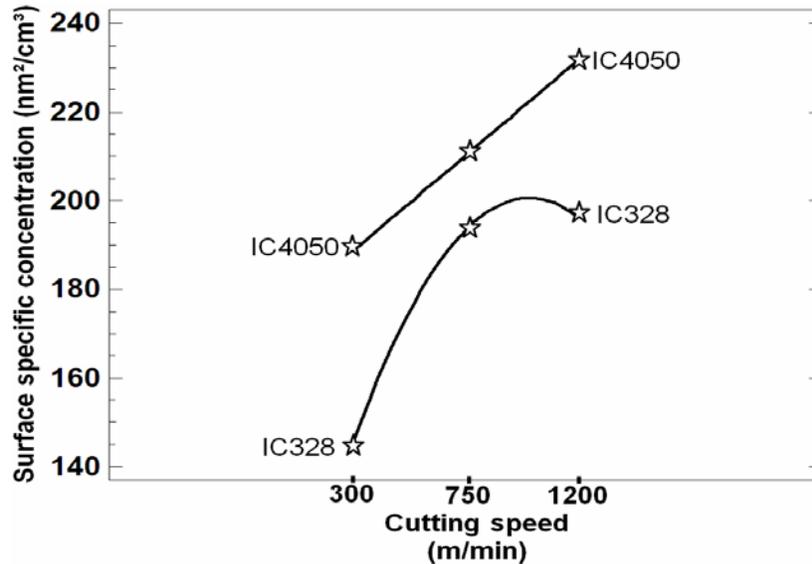


Figure 43 – Effets des interactions entre la vitesse de coupe et le grade (revêtement de l'outil) sur la surface spécifique des particules fines (PM2.5) (Djebara et coll. 2013). Les revêtements sont TiCN pour le grade IC328 et TiCN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiN pour le grade IC4050.

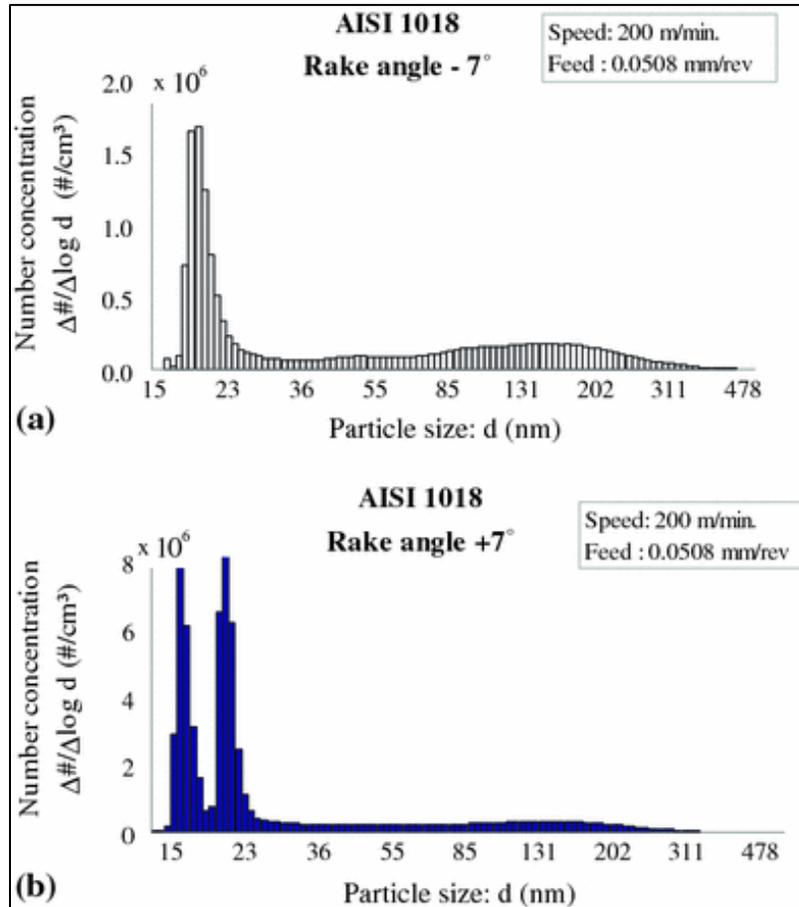
Pour ce qui est du rayon du bec de l'outil ( $r_\epsilon$ , Fig. 42), il a été montré, dans la partie Résultats (Section 4) du présent rapport, qu'un changement d'outil de fraisage ayant un petit rayon de bec (IC328 ou IC4050, dont le rayon est de 0,5 mm) par un outil ayant un rayon de bec plus grand (IC908, dont le rayon est de 0,83 mm), fait augmenter l'émission des NP (concentration en

nombre, Fig. 26, et concentration massique, Fig. 27). En fait, plus le rayon de bec est grand, plus les déformations dans la zone principale de coupe et le long du plan de cisaillement sont importantes et plus les particules peuvent être générées lors du procédé. Cependant, le fait d'avoir plus de particules n'est pas synonyme d'une plus grande surface spécifique totale (Fig. 28).

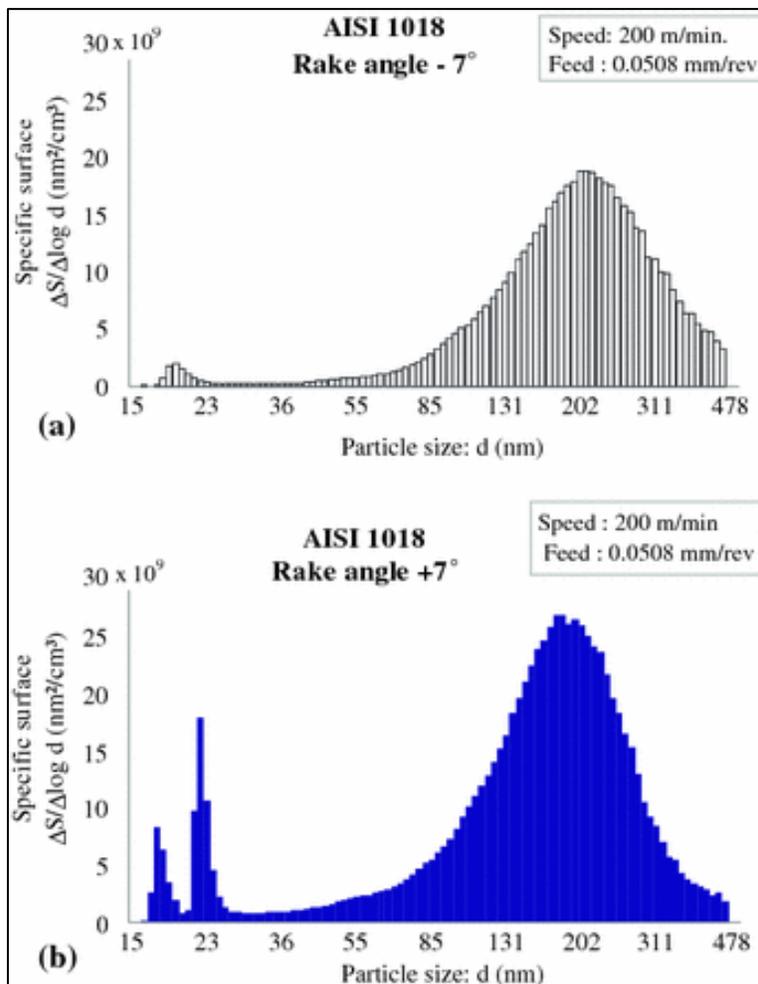
Pour ce qui est des forets utilisés pour le perçage, on peut s'attendre à ce que le rayon de bec, l'angle d'hélice ou la taille de l'âme influencent les émissions de particules. Par exemple, lors du perçage des alliages d'aluminium de corroyage et de fonderie, Kouam et coll. (2010b) ont montré que le pré-trou a une influence considérable, en plus des conditions de coupe, sur les émissions de particules de taille variant entre 0.5 et 20 micromètres. On sait qu'un pré-trou est souvent fait en industrie pour améliorer la stabilité du procédé et la qualité des pièces, mais l'on n'en sait que peu sur les émissions de particules qui en résultent. En général, pour chaque matériau, la concentration maximale des particules émises a lieu toujours à la même vitesse de coupe et est du même ordre de grandeur (Figs. 24 et 25). L'émission de particules au perçage est indépendante de l'âme du foret puisque le pré-trou enlève l'effet de l'âme. Ces résultats, très intéressants sur le plan pratique, devront être vérifiés ultérieurement afin de déterminer s'ils s'appliquent aux NP.

Les effets des angles de coupe sur les émissions des particules ont été évalués. Les figures 44-46 présentent les effets d'un angle de coupe négatif (-7 degrés) ou positif (+7 degrés) sur les concentrations en nombre, en surface spécifique et en concentration massique, et sur la distribution granulométrique (diamètre aérodynamique) des NP. Il ressort clairement que l'utilisation d'un outil à angle de coupe positif (+7 degrés) génère plus des NP (concentrations en nombre, Fig. 45, et en surface spécifique, Fig. 46) que dans le cas de la coupe avec un outil à angle de coupe négatif (-7 degrés). Cela peut s'expliquer par la modification dans le processus de formation et d'écoulement du copeau. Le fait d'avoir deux pics dans la plage des diamètres aérodynamiques de 15 à 25 nm pour l'usinage à angle de coupe positif démontre l'existence de deux processus de formation de particules dans ce cas comparé à celui de l'usinage à angle de coupe négatif. Cette constatation mérite une investigation ultérieure.

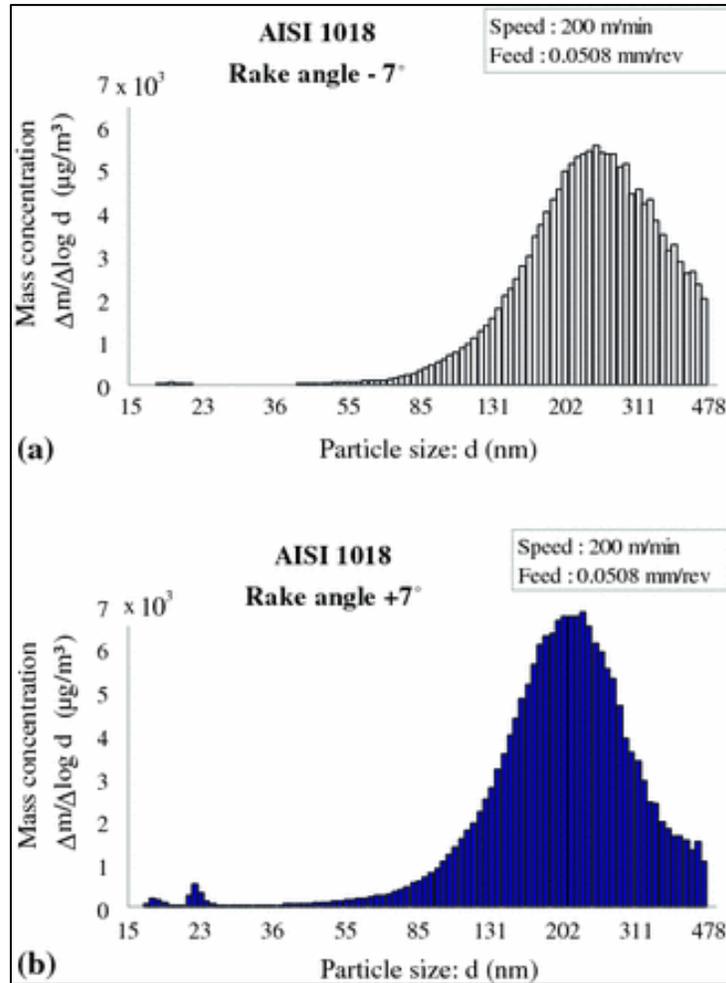
Par contre, le changement de l'angle de coupe de l'outil, du moins pour cette opération de tournage et pour les conditions testées, ne semble pas influencer la distribution granulométrique des particules émises, mais plutôt leurs concentrations. Ceci est valable pour les trois métriques utilisées (concentration en nombre, Fig. 44; surface spécifique, Fig. 45 et concentration massique, Fig. 46).



**Figure 44 – Effet de l'angle de coupe (*rake angle*) de l'outil sur la concentration en nombre et la distribution granulométrique des NP lors du tournage orthogonal de l'acier AISI 1018 : a) angle négatif; b) angle positif (Khettabi et coll. 2010b).**



**Figure 45 – Effet de l'angle de coupe (*rake angle*) de l'outil sur la surface spécifique et la distribution granulométrique des NP lors du tournage orthogonal de l'acier AISI 1018 : a) angle négatif; b) angle positif (Khettabi et coll. 2010b).**



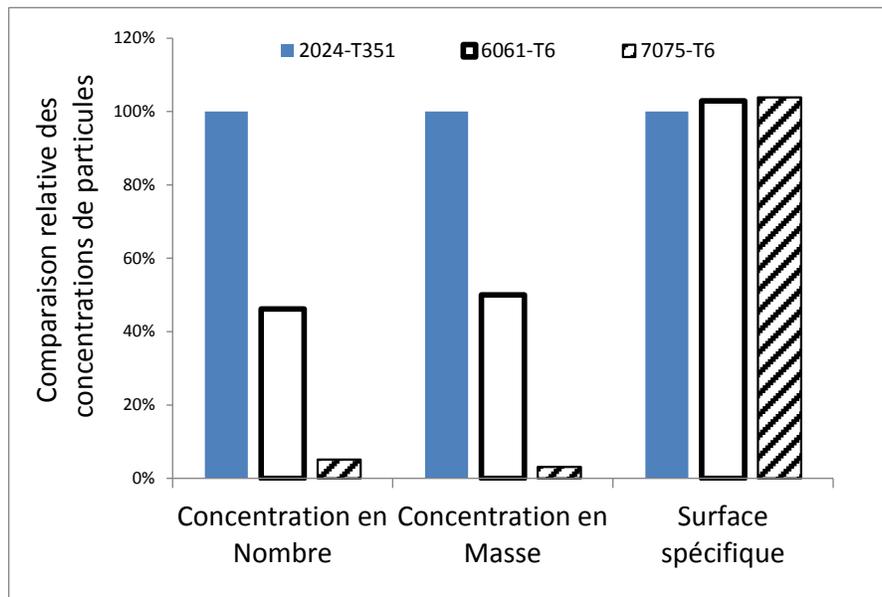
**Figure 46 – Effet de l’angle de coupe (*rake angle*) de l’outil sur la concentration massique et la distribution granulométrique des NP lors du tournage orthogonal de l’acier AISI 1018 : a) angle négatif; b) angle positif (Khattabi et coll. 2010b).**

## 5.4 Effet du matériau

Le matériau de la pièce et son état thermique affectent considérablement les émissions de NP lors de l’usinage et du frottement. Un matériau fragile génère beaucoup moins de NP qu’un matériau ductile. Dans une même famille de matériaux, la ténacité semble être l’indice qui détermine l’émissivité de l’alliage. Ainsi, dans les alliages d’aluminium de corroyage, le 2024-T351 produit plus de particules que le 6061-T6, qui en produit à son tour plus que le 7075-T6 (voir Fig. 26, 27, 33-35 et 47). La Figure 47 résume une telle comparaison dans le cas des alliages d’aluminium. Par contre, les concentrations en surface spécifique diffèrent peu d’un alliage à l’autre. N’oublions pas que la vitesse d’avance utilisée peut affecter ces résultats (voir Fig. 32). Il a aussi été démontré que c’est le matériau qui influence la valeur critique de la vitesse associée à l’émission maximale (Khattabi et Songmene, 2009).

La génération de particules lors des procédés de fabrication est à l'origine du frottement à deux endroits, l'un à l'interface outil-copeau et l'autre entre les différentes bandes de glissement dans le copeau lui-même. La formation de particules passe donc par deux principales étapes qui dépendent particulièrement du matériau (Khattabi et coll. 2008). En premier lieu, les aspérités en contact se déforment localement. Par la suite, si le matériau est ductile, les parties déformées vont se modifier davantage et durcir par écrouissage ce qui les fragilisera localement et elles finiront par se détacher. Par contre, si le matériau est fragile, la partie qui tend à se déformer va se rompre en produisant de gros fragments. Donc, dans le cas d'un matériau fragile où les bandes de glissement dans le copeau n'existent pas et où le frottement outil-copeau est limité, les procédés ne peuvent produire que de grosses particules et, par conséquent, presque aucune particule nanométrique. Ceci explique pourquoi les matériaux ductiles produisent autant de NP.

À cause de leur taille, les NP émises lors du frottement ou de l'usinage sont très réactives. Elles s'oxydent instantanément lors de leur détachement de la pièce. Le matériau de la particule est donc différent du matériau de la pièce (voir Fig. 14).



**Figure 47 – Comparaison de l'influence du matériau sur les émissions de NP lors du fraisage de 2 alliages d'aluminium par rapport à l'alliage d'aluminium 2024-T351.**

## 5.5 Vitesse critique et conditions expérimentales

Lors de l'usinage comme lors du frottement, la vitesse de coupe est le paramètre le plus déterminant. Elle influence la productivité, le fini de surface, la qualité de la pièce, le mode de formation du copeau, la durée utile de l'outil et l'émission des aérosols ultrafins. La vitesse ainsi que les conditions de coupe influencent la taille, la forme et la distribution des NP émises (Khattabi et coll. 2010d; Djebara et coll. 2012). La quantité de particules émises par frottement

ou par usinage passe par un maximum qui correspond à une vitesse critique. Cette vitesse se trouve dans une plage intermédiaire entre les basses et les hautes vitesses. Cependant, la vitesse critique à laquelle la quantité de particules émises est maximale dépend beaucoup plus du matériau de la pièce que du procédé (Khettabi et Songmene 2009). Cette quantité de particules émises varie aussi en fonction de la métrique considérée (surface spécifique, concentration en nombre ou en masse).

Les vitesses retenues pour générer les simulations apparaissant aux Figures 33 et 34 et sont des moyennes et hautes vitesses. Si on examine les émissions de particules pour des vitesses plus basses (<300 m/min), il y a d'abord une augmentation des émissions, puis une diminution à partir d'une certaine vitesse qualifiée de critique (voir aussi Figs. 36 et 37). Le modèle développé (Éq. 5) ainsi que les résultats des simulations (voir Fig. 36) montrent que la vitesse critique est identique pour un même matériau. La variation des conditions de coupe pour un même matériau dans l'équation 5 affecte essentiellement la quantité de NP émises et non pas la vitesse critique. Ces résultats ont aussi été confirmés lors du perçage des alliages d'aluminium de corroyage (voir Fig. 24) et de fonderie (voir Fig. 25), et lors du frottement (voir Fig. 22). La détermination exacte de cette vitesse critique pour les applications de mise en forme courante permettra de mieux prescrire les conditions qui émettent peu de particules non désirables et ouvrira ainsi une porte vers la réduction à la source des émissions des NP.

## 6. CONCLUSION

Les travaux de recherche réalisés lors de ce projet ont permis d'élaborer une méthode d'échantillonnage tenant compte du comportement des particules (lors de la génération et de la captation) et d'élaborer une procédure de caractérisation adaptée aux NP. Une procédure de collecte, de transfert et de traitement des NP en vue de l'analyse microscopique (MET, MEB, MFA) a également été mise en œuvre. L'application de la technique de gaz traceur pour la prédiction du coefficient de dépôt des NP dans les systèmes de mesure a permis d'évaluer les pertes dans le tuyau.

Ces méthodes, testées lors de l'usinage de quelques alliages d'aluminium et lors des essais de frottement avec des pions en carbure sur des alliages d'aluminium ont permis de conclure que :

- L'échantillonnage et la captation de NP dépendent de l'instrument de mesure utilisé et sont nécessaires pour l'analyse et la caractérisation par microscopie. Cependant, il faut prévoir certaines particularités, comme l'application de nanocouches de métallisation afin d'assurer la fixation des NP déposées.
- Les procédés d'usinage et de frottement génèrent des NP. En nombre, ces procédés produisent plus de NP que de microparticules. Le frottement émet plus de NP (de l'ordre de  $3 \times 10^8$  particules/cm<sup>3</sup> pour des particules de diamètre aérodynamique compris entre 10 et 100 nm) que de microparticules (une dizaine de particules par cm<sup>3</sup> pour des particules de taille comprise entre 0.5 et 3 µm). Cependant, le frottement produit beaucoup moins de NP que les procédés d'usinage.
- Le degré d'agglomération est très affecté par les conditions de coupe (vitesse de coupe). Notons que cette agglomération peut se produire lors de la génération des particules, après la génération des particules (interactions selon leur comportement dans l'air), durant le processus d'échantillonnage (aspiration) ou lors du dépôt sur le substrat. Il n'a pas été possible, dans le cadre de ce travail, d'identifier à quel niveau l'agglomération se produit. Il serait souhaitable que des études ultérieures se penchent sur ce point.
- Les particules métalliques émises lors de l'usinage sont de formes variées (particules isolées, agrégats ou particules agglomérées). En général, pour une taille inférieure à 100 nm, la particule appartient à la famille morphologique nano-isométrique (sphère allongée) tandis que pour une taille supérieure à 100 nm, la particule appartient à la famille morphologique nano-platées (forme cubique ou disque mince). Cette variation impose une nécessité de correction des données afin d'améliorer l'efficacité de la mesure. Il a été démontré qu'une surestimation d'un facteur supérieur à 2 peut être causée par la non-corrrection de la forme (taille réelle, diamètre équivalent et diamètre de mobilité électrique).
- Les paramètres du procédé et les conditions gouvernant la surface spécifique des particules émises sont différents de ceux contrôlant le nombre ou la masse spécifique. Pour les alliages d'aluminium testés, il est ressorti, à la suite de l'analyse statistique, que le nombre et la masse spécifique sont régis par le matériau et le type d'outil utilisés. La surface spécifique, quant à elle, est dictée par l'outil, l'avance et la profondeur de coupe. Il s'ensuit que la prescription de meilleures conditions opératoires devient difficile sans savoir la métrique

(surface spécifique, concentration en nombre ou en masse) qu'utiliseront les toxicologues pour déterminer les limites d'exposition.

- La réduction à la source des NP est possible en utilisant de nouvelles stratégies d'usinage et de frottement. Par exemple, la quantité de particules émises par frottement ou par usinage en fonction de la vitesse passe par un maximum qui correspond à une vitesse critique. Cette vitesse critique dépend plus du matériau de la pièce et de la métrique considérée que du procédé. Le choix de la plage de vitesse intermédiaire entre les basses et hautes vitesses doit être évité afin de réduire à la source la production de NP. Pour une optimisation complète, il convient tout d'abord de choisir une métrique d'appréciation des émissions de NP.
- L'exploitation des résultats de simulation à partir du modèle développé (Éq. 5) et les résultats expérimentaux ont aussi montré que la géométrie de l'outil (angle de direction, angle de coupe, rayon de bec) et son revêtement affectent significativement la génération de NP. Plus particulièrement, le revêtement de l'outil influence la surface spécifique des particules tandis que la géométrie influence la concentration massique des particules émises. La variation de l'angle de direction engendre le changement de l'épaisseur déformée du copeau et, par conséquent, modifie les émissions de poussières. Quand la largeur du copeau augmente, la surface du copeau émettrice de particules augmente à son tour, entraînant une hausse des émissions. Il a été démontré qu'un angle de direction de  $90^\circ$  donne moins de poussières qu'un angle différent. Plus on s'éloigne de l'angle droit, plus la différence est significative. De même, lors d'une coupe orthogonale, un angle négatif ( $-7^\circ$ ) génère moins de microparticules et de NP qu'un angle positif ( $+7^\circ$ ) ou nul. Ceci est dû au degré très élevé de segmentation du copeau.
- L'émission de NP est en relation directe avec l'énergie de coupe et le mode de formation du copeau. Une description phénoménologique a été utilisée afin de concevoir un modèle analytique hybride basé sur l'énergie d'activation et le frottement lors de la formation du copeau. Une formulation nouvelle, décrivant l'émission de NP en fonction de la géométrie de l'outil, des matériaux de la pièce, de la densité de segmentation du copeau et des conditions de coupe a été proposée et validée expérimentalement (Éq. 5).

L'analyse des modèles de diffusion Brownienne des NP nous a permis de prédire les pertes par dépôt sur les parois et de conclure que les coefficients obtenus de ces modèles sont très comparables, mais difficilement applicables en situation industrielle. Les écoulements rencontrés dans les procédés d'usinage sont turbulents et, par conséquent, ce sont ces effets turbulents qui vont influencer la diffusion des NP. Il est nécessaire d'approfondir les études permettant de prédire le transport et la diffusion des NP dans les écoulements rencontrés dans les procédés de fabrication industriels.

## 7. APPLICABILITÉ DES RÉSULTATS

Les travaux de recherche publiés dans le cadre de ce projet ont permis d'obtenir des résultats satisfaisants sur les plans scientifique et industriel. La technique d'échantillonnage a été améliorée afin d'assurer une meilleure caractérisation. La comparaison de plusieurs instruments de mesure a montré les limites de chacun, d'où la nécessité de développer des algorithmes de correction de la mesure. Les procédures d'échantillonnage et de caractérisation des NP émises lors des procédés de fabrication et lors du frottement, que l'équipe a développées, pourraient être utiles dans de nombreuses industries de fabrication, surtout pour les procédés qui génèrent beaucoup de poussières. Cette procédure peut également aider les hygiénistes à contrôler les émissions et les risques d'exposition dans le milieu industriel.

Le projet a également permis de quantifier les émissions de NP et de relier leur concentration avec leur taille; ces informations pourront être utiles pour concevoir des moyens de protection et de ventilation pour de tels procédés. Il a été prouvé que les particules émises lors de l'usinage et du frottement possèdent des tailles et des formes variées. Cette variété affecte la mesure, car généralement les instruments de mesure considèrent les particules comme étant de taille sphérique. L'observation au microscope électronique à transmission ou à balayage a montré différentes formes de NP parfaitement hétérogènes (sphériques, cubiques et planes) et en agglomérats très irréguliers. Il serait intéressant d'élaborer, à partir des analyses d'images et des statistiques, des algorithmes de correction de la mesure.

L'ensemble de ce travail a permis d'appréhender les interactions entre les paramètres de coupe et les modes de génération des NP. La mise en évidence de la sensibilité du processus d'émission aux variations des paramètres de coupe démontre l'importance de la procédure de mesure (échantillonnage, captation, analyse de la forme des particules et correction des données de concentration eu égard à la forme des particules). Le présent travail de recherche vient palier cette lacune. Nous pensons, entre autres, aux découvertes suivantes :

- Il a été prouvé que les concentrations en nombre et en masse sont régies par des paramètres des procédés qui sont différents de ceux qui gouvernent la surface spécifique des NP. Il est donc recommandé de fournir les informations sur toutes ces métriques.
- Sans une correction adéquate relative à la forme et à la densité des particules, les données fournies par les appareils métrologiques testés surévaluent la taille des particules. L'impact d'une correction sur ces données s'est révélé important d'un point de vue quantitatif (facteur de 2).
- Le suivi de particules dans la gamme 10-500 nm a été assuré durant un processus de fraisage. Une base de données a ainsi été constituée et complétée par les paramètres métrologiques. Lors de cette opération, la concentration en nombre s'est étendue essentiellement de  $0,1 \times 10^8$  à  $4,15 \times 10^8$  #/cm<sup>3</sup>. Une comparaison avec les observations rapportées par d'autres études indique que ces résultats se situent à des niveaux élevés de pollution (Khettabi et coll. 2011 ; Kouam et coll. 2011). D'autre part, on observe que les NP (10-100 nm) sont dominantes dans la concentration en nombre. Par contre, les particules plus grosses (100-500 nm) jouent visiblement un rôle non négligeable en termes de masse.

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.

- Les résultats expérimentaux ont également démontré l'existence d'une gamme de vitesse de coupe et d'avance au fraisage pour laquelle les émissions de NP sont minimales. Ceci est une avancée fort remarquable pour diminuer les émissions des particules lors de l'usinage.

Ce travail pourra soutenir des études ultérieures en toxicologie visant la mise en place d'une norme sur les émissions de NP pour améliorer la qualité de l'air dans les ateliers d'usinage.

## 8. RECOMMANDATIONS

Ce projet démontre que la mesure et le contrôle des NP sont des problématiques pour lesquelles plusieurs points devront être progressivement résolus. Ainsi, les aspects suivants pourront être étudiés afin d'améliorer les connaissances dans ce domaine et d'accroître l'applicabilité des résultats:

- Conduire des essais sur d'autres matériaux, procédés et conditions utilisés dans les industries et confirmer la composition des NP par des analyses par rayons X. Nous pensons, entre autres, aux modes de lubrification (à sec, semi-sec et complètement lubrifié), aux matériaux composites, aux aciers et aux matériaux qui émettent beaucoup de poussières comme les granites et les électrodes en graphite.
- Compléter l'analyse du comportement des NP lors du procédé et optimiser les montages d'échantillonnage en fonction des procédés et des outils de coupe afin d'améliorer la captation et la mesure. Dans le contexte du développement métrologique et de l'avancement des connaissances sur les émissions de NP, il faut adapter un algorithme de correction général aux données fournies par les instruments de mesure (comme le SMPS) afin d'améliorer les mesures de granulométrie. L'analyse d'images et la conception de logiciels de corrections doivent également être complétées. Une optimisation du temps de séjour ainsi qu'une meilleure correction de la charge et de la densité de la particule sont nécessaires pour les appareils qui utilisent la mobilité électrique. L'élaboration d'une procédure automatisée pour l'analyse de l'image est également requise pour bâtir des algorithmes de correction fiables. Pour ce faire, une méthode d'extraction des informations statistiques basée sur la morphologie des particules par traitement automatique d'images (MEB ou MET) est nécessaire.
- Procéder à une analyse de la coagulation des NP. Lors de l'agitation Brownienne, les NP peuvent se coaguler. 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. Par conséquent, le spectre granulométrique d'un aérosol de taille nanométrique ne peut être considéré comme stationnaire si la concentration numérique est trop élevée. Il serait également intéressant d'estimer l'effet de parois et la sédimentation des NP sur la coagulation. Une telle étude doit aussi examiner à quel moment la coagulation a lieu, lors du procédé ou lors de l'échantillonnage.

## 9. RÉFÉRENCES

- Ahamed M, AlSalhi MS, Siddiqui MK (2010). Silver nanoparticle applications and human health. *Clinica Chimica Acta*, 411: 1841–1848.
- Aitken RJ, Creely KS, Tran CL (2004). Nanoparticles: An occupational hygiene review. Research Report, HSE Books, Edinburgh, UK, 102 pages.
- Aitken RJ, Chaudhry MQ, Boxall ABA, Hull M (2006). Manufacture and use of nanomaterials: current status in the UK and global trends. *Occupational Medicine*, 56: 300–306.
- Arumugam PU, Malshe AP, Batzer SA (2006). Dry machining of aluminum-silicon alloy using polished CVD diamond-coated cutting tools inserts. *Surface and Coatings Technology*, 200(11): 3399-3403.
- Balout B, Songmene V, Masounave J (2007). An experimental study of dust generation during dry drilling of pre-cooled and pre-heated workpiece materials. *Manuf. Processes, SME*, 9(1): 23-34.
- Balout B, Songmene V, Masounave J (2003). Dust Formation during High Speed machining. 42<sup>th</sup> Proc. of the Int. Symposium on light metal and composite materials and their end products. Vancouver, BC, August 24-27, pp. 351-366.
- Bensadoun F (2011). Développement et caractérisation d'un procédé de fabrication de composites et biocomposites à base de nanoparticules d'argile et de résine polyester insaturée destinés à l'industrie du transport. Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de Montréal, QC, Canada.
- Boczkowski J, Lanone S (2010). Nanoparticules: une prévention est-elle possible? *Revue Française d'Allergologie*, 50(3): 214-216.
- Burtscher H (1992). Measurement and characterization of combustion aerosols with special consideration of photoelectric charging and charging by same ions. *Journal of Aerosol Science*, 23: 549.
- Covert D, Wiedensohler A, Russell L (1997). Particle charging and transmission efficiencies of aerosol charge neutralizers. *Aerosol Science & Technology*, 27: 206–214.
- Derk B (2010). Exposure to manufactured nanoparticles in different workplaces. *Journal of Toxicology*, 269: 120–127. (doi:10.1016/j.tox.2009.11.017)
- Djebara A, Songmene V, Khettabi R, Kouam J (2012). An Experimental Investigation on Ultrafine Particles Emission During Milling Process Using Statistical Analysis. *International Journal of Advances in Machining and Forming Operations*, 4(1): 15-37.
- Djebara A (2012). Métrologie des particules ultrafines d'usinage : optimisation de la caractérisation et de la mesure. Thèse de doctorat sous la supervision de l'ÉTS et de l'IRSST, Montréal, Canada. En ligne : <http://espace.etsmtl.ca/1014/>. [Dernière consultation : 16 janvier 2014].
- Djebara A, Songmene V, Bahloul A (2013). Effects of machining conditions on specific surface of PM2.5 emitted during metal cutting. *Health*, 5(10A2): 36-43.

- Djebara A, Khettabi R, Kouam J, Songmene V (2010a). Experimental investigation on ultrafine particles emission during dry machining using statistical tools. Proceedings of the International Conference on Nanotechnology: Fundamentals and Applications, Ottawa, Canada, August 4-6, paper #490: 1-10.
- Djebara A, Khettabi R, Kouam J, Songmene V (2010b). Comparison of the capability of peak function in describing real condensation particle counter profiles. Proceedings of the 2nd International Conference on Lasers & Plasma Applications in Materials Science (LAPAMS'10), Alger, Algeria, November 27-30, pp. 40-44.
- EU-OSHA, (2009). Workplace exposure to nanoparticles, Edited by Joanna Kosk-Bienko, European Agency for Safety and Health at Work (EU-OSHA), Spain. En ligne : [https://osha.europa.eu/en/publications/literature\\_reviews/workplace\\_exposure\\_to\\_nanoparticles](https://osha.europa.eu/en/publications/literature_reviews/workplace_exposure_to_nanoparticles) [Dernière consultation : 16 janvier 2014].
- Elder AC, Gelein R, Azadiv M, Frampton M, Finkelstein J, Oberdorster G (2004). Systemic effects of inhaled ultra fine particles in two compromised, aged rat strains. *Inhale Toxicology*, 16: 461-471.
- Fuchs NA (1964). The Mechanics of Aerosols. Pergamon Press, Oxford, England and The Macmillan Company, New York, 422 pages.
- Gatti A (2004). Biocompatibility of micro and nanoparticles in the colon. Part II. *Biomaterials*, 25(3): 385-92.
- Görner P, Fabriès JF (1990). Techniques de mesure automatique des aérosols atmosphériques. Cahiers de notes documentaires no. 140, 3<sup>e</sup> trimestre, Institut national de recherche et de sécurité (INRS), France, pp. 595-626.
- Greim, H., Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe : Amorphe Kieselsäuren, Toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, WILEY-VCH, 1989.
- Hallé S, Morency F, Dufresne L, Tardif R (2009). Modeling Nanoparticles Transport in an Animal Exposure Chamber: Comparison with Experimental Measurements. Compte-rendu du 2<sup>e</sup> Congrès int. sur l'ingénierie des risques industriels, Reims, France, 13-15 mai.
- Hands D, Sheehan MJ, Wong B, Lick HB (1996). Comparison of metalworking fluid mist exposure from machining with different levels of machine enclosure. *American industrial Hygiene Association Journal*, 57(12): 1173-1178.
- Hervé-Bazin B (2007). Les nanoparticules – Une enjeu majeur pour la santé au travail? EDP Sciences, 704 pages.
- Hinds WC (1999). Aerosol Technology – Properties, Behavior and Measurement of Airborne Particles. Wiley-Interscience, 483 pages.
- Honnert B, Vincent R (2007). Production et utilisation industrielle des particules nanostructurées. *Hygiène et sécurité du travail*, ND 2277, 209(7): 5-21.
- Hoover MD, Finch G, Mewhinney JA, Eidson AF (1990). Release of Aerosols during Sawing and Milling of Beryllium Metal and Beryllium Alloys. *Appl. Occup. Environ. Hyg.*, 5: 787-791.

- Jancar J, Douglas JF, Starr FW, Kumar SK, Cassagnau P, Lesser AJ, Sternstein SS, Buehler MJ (2010). Current issues in research on structure-property relationships in polymer nanocomposites. *Polymer*, 51: 3321-3343.
- Khettabi R, Songmene V, Masounave J (2007). Effect of tool lead angle and chip formation mode on dust emission in dry cutting. *J. Materials Processing Technology*, 194: 100-1009.
- Khettabi R, Songmene V, Zaghbani I, Masounave J (2008). Understanding the Formation of Nano and Micro Particles During Metal Cutting. *Int. J. of Systems Signal Control and Engineering Applications*, 1(3): 203-210.
- Khettabi R (2009). Modélisation des émissions de particules microniques et nanométriques en usinage. Thèse (Ph. D.) École de technologie supérieure, Montréal, 198 pages. En ligne : <http://espace.etsmtl.ca/59/> [Dernière consultation : 16 janvier 2014].
- Khettabi R, Songmene V (2009). Particle emission during orthogonal and oblique cutting. *International Journal of Advances Machining and Forming Operations*, 1(1): 1-9.
- Khettabi R, Songmene V, Masounave J, Zaghbani I (2010a). Modeling of fine and ultrafine particle emission during orthogonal cutting. *Journal of Materials Engineering and Performance (JMEPEG)*, ASM International, 19: 776-789.
- Khettabi R, Songmene V, Masounave J (2010b). Effects of cutting speeds, materials and tool geometry on metallic particle emission during orthogonal cutting. *J. Materials Engineering and Performance (JMEPEG)*, ASM International, 19: 767-775.
- Khettabi R, Songmene V, Masounave J (2010c). Influence of machining processes on particles emission. 49<sup>th</sup> Annual Conf. of Metallurgists of CIM, Vancouver, 277-288.
- Khettabi R, Djebara A, Kouam J, Songmene V (2010d). Characterization and Control of Micro and Nanoparticles Produced During Dry Cutting. Safety Health and Environment World Congress (SHEWC2010), July 25-28, São Paulo, Brazil, pp. 37-41.
- Khettabi R, Zaghbani I, Djebara A, Kouam J, Songmene V (2011). A new sustainability model for machining processes. *Journal of Sustainability, Risk and Environmental Challenges of the 21<sup>st</sup> Century*, 2(3): 87-202.
- Kouam J, Songmene V, Balazinski M, Hendrick P (2012). Dry, Semi-Dry and Wet Machining of 6061-T6 Aluminium Alloy. *Aluminium Alloys - New Trends in Fabrication and Applications*, Zaki Ahmad (Ed.), ISBN: 978-953-51-0861-0, InTech, pp. 199-222. En ligne: <http://www.intechopen.com/books/aluminium-alloys-new-trends-in-fabrication-and-applications/dry-semi-dry-and-wet-machining-of-6061-t6-aluminium-alloy> [Dernière consultation : 20 janvier 2014].
- Kouam J, Songmene V, Djebara A, Khettabi R (2011). Effect of Friction Testing of Metals on Particle Emission. *J. of Materials Engineering and Performance*, 1(4): 1-8.
- Kouam J, Djebara A, Khettabi R, Songmene V (2010a). Dust emission during friction: effect of friction on tribological behavior. Proceedings of the International Conference on nanotechnology: Fundamentals and Applications, Ottawa, Ontario, Canada, 4-6 August. Paper #466: 1-8.

- Kouam J, Masounave J, Songmene V, Giraudeau A (2010b). Pre-holes effect on cutting forces and particle emission during dry drilling. 49<sup>th</sup> Annual Conference of Metallurgists of CIM: Symposium on Light Metals, October 3-6, Vancouver, BC, Canada, 253-263.
- Kremer A (2009). Étude du choix structurel d'outils coupants en diamant revêtu ou polycristallin massif pour l'usinage compétitif et environnemental des composites a matrice métallique et renfort céramique particulaire (CMMP AL/SiC). Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers (ENSAM), Arts et Métiers ParisTech, Châlons-en-Champagne, France, 155 pages.
- Kremer A, El Mansori (2009). Influence of nanostructured CVD diamond coatings on dust emission and machinability of SiC particle-reinforced metal matrix composite. *Surface and Coatings Technology* 204(6-7): 1051-1055.
- Kruis FE, Fissan H (2001). Nanoparticle charging in a twin Hewitt charger. *Journal of Nanoparticles Research*, pp. 3-39.
- Lademann J, Richter H, Schanzer S, Knorr F, Meinke M, Sterry W, Patzelt A (2011). Penetration and storage of particles in human skin: Perspectives and safety aspects. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 77: 465–468.
- Laoutid F, Bonnaud L, Alexandre M, Lopez-Cuesta JM, Dubois P (2009). New prospects in flame retardant polymer materials: from fundamentals to nanocomposites. *Materials Science & Engineering Reports*, 63: 100-25.
- Mark D (2004). Nanomaterials: A Risk to Health at Work? 1<sup>st</sup> Int. Symp. on Occupational Health Implications of Nanomaterials, Buxton, Royaume-Uni, 12-14 Octobre, 158 pages.
- Malshe AP, Taher MA, et coll. (1998). A Comparative Study of Dry Machining of A390 Alloy using PCD and CVD diamond Tools, *Trans. NAMRI/SME* vol. XXVI: 267-272.
- Mackerer CR (1989). Health Effects of Oil Mists: A Brief Review. *Toxicology & Industrial Health*, 5: 429-440.
- Morency F, Hallé S, Dufresne L, Emond C (2008). Evaluation of diffusion model for airborne nanoparticules transport and diffusion. *Advanced in Fluid Mechanics VII*, Editor Rahman M, Brebbia CA, WIT Press, Southampton, England, pp. 11-120.
- Morency F, Hallé S (2010). Nanoparticles Transport and Diffusion in an Animal Exposure Chamber. *Advanced in Fluid Mechanics VIII*, Editor Rahman M, Brebbia CA, WIT Press, Southampton, England, pp. 533-544.
- Morency F, Hallé S (2013). A simplified approach for modelling airborne nanoparticles transport and diffusion. *Int. J. Comp. Meth. and Exp. Meas.*, 1(1): 55–71.
- Oberdörster G, Oberdörster E, Oberdörster J (2005). Nanotechnology: An emerging discipline evolving from studies of ultra fine particles. *Environmental Health Perspectives*, 113(7): 823-839.
- OMS (1999). Hazard Prevention and Control in the Work Environment: Airborne Dust, Prevention and Control Exchange. WHO/SDE/OEH/99.14, Geneva, Switzerland, pp. 1-219.

- Ostiguy C, Lapointe G, Ménard L, Cloutier Y, Trottier M, Boutin M, Antoun M, Normand C (2006). Les nanoparticules : État des connaissances sur les risques en santé et sécurité du travail. IRSST, Études et recherche #R-455. En ligne : <http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/R-455.pdf> [Dernière consultation: 20 janvier 2014].
- Palmqvist J, Gustafsson S (1999). Emission of dust in planing and milling of wood. *Holz Roh-Werkst*, 57: 164–170.
- Park SH, Kruis FE, Lee KW, Fissan H (2002). Evolution of particles size distributions due to turbulent and Brownian coagulation. *Aerosol Sci. Tech.*, 36: 419-432.
- Prow TW, Grice JE, Lin LL, Faye R, Butler M, Becker W, Wurm EM, Yoong C, Robertson TA, Soyer HP, Roberts MS (2011). Nanoparticles and microparticles for skin drug delivery, *Advanced Drug Delivery Reviews*, 63: 470–491.
- Pustkova P, Hutchinson JM, Roman F, Montserrat S (2009). Homopolymerization effects in polymer layered silicate nanocomposites based upon epoxy resin: implications for exfoliation. *Journal of Applied Polymer Science*, 114: 1040-1047.
- Rautio S, Hynynen P, Welling I, Hemmila P, Usenius A, Narhi P (2007). Modelling of airborne dust emissions in CNC MDF milling. *Holz als Roh- und Werkstoff*, 65(5): 335-341.
- Rudiyak VY, Kharlamov GV, Belkin AA (2001). Diffusion of Nanoparticles and Macromolecules in Dense Gases and Liquids. *High Temperatures*, 39(2): 264-271.
- Sadrieh N, Wokovich AM, Gopee NV, Zheng J, Haines D, Parmiter D, Siitonen PH, Cozart CR, Patri AK, McNeil SE, Howard PC, Doub WH, Buhse LF (2010). Lack of significant dermal penetration of titanium dioxide from sunscreen formulations containing nano- and submicron-size TiO<sub>2</sub> particles. *Toxicol. Sci.*, 115: 156–166.
- Songmene V, Masounave J, Khettabi R (2007). Dry Machining and its Effects on Productivity, Costs, Environment and Machine-Shop Air Quality. In: Tounsi N and Fisher C, *Proc. of the 1<sup>st</sup> International Conference on Sustainable Manufacturing*, Aerospace Manufacturing Technology Centre, Montreal, Canada, 17-18 October, pp. 51-60.
- Songmene V, Balout B, Masounave J (2008a). Clean Machining: Experimental Investigation on Dust Formation - Part I: Influence of Machining Parameters and Chip Formation. *Int. J. of Environmentally Conscious Design and Manufacturing*, 14(1): 1-16.
- Songmene V, Balout B, Masounave J (2008b). Clean Machining: Experimental Investigation on Dust Formation - Part II: Influence of Machining Strategies and Drill Condition. *Int. J. of Environmentally Conscious Design and Manufacturing*, 14(1): 17-33.
- Songmene V, Khettabi R, Kouam J (2012). Dry high-speed machining: a cost effective and green process. *International journal of Manufacturing Research*, 7(3): 229–256.
- Sutherland JW, Kulur VN, King NC (2000). Experimental investigation of air quality in wet and dry turning. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 49(1): 61-64.
- SUVA (2012). Valeurs limites d'exposition aux postes de travail 2012. Form #1903, Lucerne, janvier 2012. En ligne : [http://www.sapros.ch/images/supplier/220/pdf/01903\\_f.pdf](http://www.sapros.ch/images/supplier/220/pdf/01903_f.pdf) [Dernière consultation: 21 janvier 2013].

- SUVA (2013). Valeurs limites d'exposition aux postes de travail 2013. En ligne : [http://sv-safety.epfl.ch/files/content/sites/sv-safety/files/VME-SUVA\\_F.pdf](http://sv-safety.epfl.ch/files/content/sites/sv-safety/files/VME-SUVA_F.pdf) [Dernière consultation: 24 janvier 2013].
- Subra I, Hubert G, Aubert S, Héry M, Elcabache JM (1999). Exposition professionnelle aux métaux lors de l'usinage des bois traités au cuivre, chrome, arsenic. INRS, Cahiers de notes documentaires - Hygiène et sécurité du travail - N° 175, 2e trimestre, pp. 61-68. En ligne : [http://www.hst.fr/inrs-pub/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/HST\\_ND%202108/\\$File/ND2108.pdf](http://www.hst.fr/inrs-pub/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/HST_ND%202108/$File/ND2108.pdf) [Dernière consultation : 23 janvier 2014]
- Tönshoff H, Karpuschewski B, Glatzel T (1997). Particle Emission and Emission in Dry Grinding. *Annals of the CIRP*, 46(2): 693-695.
- Vincent JH (1989). *Aerosol Sampling – Science and Practice*. Chichester: John Wiley & Sons, 390 pages.
- Witschger O, Fabriès F (2005a). Particules ultrafines et santé au travail. 1 - Caractéristiques et effets potentiels sur la santé. INRS 199: 21-35.
- Witschger O, Fabriès F (2005b). Particules ultrafines et santé au travail. 2 - Sources et caractérisation de l'exposition. INRS 199: 37-54.
- Witschger O, Le Bihan O, Reynier M, Durand C, Marchetto A, Zimmermann E., Charpentier D (2012). Préconisations en matière de caractérisation des potentiels d'émission et d'exposition professionnelle aux aérosols lors d'opérations mettant en oeuvre des nanomatériaux, INRS-Hygiène et sécurité du travail, 1<sup>er</sup> trimestre, ND 2355 226-12: 41-55.
- Xie JQ, Bayoumi AE, Zbib HM (1996). Study on Shear Banding in Chip Formation of Orthogonal Machining. *Int. J. Mach. Tools & Manufacture*, 36(7): 835–847.
- Yue Y, Gunter KL, Michalek DJ, Sutherland JW (2000). Cutting fluid mist formation in turning via atomization part 1: Model development. *American Society of Mechanical Engineers, Manufacturing Engineering Division*, MED 11: 843-850.
- Zaghbani I, Songmene V, Khettabi R (2009). Fine and Ultrafine Particle characterization and Modeling In High Speed Milling of 6061-T6 Aluminium Alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, ASM International, 18(1): 38-49.
- Zhang Q, Kusaka Y, Donaldson K (2000). Comparative pulmonary responses caused by exposure to standard cobalt and ultra fine cobalt. *Journal of Occupational Health*, 42: 179-184.