



HAL
open science

Mesure et caractérisation des particules issues du freinage dans l'automobile sur un banc pion-disque

Florian Philippe

► **To cite this version:**

Florian Philippe. Mesure et caractérisation des particules issues du freinage dans l'automobile sur un banc pion-disque. Génie des procédés. Université de Technologie de Compiègne, 2021. Français. NNT : 2021COMP2615 . tel-03335037

HAL Id: tel-03335037

<https://theses.hal.science/tel-03335037>

Submitted on 5 Sep 2021

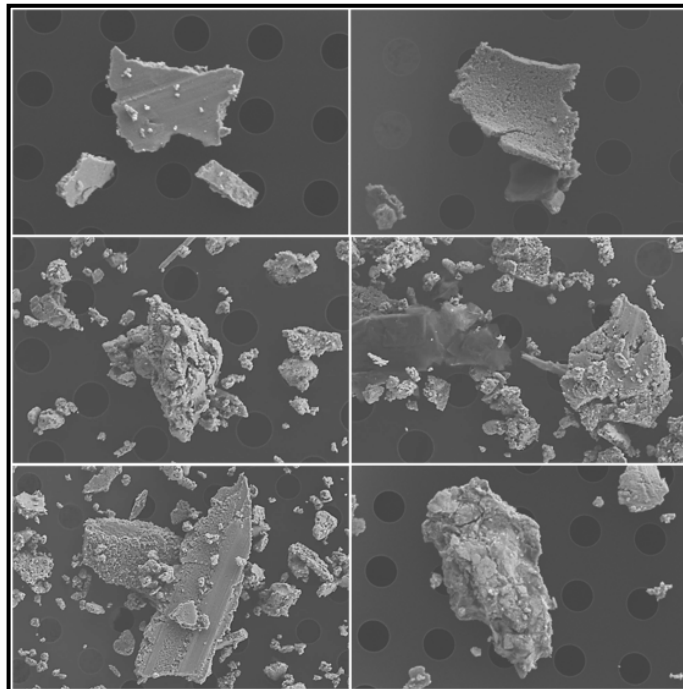
HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Par Florian PHILIPPE

Mesure et caractérisation des particules issues du freinage dans l'automobile sur un banc pion-disque

Thèse présentée
pour l'obtention du grade
de Docteur de l'UTC



Soutenue le 16 juin 2021

Spécialité : Génie des Procédés : Transformations intégrées de la matière renouvelable (EA-4297)

D2615

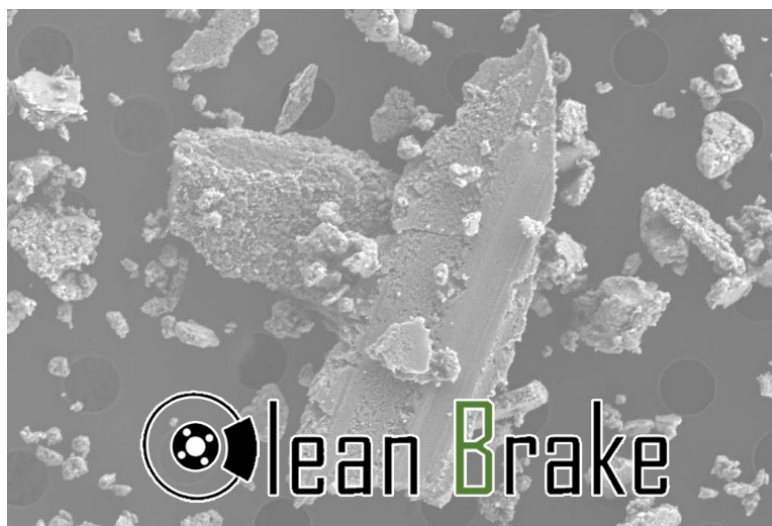
Florian PHILIPPE

Mesure et caractérisation des particules issues du freinage dans l'automobile sur un banc pion-disque

16 juin 2021

Spécialité : Génie des procédés

Thèse présentée
pour l'obtention du grade
de Docteur de l'UTC



16 juin 2021

Aïssa OULD-DRIS

Christophe DENIS

Caroline RICHARD

Christophe BRESSOT

Pierre CHARLES

Yan-Ming CHEN

Frédéric GUINGAND

Martin MORGENEYER

Enseignant Chercheur, UTC

Enseignant Chercheur, Sorbonne Université

Enseignante Chercheuse, Université de Tours

Chercheur, INERIS

Chercheur, PSA

Chercheur, CETIM

Chercheur, PSA

Enseignant Chercheur, UTC

Président du jury

Rapporteur

Rapporteur

Encadrant de thèse

Encadrant de thèse

Encadrant de thèse

Encadrant de thèse

Directeur de thèse

A mon père,

Résumé

Suite à la réduction significative des émissions de particules de combustion dans le secteur automobile, les particules d'usures de freinage, de route et de pneus seraient responsables d'environ 50% (PM10) de la pollution particulaire du trafic routier. Ces émissions dont la contribution est vouée à augmenter seront certainement le sujet de futures réglementations à l'horizon 2025. Pour autant, les moyens de mesure de ces émissions sont encore aujourd'hui source de discussions au sein de nombreux groupes de travail comme UNECE PMP ou LOWBRASYS. Et à ce jour, aucun protocole d'homologation des émissions dues au freinage n'a été établi.

La littérature décrit deux moyens de simulation du freinage en laboratoire : le banc dynamométrique à inertie et le banc pion-disque. La majorité des études sur les émissions de freinage sont réalisées sur banc dynamométrique. Cependant, les bancs dynamométrique représentent un investissement conséquent. Cette thèse porte donc sur la possibilité de caractériser les émissions de freinage avec un moyen bien plus économique : le pion-disque. Le nouveau moyen expérimental ainsi développé pourra permettre la réalisation d'études d'émissivité économiques, tout en apportant des arguments et de l'expérience aux discussions des différents groupes de travail.

Après une étude bibliographique et des visites de différents bancs (TECSA, Turin, Italie et KTH, Stockholm, Suède), le banc pion-disque TGV du CETIM a été adapté à la mesure et à la caractérisation des émissions de freinage. Ce nouveau moyen d'essai a tout d'abord montré un confinement efficace vis-à-vis de l'environnement extérieur avec des mesures de concentrations de particules quasi nulles. Par la suite, des émissions ponctuelles couplées à des mesures de concentrations et de distribution en taille des aérosols ont montré la possibilité de mesurer des émissions comparables à celles obtenues sur bancs dynamométriques.

Afin d'optimiser les résultats obtenus sur le banc, plusieurs études ont été réalisées. Dans un premier temps, le nombre de particules mesurées a été maximisé dans l'optique de limiter l'impact des incertitudes liées au transports et aux instruments de mesure. Pour ce faire, l'influence des paramètres tribologiques tels que la vitesse, la pression de contact et la surface de frottement a été qualifiée. De même, les paramètres expérimentaux comme le débit d'air et la structure des essais ont été étudiés. Dans un second temps, l'étude des surfaces couplée à la mesure de concentrations particulaires a permis d'améliorer la répétabilité des essais et d'apporter des éléments de réponse pour mieux comprendre les mécanismes de génération des particules. Enfin, la valeur d'un nombre de particules émises lors d'un frottement a été retenu comme valeur de sortie de l'expérience. Un protocole de traitement de données a été développé et une instrumentation a été définie en conséquence.

Grâce aux différentes études jusqu'alors réalisées, un protocole de mesure d'émissivité de matériaux de freinage propre au banc pion-disque du CETIM a été défini. Une étude expérimentale réalisée ultérieurement montre la possibilité d'étudier l'émissivité de différents matériaux de freinages. Le pion-disque restant un outil d'études théoriques, des nouvelles études autour de la compréhension des mécanismes de génération des particules pourront être menées. Ces nouvelles études pourront s'étendre à d'autres secteurs comme le secteur ferroviaire, qui partage cette problématique d'émission de freinage.

Liste des publications

“Representativeness of airborne brake wear emission for the automotive industry: A review”, Florian PHILIPPE, Martin MORGENEYER, Maiqi XIANG, Yan-ming CHEN, Pierre CHARLES, Frédéric GUINGAND, Brice BERTHELOT, Christophe BRESSOT, Proc. IMechE, Part D: Journal of Automobile Engineering, <https://doi.org/10.1177/0954407021993011>

“Emission rate assessment of airborne brake particles by characterization of the pad and disc surfaces from a pin-on-disc tribometer ”, Florian PHILIPPE, Maiqi XIANG, Martin MORGENEYER, Yan-ming CHEN, Pierre CHARLES, Frédéric GUINGAND, Christophe BRESSOT, Toxicology Research and Application, 2020, <https://doi.org/10.1177/2397847320977782>

“Relevance of pin-on-disc and dyno bench experiment for braking emission studies” ; F PHILIPPE, M Xiang, C Bressot, Y Chen, F Guingand, P Charles, J Loigerot, M Morgeneyer ; Journal of Physics : Conference Series 2018, 2019, <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1323/1/012025>

“Comparative Review of Efficiency Analysis for Airborne Solid Submicrometer Particle Sampling by Nuclepore Filters”, Maiqi XIANG, Martin MORGENEYER, Florian PHILIPPE, Maheandar MANOKARAN, Christophe BRESSOT, Chemical Engineering Research and Design, 2020, <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2020.10.009>

“Airborne nanoparticle sampling efficiency analysis based on filtration on TEM grid”; XIANG M, MORGENEYER M, PHILIPPE F, BRESSOT C; Journal of Physics : Conference Series 2018, 2019, <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1323/1/012002>

“Airborne nanoparticle collection efficiency of a TEM grid-equipped sampling system”; Maiqi XIANG, Martin MORGENEYER, Olivier AGUERRE-CHARIOL, Florian PHILIPPE, Christophe BRESSOT, Aerosol Science and Technology, Janvier 2021, <https://doi.org/10.1080/02786826.2020.1870923>

"Uncertainty assessment for the airborne nanoparticle collection efficiency of a TEM grid-equipped sampling system by Monte-Carlo calculation", Maiqi Xiang, Olivier Aguerre-Chariol, Martin Morgeneyer, Florian Philippe, Yan Liu, Christophe Bressot, Advanced Powder Technology, Avril 2021, <https://doi.org/10.1016/j.appt.2021.03.033>

Table des matières

1. Introduction	1
2. Etat de l'art	6
<i>Publication : Relevance of pin-on-disc and inertia dynamometer bench experiments for braking emission studies</i>	7
<i>Publication : Representativeness of airborne brake wear emission for the automotive industry: A review</i>	16
3. Adaptation d'un banc pion-disque à la mesure de particules issues du frottement de matériaux	44
1. Cahier des charges	47
2. Qualification et critique de l'adaptation	55
4. Identification des paramètres clefs permettant d'améliorer le protocole	67
1. Méthodes expérimentales et théoriques des études	67
2. Etude préliminaire	71
3. Amélioration de la sensibilité du protocole	73
4. Amélioration de la répétabilité du protocole	86
5. Protocole optimisé	96
1. Mise en place d'une campagne d'essai	97
2. Rodage des matériaux	98
3. L'essai	99
4. Paramètres climatiques	101
5. Instrumentation privilégiée	102
6. Exploitation des données	104
6. Approche d'une compréhension des mécanismes de génération des particules	108
<i>Publication : Emission rate assessment of airborne brake particles by characterization of the pad and disc surfaces from a pin-on-disc tribometer</i>	110
7. Conclusions	125
8. Perspectives	128
Annexes	131

1. Introduction

Le freinage est l'action de ralentir, voire d'immobiliser, les pièces d'une machine ou d'un véhicule [1]. Le mouvement de pièce ou de véhicule se traduit sous forme d'énergie cinétique [2]. Lors d'un freinage, cette énergie cinétique est convertie sous forme d'une autre énergie.

Dans le monde de l'automobile, le freinage peut être réalisé en employant plusieurs techniques:

- Les freins à disques. Le freinage à disque est composé d'un disque solidaire de la roue qui entre en contact avec deux plaquettes solidaires à l'essieu [3]. Le frottement résultant du contact entre le disque en rotation et les plaquettes provoque une dissipation d'énergie sous forme de chaleur et de vibration. Les freins à disque sont largement utilisés. Leurs performances leur permettent d'occuper tous les segments du marché du freinage.
- Les freins à tambour. Le freinage à tambour est constitué d'un tambour qui est solidaire de la roue. L'intérieur du tambour referme un mécanisme solidaire de l'essieu, constitué de plusieurs mâchoires en forme d'arc de cercle. Lors d'un freinage, les mâchoires s'expandent et frottent l'intérieur du tambour [3]. Le frottement résultant dissipe l'énergie cinétique du véhicule sous forme de chaleur et de vibration. Le faible coût des freins à tambour ne suffit pas à contrebalancer leurs plus faibles performances. Ils ne sont utilisés que sur les freins arrières des petites voitures.
- Les freins régénératifs. Dans le cas du freinage régénératif, qui convertit l'énergie de freinage en énergie électrique et que l'on retrouve uniquement sur les véhicules hybrides et électriques [2], l'énergie cinétique du véhicule est toujours dissipée au travers d'un frottement.

Toutes les techniques de freinage impliquent donc un frottement responsable de la génération de particules et de débris [4]–[6]. On définit les particules de freinage ou particules de frein comme les particules émises par le système de freinage. Ce travail de thèse porte uniquement sur le système de freinage le plus répandu : les freins à disque.

Lors d'un freinage, le contact entre le disque de frein et la plaquette de frein forme un système tribologique. La tribologie est l'étude et la science des frottements. Lors d'un frottement, l'énergie cinétique est convertie en énergie thermique et mécanique. Quatre phénomènes peuvent avoir lieu [7] [8] :

- usure des surfaces et création de débris et d'objets aérosols, induite par l'énergie mécanique ;
- augmentation de la température de contact, provoquée par l'énergie thermique ;
- vibration des surfaces pouvant entraîner du bruit, provoquée par l'énergie mécanique ;
- création de réactions chimiques entre les composés des surfaces, due à l'énergie thermique.

Ces quatre phénomènes sont le résultat du frottement entre plaquette et disque de frein. Le phénomène d'usure des surfaces est celui qui génère des particules de frein. Néanmoins, les autres phénomènes peuvent également jouer un rôle dans cette génération de particules. Par exemple, la littérature montre que l'augmentation de la température favorise la génération de particules [9]–[12].

Le frottement entre une plaquette de frein et un disque de frein est un système tribologique complexe. En effet, les plaquettes sont des matériaux composites hétérogènes composés d'environ 7 composants différents [11] [13]. La compréhension des mécanismes de génération

des particules issues du freinage est aujourd'hui un sujet actif de recherche. Il n'existe à ce jour pas de modèle permettant de prédire la génération de particules.

Selon l'édition 2020 du dictionnaire Larousse, un aérosol est une "*dispersion en particules très fines d'un liquide, d'une solution ou d'un solide dans un gaz.*". Ce travail de thèse portera uniquement sur les particules issues du freinage qui forment un aérosol solide dans l'air.

Les particules solides présentes dans l'air peuvent être regroupées selon leur diamètre en différentes catégories. On classe ainsi toutes les particules en suspension dans l'air selon l'indice Particulate Matter (PM) [14]. L'indice PM10 englobe toutes les particules aérosols inférieures à 10 µm de diamètre aérodynamique. On retrouve couramment les indices PM2.5, PM1 et PM0.1 ; leurs définitions suivent la même logique que PM10.

Cet indice permet notamment d'évaluer la nocivité des particules. Ainsi, les particules les plus grosses, PM10 restent 10 à 100 heures en suspension dans l'air avant de se déposer. Alors que les particules PM1 peuvent rester de 100 jusqu'à 1000 heures [15].

La mesure des aérosols peut être effectuée en masse et en nombre [16]. L'utilisation d'une mesure massique ou d'un dénombrement dépend de la nature de l'aérosol et du milieu dans lequel il évolue.

On estime que près de 50 à 85 % des émissions de PM10 issues de l'automobile provient de l'usure de la route, des pneus et des matériaux de freinage [17]. En particulier, 50 à 70 % des débris résultant du frottement de la plaquette et du disque deviennent des aérosols [18]. La diminution des émissions moteurs au cours des dernières années est telle que les émissions hors échappement sont devenues la principale cause de pollution automobile [18].

Un rapport de l'Agence Environnementale Européenne (EEA) estimait que l'exposition aux particules PM2.5 était responsable de 412 000 morts prématurées dans les 41 pays européens étudiés en 2019 [4]. Ces morts prématurées correspondent en moyenne à 4 223 000 années de vie perdues. La toxicité des particules issues du freinage reste peu documentée, mais la majorité de celles-ci appartient au PM2.5 [4].

A l'instar des normes Euro qui régulent les émissions issues des moteurs, les émissions issues du freinage pourraient, elles aussi, faire l'objet de réglementations [19].

Différents acteurs universitaires et du monde automobile se penchent donc sur les particules issues du freinage [20]–[22]. Ces acteurs utilisent des protocoles expérimentaux divers, propres à leurs installations et leur expérience. Ainsi, les moyens expérimentaux employés et les paramètres d'entrée varient d'une étude à l'autre et d'un laboratoire à un autre, empêchant toute comparabilité des résultats.

Il est donc nécessaire de définir un protocole expérimental commun permettant des mesures reproductibles, avec lequel les moyens métrologiques seront similaires d'un laboratoire à un autre avant de fixer une réglementation.

Ce protocole doit fixer des paramètres expérimentaux, représentatifs de conditions de conduite, pour obtenir des émissions répétables. Plusieurs groupes de travail, dont UNECE PMP, cherchent à améliorer cette approche [23]. Ainsi des paramètres comme le cycle de freinage utilisé, le banc expérimental, le débit d'air, la qualité de filtration ou bien le type d'instrumentation pourraient être mieux définis.

Les études poursuivies lors de cette thèse ont été réalisées sur un banc pion-disque. Le système pion-disque a l'avantage d'immobiliser moins de ressources qu'un banc dynamométrique, et permet de réaliser des études aux coûts moins élevés [24]. Il est en

outréfréquemment utilisé dans les laboratoires de tribologie. La thèse vise à définir un protocole expérimental sur un banc pion-disque. Ce protocole servira de point de départ pour étudier l'émissivité de différents matériaux de freinage

Le manuscrit de thèse suit le plan suivant. Un état de l'art des différentes méthodes de mesure des émissions de freinage est présenté en partie 2 : il aborde le thème des particules de freinage en s'intéressant particulièrement à la mesure de celles-ci. Une approche transdisciplinaire est adoptée, combinant les disciplines de la tribologie et de la physique des aérosols.

Les moyens expérimentaux sont présentés dans la partie 3. Suite à l'étude des différents protocoles expérimentaux réalisées en deuxième partie, un cahier des charges a été établi afin de développer un nouveau moyen d'essai. Cette partie décrit donc l'adaptation d'un banc pion-disque du CETIM à la mesure de particules issues du freinage. Cet ensemble expérimental a ensuite été qualifié pour vérifier son respect du cahier des charges.

La quatrième partie présente l'identification des paramètres clefs permettant de définir un protocole fiable, sensible et répétable. L'optimisation des paramètres d'essais, comme le débit d'air et les paramètres de frottement utilisés, a été effectuée afin d'augmenter le nombre de particules mesurées. Par ailleurs, l'étude des surfaces de contact a révélé un moyen efficace d'améliorer la répétabilité des essais.

Les différentes avancées réalisées au cours des parties 3 et 4 ont abouti à l'élaboration d'un protocole. La cinquième partie décrit donc un protocole de caractérisation sensible et fiable, ainsi qu'un ensemble de recommandations pour mener des études sur le nouveau moyen expérimental développé.

La sixième partie est une étude tribologique orientée vers la compréhension des mécanismes de génération des particules. L'étude transdisciplinaire menée ici permet d'associer différents phénomènes jusqu'alors distincts. En effet, l'étude des surfaces combinée aux mesures tribologiques et la caractérisation des aérosols permet de mieux comprendre les mécanismes de génération.

Enfin, deux chapitres de discussions et de conclusions viennent clore cette étude. Le chapitre 7 résume les principales conclusions de la thèse. Dans le chapitre 8, une mise en perspective avec des propositions de nouvelles études à mener est réalisée pour approfondir ces discussions.

[1.1] « Dictionnaire Larousse Edition 2020 ».

[1.2] S. Lu, P. Weston, S. Hillmansen, H. B. Gooi, et C. Roberts, « Increasing the Regenerative Braking Energy for Railway Vehicles », *IEEE Transactions on Intelligent Transportation Systems*, vol. 15, n° 6, p. 2506-2515, déc. 2014, doi: 10.1109/TITS.2014.2319233

[1.3] « Cambridge English Dictionary -2020 ».

[1.4] European Environment Agency, « Air quality in Europe 2019 — European Environment Agency ». <https://www.eea.europa.eu/publications/air-quality-in-europe-2019> (consulté le oct. 09, 2020)

[1.5] « Brake Particulate Matter Emissions Measurements for Six Light-Duty Vehicles Using Inertia Dynamometer Testing ». <https://www.sae.org/publications/technical-papers/content/2020-01-1637/> (consulté le déc. 03, 2020)

[1.6] T. Grigoratos et G. Martini, « Brake wear particle emissions: a review », *Environ Sci Pollut Res*, vol. 22, n° 4, p. 2491-2504, févr. 2015, doi: 10.1007/s11356-014-3696-8

[1.7] B. Bhushan, *Introduction to Tribology*. John Wiley & Sons, 2013

- [1.8] J. Halling, *Principles of Tribology*. Macmillan International Higher Education, 1978
- [1.9] M. Mathissen, T. Grigoratos, T. Lahde, et R. Vogt, « Brake Wear Particle Emissions of a Passenger Car Measured on a Chassis Dynamometer », *Atmosphere*, vol. 10, n° 9, Art. n° 9, sept. 2019, doi: 10.3390/atmos10090556
- [1.10] J. Shin, I. Yim, S.-B. Kwon, S. Park, M. Kim, et Y. Cha, « Evaluation of temperature effects on brake wear particles using clustered heatmaps », *Environmental Engineering Research*, vol. 24, n° 4, p. 680-689, févr. 2019, doi: 10.4491/eer.2018.385
- [1.11] J. Kukutschová *et al.*, « On airborne nano/micro-sized wear particles released from low-metallic automotive brakes », *Environmental Pollution*, vol. 159, n° 4, p. 998-1006, avr. 2011, doi: 10.1016/j.envpol.2010.11.036
- [1.12] O. Nosko, « Temperature effect on emission of airborne wear particles from car brakes », p. 18
- [1.13] « Chan et Stachowiak - 2016 - Review of automotive brake friction materials.pdf ».
- [1.14] « Air pollution measurements », *Cambridge City Council*.
<https://www.cambridge.gov.uk/air-pollution-measurements> (consulté le déc. 03, 2020)
- [1.15] N. A. Esmen et M. Corn, « Residence time of particles in urban air », *Atmospheric Environment (1967)*, vol. 5, n° 8, p. 571-578, août 1971, doi: 10.1016/0004-6981(71)90113-2
- [1.16] P. H. McMurry, « A review of atmospheric aerosol measurements », *Atmospheric Environment*, vol. 34, n° 12, p. 1959-1999, janv. 2000, doi: 10.1016/S1352-2310(99)00455-0
- [1.17] « Grigoratos et Martini - 2015 - Brake wear particle emissions a review.pdf ».
- [1.18] J. Wahlström et U. Olofsson, « A field study of airborne particle emissions from automotive disc brakes », *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering*, vol. 229, n° 6, p. 747-757, mai 2015, doi: 10.1177/0954407014550053
- [1.19] *Règlement (CE) No 715/2007 du parlement européen et du conseil du 20 juin 2007.*
- [1.20] S. Abbasi, A. Jansson, L. Olander, U. Olofsson, et U. Sellgren, « A pin-on-disc study of the rate of airborne wear particle emissions from railway braking materials », *Wear*, vol. 284-285, p. 18-29, avr. 2012, doi: 10.1016/j.wear.2012.01.016
- [1.21] G. Perricone, M. Alemani, I. Metinöz, V. Matějka, J. Wahlström, et U. Olofsson, « Towards the ranking of airborne particle emissions from car brakes – a system approach », *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering*, vol. 231, n° 6, p. 781-797, mai 2017, doi: 10.1177/0954407016662800
- [1.22] H. Hagino, M. Oyama, et S. Sasaki, « Laboratory testing of airborne brake wear particle emissions using a dynamometer system under urban city driving cycles », *Atmospheric Environment*, vol. 131, p. 269-278, avr. 2016, doi: 10.1016/j.atmosenv.2016.02.014
- [1.23] Joint Research Centre, « 74th UNECE GRPE session - PMP IWG Progress Report », 2016
- [1.24] Y.-M. Chen, C. Richard, et T. de l'usure-Mesure, « Tribomètres et essais tribologiques », *Techniques de l'ingénieur. Frottement et usure*, 2011

2. Etat de l'art :

Le but de ce chapitre est de présenter un état de l'art de la mesure des aérosols particulaires issus du freinage dans l'automobile. Celui-ci se concentre sur les différents protocoles expérimentaux développés afin de mesurer les émissions de particules de freinage. L'étude des particules de freins souffre d'un manque de protocole expérimental commun et donc d'une faible reproductibilité des mesures. Les résultats présentés peuvent varier d'une étude à une autre, et il est compliqué de les comparer. Ce chapitre aborde donc les différentes discussions expérimentales et théoriques autour de l'émission, l'échantillonnage et la mesure des particules de freinage.

Un premier article intitulé *"Relevance of pin-on-disk and dyno bench experiment for braking emission studies"* est présenté ici dans ce but. En effet, il existe différents moyens de simuler un freinage en laboratoire. Le moyen le plus utilisé est le banc dynamométrique, mais quelques laboratoires réalisent des études sur banc pion-disque. Avant d'entreprendre l'adaptation du pion-disque du CETIM, il est nécessaire de s'assurer qu'un pion-disque simule correctement un freinage.

Par ailleurs, un deuxième article intitulé *"Representativeness of airborne brake wear emission for the automotive industry: A review"* complète le premier article. Cet article se divise en trois parties principales. La première partie porte sur des méthodes de génération des particules de freins. La deuxième partie, plus théorique, présente l'état de l'art du transport des particules. Enfin, la dernière partie décrit différents instruments de mesure fréquemment utilisés.

Les différentes études montrent des divergences de protocole. Bien que les méthodes de génération puissent être les mêmes, les moyens d'acheminement des particules jusqu'aux instruments de mesure diffèrent toujours d'un laboratoire à un autre. L'instrumentation utilisée est variable : selon les principes de fonctionnement des instruments, les résultats des mesures peuvent différer.

Cette étude préliminaire a permis de déterminer les différents points d'attention à porter lors de la conception d'un banc de mesure des particules de freinage :

- définir un protocole de cycle de freinage représentant les conditions réelles de conduite ;
- minimiser la pollution de la mesure par des particules d'air ambiante afin de mesurer uniquement les particules de freinage ;
-
- estimer les pertes dues au transport afin de permettre la comparaison avec d'autres bancs ;
- déterminer l'instrumentation la plus adaptée en fonction des propriétés des particules.

Cette étude préliminaire a permis d'établir l'état de l'art sur le sujet mais également de proposer les futurs axes de réflexion.

Relevance of pin-on-disc and inertia dynamometer bench experiments for braking emission studies

F Philippe^{1,2}, M Xiang², C Bressot³, Y Chen⁴, F Guingand¹, P Charles¹, J Loigerot⁴, M Morgeneuyer²

1: Peugeot SA (PSA Groupe), Route de Gisy, 78140 Vélizy-Villacoublay, France

2: Sorbonne University, Université de Technologie de Compiègne (UTC), EA 4297 TIMR, Centre de recherche Royallieu, CS 60319, 60203 Compiègne cedex, France

3 : National Institute of industrial environment and risks (INERIS), Parc Technologique ALATA, BP2, 60550 Verneuil-en-Halatte, France

4: Technical centre of mechanical industries (CETIM), Avenue Félix Louat 60300 Senlis, France

E-mail: florian.philippe@mpsa.com

Abstract. Over the last years, the task of reducing automobile pollution was focused on the car's engine. Now, the non-exhaust emission becomes a major contributor, and its control is the next objective to reach the zero-emission car. A major part of those non-exhaust emissions comes from brake wear, caused by the friction between the brake disc and pads. This emission is the result of complex tribological phenomena that has still to be determined. Nevertheless, this emission remains controllable and is the next lever for reducing car pollution. The problem of this field is the non-comparable results obtained by stakeholders due to their different measurement protocol. The first challenge is, thus, to define the best protocol in order to get a representative, reliable and repeatable measurement of particle emissions. The present article discusses a step of the selection process: which laboratory indoor method is the best for simulating the generation of braking particles? The pin-on-disc and the inertia dynamometer bench are the only two existing methods for braking simulation.

Introduction

Over the last years, the task of reducing automobile pollution was focused on the car engine, whose exhaust emissions decreased by more than 60% in the UK [1] in the past 15 years. Consequently, the non-exhaust emissions become a major contributor, and their control is the next objective to reach the zero-emission car.

A part of those non-exhaust emissions comes from brake wear, caused by the friction between the brake disc and pads. Though the consequence of a simple need, i.e. to stop the car, this emission is the result of complex microscopic tribological phenomena which is, for now, still out of the scope of modelling [2]. Nevertheless, this emission remains controllable and is the next lever for reducing car pollution.

Modelling the contact between the brake disc and a pad is today out of reach, and investigations have to lean onto experimental methods. Various experimental systems are available in order to simulate and measure braking events. Some investigations onto actual vehicles exist [3,4], but this contribution will only relate the most practical systems in view of

aerosol analysis and compares the two most common simulation systems: the pin-on-disc and the inertia dynamometer bench [5]. Most of the time, dynos are owned by industrial companies, meanwhile, pin-on-disc is likely typical to tribology laboratories. This article exposes the abilities to simulate braking, and to emit particles of both systems. Particle contamination is known as a high source of measurement uncertainties [6] It is now a consensus that braking emission systems must be confined in a controlled air chamber.

Definitions

Pin-on-disc

Pin-on-disc, or tribometer (Fig. 1), is a common tool for tribology laboratories. Highly depicted in the literature [7,8] they provide a simplified tribological system and are commonly used to study tribological parameters such as friction coefficient, or generation of tribofilm [9], etc. Pin-on-disc is a versatile system that is widely used and which benefits from high cost-effectiveness. Pin-on-disc are simple and low-cost experiments that can grant a precise coefficient parameter estimation, which is a very valuable parameter in tribology.

Referring to Fig.1, for the braking investigations, the pin is a small cylinder collected from braking pad (typically less than 10mm of diameter [7]). The disc is a chosen material disc, which is rotating driven by an electrical motor. This motor is a further source of particle emissions; and for aerosol measurement it has to be placed out of instrumentation reach *i.e.* out of the confinement. The best option is to take out the motor from the confining chamber to prevent any contamination from the engine.

The pin is compressed onto the rotating disc with a constant force value (usually around 50 N), equivalent to the dead mass weight.

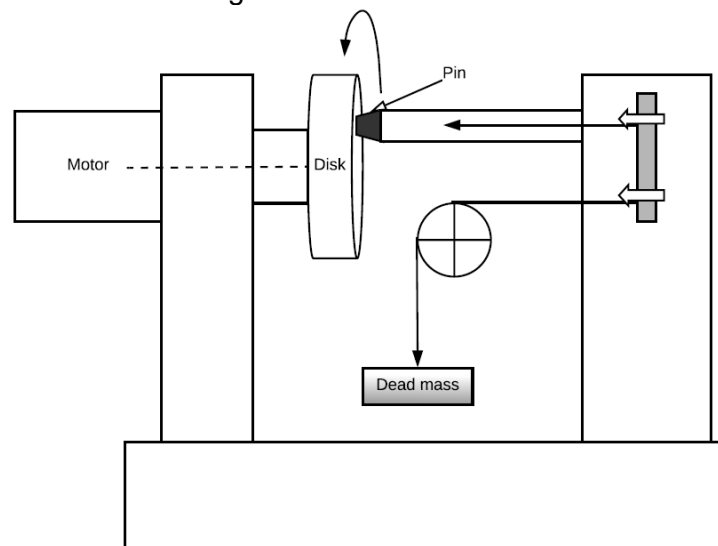


Figure 1. Schema of a pin-on-disc

Due to its design, pin-on-disc does not support high normal forces, which can damage the guiding system. Either the force warps the disc with a flexion effort, or the mechanism ensuring the disc rotation cannot handle such transversal force. The solution to this problem is to apply an opposite force onto the other side of the disc. This solution is employed for most of the frictional brakes, but it would tend to complicate the system. Thus, only small forces are performed in pin-on-disc experiments. As the pressure is a major tribological parameter,

reducing the contact surfaces is the only option; hence, tribometer experiments use small pins (< 10 mm diameter).

Inertia dynamometer bench

Inertia dynamometer bench, also named dynamometric bench or dyno, is specific to braking applications. The principle of dynamometer bench is similar to car brakes. An inertia dynamometer bench is composed of a rotating disc, of which deceleration is ensured by a pair of biting pads. Alike car brakes, a calliper supports those pads and ensure precise parallel contact between pads and disc. Dynos have been developed in order to characterize the frictional brake system in indoor conditions. They are engineered to perform experiments close to reality. In contrary to pin-on-disc, commercial components like braking pads, disc or calliper compose a usual dynamometer bench experiment. Apart from environmental conditions, dynos are close to real life experiments. An extensive control of parameters is indeed possible. The inertia of the vehicle or the possibility to program sequences of braking events is part of the easily manageable parameters. Hence, it is possible to simulate real vehicle parameters, such as real braking forces performed by pads onto disc (around 5kN).

In contrary to tribometers (cf. part 2.1.), dynos are designed for “aggressive” standard tests. Those standard tests are “aggressive” in the sense that such high pressures and high decelerations are rarely reached in real life driving conditions. Thus, forces that can be simulated are commonly higher than in real car braking.

Comparison

Representativeness

Cycle

A key element of simulating braking emissions is the relevance of the simulated braking events. In the earlier investigations, stakeholders were using braking event series (AK-Master, BSL procedures, etc), which are aggressive for the brake system. Those braking event series, or cycles [10], were standard tests performed to ensure brake quality. The problem is that no driving condition is represented. Those cycles were repetition of exact same braking events. For example a repetition of braking from 50 km/h to 0 km/h at a deceleration rate of 2,94 m/s² (BSL-035) [11]. In order to represent more efficiently driving conditions, existing data previously collected for exhaust emission studies, Worldwide harmonized Light vehicles Test Procedures or WLTP data, were exploited. Thanks to those data, a new cycle, closer to most of the worldwide driving habits has been proposed [12]. This cycle called WLTP is a 4h24 long sequence, which is now largely recommended to run for every braking particle investigation.

As shown in part 2.2, performing a cycle on an inertia dynamometer bench is simple; since they are thought for performing cycles. Whereas, pin-on-disc cannot perform complex cycles such as WLTP cycle. Pin-on-disc are simple systems that cannot provide a car inertia notion during experiment, but only a frictional speed. Indeed, as part 2.1 points out, it is impossible to apply a strong force onto the disc unless it is “bitten”. Thus, decelerating the disc with friction is impossible. Moreover, pin-on-disc are often simple lever system that is not thought for precise, exigent cycles, like WLTP. Adapting a whole pin-on-disc for a precise cycle is a difficult task that has been avoided until now.

Temperature

Temperature is one of the main tribology parameters: The friction converts some of the mechanical energy into thermal energy. Simultaneously, this rise of the temperature continuously affects the tribological system. For braking emission, the temperature effect is

largely reported in the literature [5,13,14]. More precisely, as temperature increases, the number of particles emitted increases as well. This effect is hugely amplified between 150°C and 200°C, where a pad component (the filler - phenolic resin) starts to evaporate [13].

In a pin-on-disc experiment, only a small sample of the pad is involved in the friction. Thus, the friction surface is usually lower than a percent of an actual braking friction. The flash temperature, which depends on contact pressure and speed, could be the same, but considering this low surface friction, the bulk temperature controlled by cumulating thermal energy resulting from friction is much lower. Therefore, a lower amount of thermal energy is released, and temperature barely rises. Thus, emission rates from both tribological systems will be proportionally incompatible. For a same considered amount of friction material, pin-on-disc tends consequently to emit a lower quantity of particle than dynos.

Representativeness summary

Bear in mind the WLTP cycle is a sequence of braking events, with corresponding temperatures, defined with a particular cooling system specific to one dyno [12]. Even if a pin-on-disc is adapted with aim to perform WLTP cycle, temperatures obtained will always remain different. An additional heating system for pin-disc can be added to simulate temperature effect. But, in contrary to actual series of braking events simulated temperatures will remain stable.

Considering the cycle incompatibility of tribometer, and the temperature discrepancy, pin-on-disc experiments cannot fit the representative requirements. Inertia dynamometer benches are arguably the best option when talking about representativeness. Literature show that pin-on-disc has capability in determining properties of emitted particles in braking conditions [13,15]. While, their measurements in number and mass does not fit with real life, there are mainly used in the particle characterization of braking emissions.

Investigation details

Investment

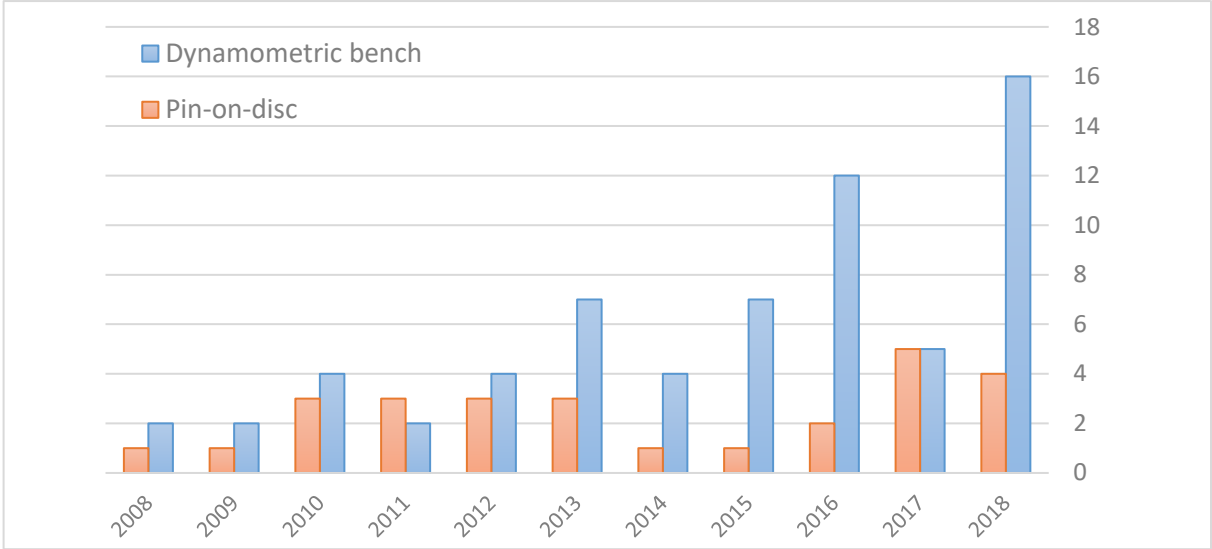
The pin-on-disc system is a very common experiment for tribology laboratories, it is practical and cost-efficient. A pin-on-disc that has only theoretical application costs around 30 k€. A pin-on-disc that has industrial purposes can costs around 100 k€. Pin-on-disc is a powerful experimental system as it can fit a large range of application and is appropriate to large range of topics (brakes, horology, energy efficiency, etc.). Studying braking particles requires to adapt it, with a sealed clean chamber [7], but the purchase is affordable. In pin-on-disc case, the most consistent investment is the instrumentation.

In the meantime, dynos only relate to braking studies. They are very specific and represent a considering investment, compared to pin-on-disc. An inertia dynamometer bench, with a sealed chamber [6,16] is a more expensive investment (more than 1M€) that provide representativeness in braking emission investigations.

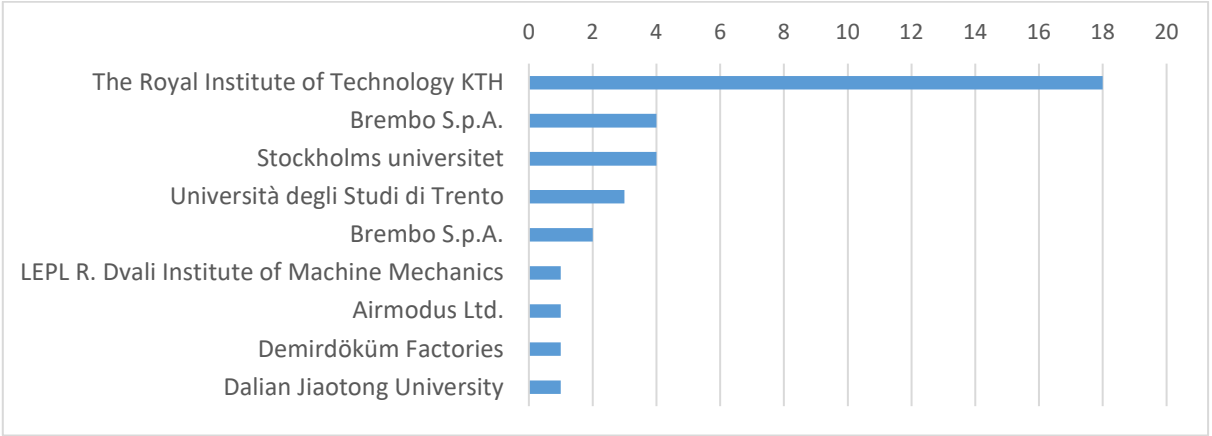
Bibliometry

Since the beginning of braking particles investigations, pin-on-disc is considered as a relevant option for emission studies. Pin-on-disc experiments were compared several time to dynamometer bench investigations, and their relevance in braking emission has been discussed and confirmed [5,17,18]. Still, pin-on-disc researches remain as a minority (Graph.1).

In the last 10 years, the interest toward braking emission grew. In 2008, only three articles were proposed, meanwhile twenty articles were published in 2018. However, new stakeholders were mainly industrial laboratories which already possessed an inertia dynamometer bench without a chamber (cf. part 3.1.). Adding a ventilated and hermetic chamber on a dyno is a minor investment (< 50k€), and ensure braking emission studies in the best conditions (cf. 3.1.3). The Royal Institute of Technology (KTH) is a major academic actor in braking emission and is one of the biggest contributor on the topic [7]. Their tribometer is the only one to be adapted for braking emissions; And it has shown a high efficiency for determining braking particles properties [13,15]. However, only KTH publishes tribometer studies (Graph.2), thus, the number of pin-on-disc investigations is constant since they started in 2008.



Graph 1. Braking particles investigations :
Number of publications between 2008 and 2018



Graph 2. Publication affiliation (only the first nine laboratories)

Emission rate

The emission rate of a system define its capacity to emit particles. The tribological contact between disc and pad materials is responsible of the emission in dynos and tribometer. But in a pin-on-disc, the pad material surface is usually at least 100 times smaller than actuals pads

used on dynamometer (cf. part 2.1.). The emission rate can be roughly approximated as directly proportional sur the surface of friction. In first instance, we assume that for the same exact conditions (pressure, temperature, friction duration, speed, etc.) pin-on-disc emit 100 times or less than dynos. Combined with the lower temperature phenomena (cf. part 3.1.), particles emitted from tribometer are significantly low. Studying braking particles with a pin-on-disc requires a different air treatment system than those used for a dyno.

Experimental conditions

Through experimental studies, experiment setups evolved. The tribological system must now be confined into an overpressurized chamber ventilated with filtered air (with $< 1.10^2\#/cm^3$ of external contamination).

On inertia dynamometer bench systems, an average airflow of $1.10^3 m^3/h$ perform a strong ventilation in order to cool the tribological system [16,19], close to driving conditions. Combined with a HEPA 14 filter, the contamination by external particle becomes negligible. The contamination threshold is often not detected by ELPI. This fact tends to be wrong with the use of ELPI +, which is more sensitive. Still, with measured particle concentrations exceeding $1.10^4\#/cm^3$, measurements are poorly impacted by instrument uncertainties.

Referring to part 3.2.3., the emission rate of pin-on-disk is strongly lower than dynos and could lead to an undetectable emission for ELPI detection range. In order to obtain exploitable measurements, concentrations must be significantly higher. To make that point possible, the dilution of particles should be managed to be lower dyno systems by decrease of the airflow rate. To do so, KTH use airflow rate of $7.92 m^3/h$, and a HEPA 13 filter in an overpressurized chamber [7]. With this aeraulic system, a low emission rate can be studied with measured concentrations of braking particles.

Conclusion

The pin-on-disc setup represents a relevant option for braking particle characterization. It can be considered as a versatile apparatus with a low investment and low immobilization cost. This could be the best option for laboratories who plan to do investigations. Pin-on-disc experiments can provide tribology data such as wear constants, but also makes possible characterization of particles [15], which is really helpful for instrument calibration. But all results about concentrations (number and mass) cannot be obtained to braking emission. The properties of the particles emitted by pin-on-disc or dynamometer are consistent and the same. For example, the aerosol size distribution shows similar modes [20,21]. But due to lower testing temperatures, the emission from a pin-on-disc cannot be considered proportional to dyno emissions. For this reason, pin-on-disc systems are not used for representative measurements.

The dynamometric bench is arguably the best option for those who can handle the investment. Quality and quantity of measurement are ensured on a wide range of study. For this reason, when starting this topic, new stakeholders orient their investment towards the dyno method. Considering the PMP [22], looking for a standard, repeatable and reliable protocol, dynos will be surely implemented in this protocol, as a basic simulation process to estimate braking emission.

Acknowledgment

The authors would like to thank the ANRT for financing the project. We also gratefully acknowledge our respective institutions for making this transdisciplinary project possible.

References

- [1] UK Department for Transport perspective D for transport and Kay D 2018 UK Non-exhaust emissions - UNECE PMP
- [2] Wahid S M S 2018 Automotive brake wear: a review *Environ Sci Pollut Res* **25** 174–80
- [3] Wahlström J and Olofsson U 2015 A field study of airborne particle emissions from automotive disc brakes *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering* **229** 747–57
- [4] Kwak J, Kim H, Lee J and Lee S 2013 Characterization of non-exhaust coarse and fine particles from on-road driving and laboratory measurements *Science of The Total Environment* **458–460** 273–82
- [5] Alemani M, Wahlström J, Matějka V, Metinöz I, Söderberg A, Perricone G and Olofsson U 2018 Scaling effects of measuring disc brake airborne particulate matter emissions – A comparison of a pin-on-disc tribometer and an inertia dynamometer bench under dragging conditions *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology* **232** 1538–47
- [6] Hagino H, Oyama M and Sasaki S 2016 Laboratory testing of airborne brake wear particle emissions using a dynamometer system under urban city driving cycles *Atmospheric Environment* **131** 269–78
- [7] Wahlström J, Lyu Y, Matjeka V and Söderberg A 2017 A pin-on-disc tribometer study of disc brake contact pairs with respect to wear and airborne particle emissions *Wear* **384–385** 124–30
- [8] Wahlström J, Söderberg A, Olander L, Jansson A and Olofsson U 2010 A pin-on-disc simulation of airborne wear particles from disc brakes *Wear* **268** 763–9
- [9] Österle W, Bresch H, Dörfel I, Prietzel C, Seeger S, Fink C, Giese A and Walter J 2009 Surface film formation and dust generation during brake performance tests
- [10] PMP IWG 2016 PMP-39-08 Grochowicz Wear and Dust _ Comparison of test procedures
- [11] Perricone G, Alemani M, Metinöz I, Matějka V, Wahlström J and Olofsson U 2017 Towards the ranking of airborne particle emissions from car brakes – a system approach *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering* **231** 781–97
- [12] Mathissen M, Grochowicz J, Schmidt C, Vogt R, Farwick zum Hagen F H, Grabiec T, Steven H and Grigoratos T 2018 A novel real-world braking cycle for studying brake wear particle emissions *Wear* **414–415** 219–26
- [13] Nosko O, Vanhanen J and Olofsson U 2017 Emission of 1.3–10 nm airborne particles from brake materials *Aerosol Science and Technology* **51** 91–6
- [14] Nosko O and Olofsson U 2017 Quantification of ultrafine airborne particulate matter generated by the wear of car brake materials *Wear* **374–375** 92–6
- [15] Nosko O and Olofsson U 2017 Effective density of airborne wear particles from car brake materials *Journal of Aerosol Science* **107** 94–106
- [16] Perricone G, Wahlström J and Olofsson U 2016 Towards a test stand for standardized measurements of the brake emissions *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering* **230** 1521–8
- [17] Wahlström J, Söderberg A, Olofsson U and Jansson A 2010 Airborne wear particles from passenger car disc brakes: a comparison of measurements from field tests, a disc brake assembly test stand, and a pin-on-disc machine
- [18] Wahlström J 2015 A comparison of measured and simulated friction, wear, and particle emission of disc brakes *Tribology International* **92** 503–11
- [19] PMP IWG 2017 PMP-44-04 rev1 Brake Dust Sampling and Measurement
- [20] Wahlström J, Olander L and Olofsson U 2012 A Pin-on-Disc Study Focusing on How Different Load Levels Affect the Concentration and Size Distribution of Airborne Wear Particles from the Disc Brake Materials *Tribology Letters* **46** 195–204

- [21] Kukutschová J, Moravec P, Tomášek V, Matějka V, Smolík J, Schwarz J, Seidlerová J, Šafářová K and Filip P 2011 On airborne nano/micro-sized wear particles released from low-metallic automotive brakes *Environmental Pollution* **159** 998–1006
- [22] PMP IWG 2016 *PMP - Particle Measurement Program UNECE Informal Group Non-Exhaust traffic related particle emissions*

Representativeness of airborne brake wear emission for the automotive industry: A review

Florian PHILIPPE^{1,2}, Martin MORGENEYER¹, Maiqi XIANG¹, Maheandar MANOKARAN¹, Brice BERTHELOT⁴, Yan-ming CHEN³, Pierre CHARLES², Frédéric GUIGAND², Christophe BRESSOT⁴

¹ University of Technology of Compiègne, Centre Pierre Guillaumat, 60200 Compiègne, France, maiqi.xiang@utc.fr; martin.morgeneyer@utc.fr

² Groupe PSA, Route de Gisy, 78140 Vélizy-Villacoublay, France florian.philippe@mpsa.com; pierre.charles@mpsa.com ; frederic.guigand@mpsa.com

³ CETIM, 52 Avenue Félix Louat, 60300 Senlis, France, yanming.chen@cetim.fr

⁴ INERIS, Rue Jacques Taffanel, 60550 Verneuil-en-Halatte, France, christophe.bressot@ineris.fr

Corresponding Author: Florian PHILIPPE: florian.philippe@utc.fr

Abstract

Brake wear gives 16% to 55% by mass to total non-exhaust traffic related PM10 emissions in urban environments. While engines have become cleaner in the past decades, few improvements were made to lower non-exhaust emission until recently. Researchers have developed several experimental methods over the past years to assess brake emissions. However, observations tend to differ from a method to another with respect to many disciplines, ranging from particle system characterization to brake cycles, and it remains difficult to compare results of different research groups. It is so crucial to get a consensus on the standard experimental method. The following article lists limits which influence measurements and has to be taken into account when comparing works from different laboratories. This article also discusses how to design tests to get a relevant braking particle system characterization.

Keywords: brake emission, representativeness, non-exhaust emission, dynamometer bench, pin-on-disc, sampling system

Index

Abstract	Erreur ! Signet non défini.
Notations	Erreur ! Signet non défini.
Introduction.....	Erreur ! Signet non défini.
1. Braking and tribology	Erreur ! Signet non défini.
1.1. Braking cycle.....	Erreur ! Signet non défini.
1.2. Inertia dynamometer bench	Erreur ! Signet non défini.
1.3. Pin-on-disc.....	Erreur ! Signet non défini.
1.4. On-road tests.....	Erreur ! Signet non défini.
1.5. Cooling.....	Erreur ! Signet non défini.
2. Generated particles representativeness and confinement.....	Erreur ! Signet non défini.
2.1. Aerosol representativeness.....	Erreur ! Signet non défini.
2.1.1. Characterization of diffuse emission.....	Erreur ! Signet non défini.
2.1.2. Isokinetism	Erreur ! Signet non défini.
2.2. Sampling efficiency.....	Erreur ! Signet non défini.
3. External and internal contamination.....	Erreur ! Signet non défini.
4. Losses.....	Erreur ! Signet non défini.
3. Number characterization of generated aerosols	Erreur ! Signet non défini.
3.1. Aerosol Particle Sizer (APS)	Erreur ! Signet non défini.
3.2. Condensation nucleus counters (CNC).....	Erreur ! Signet non défini.
3.3. Electrical Low Pressure Impactor (ELPI)	Erreur ! Signet non défini.
3.4. Scanning Mobility Particle sizer Spectrometer (SMPS).....	Erreur ! Signet non défini.
Conclusion	Erreur ! Signet non défini.
Acknowledgment.....	Erreur ! Signet non défini.
Bibliography.....	Erreur ! Signet non défini.

Notations

APS : Aerodynamic Particle Sizer

C_c : Slip correction factor (no unit)

D: Diffusion coefficient (m^2/s)

d_p : Aerodynamic diameter of the particle (m)

DustTrak: DustTrak aerosol monitor

ELPI: Electrical Low-Pressure Impactor

FMPS: Fast Mobility Particle Sizer Spectrometer

GRIMM: GRIMM optical aerosol spectrometer

h: Chamber or pipe height (m)

k: Boltzmann constant ($= 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$ (or $\text{kg.m}^2.\text{s}^{-2}.\text{K}^{-1}$))

L: Characteristic linear dimension of the duct (m)

l_0 : Characteristic dimension of the conduct (m)

LSA: Laser Scattering Analyzer

OPS: Optical Particle Sizer

Q: Volumetric fluid flow ($m^3.s^{-1}$)

Q_{total} : Total inlet or outlet flow ($m^3.min^{-1}$)

Re: Reynolds number (no unit)
 Sh: Sherwood number (no unit)
 SMPS: Scanning Mobility Particle sizer Spectrometer
 Stk: Stokes number (no unit)
 T: Temperature (K)
 U: Fluid velocity ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
 U_t : Turbulent inertial deposition velocity ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
 U_+ : Dimensionless deposition velocity (no unit)
 U_{inlet} : Sampling velocity ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
 U_{local} : Velocity of the fluid in the duct ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
 U_{set} : Terminal settling velocity ($\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$)
 V_{chamber} : Volume of the chamber (m^3)
 WLTP: Worldwide harmonized Light vehicles Test Procedure
 Z: gravitational settling parameter (no unit)

β_{set} : Losses due to settling (no unit)
 η_{bend} : Transport efficiency through a bend (no unit)
 η_{turb} : Transport efficiency with turbulence losses
 $\eta_{\text{tube,diff}}$: Transport efficiency with diffusion losses (no unit)
 \emptyset : Pipe section (m)
 \emptyset_{inlet} : Diameter of the inlet section (m)
 \emptyset_{local} : Diameter of the duct where the air is sampled (m)
 λ : Mean free path length of the gas molecules (m)
 μ_g : Fluid dynamic viscosity ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$)
 ρ : Fluid volumetric mass ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)
 ρ_p : Volumetric mass of the particle ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$)
 τ_0 : Fluid shear stress ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$)
 τ_{chamber} : Complete renewal chamber air (min^{-1})
 τ_{set} : Duration of dropping of a particle in chamber or pipe (s)

Introduction

The Cambridge dictionary defines a brake as “*a device that makes a vehicle go slower or stop, or a pedal, bar, or handle that makes this device work*”. In the automobile field, three options are possible to slow down a vehicle such as electromagnetic system, hydraulic system, or frictional brake system. Because of its high market share, the discussed type here is only the frictional brake, and more specifically the disk brake system, rather than the drum brake system.

Mechanical frictions of brakes causes high and diffuse particle emissions (1). High brake emissions are such as observed near traffic lights (2). The proportion of brake particles in urban air is doomed to growth unavoidably due to the exhaust emission controls become draconian (3).

Brake wear contributes between 16% and 55% by mass to total non-exhaust traffic related PM10 emissions in urban environments (3,4). Regarding the PM 2.5 emissions in urban air, brake emissions offer between 39 % and 63 % of the non-exhaust traffic related particles (5,6). The compositions of brake particles give rise to results dominated by Fe Cu, Ba under the main inorganic compounds commonly used in brake (3,7)

Due to the variations on results about the size and composition of brake particles, lab studies in the field of tribology are preferable to enable direct traceability between the sources and the emitted particles and to find the physical phenomena giving rise to emissions. Moreover, particle counting appears as the most relevant method to understand and characterize particles generated from brake wear (8).

Introduced in the 1950s, the disk brake system now remains the most common technique for braking on Internal Combustion Engines (ICE) cars. The principle is to have discs directly connected to each wheel and the rotation of the wheel implies the rotation of the disc. When braking, two pads come to clamp against the disc, which leads to slow down the disc rotation. The wheel rotation speed decreases, the vehicle brakes. The contact between disc and pads is a studied in tribological system (9,10).

A tribological system is known to respond differently considering the changes in several parameters such as pressure, temperature, humidity, the properties of materials in contact, the existence or not of lubricant, etc (11,12). Tribological systems are commonly characterized by their coefficient of friction, which is the ratio of the resulting tangential force (friction force) and the applied normal force. In our example of a disc brake, the normal force leads to a 'biting' of the disc by the pads.

In the case of a braking system, friction converts mechanical energy into thermal energy (heating of the brakes), kinetic energy (vibration), chemical energy (reactions), tribofilm, and surface generation (particles). The non-exhaust braking particles were called resulting particles.. Particles with a diameter bigger than 10 μm are too big to be aerosolized (13). Airborne particles can be classified by their size. Beyond 2.5 μm in diameter, particles are categorized as coarse (C). From 2.5 μm to 100 nm, particles are considered as fine (F), and below they are ultrafine (UF) (14).

Braking particles are generated via different microscopic phenomena. First, they can result from a mechanical process, where a small part of the material is detached due to the high strain. Those particles represent the broad majority of emitted particles. Studies did not result in a consensual size distribution but most results showed a bimodal distribution: one ranging from around 100 nm, and the other at around 300 nm (5). Researchers also studied the mass-weighted size distribution of braking emission and all concluded in a unimodal distribution. The mode was observed from 0.1 μm to 10 μm , with a mean value mode of 2-3 μm (5). Alternatively, another mode can appear when particles are produced by nucleation after the evaporation of pad material. These phenomena will occur when the disc temperature reaches and exceeds a transition temperature between 160 °C and 200 °C (15–17). Recent studies even showed a volatile emission induced by heat alone (18,19). However, this process remains minor as the transition temperature, the temperature of decomposition of the filler (phenolic resin), is not reached at driving conditions (20). New particles created are ultrafine, and rarely exceed 20 nm in diameter (18).

A pad is a mixture of frictional additives, fillers, binders, and reinforcing fibers. There is no "typical composition" as components chosen by brake manufacturers depend on future use. The traditional and most used material for the disc is cast iron however, alternatives exist on the automobile market with aluminum and ceramics discs (21). Researchers have developed several experimental methods over the last years to do experimentally simulating. However, emissions observed tend to differ from a method to another and it appears impossible to compare results (22). Table 1 summarizes the most described setups available in the literature and shows that instrumentation or sampling method changes from a study to another. Four different experimental setups are described in eight different studies (23–29). It is important to determine a standardized experimental method providing physical data to be able to compare

results. This method has to be representative of real-life driving conditions, and result in a reliable and repeatable measurement. Real-life tests are an option lacking repeatability at short test intervals and being even much more challenging concerning debris sampling. The braking emission problem gives birth to several workgroups. The Particle Measurement Program by the United Nations Economic Commission for Europe (UNECEPMP) which is an informal working group aims to define a protocol to test brake emission (3,20,30). The EU project LOWBRASYS and the international REBRAKE project (31–34) intend to achieve a deep understanding of wear mechanisms, to address the braking emission issue by developing a new materials and systems. Through the UNECEPMP work, a new emission protocol has been proposed and its use as a reference is nearly a consensus (20). The generation must be representative of real-life braking conditions. Regarding the needed reliable methods to measure and sample, only a minor agreement exists. So far, the protocol leading to a repeatable measurement with a clear correlation between events and measurement is not determined. This article discusses how to design experiments to get a relevant braking particle assessment. This article also lists the observed differences in the experimental conditions of systems described in the literature, their potential influence on measurement, and their role in the impossibility to compare results from a system to another.

Table 1 : Summary of the literature review about airborne braking emission setups

Reference	Test stand	Flow rate	Presence of bend	Loss estimation	Chamber volume	Average residence time	Isokinetic sampling	Instrumentation
Perricone et al. (23)	Closed disc brake dynamometer	1175 m ³ /h	Yes, 180 ° with high curvature ratio	Between 90.8% and 98.7% transport efficiency for 10 µm	0.817 m ³	Around 3 seconds	Yes	DEKATI ELPI+
Hagino et al. (24)	Closed disc brake dynamometer	120 m ³ /h	No	Not communicated	Around 0.11 m ³	Around 3 seconds	Unknown	TSI DustTrakTM II
Wahlström et al. (25)	Closed pin-on-disc	7.7 m ³ /h	-	-	0.135 m ³	Around 1 minute	No	TSI Ptrak, TSI Dustrak, TSI SMPS ; In other studies, DEKATI ELPI+, OPS, FMPS, TEOM, GRIMM, ... (30–32)
Wahlström et al. (28)	Roadside test	-	-	-	-	-	No	GRIMM and TSI DustTrak
Kukutschová et al. (29)	Closed disc brake dynamometer	1.5 m ³ /h	Yes, on two different sampling lines	More than 80 % of transport efficiency for 10 µm in both sampling lines.	Unknown	-	No	TSI SMPS, TSI APS, BLPI

1. Braking and tribology

Braking emissions are the result of frictions, are thus in the scope of both tribological investigations and particle system analysis. It is necessary to agree on a common method to measure the distribution and the size of braking emissions to compare results between

researchers. Setting a reference emission protocol is the first step for a common and repeatable protocol. The elaboration of a tribological test, source of the emission, has been subject to discussion for years (20,35). This chapter deals with different methods of a tribological tests in the laboratory. Tribological tests can vary upon two main parameters: used braking cycle and experimental setup method to simulate braking.

1.1. Braking cycle

Braking cycles are a predefined series of precise deceleration rate, with nominal initial and final velocities. Braking cycle tests are initially designed as efficiency tests of the brake system, to make sure durability and safety during normal driving conditions. Those efficiency tests are composed of several strong braking events, eventually performed at high temperatures. The most known efficiency test is AK-Master (36). Some researchers used the AK-master procedure or part of it, for braking emission investigation (37). AK-Master requires several bars brake events (close to 8 m/s^2 ; real deceleration value depends on vehicle characteristics). For this reason, AK-Master procedure or other efficiency ways have been rapidly pointed out as not representative of real driving conditions. New cycles with lower deceleration rates (around $2,5 \text{ m/s}^2$), appeared and substituted to efficiency tests (20,38). Many cycles were developed. Perricone et al. (19) summarized some of them in an article, e.g. BSL-035, JC08, JASO C427-88, SAE J 2707.

By means of an illustration, we display here a part of the procedure BSL-035. More procedures can be found described in detail elsewhere and would exceed the purpose of this contribution:

1. Reaching a disc rotation, representing around 50 km/h
2. Braking till the disc stops, with a specific deceleration of $2,94 \text{ m/s}^2$
3. Eventually waiting for a disc to cool down.
4. Accelerating to the same high disc rotation and repeat.

This procedure, closer to reality than safety tests, is meant to represent city driving. However, this cycle is still said to be not yet representative enough. Even though this iteration represents a part of a city driving but it does not apply to most cases, and overall, to other driving styles (i.e. country, highway, etc.).

In 2014, other authors proposed a further cycle (35). This test cycle, based on SAE J2707 method B, is composed of nine “blocks”. Each of those blocks represents a specific driving style: highway, town, country road, descent, etc. Dividing cycles by blocks is a well-known method, used for examples in the assessment of wear characteristics of the disc brake system. In this case, those cycles are called Block Wear Evaluation (BWE). The cycle proposed by Alemani et al. (35) introduced a burnish block, which was supposed to remove the surface layers of the disc. During material stocking this surface treatment can limit oxidation and does not show the overall disc composition. The burnish block is a new step forwarding the representative of real emission. Still, this test cycle is judged as not representative enough for most of the researchers (35). Driving style can be considered as too regular, and again those blocks only represent a few percent of real braking.

The best way to get a representative testing series is to use an actual driving pattern. The Los Angeles City Traffic (LACT) cycle remains one of the most known cycles (20,30). A car equipped with various sensors has been driven through Los Angeles several times. With the same idea of usual BWE cycles, the driven car crossed different roads, such as country road, city, highway, etc. Data collected led to the elaboration of the LACT cycle: a 24h (3542 stops) cycle with different parameters recorded such as velocity, deceleration, or brake duration. Still, the LACT cycle turns out to be specific to a driving style but also too long. 3 hours long version of the LACT cycle has been proposed by the LOWBRASYS group and is widely used (30).

The roads, cars, and driving regulations also its environments differ in different parts of the world(50). Considering the driving habits around the world, driving data has already been collected for the exhaust emission problem (39). This data was used to determine an exhaust test cycle called the Worldwide harmonized Light vehicles Test Procedure (WLTP)(39,40). In 2018, a new cycle was proposed (20), which was based on the design of WLTP data and is supposed to be representative of driving habits. This cycle last 4h24 for 303 stops (maximum deceleration rate of 2,2 m/s²). Different cooling rates are used depending on study conditions. As the temperature has a significant impact on the emission rate (3,16,40), measurements observed are not often comparable from one system to another. Once a cycle has been chosen, the tribological system will perform, and it has to be defined as well. It is then also necessary to find the best option to simulate the contact between disc and pad in reliable conditions.

1.2. Inertia dynamometer bench

The inertia dynamometer bench is an instrument able to simulate contact of braking pads and brake discs. This device is made for experimentally simulating the friction between braking materials. For this reason, the most researchers are investigating the braking particles with a dyno (23,24,29,41,42). In a dynamometer, real braking materials are used. A disc rotates with set inertia, representing the mass of the vehicle simulated. Two pads come to clamp against the disc to slow down the disc. This operation is similar to what happens in a real car. Several parameters are controlled such as initial speed, final speed, initial rotor temperature, braking deceleration, number of stops. It is possible to choose the disc rotation velocity, the inertia of the disc, the pads pressure, and the brake duration. All parameters of the WLTP cycle can be applied. The dynamometer bench stays as the best option but it is more expensive.

1.3. Pin-on-disc

Another option used for experimentally simulate the braking friction is pin-on-disc set-up. Pin-on-disc sets a contact between a pin and disc. The pin is a small cylinder cut off of a pad, so they have an identical composition. The diameter of the pin has been chosen depending upon the contact pressure to apply. Pins must have a small friction surface to apply adequate normal stress with only a low force. Diameters of pins are usually less than a centimetre (17). The pin friction area is less than a percent of an actual pad surface.

Pin-on-disc is a piece of common equipment for experimentally simulate the friction contact between the materials. It is commonly used to determine the coefficient of friction, the quality of lubricant, or to characterize tribofilm formation (43). Similarly to dynamometer benches, a disc rotates at a set speed. But contrary to these, the pad's size was reduced, which leads to applying pressure on the small surface of the disc material.. Pin-on-disc is basic system that do not include inertia and braking deceleration concepts.

In dyno systems, pads clamp opposite sides of the disc, which balances forces and prevents the risk of distortion. The set-up of the pin-on-disc makes the clamping of the disc impossible (cf. Figure 1). It only slides on one side of the disc.

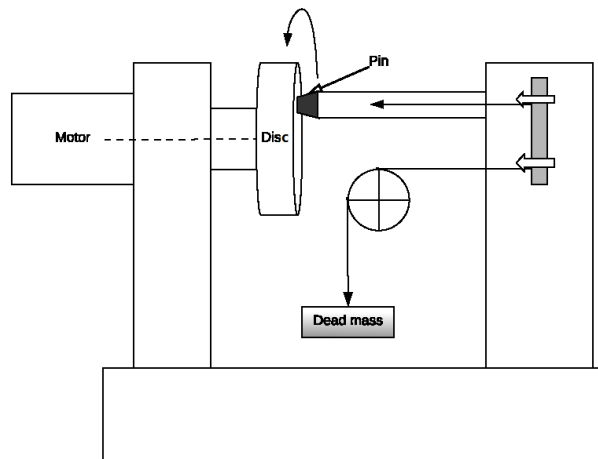


Figure 2: Scheme of a pin-on-disc

Studies have shown the relevancy of pin-on-disc in braking particle investigation (25,44). Affordable and easy to use, pin-on-disc seems to be a good option for braking studies.

1.4. On-road tests

On-road tests are also a method to simulate braking emission (28,44,46). On-road tests aim to assess the braking emission on a driving vehicle. Hence, the friction materials and airflow conditions are similar to driving conditions. This experiment investigates braking for the brake emission assessment because of the difficulty involved in the collection of emitted particles. So, these studies will remain rare due to its high level of contamination. External parameters such as temperature, humidity, or wind are difficult to control. Those parameters can cause significant tribological and airflow disturbances. WLTP cycle has been elaborated to represent worldwide driving conditions. When on-board tests are not done on the track, the equipped car has to obey traffic rules. But, the WLTP cycle is difficult to apply in real-life conditions like urban traffic.

1.5. Cooling

Temperature has a clear impact on brake emission (3,16,30,40,42). Friction in braking systems is a strong source of thermal energy. Therefore, discs are so designed to ensure their viability.

While on-road tests are directly cooled by air, like in real-life conditions, pin-on-discs and dynamometers need a cooling system. Brake discs are engineered to be good heat dissipaters. They are thermally conductive and designed with holes and ventilation channels. However, the system is closed and, air flow is still necessary to cool it. Flow rate leans on the cooling capacity of the system. For the same geometry, higher flow rates induce a higher cooling rate, and so lower temperatures are observed. In the WLTP cycle, braking events are paired to corresponding temperatures (cf. part 1.1). An equivalent cooling system has not been defined and, the researchers are using different cooling air flow for their experiments. Hagino et al. use a flow rate of 30m³/h to ensure instrument accuracy (47). Whereas, Gramstat et al. performed tests with a flow rate of 3450 m³/h. This discrepancy indeed could influence the emission rate, but it also changes the whole air flow, by increasing the turbulence intensity (31,42,48).

2. Generated particles representativeness and confinement

Over the last years, several authors (23,47,49,50) studied the sampling part of the measurement. Yet no consensus on a proper reliable and, the repeatable protocol has been reached. The repeatability of the sampling protocol lays mainly in the representativeness of the particle flow. Emitted and measured particle distributions should be similar; if not, particle losses have to be estimated to reduce them or, a correction can be applied to compensate for the effects to trace the emitted distribution from the measured one. Finally, it is necessary to consider the impact of the time transport of the sampling method on the representativeness.

2.1. Aerosol representativeness

Aerosol characterization instruments cannot analyze a large quantity of air and, only a small fraction of generated particles are analyzed. In the field of braking measurement, the ELPI flow rate corresponds to 10 L/min (0,6 m³/h) (cf. part 3). Compared to the actual cooling flow rate of the chamber (average of 1.10³m³/h, cf. part 1.5), this flow appears low. For representativeness and repeatability matters, this sampling flow must be representative of the whole emitted particles. To quantify the representativeness of the particles in the pipe, several air samples are collected through different places.

Some laboratories assess the representativeness of their system (51). Those investigations are only relatable to the specific air flow performances of the used dynamometer bench. All the dynamometer chambers used for braking particle investigations differ in terms of flow rate, geometry, or isokineticism. Representativeness can be achieved through different methods.

2.1.1. Characterization of diffuse emission

A sampling system aims at collecting a representative part of the aerosol as efficiently as possible and then transports it through tubing or a sample line to an instrument to characterize it (see fig 2). The global efficiency is expressed as the fraction of the aspirated aerosol through the opening inlet concerning particle available in the source and cumulates with transport efficiency through the sampling line. At that stage, two critical points are addressed

1. the inlet efficiency defined as the part of particles sampled and introduced in the inlet concerning particle available in the source and
2. the transport efficiency which is the part of the particles introduced in the inlet and reaching the instrument to the available particles at the opening inlet (52).

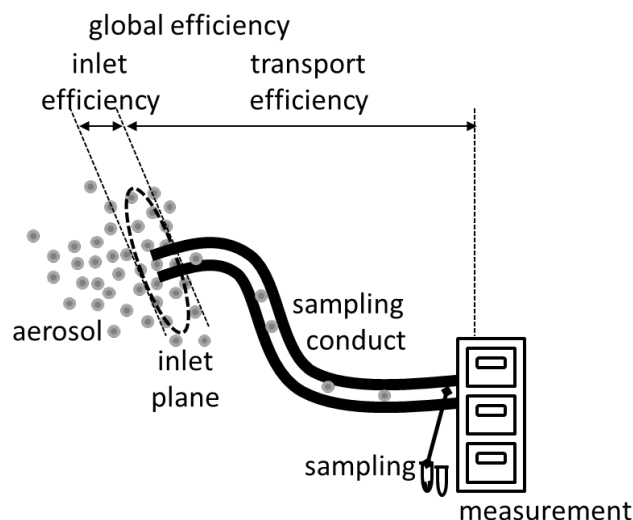


Figure 3 : Measurement of diffuse emission

In the field of aerosol physics, particle behavior is mainly driven by their size. Very small particles will follow the streamlines and will be easily aspirated through the inlet plane with high efficiency. However, larger particles like supermicronic ones are driven notably by inertia forces and then weakly influenced by flow rate changes. Thus, most of the reasons that prevent representative sampling deal with the aerosol particle size. In general, larger particles are more actively influenced by mass forces such as gravitational and inertial forces, making a representative sampling more difficult whereas, smaller particles like submicronic ones or nanoparticles with higher diffusion coefficients are more easily lost to the walls of the sampling system. Generally speaking, the 8 main factors that can influence the aerosol characterization during the sampling are (52):

1. Aspiration efficiency and deposition in the opening inlet during sampling.
2. Deposition on the wall when the particles are transported through a sampling line.
3. Extremes (high or low) or variations in the ambient aerosol concentration.
4. Particle agglomeration during their passage through the sampling line.
5. Thermodynamically induced phenomena such as evaporation and /or condensation
6. Aerosolization of particles which were provisionally deposited on the walls
7. Local effects such as throttling by built-ups in the conduct
8. The effects of inhomogeneities of the particle concentrations in the conduct are due to the result of lacking isokinetism.

Existence of wear with metallic materials, two other factors can be added:

1. charged particles can be generated by mechanical frictions and interact with the near electric fields and on the inside of the inlet bring about a bias in sampling
2. chemical changes due to redox reactions caused by mechanical stress or compound reactivity accentuated by size decrease and, it can transform the generated aerosol during sampling time and transport.

All these factors are based on physical laws and, the main of them are detailed in the following sections of this chapter. Nevertheless, In the field of particles generated by braking, the difficulties are accentuated because of the severe conditions in temperatures, mechanical stress and, inconstant concentration observed during their production. In that case, great attention should be paid to the means of keeping the original aerosol during the sampling and transport process to have a relevant characterization.

2.1.2. Isokinetism

Representative collection and reliable transport of a diffuse aerosol from a source to characterization equipment is reported as a common difficulty and, achieving an accurate description of the emitted aerosol are often described by literature as a challenge (52). An aerosol sampling system consists of:

1. the particles are introduced in the opening inlet of the measurement chain using a suction system for extracting the aerosol sample from its ambient environment,
2. a sample conduct tube to convey the aerosol sample to the measuring instruments, to a collection or a storage system, and, of course,
3. the instruments or samplers making the aerosol characterization possible.

Introduced as a concept of aerosol sampling in the 1950s, (53,54), isokinetic sampling allows for sampling an aerosol without changing its properties, especially its size/mass distribution.

The flow containing particles shall not be biased by sampling air flow, *i.e.* setting the sampling velocity to the level of the flow's velocity. (Figure 3).

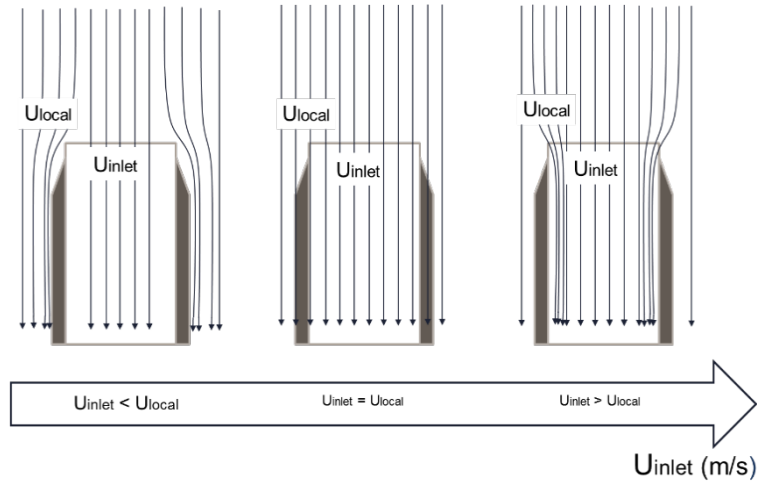


Figure 4 : Illustration of isokinetic sampling

Velocity differences can be a source of more or less fine or big particles in the sample flow, which means a shift of the size/mass distribution. The disturbances can be a source of bias in the distribution measurement. This bias can be understood via a dimensionless value: the Stokes number. The Stokes number indicates the ability of a particle to follow fluid streamlines. It can be calculated thanks to the following equation (55,56) :

$$Stk = \frac{1}{18} \frac{\rho_p d_p^2 U}{l_0 \mu_g} \quad (1)$$

With Stk , the Stokes number, no unit,

ρ_p , the volumetric mass of the particle, in kg.m^{-3} ,

d_p , the aerodynamic diameter of the particle, in m,

U , the fluid velocity, in m.s^{-1} ,

l_0 , the characteristic dimension of the pipe (usually the diameter of the pipe), in m,

μ_g , the fluid dynamic viscosity, in $\text{kg.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$.

The larger the Stokes number is, the more a particle is driven by its inertia, and the less the particle tends to follow the fluid's streamlines. For $Stk \ll 1$, particles follow streamlines; meanwhile for $Stk \gg 1$, the particles are less driven by the flow. Sampling with a velocity lower than the flow velocity can lead to underrepresent small particles. Thus, a drift occurs during the measurement. Dennis et al. (53) stated that "The magnitude of error as reported in the literature depends upon the particle size and ranges from 10 to 20% for a 20% deviation from the isokinetic flow."

To implement isokinetic sampling in a system, the inlet section must be calculated to respect the equation (2):

$$\phi_{inlet} = \phi_{local} \sqrt{\frac{U_{inlet}}{U_{local}}} \quad (2)$$

With ϕ_{inlet} , the diameter of the inlet section in m,
 ϕ_{local} , the diameter of the duct where the air is sampled, in m,
 U_{inlet} , the sampling velocity, often set by the instrument, in m.s⁻¹,
 And U_{local} , the velocity of the fluid in the pipe, in m.s⁻¹.

The inlet section must be designed to reach the appropriate sampling flow velocity. Researchers normally used a classical inlet section with a fixed diameter. It implies that the flow velocity if the sampling flow rate is constant and it cannot vary over time. In real-life conditions, the air flow around the brake system varies over time, and adjusting air flow over the experiment could be a new step forward into the representativeness of braking emission. If such variable air flow is observed, the inlet section flow would have to vary as well.

2.2. Sampling efficiency

Particle losses during transport are an inevitable part of particle flow experiments, but they have to be quantified and minimized. These losses depend on several parameters such as transport duration, flow velocity, particle diameter, environment properties, transport road, chemical properties of particles and tubes, etc (52). Braking events cause emissions of particles with a wide range of diameters, and this range constitutes the main challenge of particle losses control.

3. External and internal contamination

The adequate confinement of the set-up is evaluated by the ratio of signal to the background noise. This ratio is a function of the presence of further external particle sources, instrumentation uncertainties, emission levels, sampling, and transport efficiencies. In most experimental setups includes an over-pressurized chamber, a HEPA 14 filter is chosen for its high efficiency.

4. Losses

After their emission, particles need to be brought to the instrumentation. However, several particle loss phenomena can reduce transport efficiency. Every element of the system has a chamber, a sampling pipe connected to instrumentation induces a risk of loss. This chapter presents the losses of particles in air flow. Estimating sampling loss impact is an important task to characterize the originally emitted aerosol. Loss estimation has been obtained with oleic acid monodisperse aerosol. Park et al. (57) reported that polydisperse aerosol highlights a significantly higher wall deposition rate compared to a monodisperse solution.

2.2.1.1. Diffusion loss

Brownian motion of particles is a stochastic movement due to collisions of particles with fluid molecules (52,58). The smaller the particles are, the more they are affected by collisions. The diffusion coefficient of gas influencing particles can be theoretically estimated as followed.

$$D = \frac{kTC_c}{3\pi\mu_g d_p} \quad (3)$$

Here D, is the diffusion coefficient in m²/s,

k, the Boltzmann constant equal to $1,38 \cdot 10^{-23}$ J.K⁻¹ (or kg.m².s⁻².K⁻¹)

T the temperature in K,

C_c a slip correction factor,

μ_g , the dynamic viscosity of the fluid in kg.m⁻¹.s⁻¹,

d_p , the particle diameter in m.

In brake emission investigations, air pressure and temperature can barely differ from standard conditions. Thus, in equation (3) the slip correction factor C_c and can be estimated with the formula (4) (57):

$$C_c = 1 + \frac{2\lambda}{d_p} \left(1.246 + 0.418 \exp \left(-\frac{0.867d_p}{2\lambda} \right) \right) \quad (4)$$

Here, λ is the mean free path length of the gas molecules in m

Now the coefficient of diffusion D , and the Sherwood number Sh are defined. It is possible to estimate transport efficiency $\eta_{tube,diff}$ regarding diffusion loss with the following formula:

$$\eta_{tube,diff} = \exp \left(-\frac{\pi D L Sh}{Q} \right) \quad (5)$$

Here Q , is the volumetric fluid flow in $m^3 \cdot s^{-1}$

L , the length of the duct in m

In most cases, those losses are theoretically highly negligible. The main reason is the high flowrate equipment developed by research groups. It substantially decreases the diffusion time of particles, which are less subject to encounter a wall in this period.

The Sherwood number is calculated as follow:

$$Sh = 0,0118 Re^{7/8} \cdot \left(\frac{\mu_g}{\rho D} \right)^{1/3} \quad (6)$$

With Sh , the Sherwood number; and Re , the Reynolds number (cf. equation 9).

Sh is the mass transfer coefficient (59,60). Like many other fluid mechanic parameters, it is possible to avoid complex computation thanks to an approximating formula (61).

2.2.1.2. Losses due to impaction and inertia forces

The first kind of loss is caused by bends in pipes. The transport to the instruments is usually done via a pipe, which in case of spatial difficulties must be bent. The impact of bends on transport efficiency is highly described in the literature (49,55,56,62–70). Agudelo et al. even proposed different transporting design to minimize losses. Cheng and Wang's (64) computing method applies to laminar flow, whereas the method of Pui et al. (67) is relevant to turbulent flow. Regarding bent pipes, Pui et al. declared that "the most important parameters are Stokes number and the flow Reynolds number if particle motion is in the Stokesian regime ($Re_p \leq 1$)" and proposed by to estimate the transport efficiency through a bent pipe as a function of Stokes number:

$$\eta_{bend} = 10^{-0,963 \cdot St} \quad (7)$$

With η_{bend} , the transport efficiency and St the Stokes number. Equation (7) is the most relevant computing method for most of the researcher's equipment. Computing with higher precision is possible but, is time and cost consuming and consequently rarely performed.

A similar mechanism appears when the pipe section of the pipe decreases. The contraction of the pipe implies a change in the direction of the external streamlines. It results in particle loss in external streamlines. Like bent tubing, contraction tubing affects mostly particles with Stokes number greater than 1. In 1996, Muysom et al. proposed the empirically found relation (8) to estimate transport efficiency through a tubing contraction η_{cont} (71) :

$$\eta_{cont} = 1 - \frac{1}{1 + \left(\frac{2 * Stk \left(1 - \left(\frac{A_0}{A_i} \right)^2 \right)}{3.14 \cdot \exp \left(-0.0185 \cdot \theta_{cont} \right)} \right)^{-1,24}} \quad (8)$$

Where A_0 and A_i are respectively the cross-sectional area before and after the contraction, and θ_{cont} is the half angle of the contraction. The equation is only valid when $0.001 \leq Stk (1-A_0/A_i) \leq 100$ and $12^\circ \leq \theta_{cont} \leq 90^\circ$ (71).

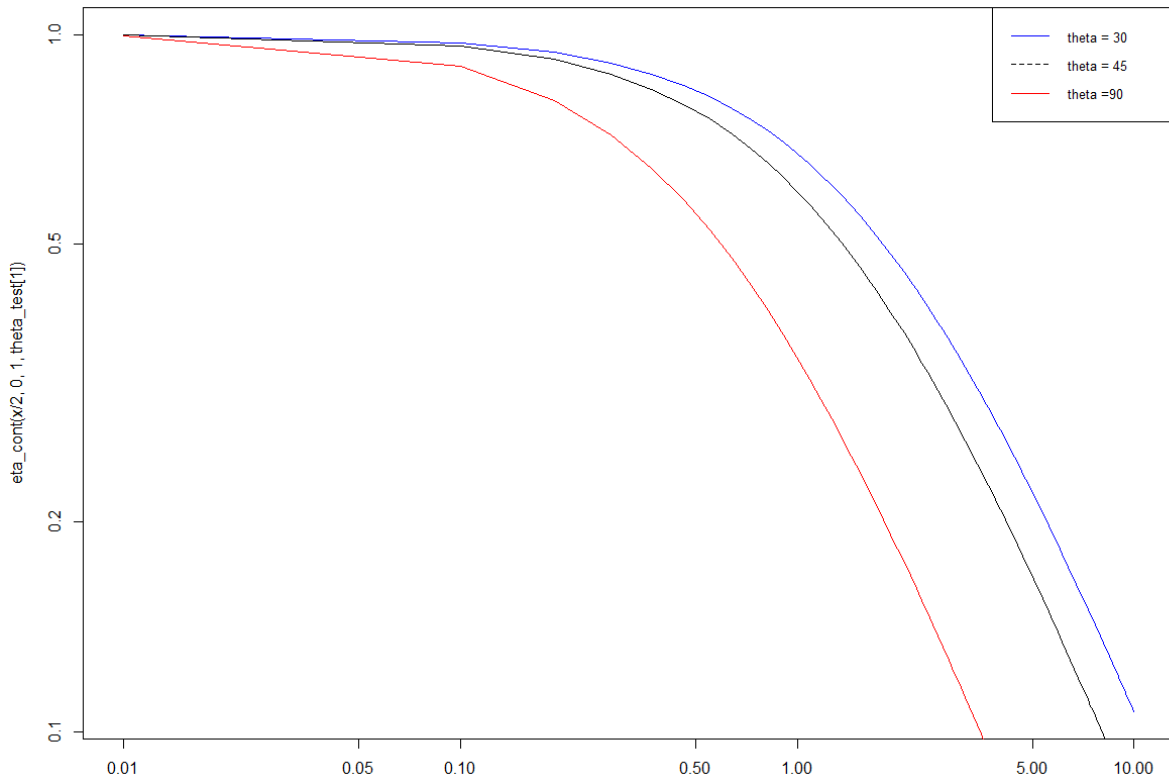


Figure 5. Losses in contraction fittings

Enlargement of the pipe section does not induce inertia losses as there is no obstacle to particle trajectory. However, vortices appear when the angle of enlargement is superior to 8° (or a half angle of 4°) (72). By curving streamlines toward the pipe walls, those vortices are a potential source of loss, indirectly caused by the enlargement. There is currently no model to estimate those enlargement losses. For this reason, the needed enlargement must be designed with an angle inferior to 8° to ensure loss control.

Once a particle is generated, it is moved in a tangent direction of the disc. This effect is particularly high on walls near the friction area. A study of the CFD (model) has been performed on this topic. Determining the overall behavior of particles in the chamber appears to be complex for now. The air flow for each chamber can be changed with disc speed and it is difficult to estimate the influence of disc speed in the chamber.

2.2.1.3. Turbulence losses

Another type of losses is those caused by turbulences (73–76). Reynolds number described in Equation 8 gives the ratio of inertial forces to viscous forces in a fluid. The flow profile is predicted by this ratio Re and can be laminar or turbulent. (52). In a turbulent flow, turbulences or vortices of various sizes punctually appear and disappear resulting in turbulent diffusion. (77).

$$Re = \frac{\rho UL}{\mu_g} \quad (9)$$

With Re , the Reynolds number

ρ , the volumetric mass in kg.m^{-3}

U , the characteristic fluid speed in m.s^{-1}

L, the characteristic linear dimension of the pipe (or else) in m
 μ_g , the dynamic viscosity of the fluid in $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$.

Under a critical value of the friction Reynolds number named Re_τ , generally estimated between 2000-3000, no turbulence appears and the fluid is laminarly flowing (78). Meanwhile, if $\text{Re} > \text{Re}_\tau$, the flow is turbulent. Equation 9 does not take into account local sources of variation of the parameters such as irregularities on the pipe wall or particles in the air flow. As a result, the limit between laminar and turbulent flow can change from one pipe to another. It is expressed by the friction Reynolds number (Re_τ). Turbulences are often generated close to walls, where fluid shear stresses are higher (78).

When the inertia of particles is high enough, particles penetrate the sub-layer of air near the wall and are hurting the wall (52). The transport efficiency η_{turb} of particles passing through a pipe is calculated by equation (10):

$$\eta_{turb} = \exp \left[-\frac{\pi \emptyset L U_t}{Q} \right] \quad (10)$$

With \emptyset , the pipe section in m^2 ;
L, the length of the pipe in m;
 U_t , the turbulent inertial deposition velocity in $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$;
Q, the volumetric fluid flow in $\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$.

The turbulent inertial deposition velocity represents the velocity necessary to a particle to cross the sub-layer and impact on the wall. Another expression of U_t is given by the equation (11):

$$U_t = U_+ \times \sqrt{\frac{\tau_0}{\rho}} \quad (11)$$

Where:

U_+ is the dimensionless deposition velocity;
 τ_0 is the fluid shear stress in $\text{kg}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{s}^{-2}$;
 ρ the volumic mass of the fluid in $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

The formulas for the dimensionless deposition velocity is not properly defined. U_+ has only been approached by several approximated curve equations as a function of τ_+ (52,73,76). τ_+ is the dimensionless particle relaxation time, highly related to Stokes number :

$$\tau_+ = Stk \frac{\tau_0 \cdot l_0}{\rho \cdot U^2} \quad (12)$$

All parameters are previously introduced in equation (1) and (11). U_+ is described as a function of τ_+ . Literature concludes that the transport of particles is more efficient when τ_+ is close to 0.14.

2.2.1.4. Settling losses

Settling losses are a direct result of gravity on particles and are predominant for particles with a diameter greater than $1 \mu\text{m}$ (see equation 5). Particles tend to settle over time. Sedimentation velocity is proportional to the square of the particle diameter (Stokes Law) (52):

$$\beta_{set} = \frac{U_{set}}{h} \cdot \tau_{set} \quad (13)$$

With β_{set} , the losses due to settling (no unit),
 τ_{set} , the duration of dropping of a particle in chamber or pipe, in s,
 U_{set} , the terminal settling velocity in m.s⁻¹,
h, the chamber or pipe height in m.

In the case of braking emission investigations, a cooling system is needed. After the emission, the aerosol generated in the chamber is evacuated in a pipe. The settling behavior of the system is described by the gravitational settling parameter Z (no unit), which is computed as follows (52):

$$Z = \frac{\pi L}{4Q} U_{set} \quad (14)$$

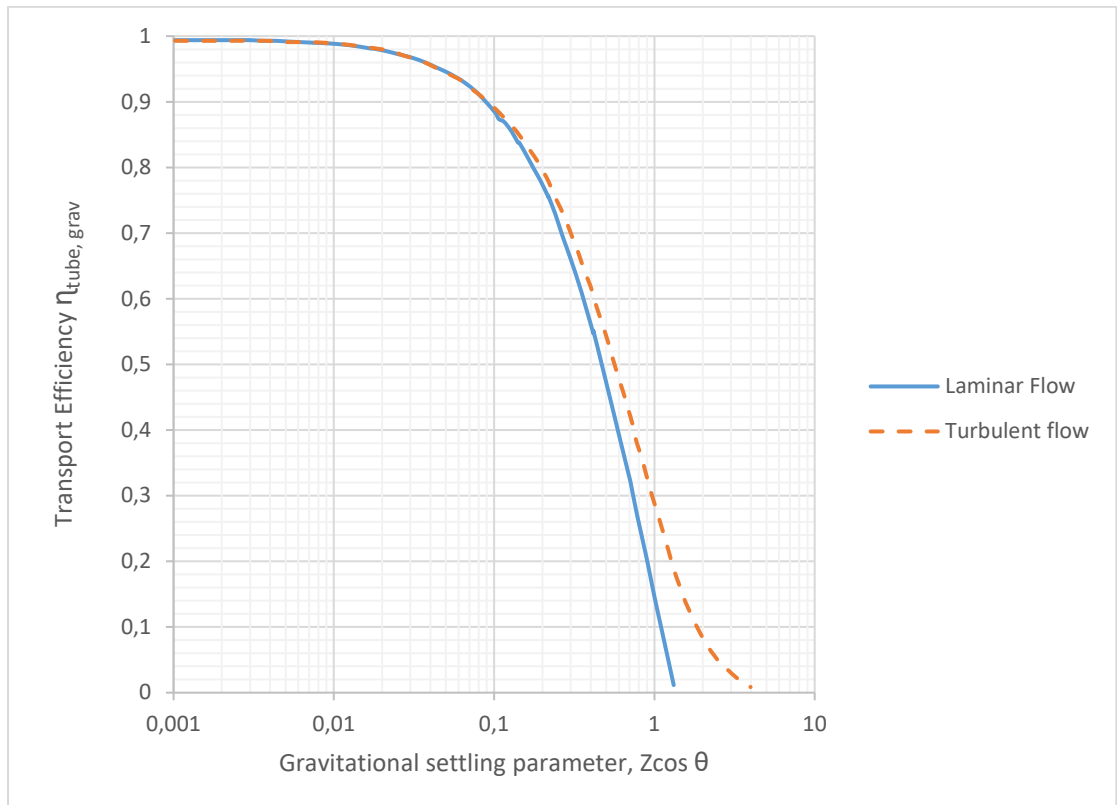


Figure 5: Gravitational settling in a pipe with inclination ϑ

Settling losses can occur during transport in the pipe depending on the flowing nature (cf. Fig. 5). Figure 5 shows the evolution of transport efficiency of particles flowing through a tube inclined at an angle θ as a function of the gravitational settling parameter Z (52).

2.2.1.5. Computational approach for loss assessment

Many aerosol measurements need to be transported through tubing to make possible a characterization. These set up need a loss assessment to estimate the assessment limits of sizing, counting, and sampling. Von der Weiden, et all develop a software tool named Particle Loss Calculator, (PLC) able to determine aerosol sampling efficiency and particle transport losses due to passage through tubing (72)

The software takes into account different aspects of loss to give a relevant particle loss assessment and includes the most important sampling and transport effects like a variation on tubing, flow rate, bending. Other points are treated by software like non-isoaxial and non-isokinetic aerosol sampling, aerosol diffusion and sedimentation which interest the braking

particle sampling (72). Thus, aerosol sizing obtained by equipment could be corrected by this loss estimation and could lead to a more precise description of the original brake particles emitted near the friction contact.

2.2.2. Chamber design

2.2.2.1. Response time

Response time is defined here as the elapsed time between the emission of particles and their measurement. In a case of high response time, the last particles emitted from the first event can be measured with the first particles emitted from the second event. This cross-contamination can have different effects depending on the instrumentation and their own sampling frequency. The paragraph here reminds the necessity to prefer low response time. The notion of response time is a direct result of the residence time of particles in the chamber (23). The difficulty to anticipate the air motion in the chamber causes trouble to estimate losses (79). Some work was performed in controlled conditions (80–82) but, there is no theoretical model that has been found yet. The residence time of particles in the chamber can be estimated by the time of renewal of the chamber air (50) :

$$\tau_{chamber} = \frac{Q_{total}}{V_{chamber}} \quad (15)$$

With $\tau_{chamber}$, the complete renewal chamber air in min^{-1}

Q_{total} , the total inlet or outlet flow in $\text{m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$

$V_{chamber}$, the volume of the chamber in m^3

This estimation showcases two approaches to increase complete renewal chamber air:

On the one hand, it is possible to lower the chamber volume. In general, the literature shows that the chamber size is under $0,817\text{m}^3$ (38) with an average value under $0,2 \text{m}^3$. However, the main issue of a small chamber is the inevitable impaction inertia losses due to the motion of particles directly on the wall after their emission from the brake system (cf. part 2.2.2.2.).

On the other hand, increasing the total flow of the experiment is also a solution. Researchers design chambers with different flow values from $7.7 \text{m}^3/\text{h}$ to $3450 \text{m}^3/\text{h}$, with an average value of around $10^3 \text{m}^3/\text{h}$ (16).

Response time can be changed in various ways that were all detailed in the previous part: decreasing chamber size, increasing flow rate, and decreasing pipe section can lower the time between emission and measurement. However, the time between emission and measurement has not been defined yet; it is an open question. In real conditions, the average time where a particle stays airborne is unknown and is impossible to define. Physical phenomena, such as nucleation or aggregation (16,83) occur but, it is impossible to know their impact.

2.2.2.2. Electrostatic deposition and thermophoretic effect

Researchers chose two different materials: steel or acrylic glass to confine set-up. Steel is the most used material (38,49, and few authors use acrylic glass (25). Steel is a conductive material, which avoids electrical charges and limits the electrostatic deposition of charged aerosol. Indeed, studies have shown the impact of using different materials on wall deposition (56,68,84–87).

The thermophoretic deposition is another common loss of particles (88,89). If a wall is colder than ambient air, thermophoretic deposition can be observed. The gradient of temperature in

a gas can lead to the migration of particles to the colder area. Those effects are difficult to assess.

2.2.2.3. *Geometry and layout of the chamber*

The best place for the tribological contact, the orientation of disc, location of inlet, and outlet of the chamber shall be defined to minimize particle losses.

The proximity of walls near disc and pads is a high source of loss. Hence except for one case (51) where the chamber is large enough to assume that direct impaction is negligible, most of the tribological contacts are placed in the center of the chamber (7,23).

In the case of the axial orientation of the disc, it is usually vertical, like real-life braking conditions. At least one group works with a horizontal disc (90).

3. Number characterization of generated aerosols

3.1. Aerosol Particle Sizer (APS)

In Aerosol Particle Sizers, the particle aerosol flows through a cell with a laser beam. Particle in the cell diffuse light depending on their size and morphology (91). A photodetector converts the light pulses into an electrical signal. The number concentration and the aerodynamic diameter of the equivalent sphere can be determined with height and number of pulses based on Mie's theory (92). The particle's refraction index must be known. Those instruments are used to determine size distribution between 0,5 μm and 20 μm . This size range can be deemed as irrelevant for isolated nano-particle investigations. An APS measurement added to an SMPS measurement (see part 3.4.) can be used to assess aggregate and agglomerate impacts.

3.2. Condensation nucleus counters (CNC)

Condensation Nucleus Counters (CNC) or Condensation Particle Counters (CPC) are standard devices used to determine particle number concentration in an aerosol. Particles below 100 nm are unmeasurable by direct detection of laser counting. Particles are placed in a saturated environment, with a high vapor pressure liquid, usually butanol, isopropanol, or water. Vapors and particles are then cooled which, leads to condensation of vapors on the particle surface. This condensation enlarges particles. The enlarged particles are now detectable by the optical system placed after the condenser. This optical system is composed of a laser and two photodetectors. One photodetector is used as a background reference when no particle crosses the laser beam. The other photodetector catches the light diffused by particles. Several models of CNC exist and, their size range varies from one to another. For example, TSI CPC 3776 counts particles from 4 nm to 3 μm while TSI CNC 3007 only counts from 10 nm to 1 μm .

3.3. Electrical Low Pressure Impactor (ELPI)

ELPI selects solid particles by their inertia and then electrically detects them (93). Particles are charged with a corona charger before being introduced to the cascade impactor. Particles are then collected in a series of 13 impactors depending upon their size. Each floor is equipped with an electrical counting system. ELPI classifies particles with diameters between 7 nm and 10 μm in 13 specific ranges. ELPI provides a simultaneous estimate at all channels, thus aerosol sizing can be assessed with a short response time of between 1 and 20 seconds. ELPI is not relevant for low concentration aerosols. The risk of bouncing of the particles can bias the

sizing. Using the most sensitive range, ELPI has a detection limit of 130 #/cm³ at 0.05 µm of diameter, 5 #/cm³ at 0.5 µm and 0.4 #/cm³ at 5 µm (94).

3.4. Scanning Mobility Particle size Spectrometer (SMPS)

SMPS is used to assess size distribution and number concentration of particles between 2,5 and 1 000 nm (95). A classifier, DMA (Differential Mobility Analyser), selects particles by their size in a large number of channels. Aerosol firstly goes through an impactor that will retain the biggest particles. It passes through a radioactive source (85Kr, 75 MBq intensity) or through an X-ray source, called neutralizer, which charges particles with a high concentration of ions. The aerosol passes then in a column where an adjustable electric field is applied between two electrodes inducing a further motion of the previously charged object. This particle motion is proportional to their size, making possible the size selection of the particles.

Only the particles with a known diameter and charge are extracted from the DMA as a monodisperse aerosol.

The SMPS is the addition of a DMA and a CNC. The DMA is used to assess the size of particles but, the CNC counts the extracted particles to obtain concentration. The SMPS needs to browse size ranges from one after another with affecting time resolution. SMPS can determine aerosol sizing in 20 seconds minimum.

3.5. Instrumentation comparison

As described in previous parts, instrumentation use different operating procedures that can lead to different results (96–98). Even if instruments provide generally similar results in a controlled sampling setting (96). Divergences can be observed at low number concentration and the lower and upper working size ranges of the instruments (96). The type of particle measured can also lead to the measurement of some error depending on instrumentation (96). Price et al. showed, for instance, that FMPS identified bimodal distribution for TiO₂ and fumed silica, whereas the distribution generated was unimodal (96). Table 2 resumes instrumentation used in braking particle domain, their working size, the type of particle diameter provided, the related studies, and the modes identified. It has to be kept in mind that all studies can differ in the experimental protocol but also in braking material used. Hence, number characterization cannot be discussed here as other parameters are also varying. The *Resulting diameter type* of Table 2 column is here to specify the outcoming diameters from instrumentation, which are not directly comparable. The aerodynamic diameter of a particle is meant to describe inertial properties in the gas. The aerodynamic diameter of a given particle is equal to the diameter of a spherical particle with a density of 1 (99). Electrical mobility is used to classify particles upon their ability to react to an electrical field. Algorithms are applied to determine which diameter is equivalent to given electrical mobility (95).

Instrument	Operating particle size range	Resulting diameter type	Studies	Number distribution
ELPI/ELPI+	7 nm - 10 μ m	Aerodynamic diameter	Sanders et al.	Unimodal (1.0 μ m)
SMPS	14 nm - 730 nm	Electrical mobility diameter	Kukutschová et al.	Bimodal (100 and 300 nm)(rotor temperature of 300 °C)
			Wahlström et al.	Bimodal (280 and 350 nm)
			Wahlström et al.	Multimodal (100, 280, 350 and 550 nm)
APS	0.523 μ m - 20 μ m	Aerodynamic diameter	Iijima et al.	Unimodal (1.0–2.0 μ m)
			Iijima et al.	Unimodal (0.8–1.0 μ m)
			Kwak et al.	Unimodal (1.0-3.0 μ m)
GRIMM	0.25 μ m -32 μ m	Aerodynamic diameter	Wahlström et al.	Unimodal (0.35 μ m)
			Wahlström et al.	Bimodal (280 and 350 nm)
			Wahlström et al.	Multimodal (100–550 nm)
OPS	0.3 μ m - 10 μ m	Aerodynamic diameter	von Uexküll et al.	Unimodal (0.5–1.0 μ m)
LSA	0.04 μ m - 262 μ m	Aerodynamic diameter	Mosleh et al.	Bimodal (350 nm and 2.0 μ m)

Aerodynamic and electrical mobility diameter data can be merged using the effective density of the particle (26,100). However, braking particle studies merging those diameters rely on a 5000 kg/m³ volumic mass determined in 2003 by Sanders et al. using the density of the worn initial material (25,101). This method approximates equivalent diameter and electrical mobility diameter to be equal. The equivalent diameter of a given particle is equal to the diameter of a spherical particle with the same density. In a forward study, the effective density of particles between 1,3 and 10 nm has been determined (26) and it can be used for nanostructured particles analysis when the morphology of braking particles will be more defined.

Discussion and conclusion

In the field of braking particle characterization, many parameters need to be taken into account. This article reviews the different challenges to be solved when designing a brake emission measurement system. Two systems can be used. Pin-on-disc bench is affordable and can simulate braking mechanisms. Since the cooling system is not needed because of the low thermal energy created. The particle transport airflow can be set independently of it and then it can be chosen to limit the transport losses or maximize concentrations measured. Its low emission level and the impossibility to implement vehicle inertia makes the pin-on-disc bench only able to relate qualitative observations. The large contribution of the understanding of particle generation and characterisation was performed on a pin-on-disc setup (25–27). Inertia dynamometer bench studies involve considerable investment. However, this system might become fundamental to future standardization as it could provide measurements in real-life conditions. The high thermal energy dissipated by the friction forces to use an airflow to keep the friction material cool. Inertia dynamometer bench can simulate real driving conditions. The representativeness of friction material temperatures can be achieved with respect to WLTP cycle (20). It has to be noted that WLTP disc temperature was determined on road, with a specific vehicle (inertia) and a specific braking system. The determined temperature cycle

represents driving cooling conditions. The same specific parameters (inertia and braking system) can be used to fit the disc temperatures of the cooling system in the dynamometer bench. The bench can be used to investigate the other braking systems/materials using those same cooling conditions, which represent real cooling conditions.

Today, the representativeness of braking particle characterization is under question. Estimation losses can be computed with techniques exposed above. An important point to know about the losses concerns in the sampling pipe, where a high flow rate can be preferred to improve aerosol transport and reduce diffusion and settling losses. It should be pointed out that a too high velocity can lead to turbulence losses and a too-high flow rate leads to low particle concentrations. If the setup requires bending, a lower flow velocity can be set, either by increasing the inlet section or by decreasing the flowrate.

In a broader context, understanding and measurement of braking emission still lack several knowledge gaps:

- Understanding of generation mechanisms has still to be developed. The origin of particles and their behavior in the contact is still an open question.
- Simulation of emission mechanisms is out of range for the moment because of the large surfaces to take into account and the complexity of pad compositions. Braking emission cannot be estimated by computing.
- Losses in the chamber are today difficult to estimate, and the best way to avoid these is to shorten the residence time of particles in the chamber.
- Instrumentation is used to assess the emissions changes from a study to another and can influence the data. A stabilized measurement protocol based on a consensus on equipment could increase the comparability of the results. A better characterization of particles would help to describe the link between the different kinds of diameters used by instrumentation.

Acknowledgment

The authors gratefully acknowledge our respective institutions for making this transdisciplinary project possible. Also, we acknowledge the financial support of the ANRT grant number in this project. The French Ministry for Ecology funding is gratefully acknowledged.

Declaration of conflicting interests

The author(s) declared no potential conflicts of interest with respect to the research, authorship, and/or publication of this article.

Funding

The author(s) disclosed receipt of the following financial support for the research, authorship, and/or publication of this article: This work is supported by the ANRT for the grant number and the French Ministry for Ecology for the funding.

Bibliography

1. Yan F, Winijkul E, Jung S, et al. Global emission projections of particulate matter (PM): I. Exhaust emissions from on-road vehicles. *Atmos Environ* 2011; 45(28): 4830–4844.
2. Hulskotte JHJ, Roskam GD and van der Gon HD. Elemental composition of current automotive braking materials and derived air emission factors. *Atmos Environ* 2014; 99: 436–445.
3. Grigoratos T and Martini G. Non-exhaust traffic related emissions. Brake and tyre wear PM. [Internet], <https://core.ac.uk/download/pdf/38628016.pdf> (2014, accessed 25 May 2020).
4. Guerreiro C, Hora'lek J, de Leeuw F, et al. Air quality in Europe: 2015 report [Internet]. Luxembourg: publications Office. <http://bookshop.europa.eu/uri?target=EUB:NOTICE:THAL15005:EN:HTML> (2015, 4 November 2019).
5. Grigoratos T and Martini G. Brake wear particle emissions: a review. *Environ Sci Pollut Res* 2015; 22(4):2491–2504.
6. Thorpe A and Harrison RM. Sources and properties of non-exhaust particulate matter from road traffic: a review. *Sci Total Environ* 2008; 400(1): 270–282.
7. Hagino H, Oyama M and Sasaki S. Laboratory testing of airborne brake wear particle emissions using a dynamometer system under urban city driving cycles. *Atmos Environ* 2016; 131: 269–278.
8. EEA E. Air quality in Europe - 2015 report. Report no. 5/ 2015, 2015. Copenhagen: European Environment Agency.
9. Eriksson M, Bergman F and Jacobson S. On the nature of tribological contact in automotive brakes. *Wear* 2002; 252(1): 26–36.
10. Eriksson M and Jacobson S. Tribological surfaces of organic brake pads. *Tribol Int* 2000; 33(12): 817–827.
11. Halling J. Principles of tribology. Macmillan International Higher Education, 1978, p.414.
12. Bhushan B. Introduction to tribology. New York, NY: John Wiley & Sons, 2013, p.672.
13. Williams MMR and Loyalka SK. Aerosol science: theory and practice, http://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig_q=RN:23024824 (1991, accessed 9 October 2019).
14. Liu L, Urch B, Poon R, et al. Effects of ambient coarse, fine, and ultrafine particles and their biological constituents on systemic biomarkers: a controlled human exposure study. *Environ Health Perspect* 2015; 123(6): 534–540.
15. Alemani M, Nosko O, Metinoz I, et al. A study on emission of airborne wear particles from car brake friction Pairs. *SAE Int J Mater Manf* 2015; 9(1): 147–157.
16. Nosko O, Vanhanen J and Olofsson U. Emission of 1.3– 10 nm airborne particles from brake materials. *Aerosol Sci Technol* 2017; 51(1): 91–96.
17. Wahlstro·m J, Olander L and Olofsson U. A pin-on-disc study focusing on how different load levels affect the concentration and size distribution of airborne wear particles from the disc brake materials. *Tribol Lett* 2012; 46(2): 195–204.
18. Ma J, Olofsson U, Lyu Y, et al. A comparison of airborne particles generated from disk brake contacts: induction versus frictional heating. *Tribol Lett* 2020; 68(1): 38.
19. Perricone G, Mata'jka V, Alemani M, et al. A test stand study on the volatile emissions of a passenger car brake assembly. *Atmosphere* 2019; 10(5): 263.
20. Mathissen M, Grochowicz J, Schmidt C, et al. A novel real-world braking cycle for studying brake wear particle emissions. *Wear* 2018; 414–415: 219–226.

21. Maleque MA, Dyuti S and Rahman MM. Material selection method in design of automotive brake disc. In: Proceedings of the world congress on engineering, London, UK, 30 June–2 July 2010, vol. III, p.5. Philippe et al. 13
22. Chan D and Stachowiak GW. Review of automotive brake friction materials. Proc IMechE, Part D: J Automobile Engineering 2004; 218(9): 953–966.
23. Perricone G, Wahlström J and Olofsson U. Towards a test stand for standardized measurements of the brake emissions. Proc IMechE, Part D: J Automobile Engineering 2016; 230(11): 1521–1528.
24. Hagino H, Oyama M and Sasaki S. Airborne brake wear particle emission due to braking and accelerating. Wear 2015; 334–335: 44–48.
25. Wahlström J, Söderberg A, Olander L, et al. A pin-on disc simulation of airborne wear particles from disc brakes. Wear 2010; 268(5–6): 763–769.
26. Nosko O and Olofsson U. Effective density of airborne wear particles from car brake materials. J Aerosol Sci 2017; 107: 94–106.
27. Alemani M, Wahlström J and Olofsson U. On the influence of car brake system parameters on particulate matter emissions. Wear 2018; 396–397: 67–74.
28. Wahlström J and Olofsson U. A field study of airborne particle emissions from automotive disc brakes. Proc IMechE, Part D: J Automobile Engineering 2015; 229(6): 747–757.
29. Kukutschova J, Moravec P, Tomašek V, et al. On airborne nano/micro-sized wear particles released from lowmetallic automotive brakes. Environ Pollut 2011; 159(4): 998–1006.
30. Mathissen M, Grigoratos T, Lahde T, et al. Brake wear particle emissions of a passenger car measured on a chassis dynamometer. Atmosphere 2019; 10(9): 556.
31. Nosko O, Alemani M and Olofsson U. Temperature effect on emission of airborne wear particles from car brakes. In: Proceedings of Europe's braking conference and exhibition, Dresden, Germany, 2015, p.18.
32. Perricone G, Matejka V, Alemani M, et al. A concept for reducing PM 10 emissions for car brakes by 50%. Wear 2018; 396–397: 135–145.
33. Nosko O, Alemani M and Olofsson U. Characterisation of airborne particles emitted from car brake materials. In: 6th World tribology congress, Beijing, China, 17–22 September 2017, p.5.
34. Ciudin R, Verma PC, Gialanella S, et al. Wear debris materials from brake systems: environmental and health issues. WIT Trans Ecol Environ 2014; 191: 1423–1434.
35. Alemani M, Perricone G, Olofsson U, et al. A proposed dyno bench test cycle to study particle emissions from disk brakes. In: Conference paper from Eurobrake 2014, Lille, France, 13–15 May 2014. London: FISITA.
36. Timte M. A comparison of lining output generated using AK master and FMVSS 105 simulation dynamometer procedures [Internet], <https://www.sae.org/publications/technical-papers/content/2000-01-2777/> (2000, accessed 25 août 2020).
37. Gramstat S, Cserhati A, Schroeder M, et al. Brake particle emission measurements - testing method and results. SAE Int J Engines 2017; 10(4): 1841–1846.
38. Perricone G, Alemani M, Metinović I, et al. Towards the ranking of airborne particle emissions from car brakes –a system approach. Proc IMechE, Part D: J Automobile Engineering 2017; 231(6): 781–797.
39. Demuyneck J, Bosteels D, De Paepe M, et al. Recommendations for the new WLTP cycle based on an analysis of vehicle emission measurements on NEDC and CADC. Energy Policy 2012; 49: 234–242.

40. Kukutschova' J, Roubi'c'ek V, Malachova' K, et al. Wear mechanism in automotive brake materials, wear debris and its potential environmental impact. *Wear* 2009; 267(5–8): 807–817.
41. Iijima A, Sato K, Yano K, et al. Particle size and composition distribution analysis of automotive brake abrasion dusts for the evaluation of antimony sources of airborne particulate matter. *Atmos Environ* 2007; 41(23): 4908–4919.
42. Shin J, Yim I, Kwon S-B, et al. Evaluation of temperature effects on brake wear particles using clustered heatmaps. *Environ Eng Res* 2019; 24(4): 680–689.
43. Osterle W, Bresch H, Dörfel I, et al. Surface film formation and dust generation during brake performance tests. New York, NY: The Institution of Mechanical Engineers, 2009.
44. Alemani M, Wahlström J, Matejka V, et al. Scaling effects of measuring disc brake airborne particulate matter emissions – a comparison of a pin-on-disc tribometer and an inertia dynamometer bench under dragging conditions. *Proc IMechE, Part H: J Engineering Tribology* 2018; 232(12): 1538–1547.
45. Kwak J, Kim H, Lee J, et al. Characterization of nonexhaust coarse and fine particles from on-road driving and laboratory measurements. *Sci Total Environ* 2013; 458–460: 273–282.
46. Farwick zum Hagen FH, Mathissen M, Grabiec T, et al. On-road vehicle measurements of brake wear particle emissions. *Atmos Environ* 15 2019; 217: 116943.
47. Hagino H. Feasible methodology for brake wear particles measurement and characterization. In: 45th PMP meeting, Joint Research Centre, Ispra, Italy, 7–8 November 2017, p.19.
48. Shabanian SR, Rahimi M, Shahhosseini M, et al. CFD and experimental studies on heat transfer enhancement in an air cooler equipped with different tube inserts. *Int Commun Heat Mass Transfer* 2011; 38(3): 383–390.
49. Agudelo C. PMP-45-15 LINK Design considerations for brake emission measurements. 2017.
50. Brembo S.p.A. REBRAKE: a brake test stand for particles measurement and collection. 2016.
51. Ansaloni S, Sin A and Moiso M. PMP-48-19 ITT presentation. 7–8 November 2018, Ispra, Italy.
52. Kulkarni P, Baron PA and Willeke K. *Aerosol measurement: principles, techniques, and applications*. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2011, p.904.
53. Dennis R, Samples WR, Anderson DM, et al. Isokinetic sampling probes. *Ind Eng Chem* 1957; 49(2): 294–302.
54. Wilcox JD. Isokinetic flow and sampling. *J Air Pollut Control Assoc* 1956; 5(4): 226–245.
55. Breuer M, Baytekin HT and Matida EA. Prediction of aerosol deposition in 90° bends using LES and an efficient Lagrangian tracking method. *J Aerosol Sci* 2006; 37(11): 1407–1428.
56. Sun K and Lu L. Particle flow behavior of distribution and deposition throughout 90° bends: analysis of influencing factors. *J Aerosol Sci* 2013; 65: 26–41.
57. Park SH, Kim HO, Han YT, et al. Wall loss rate of polydispersed aerosols. *Aerosol Sci Technol* 2001; 35(3): 710–717.
58. Kim DS, Park SH, Song YM, et al. Brownian coagulation of polydisperse aerosols in the transition regime. *J Aerosol Sci* 2003; 34(7): 859–868. 14 *Proc IMechE Part D: J Automobile Engineering* 00(0)

59. Sherwood T and Wei J. Interfacial phenomena in liquid extraction. *Ind Eng Chem* 1957; 49(6): 1030–1034.
60. Sulaiman M, Climent E, Hammouti A, et al. Mass transfer towards a reactive particle in a fluid flow: numerical simulations and modeling. *Chem Eng Sci* 2019; 199: 496–507.
61. Delattre P and Friedlander SK. Aerosol coagulation and diffusion in a turbulent jet. *Ind Eng Chem Fund* 1978; 17(3): 189–194.
62. Berrouk AS and Laurence D. Stochastic modelling of aerosol deposition for LES of 90° bend turbulent flow. *Int J Heat Fluid Flow* 2008; 29(4): 1010–1028.
63. Bluestein AM, Venters R, Bohl D, et al. Turbulent flow through a ducted elbow and plugged tee geometry: an experimental and numerical study. *J Fluids Eng* 2019; 141(8): 081101–081101-14.
64. Cheng YS and Wang CS. Motion of particles in bends of circular pipes. *Atmos Environ* 1981; 15(3): 301–306.
65. Cong XC, Yang GS, Qu JH, et al. A model for evaluating the particle penetration efficiency in a ninety-degree bend with a circular-cross section in laminar and turbulent flow regions. *Powder Technol* 2017; 305: 771–781.
66. Crane RI and Evans RI. Inertial deposition of particles in a bent pipe. *J Aerosol Sci* 1977; 8: 161–170.
67. Pui DYH, Romay-Novas F and Liu BYH. Experimental study of particle deposition in bends of circular cross section. *Aerosol Sci Technol* 1987; 7(3): 301–315.
68. Sun K, Lu L and Jiang H. A numerical study of bend-induced particle deposition in and behind duct bends. *Build Environ* 2012; 52: 77–87.
69. Tsai C-J and Pui DYH. Numerical study of particle deposition in bends of a circular cross-section-laminar flow regime. *Aerosol Sci Technol* 1990; 12(4): 813–831.
70. Zhang P, Roberts RM and Bernard A. Computational guidelines and an empirical model for particle deposition in curved pipes using an Eulerian-Lagrangian approach. *J Aerosol Sci* 2012; 53: 1–20.
71. Muyschondt A, McFarland AR and Anand NK. Deposition of aerosol particles in contraction fittings. *Aerosol Sci Technol* 1996; 24(3): 205–216.
72. von der Weiden S-L, Drewnick F and Borrmann S. Particle loss calculator – a new software tool for the assessment of the performance of aerosol inlet systems. *Atmos Meas Tech* 2009; 2(2): 479–494.
73. Chen Q and Ahmadi G. Deposition of particles in a turbulent pipe flow. *J Aerosol Sci* 1997; 28(5): 789–796.
74. Pozorski J. Models of turbulent flows and particle dynamics. In: Minier J-P and Pozorski J (eds) *Particles in wall-bounded turbulent flows: deposition, re-suspension and agglomeration* [Internet]. Cham: Springer International Publishing, 2017, pp.97–150.
75. Reynolds AM. A Lagrangian stochastic model for heavy particle deposition. *J Colloid Interface Sci* 1999; 15(1): 85–91.
76. Wood NB. A simple method for the calculation of turbulent deposition to smooth and rough surfaces. *J Aerosol Sci* 1981; 12(3): 275–290.
77. Bandyopadhyay PR and Balasubramanian R. Vortex Reynolds number in turbulent boundary layers. *Theor Comput Fluid Dyn* 1995; 7(2): 101–117.

78. HudmanMand Hugh MB. Large eddy simulation of turbulent pipe flow. In: Second international conference on CFD in the minerals and process industries, Melbourne, VIC, Australia, December 1999, pp.369–374. Melbourne: CSIRO Australia.
79. Liu X, Zhang Y, Wu Q, et al. Study on the key structure parameters of a gravity settling chamber based on a flow field simulation. *Eng Appl Comput Fluid Mech* 2019; 13(1): 377–395.
80. Hussein T, Hruska A, Doha'nyosova' P, et al. Deposition rates on smooth surfaces and coagulation of aerosol particles inside a test chamber. *Atmos Environ* 2009; 43(4): 905–914.
81. Hussein T, Kubincova' L, Dz'umbova' L, et al. Deposition of aerosol particles on rough surfaces inside a test chamber. *Build Environ* 2009; 44(10): 2056–2063.
82. Zhao B and Wu J. Particle deposition in indoor environments: analysis of influencing factors. *J Hazard Mater* 2007; 147(1): 439–448.
83. Van Leussen W. Aggregation of particles, settling velocity of mud flocs a review. In: Dronkers J and van Leussen W (eds) *Physical processes in estuaries*. Berlin, Heidelberg: Springer, 1988, pp.347–403.
84. Keshani S, Daud WRW, Nourouzi MM, et al. Spray drying: an overview on wall deposition, process and modeling. *J Food Eng* 2015; 146: 152–162.
85. Lai ACK. Investigation of electrostatic forces on particle deposition in a test chamber. *Indoor Built Environ* 2006; 15(2): 179–186.
86. Stelling C, Mark A, Papastavrou G, et al. Showing particles their place: deterministic colloid immobilization by gold nanomeshes. *Nanoscale* 2016; 8(30): 14556–14564.
87. Yu K-P, Lee W-MG, Peng C-J, et al. Effects of roughness, dielectric constant and electrical resistivity of wall on deposition of submicron particles driven by ionic air purifier. *J Environ Chem Eng* 2017; 5(4): 3108–3114.
88. Pratsinis SE and Kim K-S. Particle coagulation, diffusion and thermophoresis in laminar tube flows. *J Aerosol Sci* 1989; 20(1): 101–111.
89. Walsh JK, Weimer AW and Hrenya CM. Thermophoretic deposition of aerosol particles in laminar tube flow with mixed convection. *J Aerosol Sci* 2006; 37(6): 715–734.
90. Wahlstro · m J, Lyu Y, Matjeka V, et al. A pin-on-disc tribometer study of disc brake contact pairs with respect to wear and airborne particle emissions. *Wear* 2017; 384–385: 124–130.
91. Wilson JC and Liu BYH. Aerodynamic particle size measurement by laser-Doppler velocimetry. *J Aerosol Sci* 1980; 11(2): 139–150.
92. Hergert W and Wriedt T. *The Mie theory: basics and applications*. Berlin, Heidelberg: Springer, 2012, p.268.
93. Keskinen J, Pietarinen K and Lehtima · · kiM. Electrical low pressure impactor. *J Aerosol Sci* 1992; 23(4): 353–360.
94. Marjama · · ki M, Keskinen J, Chen D-R, et al. Performance evaluation of the electrical low-pressure impactor (ELPI). *J Aerosol Sci* 2000; 31(2): 249–261.
95. Wang SC and Flagan RC. Scanning electrical mobility spectrometer. *Aerosol Sci Technol* 1990; 13(2): 230–240.
96. Price HD, Stahlmecke B, Arthur R, et al. Comparison of instruments for particle number size distribution measurements in air quality monitoring. *J Aerosol Sci* 2014; 76: 48–55.
97. Peters TM, Ott D and O'Shaughnessy PT. Comparison of the Grimm 1.108 and 1.109 portable aerosol spectrometer to the TSI 3321 aerodynamic particle sizer for dry particles. *Ann Occup Hyg* 2006; 50(8): 843–850. Philippe et al. 15

98. Tuch TH, Mirme A, Tamm E, et al. Comparison of two particle-size spectrometers for ambient aerosol measurements. *Atmos Environ* 2000; 34(1): 139–149.
99. Stober W. A note on the aerodynamic diameter and the mobility of non-spherical aerosol particles. *J Aerosol Sci* 1971; 2(4): 453–456.
100. Thomas D, Charvet A, Bardin-Monnier N, et al. *Aerosol filtration*. Oxford: Elsevier, ISTE Press, 2016, p.228.
101. Sanders PG, Xu N, Dalka TM, et al. Airborne brake wear debris: size distributions, composition, and a comparison of dynamometer and vehicle tests. *Environ Sci Technol* 2003; 37(18): 4060–4069.

3. Adaptation d'un banc pion-disque à la mesure de particules issues du frottement de matériaux

Un banc pion-disque est un banc expérimental répandu dans les laboratoires de tribologie. Les tests pion-disque sont largement décrits dans la littérature, et donnent accès notamment aux variations de coefficient de frottement [1]. Dans notre cas, un pion instrumenté est mis en contact avec un disque en rotation en vue de simuler un freinage. D'autres variantes de tribomètres pion-disque utilisant une plaquette de disque sont également décrites dans la littérature [2].

Le pion-disque étudié est un tribomètre conçu et fabriqué par le CETIM (voir Figure 3.1) initialement pour simuler le frottement des pièces segment/chemise de compresseurs à sec. Le tribomètre pion-disque a été utilisé précédemment dans des tests d'usure comme les guide-fils de machines pour le textile, le frein automobile et ferroviaire, les rotules de tramways, la cage de roulements à billes et les vis à rouleaux aéronautiques, le caténaire/pantographe du TGV (Trains à Grande Vitesse), les fourchettes de boîte à vitesse. Il permet également de réaliser des essais bille/disque selon la norme ASTM G99 avec des accessoires [3,4]. Le disque est entraîné par un moteur électrique fixé sur un bloc avec des amortisseurs. Pour mémoire, le contact palet en carbone / anneau en cuivre est susceptible de provoquer des émissions de particules qui peuvent perturber les mesures d'aérosol. Ce bloc est indépendant de l'ensemble sur lequel se fixe la broche, ce qui évite la transmission des vibrations du moteur sur la partie contact pion-disque. La transmission du couple est réalisée par une courroie tissée et imprégnée d'élastomère qui ne laisse pas passer les vibrations à hautes fréquences. La broche est supportée par deux roulements obliques à rouleaux afin d'avoir une raideur élevée et un frottement faible. La mise en charge est réalisée par un système de masses comme sur de nombreux tribomètres de ce type. La particularité est que la charge est appliquée dans le sens horizontal via une poulie et un parallélogramme en lames d'acier très minces, ce qui permet d'appliquer des charges très faibles. Un autre avantage du système horizontal est la possibilité de modifier la masse du support sans changer la charge appliquée, ce qui est très intéressant pour l'étude de vibrations et bruits générés par le frottement. Il est possible ainsi de piloter la vitesse de mise en charge, la durée et le nombre de cycles. La charge peut être réglée à une valeur allant de 1 à 30 N [1].

Quant à la vitesse de glissement, elle peut varier de 3 m/s à 125 m/s selon les deux paramètres suivants :

- la vitesse angulaire du disque pouvant aller de 500 à 6000 rotations par minute ;
- la distance du contact au centre de rotation qui est comprise entre 5 et 20 cm, selon le disque utilisé.

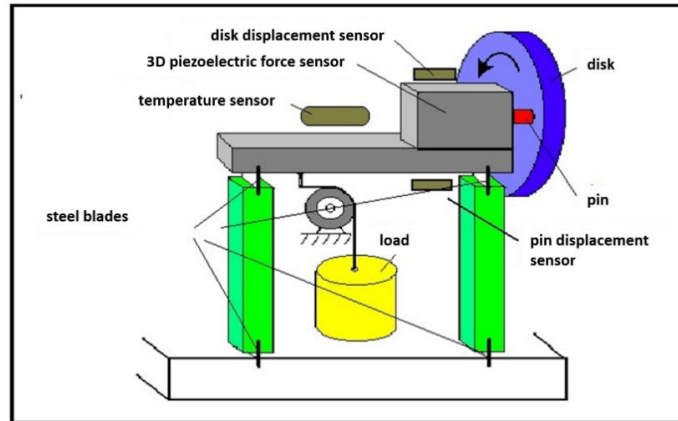


Figure 3. 1 : Schéma du pion-disque

Le banc pion-disque du CETIM est placé sur un marbre à plus d'un mètre de hauteur. Cela permet de faciliter la maintenance et les manipulations du banc (voir Figure 3.2). Le banc est situé au centre d'une pièce d'environ 7 m². L'acquisition des données tribologiques est effectuée sur un ordinateur dans une pièce contigüe. L'air de la pièce où se trouve le banc n'est pas filtré. Les concentrations de particules d'aérosols (de 10 nm à 1000 nm) de la pièce ont été mesurées autour de 8000 à 10000 #/ cm³.

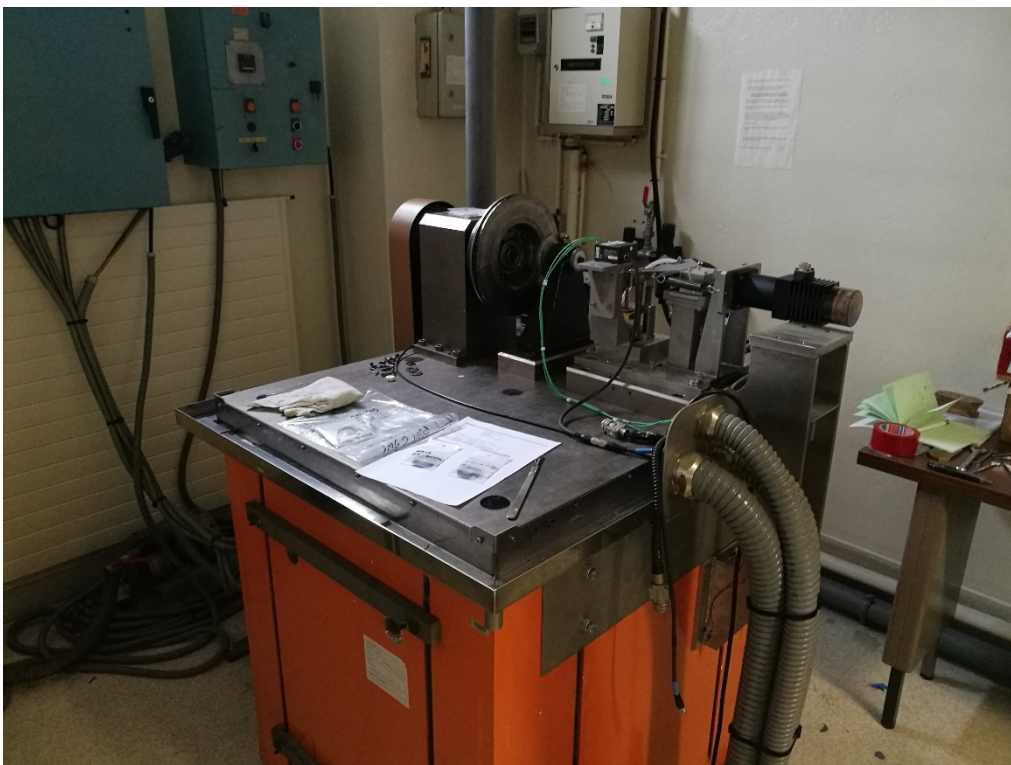


Figure 3. 2 : Photographie du pion-disque du CETIM

Afin d'étudier les particules de freinage, le banc du CETIM doit être modifié. Les études sur banc pion-disque sont moins coûteuses que les études sur banc dynamométrique, notamment grâce à l'investissement moindre demandé. La littérature ne référence qu'un seul pion-disque

adapté à la mesure de particules de freinage [2]. Toutes les autres études sont menées sur banc dynamométrique à inertie. Le moyen expérimental pion-disque décrit dans la littérature est peu adapté à l'échantillonnage des particules et la représentativité des essais est questionable. Les émissions observées sur ce dispositif sont d'ailleurs très différentes de celles observées dans les études des autres laboratoires (voir partie 2). Du fait des surfaces de frottement moindres développées sur pion-disque, les résultats des mesures attendues sont éloignés des émissions réelles bien que corrélés à ceux-ci. A ce jour, aucun résultat donnant le nombre de particules émises par kilomètre pour un système de freinage n'a été obtenu sur ce banc. Le questionnement scientifique repose sur la possibilité d'obtenir des résultats comparables aux essais sur banc à inertie déjà existants. Pour rappel, les études menées sur les différents bancs à inertie ne sont, elles-mêmes, pas toutes comparables (voir partie 2). Dans un premier temps, le but principal est de définir un banc pion-disque sur lequel la mesure de l'émission propre d'un freinage est possible, contrairement à ce qui est déjà décrit dans la littérature.

Les différentes réflexions et points d'attention mentionnés dans la deuxième section ont donc été appliqués dans cette partie afin de définir le cahier des charges de cette adaptation. Le besoin d'adaptation est défini selon quatre axes. Le premier besoin est de mesurer uniquement les particules de freinage avec un taux de contamination faible par des particules non directement issues du test. Les émissions préalablement estimées étant faibles comparées aux niveaux de concentrations particulières de la pièce, un travail d'isolation et de filtration est nécessaire.

Le deuxième besoin concerne l'échantillonnage et le transport des particules. Dans le cas d'une émission diffuse comme celle d'une émission de freinage, il est nécessaire de canaliser l'émission afin de l'acheminer vers l'instrumentation. L'acheminement des particules a donc été réfléchi afin de garder une représentativité de l'aérosol généré et de limiter les pertes lors du transport [5]–[11].

Le troisième besoin requiert la mesure des paramètres expérimentaux. En effet, la mesure du débit d'air est essentielle pour contrôler le transport des particules. La mesure des conditions expérimentales s'étend au contrôle de la température et de l'humidité, qui ont montré leur influence sur le freinage et le comportement des aérosols en général [12]–[15].

Enfin, le quatrième axe relève de l'exécution des expériences et de l'ergonomie du dispositif dans l'enceinte du CETIM. Un suivi de la pression atmosphérique devra être réalisé pour assurer le bon fonctionnement et la sûreté du moyen expérimental.

Le cahier des charges établi afin d'exprimer les pré-requis de l'adaptation se divise en deux parties. La première concerne le montage expérimental suivant un schéma de principe, et la deuxième décrit les besoins précis suivants les quatre axes sus-mentionnés.

- Comment mesurer une émission issue d'un frottement sur pion-disque, sachant la faible émissivité et la pollution aérosol importante de la pièce peut nuire à la qualité de la caractérisation des particules émises ?
- Comment échantillonner/prélever l'aérosol ?
- Quels paramètres environnementaux faut-il contrôler ?

Le nouveau moyen expérimental ainsi développé est ensuite qualifié selon sa capacité à établir un environnement confiné avec un air filtré. La mesure des conditions expérimentales est étudiée et discutée pour déterminer leur conformité avec le cahier des charges. Les différents

axes de réflexions et choix réalisés sont ensuite réexaminés grâce aux nouvelles données expérimentales, et leur pertinence critiquée.

3.1. Cahier des charges

3.1.1. Montage expérimental

Afin de décrire le montage expérimental souhaité, un schéma de principe a été établi ainsi :

- 1 : une pompe volumétrique en début de circuit propulse l'air de la pièce à l'intérieur du circuit. Le moteur de la pompe, et donc le débit sortant, est asservi par une mesure continue d'un débit.
- 2 : Un régulateur manuel du débit placé directement après la pompe volumétrique permet de régler plus finement le débit.
- 3 : Un caisson de filtration composé d'un filtre grossier F7 et d'un filtre HEPA 13 assure la purification de l'air.
- 4 : L'air filtré est amené jusqu'à une chambre étanche dimensionnée pour contenir le banc pion-disque.
- 5 : Les particules d'aérosols émises par le frottement pion-disque sont ensuite acheminées dans un conduit de prélèvement. Ce conduit est dimensionné afin de permettre l'établissement d'un flux dans lequel les conditions de prélèvement seront optimales (voire partie 2). Ce conduit permet notamment l'établissement d'un écoulement laminaire et stationnaire.
- 6 : Une partie de l'air du conduit est prélevée et amenée jusqu'aux instruments de mesure. Une pompe d'échantillonnage complète le débit des appareils de mesure afin d'assurer l'établissement de l'isocinétisme de l'échantillonnage.
- 7 : Le reste du flux d'air est amené dans un nouveau système de filtration, identique au premier. Celui-ci limite les rejets de particules au sein de la pièce où se trouve le moyen expérimental.

Les conditions environnementales sont également mesurées :

- Trois capteurs de pression sont placés le long du circuit afin de suivre l'évolution de la pression, et de contrôler la présence éventuelle d'anomalie. Ces capteurs sont placés avant le premier caisson de filtration, dans la chambre et avant le dernier caisson de filtration.
- Une mesure du débit est effectuée après prélèvement et permet d'ajuster le potentiomètre de la pompe volumétrique.
- Deux capteurs de température sont intégrés le long du circuit afin de mesurer l'évolution de celle-ci au cours des essais. Les thermomètres sont donc placés avant la chambre et après le prélèvement.
- Un capteur d'hygrométrie mesure le pourcentage d'humidité à l'intérieur de la chambre.
- Un capteur de pression différentiel mesure la perte de charge provoquée par le premier système de filtration. Il suit ainsi l'évolution de son encrassement.

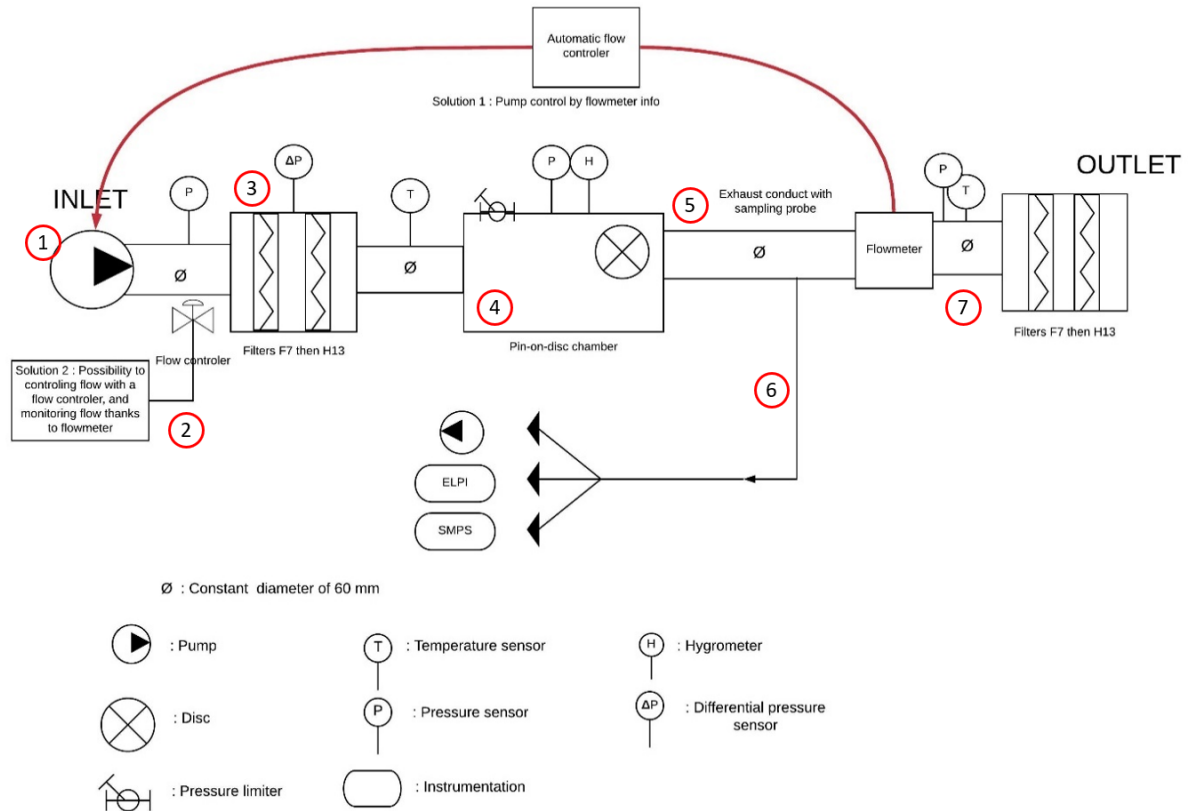


Figure 3. 3 : Schéma de principe de l'adaptation du banc pion-disque du CETIM

3.1.2. Confinement du banc

L'aérosol mesuré doit être exclusivement composé des particules émises lors du freinage. Il est donc important de confiner le banc générateur de particules dans un air filtré des particules extérieures. La conception d'un circuit d'air filtré et d'une chambre étanche est la solution la plus communément utilisée (voire partie 2). Afin d'isoler les particules de freinage, les exigences suivantes ont été établies :

- L'air de la pièce où se trouve le banc doit être filtré puis injecté dans une chambre contenant le pion disque. La purification de l'air est réalisée grâce à un filtre HEPA 13. La littérature recense l'utilisation de filtres HEPA 13 et HEPA 14 [17,18]. Le filtre HEPA 13 a une rétention minimale de 99.95% alors que celle du filtre HEPA 14 atteint 99.995% [18]. L'efficacité supérieure du filtre HEPA 14 se traduit notamment par une perte de charge plus importante. Une perte de charge trop élevée pourrait alors entraver la circulation d'air et par conséquent gêner le bon déroulement des essais. En conséquence, l'utilisation d'un filtre HEPA 13, bien que moins performant, est privilégiée afin de garantir la mesure. Les filtres HEPA 13 ont une grande capacité de filtration qui va de pair avec leur rapidité d'encrassement, et un prix d'acquisition élevé. Par conséquent, les filtres HEPA 13 représentent des consommables indispensables et coûteux. Afin de retarder le colmatage du filtre HEPA 13, une première filtration de l'air a lieu avec un filtre F7, moins coûteux. Le filtre F7 a une rétention minimale comprise entre 80 et 90 % des particules de 0.4 μm , et permet donc de prolonger considérablement l'espérance de vie du filtre HEPA 13.

- Le banc pion-disque doit être isolé de l'extérieur. Ainsi, une chambre étanche est dimensionnée afin de contenir le banc. Le moteur du pion-disque pouvant être générateur d'émission, il est essentiel de l'exclure de la chambre.
- Pour rappel, la pression statique représente la pression qu'un fluide à l'arrêt exerce dans toutes les directions, sur les parois de la chambre par exemple [19]. Elle peut être positive (surpression) ou négative (dépression). Elle est à différencier de la pression dynamique générée par le mouvement de l'air dans un conduit. Celle-ci est toujours positive et représente l'énergie cinétique du fluide [19]. La somme des pressions statique et dynamique est la pression totale. Afin de limiter l'entrée d'air non-filtré dans la chambre, une pression statique positive (suppression) est nécessaire dans la chambre. La différence de pression entre les deux environnements se traduira effectivement par un flux d'air de la chambre vers l'extérieur. Ainsi, même en cas de fuite, l'air de la chambre ne sera pas contaminé. Afin d'établir une surpression dans la chambre, la pompe volumétrique alimentant le flux d'air est placée en amont du circuit. Dans ces conditions, l'étanchéité parfaite du moyen d'essai n'est pas requise. La différence de pression entre les environnements extérieur et intérieur se rééquilibre grâce aux interfaces d'échanges, les fuites. Plus l'interface d'échange est importante, plus l'équilibre est atteint rapidement. Dans le cas d'un équilibre des pressions, les flux d'air peuvent entrer et sortir de la chambre. Il est donc nécessaire de limiter ces fuites pour que l'équilibre entre les deux environnements ne soit pas atteint. Aucun taux de fuite n'est défini ; seul un taux de contamination de l'environnement est employé.
- Le taux de contamination de l'environnement est ici défini par le rapport du bruit de fond sur le signal total, déterminé lors des mesures. Il a été arbitrairement fixé à 5 % du signal afin de garantir une mesure exploitable, sans imposer de contrainte de pureté de l'air trop importante. Pour rappel, les niveaux d'émissions étaient inconnus à ce stade de l'étude. Une estimation des niveaux d'émission se base sur la surface des pions utilisés au CETIM pour les études de freinage ; ceux-ci ont un diamètre de 4,65 mm. La surface de ces pions étant de l'ordre du centième de la surface de frottement développée par deux plaquettes de frein, il est estimé que l'émission associée au frottement est 100 fois plus faible. Ainsi, un freinage sur banc dynamométrique, émettant une concentration de $5.0 \cdot 10^4 \text{ \#/cm}^3$, émettrait 500 \#/cm^3 sur pion disque (à vitesse de glissement et pression de contact équivalente). Une valeur maximale de bruit de fond de 25 \#/cm^3 est donc retenue.

3.1.3. Transport des particules

Une autre exigence du banc est de transporter les particules générées par le frottement jusqu'aux instruments de mesure. La méthode la plus utilisée décrit une entrée d'air filtré dans une chambre où a lieu la génération de particules, et une sortie de l'air chargé de particules dans un conduit d'extraction. Une partie du flux d'air contenu dans le conduit d'extraction est ensuite prélevée et transportée jusqu'aux instruments de mesures (voir partie 2). Plusieurs axes de réflexion ont été étudiés et définis afin d'établir le cahier des charges :

- la littérature montre que les débits utilisés sur banc pion-disque sont inférieurs à ceux sur bancs dynamométriques (voir partie 2). Les conditions de dissipation thermique sur banc dynamométrique à inertie obligent effectivement à l'utilisation d'un débit d'air important pour refroidir le système. L'énergie thermique dégagée par une expérience sur pion-disque est bien moindre, et ne nécessite donc pas de refroidissement par air. Le choix du débit sur banc de mesure pion-disque est donc libre. Un débit faible de $5 \text{ m}^3/\text{h}$ a été choisi afin de maximiser les concentrations de particules mesurées et

d'anticiper les faibles émissions attendues. L'utilisation d'un faible débit permet effectivement de réduire les effets de dilution de l'aérosol dans l'air. Ce débit d'air pourra par ailleurs permettre d'établir un régime laminaire stationnaire au niveau du prélèvement, selon les dimensions du conduit d'extraction choisies. Pour rappel, il n'y a pas de consensus sur l'intérêt d'échantillonner en régime laminaire ou turbulent. Le régime laminaire assure néanmoins l'établissement d'un flux d'air aux vecteurs de directions identiques. Ce critère est notamment essentiel dans la réalisation d'un prélèvement isocinétique (voir partie 2). Enfin, l'expérience exige une filtration de l'air de la chambre avant chaque expérience. La possibilité d'utiliser un débit élevé pour purger rapidement l'air de la chambre améliorerait le confort de manipulation. Une pompe volumétrique permettant l'établissement de flux d'air de 5 m³/h à 30 m³/h est donc requise.

- Une chambre d'environ 80 cm de long, 50 cm de large et 50 cm de haut peut contenir le banc en excluant son moteur. Cela correspond à un volume d'environ 0.2 m³. Avec un débit de 5 m³/h, l'air de la chambre est renouvelé 25 fois par heure, soit une fois toutes les 2 minutes et 24 secondes. Le comportement des particules au sein de la chambre est imprévisible [5], [20]. Un renouvellement de l'air toutes les 2 minutes, induit de fortes incertitudes sur les pertes qu'il est nécessaire de limiter. Il est ainsi préférable de minimiser l'espace entre l'entrée et la sortie d'air, et de les positionner au plus près du contact pion/disque. Afin de minimiser le temps de séjour des particules au sein de la chambre, la sortie par le conduit d'extraction est proche du contact pion/disque, pour capter les particules dès leur émission.
- Le conduit d'extraction est un point clef du moyen expérimental. Le premier point d'attention est porté sur l'établissement d'un flux stationnaire et laminaire. Selon la formule de calcul du nombre de Reynolds développée dans la partie 2, avec un débit de 5 m³/h, le nombre de Reynolds est inférieur à 2000 (régime laminaire) lorsque le diamètre du conduit est supérieur à 60 mm (Re = 1877). Par ailleurs, l'espace disponible entre le contact pion-disque et le mur est d'environ 1 mètre. Idéalement, les vecteurs des lignes de courant et d'écoulement du flux sont voulus parallèles lors du prélèvement. Afin que ces vecteurs ne soient pas trop impactés par les éléments en amont et en aval du circuit d'air, la position de la sonde de prélèvement a été placée après 60 cm de transport dans le conduit.
- Un prélèvement isocinétique permet l'échantillonnage représentatif d'un aérosol [21]. En conservant la cinétique du flux d'air, le prélèvement des particules n'est pas influencé par leur inertie (voir partie 2). L'adéquation entre les vecteurs vitesse du flux extérieur prélevé et du prélèvement résulte en un échantillonnage isocinétique. Afin d'effectuer un prélèvement isocinétique, le diamètre de la sonde de prélèvement a été déterminé afin de permettre une flexibilité des expériences et de l'instrumentation tout en gardant le caractère isocinétique du prélèvement. Le principe de fonctionnement de l'échantillonnage voulu est le suivant :
 - l'instrumentation utilise un débit fixe; par exemple l'ELPI analyse 10 litres d'air par minutes (L/min), et le CNC 3007, 1,2 L/min. Une fois l'instrumentation choisie, un débit total d'analyse est déterminé. Dans le cas d'une expérience, avec un ELPI et un CNC 3007, le débit total d'analyse est de 11,2 L/min, soit 0,672 m³/h. Ce débit est réparti entre les instruments grâce à un répartiteur de débit. Ce débit d'analyse représente 13,4 % du débit total de l'expérience.
 - Afin d'assurer la flexibilité de l'expérience, une pompe d'échantillonnage est ajoutée au système. Le débit aspiré par la pompe est variable et permet de

compléter le débit total de l'analyse jusqu'à la valeur du débit prélevé dans le conduit d'extraction. L'aspiration de la pompe est réglée par une vanne et le débit aspiré suivi avec un débitmètre. Le débit prélevé dans le conduit d'extraction a donc été arbitrairement défini selon les capacités de la pompe d'échantillonnage disponible. Ainsi, un débit équivalent à 17,4 % du débit total est prélevé. Pour un prélèvement isocinétique dans un conduit de 60 mm de diamètre, le diamètre de la sonde d'échantillonnage doit être de 25 mm. Ce choix du diamètre et du principe de fonctionnement permet d'utiliser différentes combinaisons d'instruments de mesure, ainsi que différents débits totaux de circulation d'air.

- Afin de maximiser le nombre de particules mesurées par les instruments de mesure, une étude du transport des pertes a été réalisée. Premièrement, le conduit d'extraction est en inox afin de limiter les pertes (voir partie 2). Par ailleurs, la géométrie du prélèvement a également été étudiée selon l'état de l'art effectué, afin de limiter les pertes. Notamment, le ratio rayon de courbure/rayon de la sonde est voulu de 182 : 12,5. Ce rayon de courbure élevé assure une redirection du flux en limitant les pertes inertielles [5]. Le logiciel *Particle Loss Calculator*, Max-Planck Society, permet une estimation des pertes lors du transport. Selon les caractéristiques de l'aérosol et de la géométrie du système, il permet de calculer les pertes par diffusion, par sédimentation, par dépôt inertiel de turbulence, de courbure et de contraction.
- L'exemple présenté en figure 3.5, illustre le transport de particules jusqu'à un ELPI avec un débit de 5 m³/h. La gamme de mesure de l'ELPI est de 7 nm jusqu'à 10 µm en diamètre aérodynamique. La gamme de l'ELPI a été jugé pertinente car la littérature rapporte essentiellement des distributions micrométriques (voir partie 2). Les pertes par sédimentation et par inertie sont donc la cause principale de perte des particules de cette taille. Afin de calculer les pertes lors du transport, la géométrie des tubes menant à l'ELPI a été renseignée dans le logiciel. Cela implique le débit d'air, le diamètre des tubes, l'angle de courbure, le changement de diamètre et l'inclinaison du tube. Alors que les caractéristiques du fluide sont données dans le Tableau 3.4.A, le parcours de l'aérosol est résumé dans le Tableau 3.4.b. On y retrouve :
 - Le conduit d'extraction en étape n°1
 - La sonde de prélèvement en étapes 2 et 3
 - Un changement de diamètre en étape 4
 - Le diviseur de flux en étape 5
 - Le dernier tube entre le diviseur de flux et l'ELPI en étapes 6 et 7

Particle Loss Calculator

Max Planck Institute for Chemistry - Particle Chemistry Department
Sarah-Lena von der Weiden-Reinmüller (2009)

Parameters of the Sampling:

 Account for Sampling Effects
 Sampling Orientation: Horizontal Sampling
 Aspiration Angle, °: 0
 Orifice Diameter, mm: 60
 Flow Rate, l/min: 83.33
 Wind Velocity, m/s: 0.59

Aerosol Parameters:

 Particle Density, kg/m³: 1000
 Shape Factor: 1

Parameters of the Tubing:

 Number of Tube Sections: 7

Output Parameters:

 Output: Particle Loss (Whole Inlet)
 Logarithmic Scale, X-Axis (dp)
 Logarithmic Scale, Y-Axis
 Grid, X-Axis: Major Only
 Grid, Y-Axis: Major Only

Particle Loss Mechanisms:

 Diffusion Sedimentation
 Turbulent Inertial Deposition
 Inertial Deposition - Bend
 Inertial Deposition - Contraction
 Laminar Flow in Transition Regime

Array of Curves:

 Array of Curves
 Variable: Flow Rate
 from: 100 steps: 3
 to: 200

Tableau 3. 4.a : Caractéristiques de l'aérosol choisi (diamètre aérodynamique dans un air en conditions atmosphériques)

No	Flow Rate, l/min	Tube Length, m	Tube Diameter A, mm	Tube Diameter B, mm	Angle of Inclination, °	Angle of Curvature, °
1	83.33	0.6	60	60	0	0
2	14.5	0.1	25	25	0	0
3	14.5	0.11	25	25	0	16.7
4	14.5	0.03	25	9.5	16.7	16.7
5	14.5	0.4	9.5	6.35	33.4	16.7
6	10	0.05	6.35	6.35	50	16.7
7	10	0.3	6.35	6.35	90	40

Tableau 3. 4.b : Parcours de l'aérosol

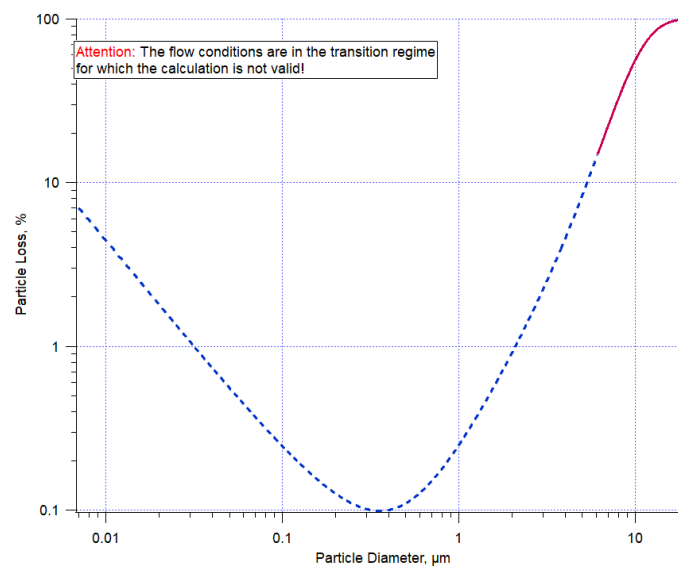


Figure 3. 5 : Estimation des pertes selon le diamètre des particules, dans les conditions des tableaux 3.4

Ainsi, la figure 3.5 montre que les particules supermicroniques sont sujettes aux pertes. Il est même estimé que près de 70 % des particules de 10 μm n'atteignent pas l'ELPI. Il est à noter que les distributions des particules de freinage décrites dans la littérature sont micrométriques, et ne sont donc que peu impactées par les pertes lors du transport. Ainsi moins de 10 % sur la totalité de l'aérosol transporté serait affecté par ces pertes. Les particules dont le diamètre aérodynamique est compris entre 0.3 et 0.4 μm sont le moins touchées par les pertes de transport. Cette observation est largement documentée dans la littérature ; l'efficacité des filtres est d'ailleurs qualifiée selon leur capacité à retenir cette gamme de particules [18]. Les estimations peuvent être affectées par les conditions de transports simulées proches du régime transitoire laminaire-turbulent.

3.1.4. Mesure des paramètres expérimentaux

La mesure des paramètres expérimentaux est importante pour s'assurer de la répétabilité des essais effectués. La littérature rapporte que les paramètres environnementaux comme l'humidité, la température ou le débit peuvent effectivement influencer la génération de particules de freinage ou le comportement des aérosols [12], [15]. Les facteurs suivants doivent être mesurés au cours des expériences : le débit, la température, l'hygrométrie et la pression.

La mesure du débit est essentielle au bon déroulement de l'expérience. Comme précédemment précisé dans la partie 3.1.3, le transport des particules et les pertes associées dépendent du débit. La mesure du débit permet de rester dans les conditions prévues initialement. Par ailleurs, ce facteur fait l'objet d'une étude paramétrique puisqu'ajustable par variation du moteur de la pompe volumétrique. Ainsi, la valeur du débit initialement fixée à 5 m^3/h est ultérieurement réévaluée selon les mesures.

Les mesures de la température et de l'hygrométrie sont réalisées afin de s'assurer que les conditions de l'essai sont proches des conditions réelles de conduite automobile. Le groupe de travail UNECE PMP a informellement défini que le refroidissement des bancs dynamométriques devait être effectué avec un air à $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ et à $50\% \pm 5\%$ de degré d'humidité [22]. Ces requis sont également choisis pour ce nouveau protocole. La température et l'hygrométrie du système sont voulus constants lors des différents essais pour limiter leur influence sur les essais.

Les filtres HEPA 13 retiennent une partie de l'humidité de l'air filtré [18], il est donc important de faire un suivi de l'hygrométrie. De même, le freinage simulé, et la proximité des moteurs du banc et de la pompe volumétrique peuvent être une source de chaleur. La vérification de ces paramètres devra donc être systématique, avant chaque essai.

Le contrôle de la température aura lieu en deux points : l'un avant la chambre, et l'autre après la chambre. Cela permettra de vérifier si l'énergie thermique dissipée par le frottement est faible, comme prévu.

La mesure de la pression statique doit être réalisée afin de suivre l'évolution du flux, et de contrôler la présence éventuelle d'anomalie. Le paramètre de pression est voulu constant lors des différents essais pour limiter son éventuelle influence. La mesure de la pression statique est donc réalisée tout au long du circuit, avant le premier caisson de filtration, dans la chambre et après le système de prélèvement. Il est attendu que les pressions observées soient décroissantes au fur et à mesure du circuit et de l'avancement de la perte de charge globale. La perte de charge globale est estimée par calcul, à 60 Pa avec un débit de 5 m³/h et 121 Pa avec un débit de 15 m³/h. Les filtres sont choisis sont accompagnés d'une courbe de correspondance débits/perte de charge. Les débits utilisés lors des études étant faibles, les estimations sont réalisées en dehors des gammes de correspondance.. Une surestimation a donc été privilégiée afin de bien dimensionner la pompe volumétrique. Le constructeur du banc a également estimé la perte de charge globale et trouvé une valeur au-dessus de 500 Pa. Les pressions statiques devront toutes être supérieures à la pression atmosphérique. Si une pression est observée égale ou en dessous de la pression extérieure, alors un travail pour réduire les fuites devra être réalisé.

Par ailleurs, l'encrassement du premier caisson de filtration pourra être suivi grâce à la mesure différentielle de la pression. Le parcours de l'air à travers les filtres est rendu plus difficile au fur et à mesure de leur encrassement croissant. Une augmentation de la perte de charge (pression différentielle) est ainsi observée. Une valeur limite de perte de charge est indiquée par le constructeur, lorsqu'elle est atteinte, le filtre doit être remplacé.

3.1.5. Requis de l'enceinte du CETIM

Les derniers besoins définis par le cahier des charges relèvent de l'ergonomie et de la sécurité du moyen expérimental. On liste donc :

- la présence d'un limiteur de pression. Bien que la surpression attendue ne dépasse pas 100 Pa (addition des pertes de charges tout au long du circuit), une légère surpression est maintenue à l'intérieur du circuit, il faut donc s'assurer que celle-ci n'endommage pas le matériel.
- La présence d'une ouverture à côté du contact afin de changer les pièces sans enlever la chambre.
- La présence d'un caisson de filtration en fin de circuit afin de limiter les rejets de particules au sein de la pièce.
- La présence de passes-câbles. La position du banc peut être réglée grâce à un système de coussin d'air ; l'arrivée d'air sous le système doit donc toujours être possible. Par ailleurs, la mesure des données tribologiques est déportée sur un ordinateur dans une pièce contigüe. Un autre système passe-câble doit donc être implémenté. Le nombre de passe-câble voulu à cet effet étant de 5 minimum, un système de mousse pelable ROXTEC a été préliminairement choisi.

3.2. Qualification et critique de l'adaptation

L'adaptation du banc pion-disque à la mesure de particules issues du freinage a eu lieu en septembre 2019 (voir Figures 3.6.a, 3.6.b et 3.7). Les différents capteurs ont été calibrés et leurs signaux sont centralisés sur un ordinateur distant. Un panneau de contrôle listant en direct les données tribologiques et les données environnementales de la chambre est élaboré (voir Figure 3.8). Avant de commencer la mesure de particules de freinage, il est nécessaire de vérifier si tous les points du cahier des charges ont été respectés. La qualification de l'adaptation est également un moyen de modifier les différents choix, en rationalisant leur impact réel. L'importance et la pertinence des différents axes de réflexions utilisés lors de la création du cahier des charges pourront être requalifiées grâce aux nouvelles données expérimentales.



Figure 3. 6. a : Photographie du banc pion-disque adapté :
(1) : Le premier caisson de filtration
(2) : La chambre du pion-disque
(3) Panneau de mesure regroupant les différents signaux électriques

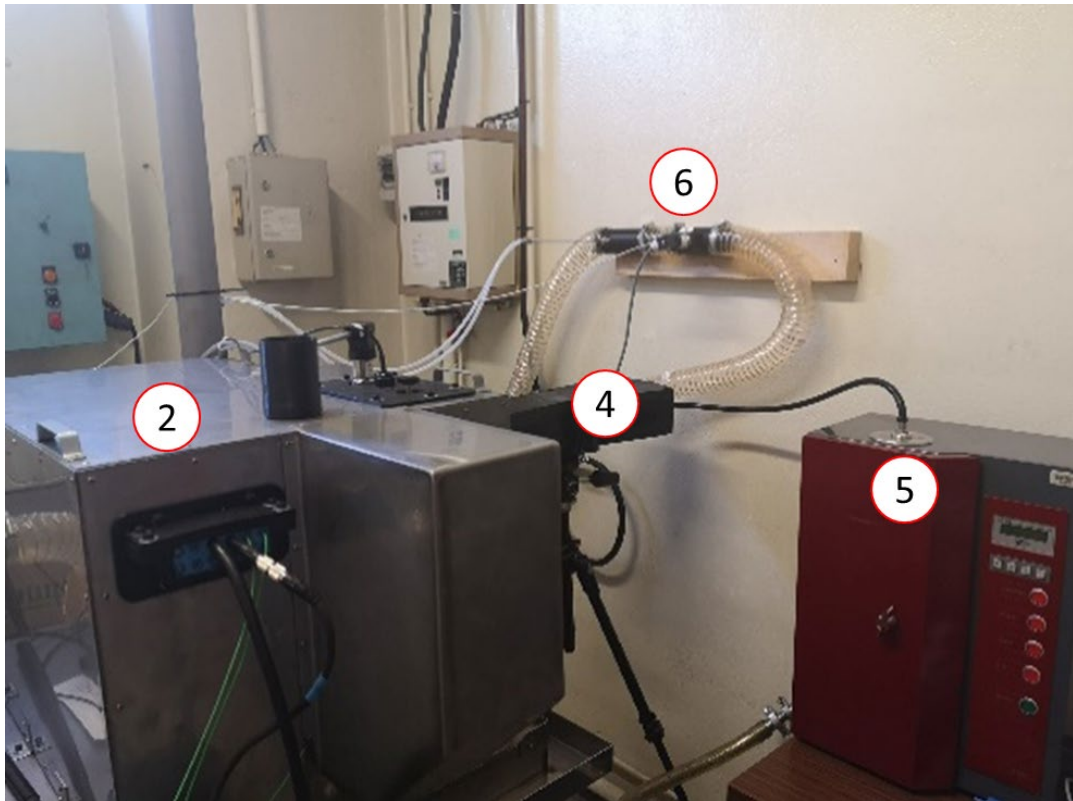


Figure 3. 6. a : Photographies du banc pion-disque adapté :
 (2) : Chambre du pion-disque
 (4) : Conduit d'extraction avec sonde d'échantillonnage
 (5) : DEKATI ELPI
 (6) : Mesure de la vitesse et de la température de l'air

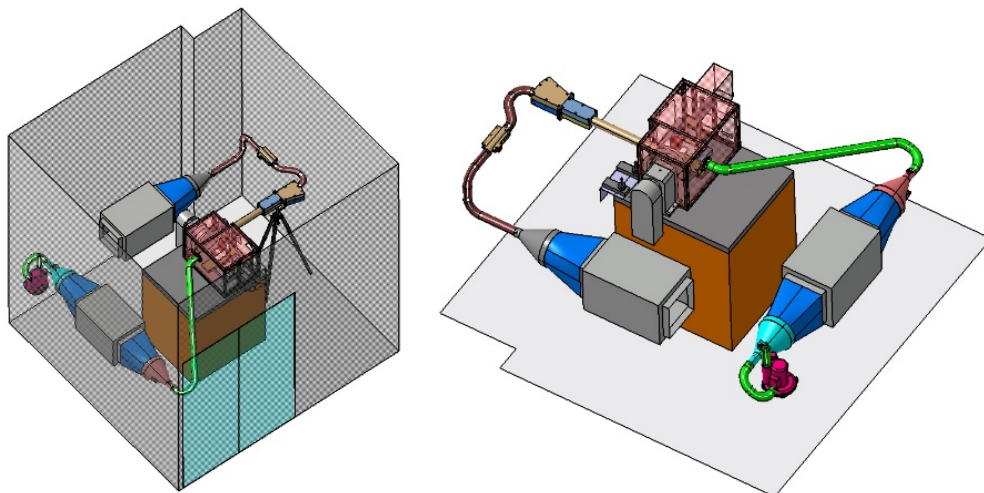


Figure 3. 7 : Images CAO du banc -la position de la pompe a été inversée pour faciliter la circulation des personnes dans la pièce

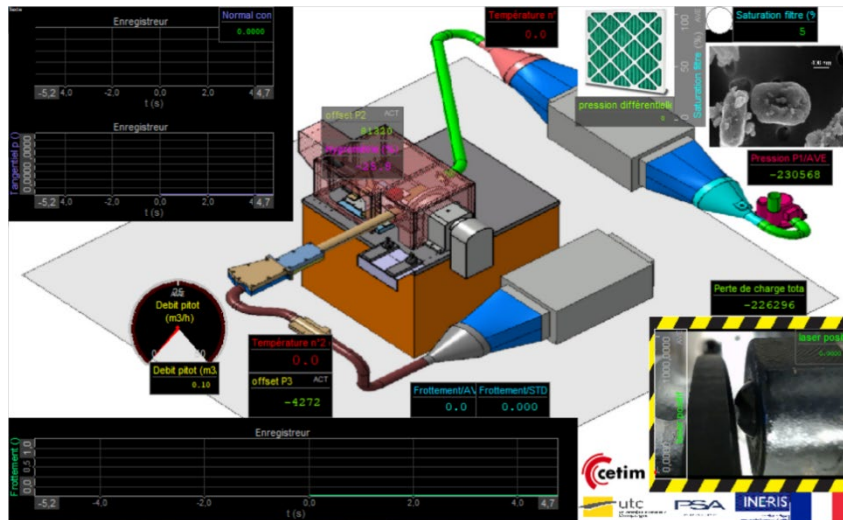


Figure 3. 8 : Panneau de contrôle des mesures (aucun enregistrement ici)

3.2.1. Mesure des particules de freinage

L'axe de réflexion central de l'adaptation du banc vise la mesure des particules émises par le frottement. En premier lieu, un nettoyage des surfaces de la chambre et du banc est opéré en vue de limiter les éventuelles pollutions. La chambre est apposée sur le banc et les différents éléments sont scellés ou vissés pour assurer l'isolation du système. Après connexion des différents composants du système selon le schéma de principe, le débit maximal mesuré à 42 m³/h par la sonde Pitot est établi afin de purger l'air de la chambre. Un débit de 5 m³/h lu sur la sonde Pitot est ensuite établi. La concentration en particules est mesurée au CNC 3007.

Une première mesure sans rotation du disque est réalisée à l'intérieur de la chambre. Une concentration moyenne de 0 #/ cm³ est mesurée par CNC 3007, alors que la concentration particulaire à l'extérieur de la chambre est mesurée à près de 1.0.10⁴ #/cm³. Cette mesure moyenne de 0 #/ cm³ est répétée quelque soit le débit dès lors que la concentration particulaire est constante. Ce premier résultat montre que l'adaptation du banc permet d'éviter que les particules externes au banc ne viennent contaminer l'air de la chambre. Ce résultat a été répété lors de la mesure de la concentration particulaire après échantillonnage dans la sonde de prélèvement où sera placée la future instrumentation.

Le bruit de fond a été quantifié également avec la rotation du disque. La rotation du disque provoque des mouvements d'air qui sont responsables d'une remise en suspension de particules précédemment déposées sur les surfaces. Le nettoyage des surfaces n'est en effet pas suffisant pour garantir une absence de remise en suspension d'éventuelles impuretés présentes dans le confinement. Cette pollution interne pouvant atteindre 3000 #/cm³ selon le débit utilisé et les utilisations passées, est amenée à disparaître au bout de 30 minutes du fait des flux d'air du système et n'est observée qu'en début de campagne d'essai.

Mise à part la remise en suspension de particules, la rotation du disque est corrélée avec une pollution régulière de particules. Cette pollution régulière semble être corrélée avec la vitesse de rotation du disque. Ainsi, les mesures effectuées au CNC 3007 montrent qu'un taux de 10 #/cm³ est observé lorsque la rotation du disque est d'environ 1275 tours/min, 50 #/ cm³ à 2295 tours/min (voir Figure 3.9) et 200 #/ cm³ à 3315 tours/min. Ces particules ont été collectées sur grille MET et analysées ultérieurement. L'analyse microscopique n'a pas permis de déterminer la cause de cette émission. L'hypothèse privilégiée est qu'un passage d'air a lieu dans le moteur. La mise en rotation de certains éléments comme la courroie provoquerait

une dépression locale qui induirait un flux d'air externe dans la chambre. Une autre hypothèse propose l'usure des pièces mécaniques en rotation avec le disque comme les joints ou l'axe. L'implémentation d'un roulement étanche pourrait être envisagée afin de réduire cette pollution.

Pour autant, les essais et optimisations réalisés dans la quatrième partie de cette thèse montrent que le taux de contamination de 5% maximum peut être respecté.

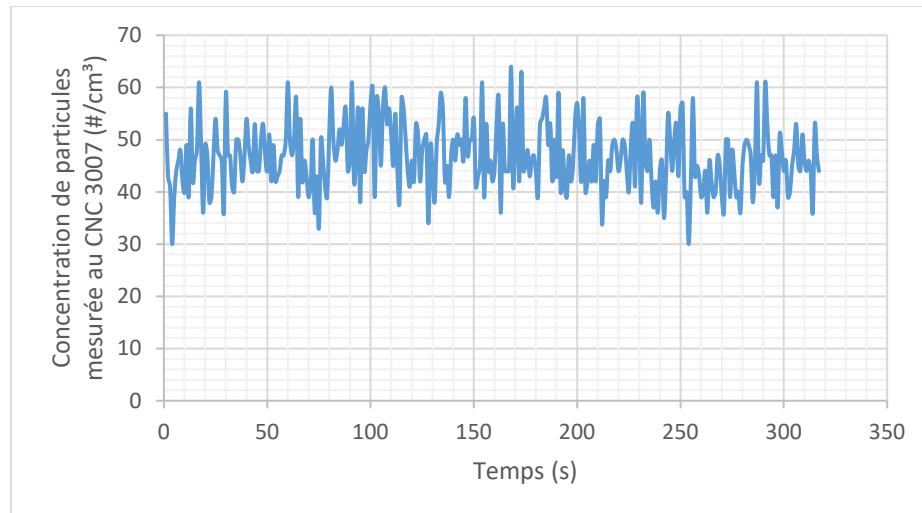


Figure 3.9 : Bruit de fond mesuré au CNC 3007 avec un disque en rotation à 2295 RPM

Bien que le nouveau moyen expérimental ait montré un taux de contamination par l'air externe très faible voire nul, l'étanchéité du banc a tout de même été inspectée. On relève ainsi des fuites au niveau des caissons de filtration CAMFIL, et de la mousse ROXTEC. La conception des filtres et de leur caisson est à la charge de leur fabricant. Des efforts ont été réalisés afin de réduire les fuites au niveau de ces caissons mais sans pouvoir complètement les supprimer. Les fuites au niveau de la mousse ROXTEC peuvent, elles, être corrigées par l'utilisation d'un système ROXTEC complet, au lieu de mousse pelable.

Les fuites ont peu d'impact sur la contamination de l'air de la chambre comme le montre la valeur du bruit de fond. La surpression établie dans le circuit évite des contaminations importantes de l'air de la chambre et les fuites sont effectivement suffisamment faibles pour que l'échange d'air se fasse toujours de la chambre vers l'extérieur. Si la mise en dépression du banc venait à être envisagée, alors des efforts importants devront être réalisés pour empêcher toutes fuites ; l'étanchéité actuelle du banc ne le permettant pas.

3.2.2. Mesure des paramètres expérimentaux

Le cahier des charges mentionne le besoin de mesurer le débit, la température, l'hygrométrie et la pression. Les différents capteurs ont tous été calibrés et choisis pour respecter les exigences du cahier des charges. La mesure du débit est réalisée grâce à une sonde Pitot qui mesure la vitesse de l'air à un endroit donné. Le principe de fonctionnement d'une sonde Pitot repose sur deux tubes manométriques et l'effet Venturi. Un tube manométrique est utilisé pour déterminer la pression statique exercée sur les parois du conduit, et l'autre tube détermine la pression totale. La soustraction de la pression statique à la pression totale permet de remonter

à la pression dynamique, et donc à la vitesse de l'air. L'utilisation d'une sonde Pitot dans un conduit aux dimensions connues et dans un flux stationnaire permet de déterminer le débit. La sonde Pitot est placée après le système de prélèvement. Ainsi, le débit prélevé est exclu de la mesure du débit total. Dans des conditions de prélèvement isocinétique, la sonde Pitot évalue 82,6 % du débit total.

Le cahier des charges prévoyait l'asservissement de la pompe volumétrique selon les débits mesurés après le prélèvement. Pour des raisons budgétaires, cette option n'a pas été gardée et le réglage de la pompe est réalisé via un suivi manuel. Le débit issu de la pompe est donc réglé selon un potentiomètre manuel.

Lorsque le disque n'est pas en rotation, la gamme de débit mesuré est de 3,5 m³/h à 42 m³/h. Cette gamme se déplace avec la mise en rotation du disque. Plus la rotation du disque est rapide, plus la baisse de débit est importante. Par exemple, lorsque le disque tourne à 3315 tours/min, la gamme de débit observée est de 2 m³/h à 39 m³/h. L'hypothèse privilégiée expliquant cette baisse est que la rotation du disque provoque une légère surpression dans la chambre. Le disque est prévu pour dissiper le maximum d'énergie thermique grâce à une ventilation interne responsable de mouvements d'air. Ces mouvements d'air pourraient provoquer une surpression sur les parois de la chambre et l'entrée d'air. Pour rappel, la puissance de la pompe est réglée manuellement. Selon la pression rencontrée, le débit issu de la pompe peut ainsi varier pour une puissance donnée. Cette observation n'oppose aucune contrainte mise à part le réglage du débit après le réglage de la vitesse de rotation du disque.

Selon les données de calibration, une surestimation persiste sur les plus petites valeurs de débit. Comme discuté ci-après, la géométrie utilisée pour mesurer le débit rend difficile la calibration de la sonde pitot pour des vitesses d'air faibles. Cette surestimation concerne toutes les mesures de débit en dessous de 10 m³/h, et donc la gamme de mesure des essais. Les essais étant réalisés à débit constant, et donc à surestimation constante, la mesure du débit réel peut être déduite (voir Annexe I).

Par ailleurs, la mesure de la vitesse de l'air est réalisée par l'interprétation de données manométriques de la sonde Pitot selon l'équation suivante (3.1) :

$$V = \sqrt{2 \times \frac{P_{dyn}}{\rho}} \quad (3.1)$$

avec V , la vitesse du fluide à déterminer en m/s,
 P_{dyn} , la pression dynamique en Pa mesurée par la sonde Pitot,
Et ρ la masse volumique de l'air en kg/m³.

De par la fonction racine carré de la formule (3.1) et des surestimations observées, plus la pression dynamique mesurée est élevée, plus la vitesse déduite est précise. Ainsi, dans les conditions expérimentales, un débit à 4,8 m³/h avec une erreur de +0.1 Pa serait interprété comme un débit de 5,8 m³/h. Alors qu'un débit de 41,2 m³/h avec cette même erreur, le débit mesuré serait de 41,3 m³/h. Il est donc préférable d'établir une vitesse d'air élevée, pour avoir une mesure plus fiable du débit. Etant donné que les débits utilisés sont préférentiellement faibles pour minimiser la dilution de l'aérosol, une forte incertitude et une forte variabilité du débit peuvent être observées. Ce point important du cahier des charges n'a donc pas été entièrement respecté. La mesure du débit est effectivement possible mais elle manque de fiabilité pour la gamme de débit d'intérêt. Ce manque de fiabilité peut être corrigé par un

changement du système de mesure au niveau de la sonde Pitot. La mesure du débit est actuellement réalisée dans un conduit de 54 mm de diamètre selon les plans fournis. En divisant ce diamètre par 2, un débit à 4,8 m³/h avec une erreur de +0.1 Pa serait interprété comme un débit de 4,9 m³/h. Les incertitudes de mesure et la variabilité du système peuvent donc être corrigées. Par ailleurs, l'interface entre la sonde Pitot et le circuit d'air est une pièce imprimée en 3D totalement indépendante de la chambre et du circuit d'air. Une modélisation CATIA 3D de cette interface a été créée lors de la mise en place du banc (voir Annexe II). Une piste d'amélioration du banc serait donc de réutiliser cette modélisation, d'en changer le diamètre et de la réimprimer.

Les mesures de température et d'hygrométrie sont réalisées aux emplacements prévus par le cahier des charges. Le premier thermomètre est donc placé en tout début de circuit, juste après le premier système de filtration ; le deuxième thermomètre est positionné après le prélèvement. L'hygromètre est placé dans la chambre conformément au cahier des charges. Les gammes de valeurs mesurées sont proches de l'air ambiant de la pièce où se trouve la chambre. Ces paramètres environnementaux ne faisant pas l'objet d'étude paramétrique, leur précision n'a pas été jugée comme primordiale. Par ailleurs, les certificats de calibrations des capteurs attestent de leur précision sur les gammes de température et d'hygrométrie mesurées. Les capteurs utilisés sont suffisamment précis pour assurer un suivi exact de ces conditions d'essais (voir Annexe III et Annexe IV).

La mesure de la pression est effectuée en trois emplacements : avant le premier système de filtration, dans la chambre, et après le système de prélèvement. De même, un capteur de pression différentielle, ou manomètre, est utilisé pour déterminer l'encrassement du premier caisson de filtration.

Une série d'essais a été réalisée afin de déterminer la perte de charge des différents éléments du système, notamment celles des filtres pour suivre leur encrassement. Ainsi, les valeurs de pressions statiques ont été mesurées pour les différents éléments du circuit, et selon la présence des filtres. Les résultats de cette série n'ont pas permis de déterminer les pertes de charge individuelles des différents éléments du système mais a permis de démontrer que l'échelle de mesure des pressions atmosphériques initialement choisie était mauvaise. Pour rappel, le manque d'information sur les filtres avait amené à estimer la perte de charge totale minimale à 60 Pa. L'utilisation d'un capteur de pression différentielle a montré que la perte de charge réelle des systèmes de filtration était de l'ordre de 3 Pa dans les conditions d'essais. La variation de pression statique mesurée le long du circuit est trop faible pour être mesurée le long du circuit par les différents capteurs de pression. L'utilisation de manomètre est plus adaptée dans ce cas. Cependant, la légère différence d'altitude entre les différents éléments empêche une évaluation exacte de leur perte de charge par manomètre. Pour des débits faibles, l'influence des pertes de charges (quelques Pa) sur la différence de pression est négligeable devant l'impact de la différence d'altitude (dizaine de Pa).

Une mesure de la perte de charge globale a tout de même été réalisée à l'aide d'un manomètre grâce à une mesure de la pression atmosphérique. Celle-ci a permis d'en déduire une perte de charge de 15 Pa pour un débit de 5 m³/h, et de 310 Pa à 40 m³/h.

Le manque de précision des capteurs de pression statique n'est pour autant pas bloquant pour le moyen expérimental. En effet, ceux-ci avaient pour but principal de vérifier l'amplitude de la surpression et la présence d'anomalie. La surpression est trop faible pour provoquer un incident et la présence d'anomalie et le colmatage des filtres peut être suivi avec le manomètre.

3.2.3 Discussion sur le prélèvement isocinétique

La mise en place d'un prélèvement isocinétique est un point central du développement de l'adaptation. Après mise en place des essais avec une pompe d'échantillonnage comme prévu par le cahier des charges, la méthode de prélèvement isocinétique mise en place est discutée. En effet, plusieurs points du moyen expérimental rendent l'isocinétisme du prélèvement difficile à établir et la souplesse de la méthode semble remise en cause :

- dans le cas d'une instrumentation avec différents débits d'analyse, tel que ELPI + CNC 3007 (10 L/min et 1,2 L/min), l'utilisation d'un diviseur de flux peut compromettre le prélèvement isocinétique effectué en amont. L'isocinétisme parfait n'est donc possible qu'avec l'utilisation d'instruments de mesure à débit d'aspiration identique.
- La complétion du flux prélevé par la pompe d'échantillonnage est également discutée. Les pompes d'échantillonnage testées lors des campagnes ont toutes provoqué une forte dépression dans la sonde d'échantillonnage. Si la dépression est trop importante, l'intégrité des instruments de mesure, comme les CNC, peut être altérée. Les différentes tentatives pour diminuer l'amplitude de la dépression n'ont pas été concluantes. Cette piste de la flexibilité du moyen peut néanmoins être réétudiée si la méthode de réglage du débit d'aspiration de la pompe d'échantillonnage est changée. L'utilisation d'un potentiomètre réglant directement la puissance de la pompe pourrait permettre de limiter l'amplitude de la dépression.
- Comme décrit dans la partie 3.2.2, la mesure actuelle du débit souffre d'une forte incertitude, et la valeur mesurée peut être erronée. Dans ces conditions, il est difficile de mettre en place un prélèvement parfaitement isocinétique, qui nécessite une mesure fine du débit.

L'important étant que l'émission particulaire d'un frottement puisse être mesurée et distinguée de l'environnement, le manque d'isocinétisme lors de l'échantillonnage reste un point facultatif de la mesure. Ce manque d'isocinétisme apporte un biais de mesure où les particules les plus fines sont sous-représentées. Ce biais d'isocinétisme est estimé à 15% de la mesure [21]. Son impact est jugé acceptable.

3.2.4. Mesure des émissions de freinage

Des essais tribologiques de freinage ont été réalisés afin de qualifier la nouvelle adaptation. Un protocole existant de qualification des matériaux de freinage du CETIM spécifie la réalisation de 10 frottements de 10 secondes selon différentes vitesses et pressions de contact. Ce protocole de freinage a été adapté à la mesure de freinage et chaque essai est espacé d'une minute. Pour cet essai, un pion de 4,65 mm de diamètre issue d'une plaquette LM (GA-5015 de série) et un disque de frein de série pour un même véhicule ont été utilisés. Un essai réalisé avec une vitesse de glissement de 25 m/s (2295 tours/min) et une pression de contact de 1,24 MPa a été choisi pour illustrer le déroulement des essais. La pression de contact utilisée est proche des pressions utilisées sur route, mais la vitesse de glissement choisie équivaut à un freinage sur route à 255 km/h. Cette vitesse de glissement a été initialement sélectionnée pour assurer la stabilité du couple moteur entraînant la rotation du disque.

La courbe rouge de la figure 3.10 montre ainsi l'évolution du coefficient de frottement qui illustre la présence de contact ou non. A chaque augmentation de ce coefficient correspond un frottement. Les données montrent que le coefficient de frottement est compris entre 0.38 à 0.43 (sans dimension) avec une valeur moyenne de 0.4 durant les 10 secondes de frottement d'un cycle.

Par ailleurs, un suivi de la concentration particulaire, représenté par la courbe bleue, est effectué pour les particules comprises entre 10 et 1000 nm de diamètre. Il est réalisé grâce à un CNC 3007 selon les conditions d'échantillonnage prévues par le cahier des charges.

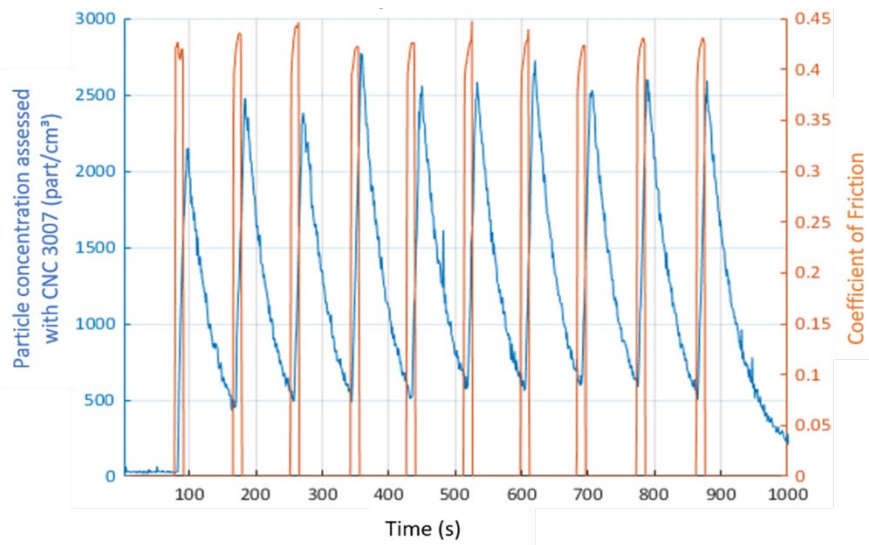


Figure 3. 10 : Mesure de la concentration et du coefficient de frottement lors d'un essai à 1,24 MPa et 25,0 m/s (2295 RPM)

Ce graphique résume le déroulement d'un essai et permet d'observer trois points :

- au début de l'essai, le niveau de la concentration de particules de l'aérosol paraît quasiment nul. Seule la contamination corrélée à la rotation du disque est présente et elle apparaît comme négligeable comparée aux concentrations suivantes.
- Dès lors qu'un frottement est réalisé, un pic de concentration est mesuré quelques secondes plus tard. Sur le graphe présenté, la concentration de particules augmente très fortement depuis le début du freinage jusqu'à atteindre 2000 à 3000 $\# / \text{cm}^3$ avant de descendre progressivement. Ce maximum varie en fonction des paramètres de frottement utilisés. Ainsi, pour la même pression de contact, ces pics atteignent 300-500 $\# / \text{cm}^3$ à 12,9 m/s (1275 tours/min) et 5000 - 7000 $\# / \text{cm}^3$ à 36,1 m/s (3315 tours/min).
- Les émissions mesurées semblent montrer un caractère répétable.

Cette corrélation entre l'évolution du coefficient de frottement et celle de la concentration de particules de l'aérosol montre que le freinage provoque bien une émission particulaire. De plus, une quantité significative de l'aérosol a été captée et caractérisée par le banc d'essais confiné.

Enfin, une étude de la distribution en taille de l'émission a été réalisée à l'ELPI, en parallèle des mesures CNC 3007. Cette étude est présentée en Figure 3.11 et montre une distribution en nombre unimodale autour du micromètre. Seule la distribution d'un frottement est montrée ici du fait de sa grande répétabilité au cours des frottements d'un même essai. Eventuellement, de faibles variations du mode ont été observées selon les conditions d'essais. Cette observation est comparable aux résultats des études réalisées sur bancs dynamométriques à inertie. Le banc pion-disque montre donc des résultats équivalents aux bancs dynamométriques notamment grâce à son système de prélèvement.

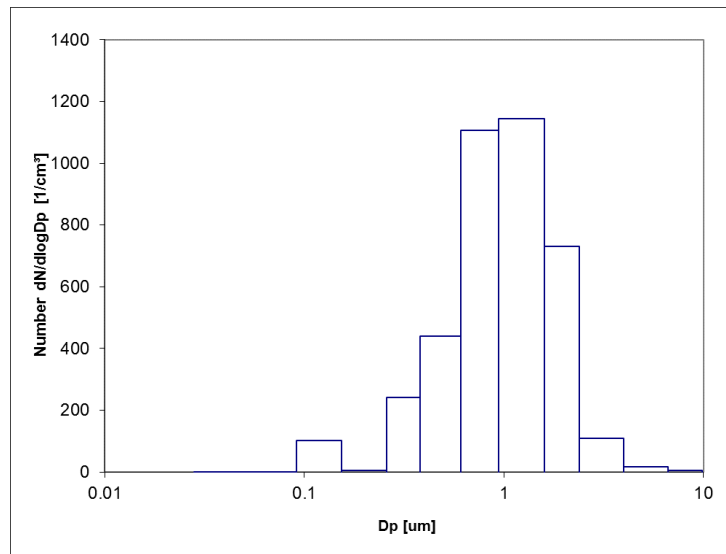


Figure 3. 11 : Distribution en taille observée à l'ELPI lors d'un essai à 1,24 MPa et 36,1 m/s (3315 RPM)

Au cours de la première partie de la thèse, le banc pion-disque TGV du CETIM a été adapté à la mesure des particules de freinage. L'adaptation réalisée n'est pas parfaite mais la mesure d'une émission propre à un freinage est possible. Les émissions de particules mesurées sont en accord avec les différentes études menées sur banc dynamométrique, ce qui n'avait pas encore été établi. On relève néanmoins certains points d'amélioration du banc comme l'imperfection de l'isocinétisme, le manque de précision sur la mesure du débit et la présence d'une pollution lors de la rotation du disque. Néanmoins, ces points ne sont pas bloquants :

- le prélèvement isocinétique dans les conditions expérimentales voulues aurait nécessité un investissement bien plus important, avec notamment l'achat de sondes isocinétiques spécifiques à un instrument de mesure, et au débit utilisé. Pour rappel, il est estimé que le manque d'isocinétisme peut provoquer des erreurs maximales estimées à 15 % sur le nombre de particules fines [21]. Limiter nos exigences sur l'isocinétisme au prélèvement lui-même sans se focaliser sur la distribution de l'aérosol au sein du répartiteur de flux permet de garder une souplesse dans le choix de l'instrumentation, tout en gardant une distribution proche de l'aérosol émis. Il est à noter que la réglementation encadrant l'émission de particules moteurs ne prévoit pas de prélèvement isocinétique.
- Le débit étant réglé par la pompe, il reste constant au cours des essais, il n'y a pas de réel impact sur la mesure. Cependant, le manque de précision sur la mesure du débit empêche une étude paramétrique fine, et impacte notamment les notions de volume et de débit d'air utilisées pour comprendre le comportement de dilution de l'aérosol. Une étude paramétrique du débit a tout de même été menée. Les comportements d'augmentation et de diminution des débits mesurés et réels restent similaires.
- La pollution corrélée à la rotation du disque reste faible comparée aux émissions mesurées (émission de 200 #/cm³ à 1275 tours/min et plus de 5000 #/cm³ à 3315 tours/min). Celle-ci n'a pas interféré dans les mesures lors des différentes campagnes menées.

-
- [3.1] Y.-M. Chen, C. Richard, et T. de l'usure-Mesure, « Tribomètres et essais tribologiques », *Techniques de l'ingénieur. Frottement et usure*, 2011.
- [3.2] J. Wahlström, A. Söderberg, L. Olander, A. Jansson, et U. Olofsson, « A pin-on-disc simulation of airborne wear particles from disc brakes », *Wear*, vol. 268, n° 5-6, p. 763-769, févr. 2010, doi: 10.1016/j.wear.2009.11.014.
- [3.3] N. (Mohan) Ranganathan, *Materials Characterization: Modern Methods and Applications*. CRC Press, 2016.
- [3.4] K. Hentour *et al.*, « Carbon nanotube/alumina and graphite/alumina composite coatings on stainless steel for tribological applications », *Materials Today Communications*, vol. 8, p. 118-126, sept. 2016, doi: 10.1016/j.mtcomm.2016.07.007.
- [3.5] P. Kulkarni, P. A. Baron, et K. Willeke, *Aerosol Measurement: Principles, Techniques, and Applications*. John Wiley & Sons, 2011.
- [3.6] X. C. Cong, G. S. Yang, J. H. Qu, et J. J. Zhao, « A model for evaluating the particle penetration efficiency in a ninety-degree bend with a circular-cross section in laminar and turbulent flow regions », *Powder Technology*, vol. 305, p. 771-781, janv. 2017, doi: 10.1016/j.powtec.2016.10.074.
- [3.7] D. S. Kim, S. H. Park, Y. M. Song, D. H. Kim, et K. W. Lee, « Brownian coagulation of polydisperse aerosols in the transition regime », *Journal of Aerosol Science*, vol. 34, n° 7, p. 859-868, juill. 2003, doi: 10.1016/S0021-8502(03)00055-7.
- [3.8] D. S. Kim, S. B. Hong, Y. J. Kim, et K. W. Lee, « Deposition and coagulation of polydisperse nanoparticles by Brownian motion and turbulence », *Journal of Aerosol Science*, vol. 37, n° 12, p. 1781-1787, déc. 2006, doi: 10.1016/j.jaerosci.2006.07.001.
- [3.9] C. N. Davies, « Diffusion and sedimentation of aerosol particles from poiseuille flow in pipes », *Journal of Aerosol Science*, vol. 4, n° 4, p. 317-328, juill. 1973, doi: 10.1016/0021-8502(73)90092-X.
- [3.10] « Wall Loss Rate of Polydispersed Aerosols: Aerosol Science and Technology: Vol 35, No 3 ». <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/02786820152546752> (consulté le mai 25, 2020).
- [3.11] S.-L. von der Weiden, F. Drewnick, et S. Borrmann, « Particle Loss Calculator – a new software tool for the assessment of the performance of aerosol inlet systems ». <https://pdfs.semanticscholar.org/9324/2e92a2469ddd8d22da1d2f4f715be15a196f.pdf> (consulté le mai 25, 2020).
- [3.12] J. Shin, I. Yim, S.-B. Kwon, S. Park, M. Kim, et Y. Cha, « Evaluation of temperature effects on brake wear particles using clustered heatmaps », *Environmental Engineering Research*, vol. 24, n° 4, p. 680-689, févr. 2019, doi: 10.4491/eer.2018.385.
- [3.13] Y. Lyu, E. Bergseth, M. Tu, et U. Olofsson, « Effect of humidity on the tribological behaviour and airborne particle emissions of railway brake block materials », *Tribology International*, vol. 118, p. 360-367, févr. 2018, doi: 10.1016/j.triboint.2017.10.011.
- [3.14] J. K. Walsh, A. W. Weimer, et C. M. Hrenya, « Thermophoretic deposition of aerosol particles in laminar tube flow with mixed convection », *Journal of Aerosol Science*, vol. 37, n° 6, p. 715-734, juin 2006, doi: 10.1016/j.jaerosci.2005.05.017.
- [3.15] D. Sinclair, R. J. Countess, et G. S. Hoopes, « Effect of relative humidity on the size of atmospheric aerosol particles », *Atmospheric Environment (1967)*, vol. 8, n° 11, p. 1111-1117, nov. 1974, doi: 10.1016/0004-6981(74)90045-6.
- [3.16] G. Perricone, M. Alemani, I. Metinöz, V. Matějka, J. Wahlström, et U. Olofsson, « Towards the ranking of airborne particle emissions from car brakes – a system approach », *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering*, vol. 231, n° 6, p. 781-797, mai 2017, doi: 10.1177/0954407016662800.
- [3.17] O. Nosko, M. Alemani, et U. Olofsson, « Characterisation of airborne particles emitted from car brake materials », p. 5.

- [3.18] D. Thomas, A. Charvet, N. Bardin-Monnier, et J.-C. Appert-Collin, *Aerosol Filtration*. Elsevier, 2016.
- [3.19] R. Klopfenstein Jr, « Air velocity and flow measurement using a Pitot tube », *ISA Transactions*, vol. 37, n° 4, p. 257-263, sept. 1998, doi: 10.1016/S0019-0578(98)00036-6.
- [3.20] T. Hussein *et al.*, « Deposition of aerosol particles on rough surfaces inside a test chamber », *Building and Environment*, vol. 44, n° 10, p. 2056-2063, oct. 2009, doi: 10.1016/j.buildenv.2009.02.009.
- [3.21] J. D. Wilcox, « Isokinetic Flow and Sampling », *Journal of the Air Pollution Control Association*, vol. 5, n° 4, p. 226-245, févr. 1956, doi: 10.1080/00966665.1956.10467715.
- [3.22] « TF Activities Update », présenté à PMP Presentation, oct. 30, 2019.

4. Identification des paramètres clefs permettant d'améliorer le protocole

Le moyen expérimental conçu en partie III a montré des premiers résultats satisfaisants pour la mesure de particule de freinage. Néanmoins, le protocole choisi initialement pour qualifier l'adaptation du pion-disque a été défini sans données expérimentales préexistantes. L'émissivité de matériaux de freinage, la sensibilité et la répétabilité des mesures doivent être optimisées en vue d'utiliser ce protocole pour le qualifier.

Il est entendu par sensibilité des mesures la capacité du protocole à identifier le signal spécifique aux émissions de freinage, parmi le bruit. La sensibilité des mesures est définie par le ratio signal/bruit : plus celui-ci est élevé, plus la mesure est sensible. Plusieurs études paramétriques ont été réalisées afin de mieux quantifier l'influence de différents paramètres sur les mesures. Ces études paramétriques ont pour but d'augmenter le ratio signal/bruit des mesures : soit en augmentant le signal, soit en diminuant le bruit.

La répétabilité des mesures et des essais se définit ici par la variation observée des résultats lorsque les conditions expérimentales sont identiques. Elle est caractérisée selon la distribution statistique des résultats : pour des conditions d'essais identiques, plus les résultats varient d'une mesure à une autre, plus la répétabilité du protocole est mauvaise. Afin d'améliorer la répétabilité des résultats, l'influence de l'état des surfaces de frottement a été étudiée. La répétabilité des résultats est un point essentiel du protocole. La discrimination efficace des différents essais, ou matériaux de frottement par la mesure de leur émission, nécessite une bonne répétabilité des résultats.

Les études ont toutes été menées sur la nouvelle adaptation du pion-disque avec un ELPI et un CNC 3007 (voir partie 2). La gamme de mesure du CNC 3007 (10 nm à 1µm de diamètre) n'est pas assez étendue pour mesurer toutes les particules émises. Quant à l'ELPI, les mesures peuvent être rendues difficiles, notamment en raison des limites de quantification trop hautes par rapport à certains niveaux de concentration. Une étude préliminaire de l'exploitation des données instrumentales a dû être réalisée pour bénéficier de la sensibilité du CNC 3007 tout en gardant le comportement de l'émission sur la gamme des aérosols que l'ELPI permet d'évaluer.

4.1. Matériels et méthodes

Cette partie se propose de réunir les informations globales sur les différentes études menées afin d'éviter les répétitions.

Chaque série d'essai est précédée d'un rodage de 10 frottements de 10 secondes à 25 m/s et à 1,24 MPa. Chaque essai est composé de 10 frottements de 10 secondes à pression de contact et vitesse de glissement constantes (voir Figure 4.1). Chaque frottement est déclenché manuellement à distance. Ainsi, alors que le protocole prévoit des temps entre chaque frottement d'une minute, des écarts de ± 10 secondes peuvent être observés.

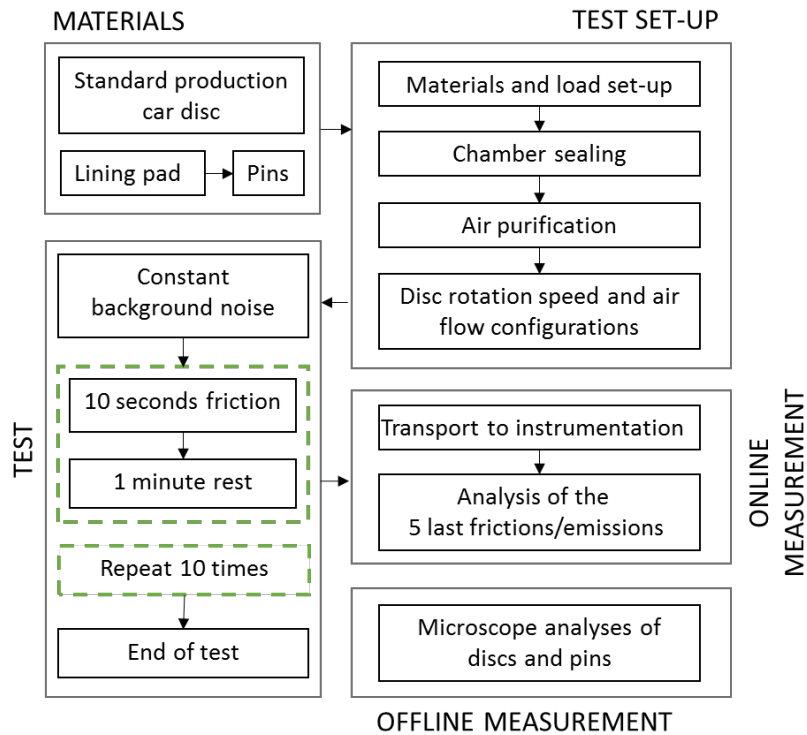


Figure 4. 1 : Vue générale du déroulement d'un essai

Les vitesses de glissement choisies sont de 13,9 m/s, 25 m/s et 36,1 m/s et les pressions de contact de 0.42 MPa, 0.65 MPa, 1,24 MPa et 1,83 MPa. Il est important de noter que les vitesses de glissement choisies équivalent à des vitesses de 142, 255 et 369 km/h, non-représentatives de conditions réelles de conduite. Le choix a été fait ici d'utiliser des vitesses de glissement élevées pour être certain de mesurer et de pouvoir comparer différents degrés d'émission. Afin de calculer les vitesses de glissement selon la vitesse sur route, il est nécessaire d'appliquer un facteur de conversion. Ce facteur de conversion correspond au rapport entre le diamètre du centre de la roue jusqu'à la piste de frottement et le diamètre de la roue. Les pressions de contacts utilisées restent, elles, représentatives de conditions de freinage, allant d'un freinage léger (0,43 MPa) à un freinage brutal (1,83 MPa).

Pour toutes les conditions d'essai, la puissance de frottement a été calculée avec un coefficient de frottement égal à 0.40, selon les valeurs obtenues sur le banc, en accord avec les valeurs utilisées par Alemani et al. [1]. En effet, les matériaux de freinage sont conçus pour garder un coefficient de frottement constant quel que soit l'importance du freinage. Ainsi l'émissivité est la variable principalement suivie dans cette étude et caractérise les émissions de particules générées lors des tests pion-disque. Elle est définie comme la moyenne de la somme des particules émises lors des 5 derniers frottements d'un essai selon le protocole détaillé en partie 5.6. La puissance de frottement définit la puissance dissipée lors d'un frottement. Elle est décrite par l'équation (4.1) suivante :

$$P = \mu \cdot N \cdot S \cdot V \quad (4.1)$$

Avec P, la puissance de frottement (W),

μ , le coefficient de frottement (Sans unité),
N, la force normale appliquée (N),
S, la surface de contact (m²)
et V, la vitesse de glissement (m/s)

Des analyses de microscopie optique et MEB ont été réalisées sur les matériaux initiaux afin de d'évaluer les évolutions des surfaces avec les frottements, et d'aborder la compréhension des mécanismes de génération des particules.

Les examens ont été effectués à l'aide d'un microscope électronique à balayage "ZEISS Sigma 300 VP " par observation en mode "électrons secondaires". Les microanalyses dans les zones d'usure ont été effectuées sur le MEB équipé d'un microanalyseur EDS OXFORD Instruments X-Max (spectrométrie à dispersion d'énergie) qui permet de réaliser des analyses qualitatives des éléments dont le numéro atomique Z est supérieur ou égal à 4 (béryllium).

Les études réalisées pour améliorer le protocole sont toutes réalisées avec des disques de freins de série, en fonte perlitique à graphite lamellaire, et avec des pions issus de plaquettes Low metallic (LM) (voir Figures 4.2 et 4.3). Ces pions sont cylindriques de diamètre 4,65 mm ou 10 mm. Les plaquettes de freins sont des matériaux composites constitués de quatre composants :

- Des additifs de frottement qui déterminent les propriétés de frottements de la plaquette et comprend un mélange d'abrasifs et de lubrifiants
- Des liants pour maintenir les différents composants de la plaquette
- Des fibres de renforcement pour améliorer la tenue mécanique de la plaquette
- Des composants "fillers" à bas coût qui permettent éventuellement d'améliorer le processus de fabrication des plaquettes.

La Figure 4.2. montre la microstructure du disque après une attaque chimique à l'acide fluorhydrique. Des graphites lamellaires, objets noirs filiformes, sont observées. Par ailleurs, l'attaque chimique expose une structure perlitique. Cette première analyse confirme que le disque utilisé est une fonte perlitique à graphite lamellaire, couramment utilisée comme matériaux de disque.

L'image 4.3 présentée ici montre un exemple d'une coupe d'un pion, On retrouve 7 composants dissociables grâce à leur morphologie. Cette image permet notamment de distinguer des fibres de fer (6). Cette étude microscopique illustre la complexité de la composition d'une plaquette. Pour rappel, contrairement aux disques de freins, les compositions des plaquettes varient selon le modèle du véhicule. De part la complexité et la vaste panoplie des plaquettes de freins à étudier, il a été choisi de borner ces études microscopiques aux évolutions observées sur le disque.

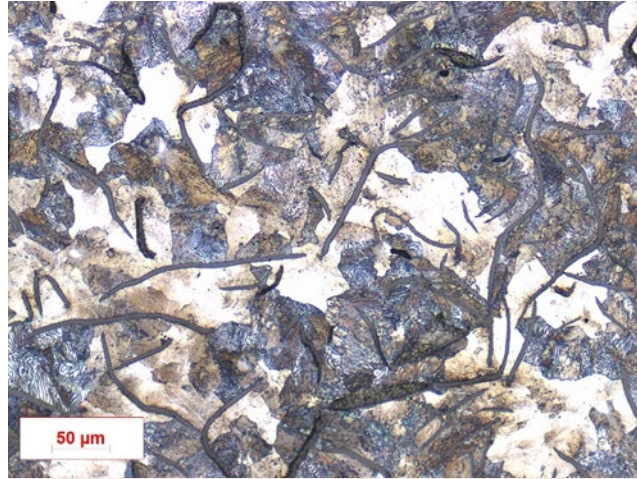


Figure 4. 2 : Microstructure du disque dans son état initial observée au microscope optique après attaque chimique à l'acide fluorhydrique

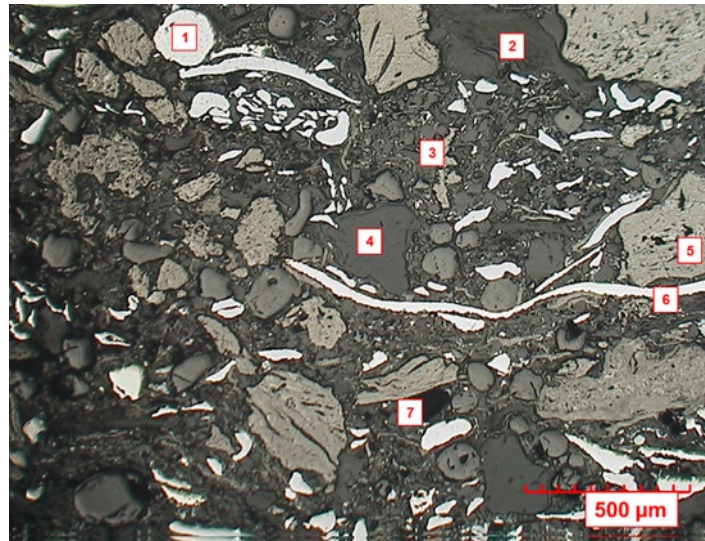


Figure 4. 3 : Microstructure initiale d'un pion LM observé en microscopie optique.

L'influence des instruments de mesure, de la pression de la vitesse de glissement, de la surface ainsi que la puissance de frottement a été étudiée par une analyse N-paramètres ANOVA sur Matlab (version R2017b). L'outil d'ANalyse Of VAriance (ANOVA) permet d'étudier la variance d'une réponse à la variation d'un ou plusieurs paramètres. Matlab détermine la probabilité p que le paramètre variant ne permette pas de différencier la réponse selon ses entrées. Lorsque $p < 0,05$, il est possible d'affirmer avec une probabilité de 95%, qu'une des distributions d'entrée ne suit pas la même loi normale).

La répétabilité globale des essais est à interpréter avec prudence car la constance des paramètres climatiques n'a pas pu être complètement assurée. Pour rappel, le groupe de travail UNECE/PMP a établi que le refroidissement des bancs dynamométriques devait être effectué avec un air à $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et à $50\% \pm 5\%$ de degré d'humidité [2]. La gamme de température de la chambre a été mesurée entre 18 °C , en premier essai de la journée, jusqu'à 34 °C en dernier essai de la journée. Quant à l'hygrométrie, celle-ci a été observée, elle pouvait diminuer de 55% à 20% au cours de la journée. Plus généralement, plus le banc est utilisé

intensivement dans une journée, plus des écarts aux valeurs recommandées sont observés. Les études réalisées au cours de cette thèse ont généralement été poursuivies avec un rythme intense. Le protocole établi limite ces écarts en ralentissant la fréquence des essais.

4.2. Etude préliminaire

Les mesures de concentrations particulières obtenues par le CNC et l'ELPI sont comparables, mais les données mesurées pourraient différer significativement entre l'ELPI et le CNC 3007. La variance étudiée par ANOVA permet donc d'identifier certaines fluctuations particulières mesurées et significativement différentes d'un instrument à l'autre, qui pourraient être expliquées par exemple par des gammes de mesure différentes.

4.2.1. ELPI et CNC 3007

La figure 4.4 est un histogramme directement issu du traitement de donnée fourni par l'ELPI. Cette figure représente la distribution en tailles des particules issues d'un frottement à 36,1 m/s à 1,24 MPa sur un pion de 4,65 mm. C'est la distribution en tailles d'un seul frottement, en tout point similaire aux autres. La concentration maximale de particules (mode) se situe entre 0,942 μm et 1,59 μm de diamètre aérodynamique. Il s'agit donc d'un aérosol dominé par les fractions microniques à supermicronique en présence d'une fraction submicronique.

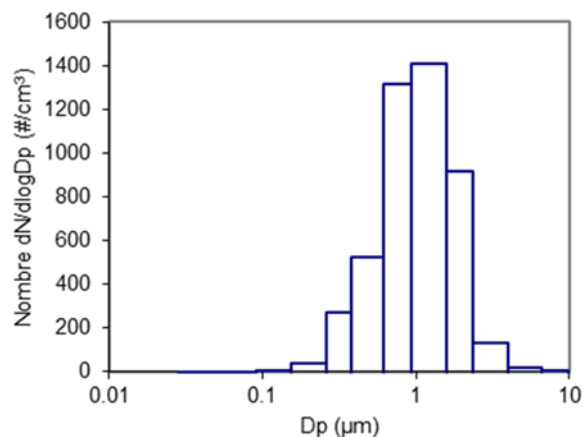


Figure 4. 4 : Distribution en taille observée à l'ELPI (10kfA) lors d'un essai à 1,24 MPa et 36,1 m/s (3315 RPM) avec un pion de 4,65 mm

Puisque la distribution en tailles varie en fonction de la puissance de frottement utilisée [1], les distributions en taille avec des sollicitations de plus faible intensité affichent un décalage vers des particules de plus grosses tailles. Dans ces conditions, l'utilisation de l'ELPI est préférable au CNC 3007 car les particules supermicroniques sont en dehors de l'étendue de mesure du CNC. Cependant, du fait de sa mesure optique, le CNC bénéficie d'une très haute précision de mesure même en présence de faibles concentrations. Cet atout profite à notre expérience où les émissions sont faibles et les variations de concentrations sont rapides. La mesure illustrée en Figure 4.5 montre que la sensibilité de l'ELPI n'est pas suffisante pour les faibles émissions, et que les changements brusques de concentrations sont difficilement identifiés. Ce deuxième point vient notamment de l'utilisation d'un réglage "range" de l'ELPI ("range" = 10 kfA) qui permet d'observer de faibles concentrations mais diminue sa résolution temporelle [3]. Les données issues du CNC 3007 permet une meilleure observation des pics de mesure (voir Figure 4.6).

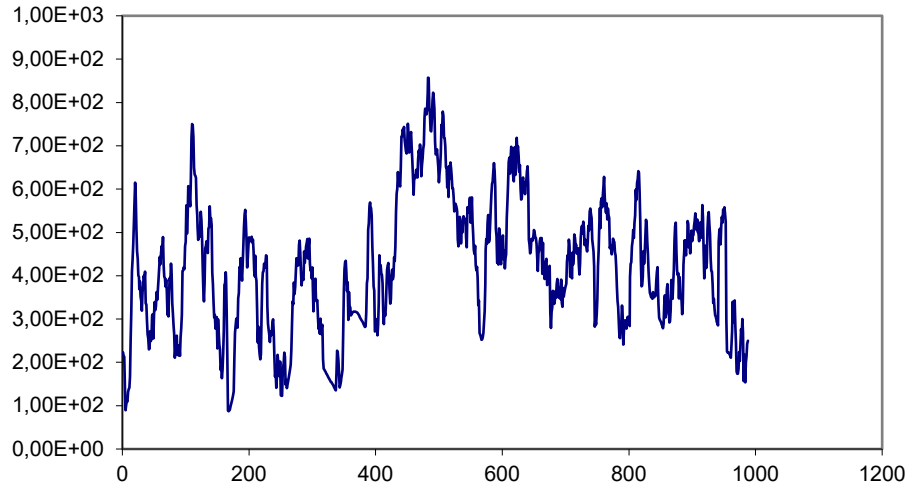


Figure 4. 5 : Mesure avec l'ELPI (10kfA) de la concentration en $\#/cm^3$ selon une échelle de temps en secondes, lors d'un essai à 13,9 m/s

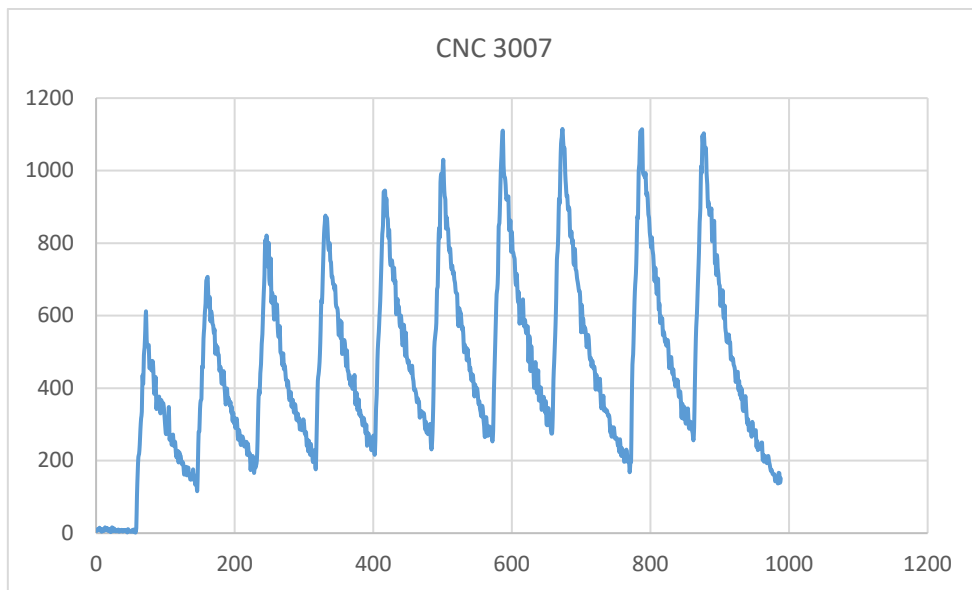


Figure 4. 6 : Mesure avec le CNC 3007 de la concentration en $\#/cm^3$ selon une échelle de temps en secondes, lors d'un essai à 13.9 m/s

L'outil ANOVA a été utilisé pour étudier l'influence de l'instrumentation utilisée sur 8 essais avec une pression de contact de 1,24 MPa à 25 m/s. La mesure de l'aérosol est réalisée en parallèle à l'ELPI et au CNC. Les concentrations mesurées à l'ELPI et au CNC peuvent varier fortement selon plusieurs paramètres :

- la différence de mesure physique et algorithmique entre les deux appareils ;
- la gamme de mesure plus étendue de l'ELPI, comparée au CNC ;

- la sensibilité de l'ELPI aux brusques variations de faibles concentrations en particules ;
- l'utilisation de facteur de forme et de densité pour obtenir des données précises à l'ELPI.

L'objectif de cette étude est de montrer que les tendances des essais observés à l'ELPI et au CNC sont les mêmes et donc que l'exploitation seule des données du CNC permet un juste suivi des mesures. Du fait des principes de fonctionnement différents et des gammes de mesures différentes, il est évident que le nombre de particules mesurées varie entre le CNC et l'ELPI. Il est donc nécessaire d'étalonner les valeurs obtenues pour définir un facteur de conversion ELPI/CNC. Ce facteur a été établi comme le rapport entre deux données CNC/ELPI pour un même frottement choisi aléatoirement. Ce frottement a ensuite été exclu des données pour assurer l'indépendance du facteur et des résultats.

4.2.2. Résultats et conclusion

Ainsi, une étude comparative des résultats de l'ELPI et du CNC est représentée en tableau 4.7 par une analyse de la variance (ANOVA). La probabilité p déterminée par l'analyse de variance équivaut à 0,94. En d'autres termes, aucune variabilité significative n'est observée dans les tendances des essais entre les mesures par ELPI et CNC 3007. L'utilisation d'un facteur pour rapporter les valeurs du CNC et de l'ELPI à une échelle commune a influé sur les données, mais la variabilité des essais, et donc leur comportement, reste comparable par analyse ANOVA. Celle-ci montre que les mesures issues du CNC ou de l'ELPI suivent la même loi normale et ne sont pas significativement différentes.

Source	Sum Sq.	d. f.	Mean Sq.	F	Prob>F
Instruments	1.32846e+08	4	3.32114e+07	0.19	0.9395
Error	1.93963e+09	11	1.7633e+08		
Total	2.07248e+09	15			

Figure 4. 7 : Etude ANOVA (Matlab) entre les essais de l'ELPI et du CNC 3007 sur 8 essais à 25.0 m/s et 1,24 MPa sur un pion de 4.65 mm de diamètre

Etant donné la concordance des résultats entre l'ELPI et le CNC, il a été choisi de préférer généralement l'exploitation des données issues du CNC pour profiter de sa précision et sa réactivité au changement de concentration. Quant à l'ELPI, l'exploitation de ses données se restreint aux études de distribution granulométrique et sur la taille des aérosols.

4.3. Amélioration de la sensibilité du protocole

L'amélioration de la sensibilité du protocole consiste en l'étude des degrés d'influence des différents paramètres sur la capacité de dissocier l'émission de freinage du bruit. Afin d'améliorer la sensibilité, plusieurs paramètres sont étudiés :

- Les paramètres tribologiques tels que la vitesse de glissement et la pression de contact utilisées semblent avoir une influence directe sur l'émissivité. Ces paramètres sont certainement facteurs des différents mécanismes de génération ayant cours lors d'un freinage. Par ailleurs, l'énergie thermique dissipée est également liée à ces deux paramètres. D'une manière plus globale, cette étude s'intéressera au couple Pression * Vitesse (Produit PV) et à la puissance de frottement qui ont déjà montré un impact sur l'émission.

- La taille de la surface de frottement peut avoir une influence non négligeable sur l'émission bien que celle n'ait été jamais étudiée dans la littérature. Comme précédemment prévu lors de la comparaison entre plaquette de frein et pion, la faible surface du pion peut être responsable d'une plus faible émissivité. Une comparaison entre l'émissivité des pions de 4,65 mm et 10 mm de diamètre permet de tester cette hypothèse.
- Le débit d'air utilisé joue un rôle dans les concentrations mesurées. La thèse principale est que la différence de débit est responsable d'un changement du niveau de dilution de l'aérosol, et donc des concentrations mesurées. Comme précisé dans la partie III, les débits mesurés manquent de précision en raison des faibles vitesses de l'air, les données d'entrée de débit peuvent donc être fluctuantes sans remettre en cause leur tendance. De plus, on rappelle que la température est un facteur d'émission de particules. Ainsi, un refroidissement plus efficace du système, lié à un débit plus élevé, peut également provoquer une baisse de l'émission particulaire.
- Le temps entre chaque frottement a été défini arbitrairement à une minute. Dans ces conditions, il n'y a pas de retour à la ligne de base. La durée n'est effectivement pas suffisante pour évacuer la précédente émission dans les conditions de débits données. Ainsi, les concentrations résiduelles des précédentes émissions impactent la mesure suivante. Une étude avec un temps "inter-frottement" plus long est réalisée afin de quantifier les possibles améliorations, notamment dans la diminution de l'émission résiduelle.

Il est également supposé que le temps de frottement ait une influence. Un temps de frottement constant de 10 secondes a été utilisé aux cours de la campagne d'essai. Ce temps de frottement de 10 secondes a été choisi car il correspond à un compromis entre sensibilité et représentativité. Il n'a pas été jugé utile de le diminuer au risque d'émettre moins de particules, ou de l'augmenter au risque de s'éloigner des conditions réelles de conduite.

4.3.1. Etude paramétrique des paramètres tribologiques

4.3.1.1. Méthode

Afin d'étudier l'influence de la vitesse et de la pression sur un pion de 4,65 mm de diamètre, les niveaux sélectionnés étaient 13,9 m/s, 25 m/s et 36,1 m/s pour la vitesse et 0,43 MPa, 0,65 MPa, 1,24 MPa et 1,83 MPa pour la pression. Cette gamme de vitesses et de pressions est représentée par 58 essais, comptant chacun cinq frottements mesurés.

De même, l'influence du diamètre du pion et de la vitesse a été étudiée sur un total de 13 essais à 0,43 MPa, selon les deux diamètres de 4,65 mm et 10,0 mm, ainsi que les trois vitesses 13,9 m/s, 25 m/s et 36,1 m/s.

Enfin, l'influence de la puissance de frottement a également été étudiée selon les 13 valeurs sur un total de 66 essais, selon la pression de contact, la vitesse de glissement et le diamètre de pion utilisés.

Tous les essais réalisés pour ces études sont présentés dans le tableau 4.1

Tableau 4. 1 : Liste des essais réalisés

Diamètre du pion (mm)	Vitesse de glissement (m/s)	Pression de contact (MPa)	Puissance de frottement (W)
4,65	13,9	0,43	41
4,65	13,9	0,65	61
4,65	13,9	1,24	117
4,65	13,9	1,83	172
4,65	25,0	0,43	73
4,65	25,0	0,65	110
4,65	25,0	1,24	210
4,65	25,0	1,83	310
4,65	36,1	0,43	106
4,65	36,1	1,24	303
4,65	36,1	1,83	448
10,0	13,9	0,43	188
10,0	25,0	0,43	339
10,0	36,1	0,43	490

4.3.1.2. Résultats

Le tableau 4.8 montre une étude ANOVA qui a été effectuée sur les paramètres de pressions de contact et de vitesse de glissement avec une surface de pion identique (4.65 mm) au moyen de 58 essais. Avec une probabilité p proche de 0, la figure 4 montre une variabilité importante de l'émission résultante vis à vis de la vitesse. Le facteur p lié à la pression est également inférieur à 0,05. D'après ces résultats, la vitesse influence de manière significative les émissions. L'influence de la pression est également observée mais celle-ci est moindre comparée à celle de la vitesse.

Source	Sum Sq.	d.f.	Mean Sq.	F	Prob>F
Vitesse de glissement	1.31963e+11	2	6.59817e+10	230.08	0
Pression de contact	4.46856e+09	3	1.48952e+09	5.19	0.0033
Error	1.49124e+10	52	2.86776e+08		
Total	1.6686e+11	57			

Tableau 4. 8 : Etude ANOVA sur un pion de 4.65 mm de diamètre selon des vitesses de glissement de 13.9 m/s, 25.0 m/s et 36,1 m/s, et des pressions de 0.43 MPa, 0.65 MPa, 1.24 MPa et 1.83 MPa.

Une autre étude paramétrique est présentée sur le tableau 4.9, où la variance de l'émission est examinée selon différentes valeurs de vitesses de glissement et de surface de pion avec une pression de contact constante de 0.43 MPa. Les données issues de ces 13 essais permettent d'observer que la vitesse de glissement est également un paramètre influant sur l'importance de l'émission ($p = 0.0001$). La surface de frottement utilisée est également un autre facteur important dans la variabilité de l'émission ($p = 0.008$). Les probabilités observées

ici sont similaires et montrent une influence comparable de la surface du pion et de la vitesse de glissement.

Source	Sum Sq.	d.f.	Mean Sq.	F	Prob>F
Surface du pion	4.82075e+10	1	4.82075e+10	24.34	0.0008
Vitesse de glissement	1.18316e+11	2	5.91579e+10	29.87	0.0001
Error	1.78266e+10	9	1.98073e+09		
Total	1.61326e+11	12			

Tableau 4. 9 : Etude ANOVA d'essais réalisés à 0.43 MPa de pression, selon des vitesses de 13.9 m/s, 25.0 m/s et 36,1 m/s, et des diamètres de pion de 4.65 mm et 10.0 mm

Le tableau 4.10 représente l'étude ANOVA de la variabilité de l'émission en fonction de la puissance de frottement. Avec une probabilité p très proche de 0, la puissance de frottement apparaît donc également comme un facteur impactant directement l'émission. Ce résultat est en accord avec les observations précédentes, pour lesquelles l'impact de la pression de contact, de la vitesse de glissement ainsi que celui de la surface de contact est démontré.

Source	Sum Sq.	d.f.	Mean Sq.	F	Prob>F
Puissance de frottement	3.21231e+11	13	2.47101e+10	91.06	5.34611e-31
Error	1.41109e+10	52	2.71364e+08		
Total	3.35342e+11	65			

Tableau 4. 10: Etude ANOVA de l'émission en fonction de la puissance de frottement selon 13 niveaux de puissances différents

La figure 4.11.a présente l'émission totale de chaque pic à distance de frottement équivalente (129 mètres) en fonction du produit de la pression de contact et de la vitesse de glissement. Cette émission totale est également présentée en fonction de la puissance de frottement d'entrée en figure 4.11.b, prenant ainsi en compte le diamètre du pion. Ces figures montrent que les paramètres PV et la surface de frottement influencent grandement l'émission. Les concentrations particulières mesurées augmentent avec ces deux paramètres. Lorsque l'on compare les données selon la puissance de frottement, l'évolution des émissions

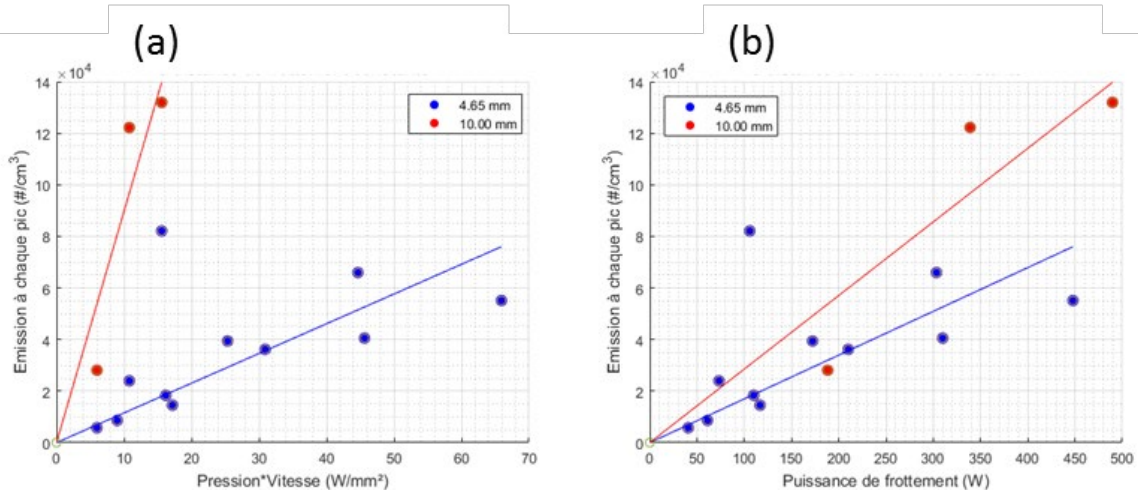


Figure 4.11 : Emissivité totale moyenne d'un même frottement sur une distance équivalente de 129 mètres, pour chaque pic en fonction (a) du produit PV et (b) de la puissance de frottement.

4.2.3.3. Discussion

La Figure 4.9 montre que la pression de contact et la vitesse de glissement ont tous les deux une influence sur l'émissivité. L'influence de la vitesse est d'ailleurs plus importante que celle de la pression de contact sur les concentrations mesurées. En plus de confirmer l'influence de la vitesse de glissement sur l'émissivité, le tableau 4.10 montre que l'émission mesurée est également une fonction de l'aire de la surface de frottement. L'aire de la surface de frottement et la vitesse de glissement ont des influences comparables. Celles-ci restent supérieures à l'influence de la pression de contact.

La Figure 4.11 montre que l'émissivité augmente avec le produit PV. Cet effet est d'autant plus visible lorsqu'un pion plus large est utilisé. Cette tendance croissante de l'émissivité est également observée en fonction de la puissance de frottement. On observe que l'effet de l'augmentation de la puissance de frottement sur les émissions totales par pic apparaît plus fort pour le pion de diamètre de 10 mm que pour le pion de diamètre de 4.65 mm.

L'hypothèse privilégiée pour expliquer la forte influence de la vitesse de glissement sur l'émissivité est l'augmentation de l'énergie thermique dissipée, et donc de la température, qui est reconnue comme un facteur d'émission.

La relative influence de la pression de contact sur les concentrations mesurées pourrait provenir de l'augmentation de la surface réelle de contact (voir partie 6). Plus la pression est importante, plus le pion est écrasé sur le disque [4], [5]. Cette augmentation pourrait donc s'expliquer par une occurrence plus grande des mécanismes de génération de particules par augmentation des surfaces usées. Cette hypothèse implique également une augmentation de la température, et donc de l'émissivité liée.

L'observation de l'augmentation des concentrations totales observées avec l'augmentation du diamètre du pion pourrait s'expliquer selon la même logique que l'influence de la pression. Plus la surface est grande plus les mécanismes d'usure et de génération de particules peuvent avoir lieu. L'émissivité augmente donc de manière quasi proportionnelle avec l'augmentation

de la surface de contact. L'augmentation de la température demeure une explication valable pour expliquer la croissance de l'émissivité avec l'augmentation du diamètre du pion. Ce dernier point est notamment justifié par l'évolution plus rapide de l'émissivité avec la puissance de frottement sur le pion de 10 mm.

Comme décrit par l'équation 4.1, la vitesse, la pression et la surface de frottement sont tous des facteurs de la puissance de frottement. Un haut niveau d'influence de la puissance de frottement sur l'émissivité est donc attendu, et confirmé dans le tableau en Figure 4.10. Son influence s'expliquerait donc par l'ensemble des phénomènes cités précédemment, leurs interactions, mais également par des phénomènes tribologiques plus complexes. Certaines hypothèses comme la création d'une couche de transfert, le recouvrement des graphites par déformation plastique du disque, ou le broyage continu des débris d'usure dans le contact sont discutés dans la partie 6.

Lors de cette étude paramétrique, l'influence sur l'émissivité de la vitesse de glissement, de la pression de contact, du diamètre du pion, et plus généralement de la puissance de frottement a été investiguée. Les quatre paramètres expérimentaux étudiés ont tous montré une influence plus ou moins forte sur la concentration totale mesurée. Malgré les études paramétriques ci-présentes, aucun modèle n'est proposé.

Il est important de rappeler que les paramètres climatiques tels que la température de l'air ou l'humidité ont été suivis sans être parfaitement conformes aux recommandations de l'UNECE/PMP. Par ailleurs, ils n'ont pas fait l'objet d'une étude paramétrique, donc leur influence n'est pas réellement caractérisée expérimentalement.

L'influence de la vitesse de glissement sur l'émission est importante. Son influence est telle qu'il n'est pas envisageable d'utiliser des vitesses de glissement représentatives de conditions réelles, donc faibles, au risque d'émettre trop peu de particules, et donc de ne rien mesurer. Les vitesses dictées par le protocole resteront donc élevées pour assurer une génération de particules aérosols suffisamment importante pour être mesurée.

Comparée aux autres facteurs, l'influence de la pression de contact semble modérée. La variabilité de l'émission avec la vitesse de glissement ($p = 0.0001$) appartient à un autre ordre de grandeur que celle associée à la pression de contact ($p = 0.0033$). Elle est observée mais il n'est pas jugé utile d'utiliser des pressions de contact plus élevées pour favoriser l'émissivité de freinage. Les pressions choisies pour le protocole restent donc représentatives de conditions de conduite réelles.

L'influence du diamètre du pion est importante. Ce constat permet une plus grande flexibilité dans le protocole notamment sur l'utilisation de vitesses de glissement plus faibles.

4.3.2. Etude des paramètres liés à l'air

En plus des paramètres tribologiques du système, une étude des paramètres de la gestion de l'air a été réalisée. Ainsi les effets de la variation du débit et celle du temps de repos entre chaque frottement ont été étudiés.

Ainsi, dix frottements à 1,24 MPa et 13,9 m/s avec un pion de 4,65 mm de diamètre ont été réalisés selon 4 niveaux de débit différents lus sur la sonde Pitot : 3.5 m³/h, 4.0 m³/h, 4.5 m³/h et 5.0 m³/h. Lorsque l'on retranscrit ces débits pour obtenir le débit total, on obtient les débits correspondants : 4.1 m³/h, 4.7 m³/h, 5.3 m³/h, et 5.9 m³/h.

Ces mêmes essais ont été réalisés avec des temps d'inter-frottement différents. Ainsi, le temps inter-frottement séparant un frottement de son prochain a été établi à des valeurs d'une minute et de trois minutes.

4.3.2.1. Théorie

Dans cette étude, afin d'évaluer la sensibilité du protocole expérimental deux variables ont été étudiées :

- La concentration totale de particules mesurée lors de chaque frottement, corrigée par le bruit de fond (#/cm³) précédant sa mesure, telle que décrite dans la partie 5.6 ;
- Le taux d'informations utiles lors d'un frottement (%). Cette variable équivaut à la notion de ratio signal/bruit. Cette valeur lui a été préférée afin de mieux expliciter les résultats. Les résultats en décibels (dB) donnés par le ratio signal/bruit sont effectivement plus courants dans les domaines électrique et acoustique. Un bruit de fond est associé à chaque mesure, il est nécessaire de le déterminer, et éventuellement de le diminuer. La valeur du taux d'information utile permet d'évaluer si le bruit de fond impacte fortement les mesures ou non. Plus cette valeur est proche de 100 %, moins la mesure est bruitée, et plus la méthode expérimentale est sensible. Le taux d'information utile est calculé grâce à la relation (4.2) suivante :

$$t_{inf} = 100 \times \frac{C_{cor}}{C_{mea}} \quad (4.2)$$

Avec t_{inf} le taux d'information utile en %,
 C_{cor} , la concentration totale corrigée par le bruit de fond,
 C_{mea} , la concentration totale mesurée.

Enfin, une partie de cette étude porte sur l'impact des débits utilisés sur les concentrations mesurées. Les débits des instruments utilisés restant constants d'un essai à l'autre, la proportion d'air analysé par rapport au débit total peut différer d'un essai à l'autre. Cette proportion d'air analysé est définie par la relation (4.3) suivante :

$$\tau_{an} = 6 \times \frac{Q_{ins}}{Q_{tot}} \quad (4.3)$$

Avec τ_{an} , le taux d'air analysé lors de l'essai en %,
 Q_{ins} , le débit de l'instrument considéré en L/min,
 Q_{tot} , le débit total utilisé lors de l'expérience m³/h.

4.3.2.2. Résultats

Afin d'améliorer la sensibilité du protocole expérimental, des essais avec des temps inter-frottement d'une minute et de trois minutes ont été réalisés. La figure 4.12 montre le déroulement d'essais de 10 frottements à 13.9 m/s et 1.24 MPa avec un débit de 5.3 m³/h (mesure à la sonde Pitot de 4,5 m³/h). Cette figure correspond à une mesure continue de la concentration particulaire au CNC 3007 au cours d'un essai (de 10 nm à 1 μm). La figure 4.12.a représente un essai réalisé avec un temps d'inter-frottement d'une minute. La figure 4.12.b représente, elle, un essai réalisé avec un temps d'inter-frottement de trois minutes. Sur les deux figures, les concentrations totales mesurées et corrigées par le bruit de fond précédant chaque frottement sont en bleu. Le bruit de fond considéré pour chaque mesure de frottement est indiqué en rouge, sur la partie basse des figures. Avec un temps inter-frottement d'une minute, les concentrations atteignent jusqu'à 1.1.10³ #/cm³. Le bruit de fond quant à lui passe de près de 0 #/cm³ en début d'expérience, à une valeur moyenne de 300 #/cm³ sur le reste de l'expérience. Lorsque le temps inter-frottement utilisé est de trois minutes, la concentration mesurée atteint un maximum d'environ 6.5.10² #/cm³. Le bruit de fond est également proche de 0 #/cm³ en début d'expérience, et trouve une valeur stable autour de 3. 10¹ #/cm³. Il est important de rappeler que les 5 premiers pics des essais souffrent d'une faible répétabilité et que les observations associées à ces pics doivent rester limitées (voir partie 4.4.).

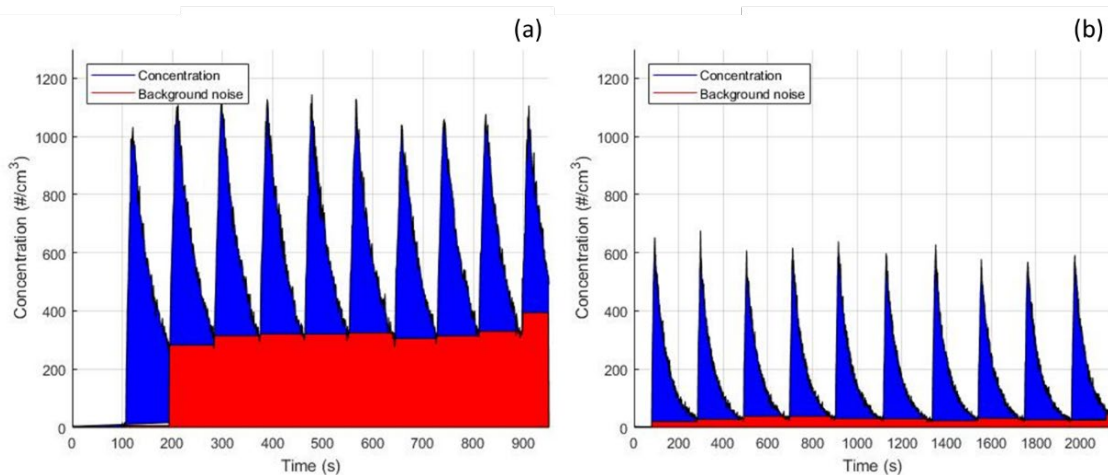


Figure 4. 12: 10 frottements à 13.9 m/s et 1.24 MPa chacun espacés de
(a) 1 minute de temps inter-frottement, et de (b) 3 minutes de temps inter-frottement

La figure 4.12 illustre l'intérêt d'un temps inter-frottement plus long. En passant celui-ci d'une minute à trois minutes, on observe quasiment un retour à la ligne de base. Dans ces nouvelles conditions, les mesures de concentrations particulaires sont moins contaminées par les émissions précédentes. Le ratio signal/bruit de fond augmente.

Afin d'évaluer l'impact du débit sur les concentrations mesurées et la sensibilité du protocole, la concentration totale mesurée lors de frottement individuel a été étudiée suivant différentes valeurs de débits. Ainsi, la figure 4.13 montre l'évolution de la concentration totale avec la variation de débit lors d'essais à 13.9 m/s et 1.24 MPa avec des temps inter-frottement d'une minute et de trois minutes.

Le premier point observé est que les concentrations totales liées aux essais avec un temps inter-frottement de trois minutes sont plus importantes que celles avec une seule minute de temps inter-frottement. Ainsi pour un débit de 5.9 m³/h, les concentrations totales mesurées pour les essais avec un temps inter-frottement de trois minutes sont environ 40 % plus importantes que celles des essais avec une minute de temps inter-frottement. Cet écart passe à environ 100 % de la concentration totale mesurée lorsqu'un débit de 4.1 m³/h est utilisé.

Un autre point observé est la variation des concentrations totales mesurées avec le débit. Avec un temps inter-frottement d'une minute, le lien entre débit utilisé et concentration mesurée semble faible. La concentration mesurée est estimée quasi-constante ($2.3 \cdot 10^4 \text{ \#/cm}^3$) au cours des essais. Quant aux essais avec un temps de 3 minutes de temps inter-frottement utilisé, une baisse de la concentration totale mesurée est observée avec l'augmentation du débit utilisé. Ainsi, à débit de 4.1 m³/h, une concentration totale de $4.2 \cdot 10^4 \text{ \#/cm}^3$ a été estimée, alors qu'un débit de 5.9 m³/h mène à l'observation d'une concentration totale de $3 \cdot 10^4 \text{ \#/cm}^3$.

L'évolution des concentrations mesurées observée en figure 4.14, est couplée avec l'évolution de la proportion du volume d'air caractérisé τ_{an} . Les deux valeurs sont exprimées sous forme de pourcentage d'une valeur de référence, lorsque le débit est de 5,9 m³/h. Ainsi, dans le cas d'un temps inter-frottement d'une minute, aucune variation notable du nombre de particules comptabilisées n'est observée avec le changement de τ_{an} . En effet, pour τ_{an} augmentant de 43 %, la concentration totale évolue de 100 % de la valeur de référence à 97 %. Les valeurs intermédiaires de τ_{an} (= 111 % et 125 %) sont associées quant à elles à des concentrations représentant jusqu'à 115 % de la valeur de référence lorsque le débit est de 5.9 m³/h. Pour les essais avec un temps inter-frottement de trois minutes, l'augmentation de τ_{an} de 43 % est associée à une augmentation du nombre de particules comptabilisées de 39 %. Lors des essais avec les valeurs intermédiaires de τ_{an} , les concentrations totales mesurées montrent également un caractère intermédiaire avec des valeurs croissantes : à $\tau_{an} = 111 \%$, la variation de concentration est estimée à +3 % ; et à $\tau_{an} = 125 \%$, elle est de +28 %. Lors des essais avec un temps inter-frottement d'une minute, lorsque le débit diminue, aucune tendance d'augmentation de la concentration n'est observable. Dans ces conditions, la diminution du débit est plutôt associée à un bruit de fond plus important, qui s'accumule au fil des émissions. Lors des essais avec un temps inter-frottement de trois minutes, la diminution du débit s'accompagne d'une augmentation de la concentration particulaire mesurée. Cette fois, l'accumulation du bruit de fond est bien moindre et il est possible d'observer cette tendance à l'augmentation.

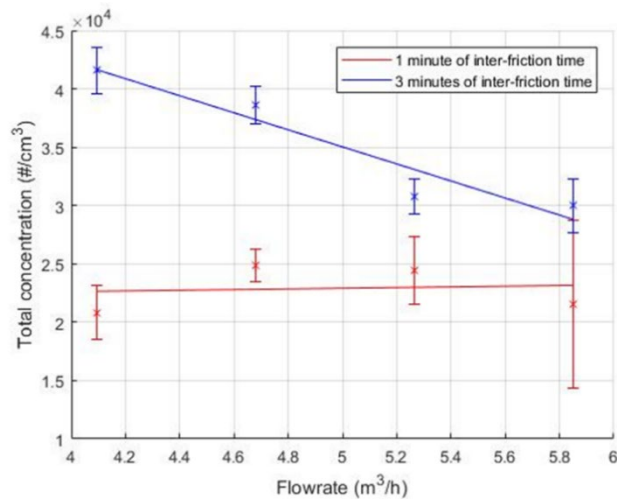


Figure 4.13: Evolution de la concentration totale mesurée lors d'un essai en fonction du débit utilisé lors d'essais à 13.9 m/s et 1.24 MPa avec 1 minute et 3 minutes de temps inter-frottement

	Temps inter-frottement d'1 minute				Temps inter-frottement de 3 minutes			
Evolution de τ_{an} (%)	100	111	125	143	100	111	125	143
Variation de la concentration normalisée (%)	100	113	115	97	100	103	128	139

Figure 4. 13 : Evolution de la concentration avec le taux d'air analysé τ_{an} (avec pour référence les valeurs à 5.9 m³/h)

Enfin, la sensibilité du protocole expérimental a été regardée selon le taux d'informations utiles d'un signal lors d'un frottement. La Figure 4.15 montre l'évolution de ce taux d'informations utiles, calculé selon la relation (4.2), pour des essais à 13.9 m/s et 1.24 MPa avec des temps inter-frottement d'une minute et de trois minutes selon quatre valeurs de débit : 4.1 m³/h, 4.7 m³/h, 5.3 m³/h, et 5.9 m³/h. Le graphe de la Figure 4.15 montre une forte augmentation du taux d'informations utiles avec l'augmentation du temps inter-frottement. Les essais avec un temps d'inter-frottement d'une minute ne dépassent pas 55 % d'informations utiles sur la totalité du signal. Les essais à temps inter-frottement de trois minutes sont tous au-dessus de 75 % d'informations utiles. L'étude des deux courbes de la Figure 4.15 permet d'observer une augmentation linéaire (affine) du taux d'informations utiles avec l'augmentation du débit utilisé. Dans le cas des essais avec temps d'inter-frottement d'une minute, ce taux semble augmenter selon un coefficient directeur de 8.5 %/m³/h. Les données des essais au temps d'inter-frottement de trois minutes indiquent que le taux d'informations utiles est lié au débit utilisé selon un coefficient directeur de 6.6 %/m³/h. Cette figure illustre l'intérêt de privilégier un temps d'interfrottement de trois minutes au lieu d'une minute. Cela permet effectivement de réaliser une importante amélioration du ratio signal/bruit de fond.

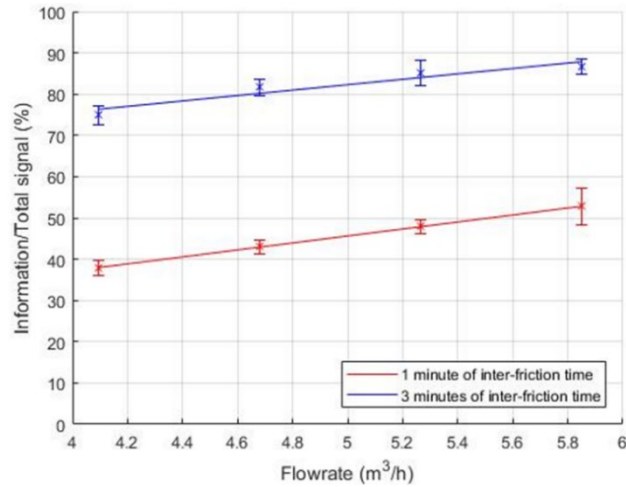


Figure 4. 14 : Evolution du taux d'information utile du signal en fonction du débit utilisé lors d'essais à 13.9 m/s et 1.24 MPa avec des temps d'inter-frottement d'1 et 3 minutes

4.3.2.3. Interprétation et discussion

Le premier paramètre pour améliorer la sensibilité du protocole expérimental est l'augmentation de la concentration mesurée. Pour des essais à 13.9 m/s, 1.24 MPa et 5.3 m³/h (4,5 m³/h sur la sonde pitot), la figure 4.12 témoigne de concentrations maximales plus élevées lorsque le temps inter-frottement est plus faible. Alors que la concentration en début d'essai était de 0 #/cm³, la concentration résiduelle précédant les frottements est de 300 à 350 #/cm³ lorsque le temps d'inter-frottement est d'une minute (Fig.4.12.a). Avec un temps d'inter-frottement de trois minutes, ces concentrations résiduelles précédant les frottements ne sont estimées qu'entre 20 et 50 #/cm³ (Fig. 12.b).

Dans la figure 4.13, après correction du bruit de fond, des concentrations totales mesurées sont observées plus importantes lorsqu'un temps inter-frottement plus long est utilisé. A émission similaire, par addition des signaux, il est donc attendu que la concentration maximale mesurée soit plus élevée lorsque le bruit de fond est le plus important.

Les émissions de chaque pic sont estimées sur une plage de temps qui est propre au pic. Si une partie de l'émission n'a pas été mesurée pendant la plage de temps du pic, alors cette partie est considérée comme partie intégrante du bruit. Ainsi un temps inter-frottement plus long permet d'allonger la plage de temps de chaque pic, et de diminuer significativement la partie non-comptabilisée. En outre, augmenter le temps inter-frottement permet une meilleure individualisation des frottements générateurs et ainsi un meilleur couplage des concentrations mesurées avec leur frottement originel. Ce meilleur couplage s'exprime notamment par la prise en compte d'une plus grande partie des particules émises, tout en diminuant les pertes dues au bruit.

La figure 4.13 montre une évolution décroissante des particules comptabilisées avec l'augmentation du débit lorsqu'un temps inter-frottement de trois minutes est utilisé. Cette propriété se retrouve dans les données des essais à 3 minutes de temps inter-frottement du Tableau 1 où les variations de τ_{an} et des concentrations totales semblent liées. Les données des essais à temps inter-frottement d'une minute ne montrent pas de corrélation claire entre le débit utilisé, ou τ_{an} , et le nombre de particules comptées.

Afin d'améliorer la sensibilité, une étude sur l'importance du bruit en fonction du débit et du temps inter-frottement a été réalisée (Fig. 4.14). La figure 4.14 montre que τ_{inf} augmente avec le débit mais également avec l'augmentation du temps inter-frottement. Une autre interprétation de cette observation est que plus le débit est faible, plus le bruit de fond, notamment la concentration résiduelle, est important. Ces observations sont en accord avec celles faites sur la Figure 4.12.

De même pour des émissions similaires, il est également attendu que la concentration totale mesurée soit plus importante lorsque la plage de temps de comptage est plus longue.

La concentration totale mesurée a montré un lien avec le débit utilisé lorsque le temps inter-frottement était de trois minutes. Cette évolution de la concentration mesurée s'explique en partie par le phénomène de dilution de l'émission. La même quantité de matière est émise par le frottement mais sa concentration dans l'air varie avec le débit utilisé : Plus le débit est important, plus les concentrations sont faibles parce que diluées.

Lorsqu'un temps inter-frottement d'une minute a été utilisé, cette évolution de la concentration totale avec le débit n'a pas été observée. Une principale hypothèse permet d'expliquer la différence de comportement lorsque le temps inter-frottement passe d'une à trois minutes. Cette différence de comportement est liée au renouvellement d'air de la chambre. Pour rappel, dans notre cas, le renouvellement de l'air de la chambre est effectué une fois toutes les 2 minutes et 25 secondes lorsqu'un débit de 5,0 m³/h est mesuré sur la sonde Pitot. Lorsque le débit ou que le temps inter-frottement sont élevés, le taux de renouvellement d'air de la chambre est suffisamment important pour que les émissions de différents frottements ne coexistent pas. Lorsque le temps inter-frottement est inférieur au temps de renouvellement de l'air de la chambre, les émissions des différents frottements coexistent au sein de la chambre.

Ces émissions peuvent s'accumuler au sein de la chambre et une augmentation des concentrations maximales et du bruit de fond est observée. Ainsi, à émissions et temps inter-frottement similaires, plus le débit est faible, moins la plage de temps propre au frottement est adaptée à la mesure. Dans ces conditions, la partie non mesurée d'une émission, est considérée comme partie intégrante du bruit de la prochaine, augmente avec la baisse de débit. Ainsi, lors d'une baisse de débit, un effet d'équilibre a pu être observé : la perte d'une partie de l'émission comptabilisée et l'augmentation du taux du débit analysé qui se compensent dans leur effet.

Cette hypothèse est appuyée par la tendance du bruit de fond à augmenter avec la baisse du débit. Cette évolution progressive du bruit pourrait effectivement être le signe de la croissance de la partie non mesurée d'une émission, et considérée comme partie intégrante du bruit lors de la prochaine mesure.

Dans le cas des essais avec un temps inter-frottement de trois minutes, les particules comptabilisées représentent environ 80 % voire plus de la totalité du signal. L'effet de l'augmentation de τ_{inf} prévaut sur la diminution de τ_{an} et les concentrations totales mesurées ont tendance à augmenter avec la baisse de débit.

Pour les essais avec un temps inter-frottement d'une minute, le bruit de fond représente environ 50 % voire plus de la mesure totale, cette fois les variations τ_{an} et de τ_{inf} ont des effets comparables et les mesures de concentrations totales montrent un caractère constant.

Par ailleurs, l'évolution du bruit avec le débit a été montrée plus importante lorsque le temps inter-frottement est de trois minutes, ce qui appuie d'autant plus cette hypothèse.

Dans les conditions d'essais, le taux de renouvellement d'air est évalué entre 17 fois par heure et 25 fois par heure (entre 2 minutes 25 secondes et 3 minutes 28 secondes) selon le débit utilisé. Ces valeurs sont supérieures au temps d'inter-frottement d'une minute. Ce qui explique pourquoi les résultats des essais avec un temps d'inter-frottement d'une minute montrent peu de variation avec le débit.

En deuxième hypothèse, la précision des mesures des essais à temps inter-frottement d'une minute pourrait être remise en cause. Une évolution similaire aux essais à temps inter-frottement de trois minutes serait effectivement quantifiable, mais celle-ci n'a pas pu être observée.

Avec un temps inter-frottement d'une minute, le bruit de mesure et les incertitudes peuvent être importants. Des variations de l'ordre de 15 % ont été observées (voir tableau 1) mais celles-ci semblent plutôt relever d'incertitudes de mesure que d'un comportement de variation proportionnelle.

Dans le cas d'une mesure sans aucun bruit, une autre approche de l'évolution des concentrations totales serait de considérer que la variation de la concentration totale mesurée est proportionnelle à la variation du taux d'air analysé. Ce lien proportionnel pourrait être d'un rapport 1 :1 lorsque le temps inter-frottement est suffisamment important. Cette approximation ne tient pas compte de l'aérodynamique de la chambre ainsi que des perturbations de flux dues à la rotation du disque ventilé.

Les essais présentés dans cette étude ont été effectués à vitesses de glissement égales et pressions constantes. Bien que le flux généré par le disque ventilé puisse changer avec sa rotation, les hypothèses effectuées lors de cette étude sont supposées applicables à des frottements différents. Les hypothèses ne portent effectivement que sur le transport des particules et non sur leur émission. Enfin, dans le cas d'un système pion-disque, le débit n'a pas d'incidence sur la température du disque puisque les effets thermiques sont considérés négligeables.

Cette étude a permis d'observer que le débit et le temps inter-frottement utilisés ont une influence significative sur la concentration mesurée et donc sur la sensibilité du protocole expérimental. Quand le renouvellement de l'air est suffisamment important, le débit montre une influence sur la concentration totale mesurée. Un effet de dilution de l'émission est constaté : plus le débit est élevé, moins la concentration totale mesurée est importante.

La concentration mesurée semble être en lien direct avec la proportion d'air analysée. Lorsque le renouvellement de l'air est trop faible, les variations de débit ne montrent pas d'influence significative en raison d'un équilibre entre la perte de la mesure d'une partie de l'émission, et l'augmentation de la concentration totale avec la baisse de débit.

Afin d'améliorer la sensibilité du protocole expérimental, il convient de diminuer le débit en gardant un temps de renouvellement de l'air dans la chambre inférieur au temps séparant chaque événement de freinage. Si une concentration résiduelle est toujours détectée, le temps inter-frottement pourra être augmenté sans impacter la répétabilité ou la représentativité du protocole.

4.4. Amélioration de la répétabilité du protocole

4.4.1. Théorie

La comparabilité des résultats implique que les paramètres d'entrée des essais soient identiques. Lorsque tous les paramètres d'entrée ne peuvent pas être ajustés, il est nécessaire d'étudier la sensibilité des résultats aux paramètres expérimentaux. Les échanges réalisés avec le groupe de travail UNECE/PMP invitent à une grande prudence quant à la répétabilité et la reproductibilité des résultats, et ce même pour les études réalisées sur banc dynamométrique à inertie. L'étude de la répétabilité menée ici se fonde sur les lois normales de distribution. Les lois normales, ou lois de Gauss, sont fréquemment utilisées pour modéliser des phénomènes issus de plusieurs événements aléatoires. Dans notre cas, le phénomène étudié est la mesure de l'émission en nombre. Les événements aléatoires peuvent quant à eux être des variations des surfaces de frottement, des mouvements d'air ou des fluctuations des couples des différents moteurs utilisés. Dans notre cas, nous discuterons la répétabilité des résultats uniquement en rapport avec les variations des états des surfaces de frottement.. Les paramètres expérimentaux comme le débit, la vitesse, la pression de contact, la surface de contact ou le temps inter-frottement représentent des paramètres dont la variation entre deux mesures peut être contrôlés avec une précision suffisamment élevée pour qu'elle n'est pas à être remise en cause. D'un autre côté l'état des surfaces lors du frottement peut varier selon l'état initial des surface de frottement et l'hétérogénéité des surfaces. Celles-ci représentent effectivement le paramètre d'influence le plus manifeste

Une loi normale d'un l'ensemble des données est définie selon l'espérance μ et l'écart type σ . Dans notre cas, l'espérance des mesures est une moyenne simple. L'écart-type illustre quant à lui la variabilité, et donc la répétabilité, des résultats. La densité de probabilité de la loi normale est donnée par la formule 4.4 suivante [6] :

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2} \quad (4.4)$$

Cette formule permet notamment d'établir la courbe de Gauss également utilisée pour cette étude. L'intégrale de la densité de probabilité de la loi normale permet par ailleurs d'obtenir des intervalles de confiance. En d'autres termes, si un intervalle d'abscisse délimite 90 % de l'aire totale sous la courbe, alors il s'agit d'un intervalle de confiance de 90 %. Et donc, si une

nouvelle donnée est en dehors de cet intervalle, on peut affirmer avec 90 % de certitude que cette donnée est issue d'un autre phénomène (une vitesse de glissement différente par exemple). Si les intervalles de confiance de deux ensembles de données ne se chevauchent pas, alors il est possible d'affirmer que les données ne proviennent pas du même phénomène.

La définition d'un intervalle de confiance est possible selon la formule (4.5) suivante :

$$I = [\mu - k\sigma; \mu + k\sigma] \quad (4.5)$$

Où I est l'intervalle de confiance, donc dans notre cas un intervalle de nombre de particules. Et k est un coefficient indépendant de μ et σ , qui provient des tables de la loi normale centrée réduite [6].

On retient notamment les valeurs de niveau les plus souvent utilisées :

- $k \approx 1,645$ pour définir un intervalle de 90 %
- $k \approx 1,960$ pour 95 %
- $k \approx 2,576$ pour 99 %

Plus l'intervalle de confiance est important, moins il est discriminant, et donc moins précis. Lors de cette étude, un intervalle de confiance de 95 % a été choisi (donc $k \approx 1,960$). Cela équivaut également à dire que parmi l'ensemble des mesures utilisées pour définir la densité de probabilité, environ une mesure sur vingt est exclue de l'intervalle de confiance. L'amélioration de la répétabilité se traduit donc par l'affinement de l'intervalle de confiance.

Afin d'affiner l'intervalle de confiance, deux séries d'expériences ont été réalisées. Comme précédemment indiqué, ces séries d'expériences se sont concentrées sur l'influence des surfaces de frottement sur la mesure, et plus précisément la surface du disque. En raison de la complexité de la composition des plaquettes, l'évolution des surfaces n'est pas abordée ici. Cependant, le disque est une fonte perlitique à graphite lamellaire, largement étudié dans la littérature. Le freinage est un phénomène tribologique générateur de chaleur qui s'accompagne d'une oxydation du disque. Il s'agit de déterminer dans ces séries d'essais si le degré d'oxydation du disque peut modifier l'émissivité. Deux facteurs de l'oxydation sont analysés : la durée de séjour et la température.

La première série d'expériences a consisté à étudier l'influence du temps entre chaque série d'essais, afin de faire varier le temps d'oxydation dans un milieu proche des conditions réelles d'un stationnement. Ainsi, des essais identiques espacés de 10 minutes, 30 minutes, 2 h, 16 h et 115 heures ont été réalisés. Aucun effet n'a été détecté. Les résultats de la deuxième série d'essais et la littérature sur le sujet mènent à penser que l'oxydation peut avoir une influence sur l'émission. L'hypothèse privilégiée est donc que le temps d'oxydation soit trop faible pour avoir une réelle incidence. Le temps d'expérience étant limité, il n'a pas été jugé nécessaire de réaliser de plus longues durées d'oxydation. Dans le cas de durées de stationnement plus longues, les freinages concernés par l'oxydation peuvent être considérés comme peu représentatives d'un comportement de freinage sur route, pour être intégrés au protocole. Cette série d'expériences n'est pas développée dans ce manuscrit, mais elle rentre en compte dans la définition du protocole.

La deuxième série d'expériences a consisté en l'étude d'influence des précédentes températures de frottement. Le freinage est en effet responsable d'une dissipation thermique puissante qui fait encore l'objet de questionnements (voir partie 2) Ainsi, la température du contact de frottement augmente avec la puissance de frottement, en lien avec l'énergie cinétique dissipée. L'oxydation des matériaux étant favorisée par l'augmentation de la température, il est attendu que la surface du disque soit plus oxydée avec l'augmentation de la puissance dissipée. Cette première hypothèse est décrite dans la littérature et a également été confirmée grâce à l'étude des surfaces de frottements (voir partie 6 et figure 4.16)

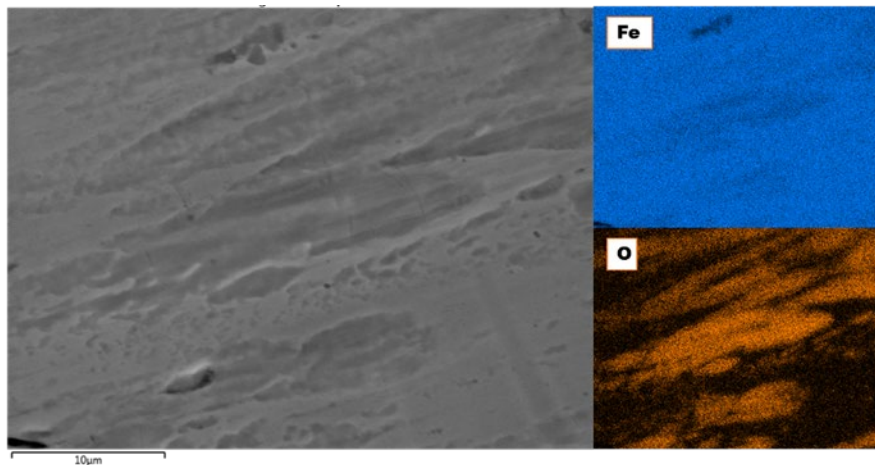


Figure 4. 15 : Analyse EDS de la surface d'un disque après frottements à 1.24 MPa et 25 m/s ($PV = 31 \text{ MPa.m/s}$)

Afin de générer différents degrés d'oxydation des surfaces, une série d'essais identiques a été réalisée : à 1,24 MPa de pression de contact, 25 m/s de vitesse de glissement et un diamètre de 4,65 mm pour le pion. Des essais à différentes vitesses de glissement ont été réalisés. Les surfaces de frottements initiales ont, elles, été paramétrées par l'intermédiaire de précédents essais. Ainsi, un essai avec une vitesse de frottement de 36,1 m/s a été réalisé pour obtenir un haut degré d'oxydation de la surface du disque, et le comportement de l'essai suivant A est analysé. De même, un essai avec une vitesse de frottement de 13,9 m/s est réalisé, un nouvel essai B est également analysé. La comparaison entre les essais A et B permet d'estimer l'impact des précédentes vitesses de glissement, et donc des températures, sur les essais. Cette étude a permis d'améliorer la répétabilité du protocole et la compréhension des mécanismes de génération des particules (voir partie 6). Elle est donc développée dans la partie suivante.

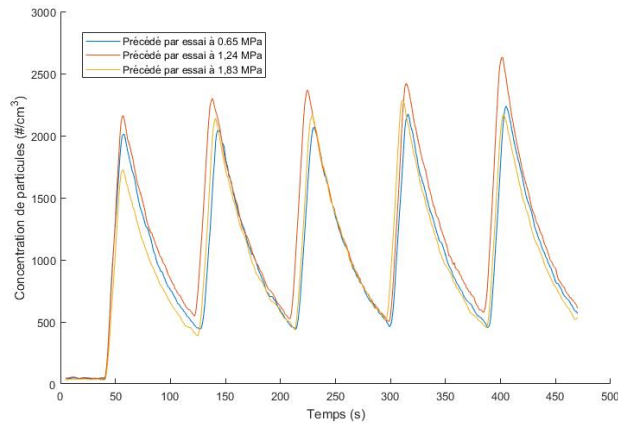


Figure 4. 16 : Evolution d'une émission à 25 m/s et 1,24 MPa selon la précédente pression de contact utilisée, courbe bleue après frottement à 0.65 MPa, orange après 1.24 MPa et grise après 1.83 MPa

Le même protocole a été réalisé avec des pressions variantes mais aucune influence de ces changements de pressions n'a pu en être déduite (voir Figure 4.17). Il est effectivement observé des émissions différentes selon les pressions de contacts précédentes, mais aucune tendance d'émissivité n'a pu être associée à un phénomène tribologique.

4.4.2. Protocole expérimental

L'influence de l'oxydation des surfaces de frottement sur la génération des particules est étudiée ici avec un protocole expérimental simple. Les essais ont été menés sur le banc expérimental du CETIM avec débit mesuré à la sonde Pitot de 5 m³/h. Les matériaux de frottements utilisés sont le même disque en fonte de série, et le même pion issu de 4,65 mm de diamètre issu d'une plaquette LM de série. Le protocole suivant a été appliqué :

- 10 frottements à 1,24 MPa et 36,1m/s
- 10 frottements à 1,24 MPa et 25,0 m/s (T1)
- 10 frottements à 1,24 MPa et 25,0 m/s
- 10 frottements à 1,24 MPa et 25,0 m/s (T2)
- 10 frottements à 1,24 MPa et 13,9 m/s
- 10 frottements à 1,24 MPa et 25,0 m/s (T3)

Ce protocole a été établi afin d'obtenir trois mesures à paramètres égaux (T1, T2 et T3), mais dont les essais précédents diffèrent. Ici, la vitesse de glissement des essais précédents aux essais présentés varie.

Pour mieux connaître la morphologie des zones oxydées, une coupe métallographique a été réalisée dans le sens longitudinal de frottement (figure 4.18). La partie noire supérieure correspond à une résine placée en surface du disque sollicitée. La partie grise correspond à la matrice (fer) contenant des zones gris foncé représentant des graphites lamellaires. On observe une structure homogène d'une fonte à graphite lamellaire. Des déformations plastiques ont été notées dans la zone débouchante des graphites. Ces déformations suivent le sens de frottement. Enfin, les zones oxydées observées en surface sont peu visibles en coupe, ce qui montre leur faible épaisseur (< 1 µm).

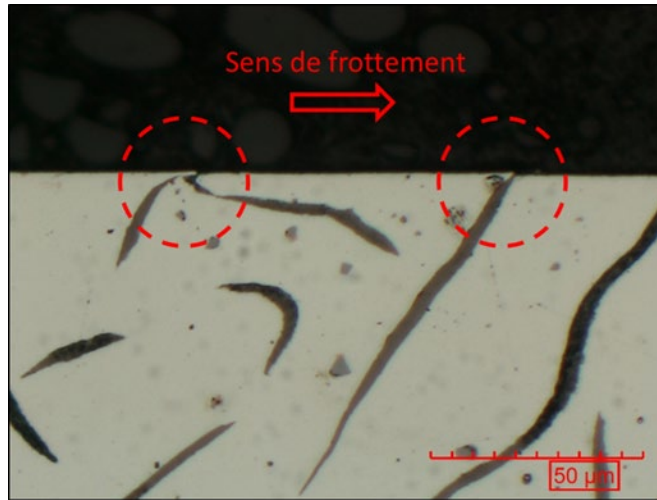


Figure 4. 17 : Observation en coupe de la piste de frottement testée à 1,24 MPa et 25,0 m/s (PV = 31 MPa m/s)

4.4.3. Résultats

Des essais à paramètres identiques mais avec des états de surfaces initiaux différents ont été réalisés. Les concentrations résultantes des essais (T1), (T2) et (T3) sont ainsi présentées dans la figure 4.19. Seulement les 5 premiers pics des essais sont reportés ici car ils montrent la plus grande variabilité. Les pics de concentrations observées sont liés à des frottements identifiés précis, dissociables du bruit de fond et des autres pics d'émission dus aux frottements antérieurs et postérieurs.

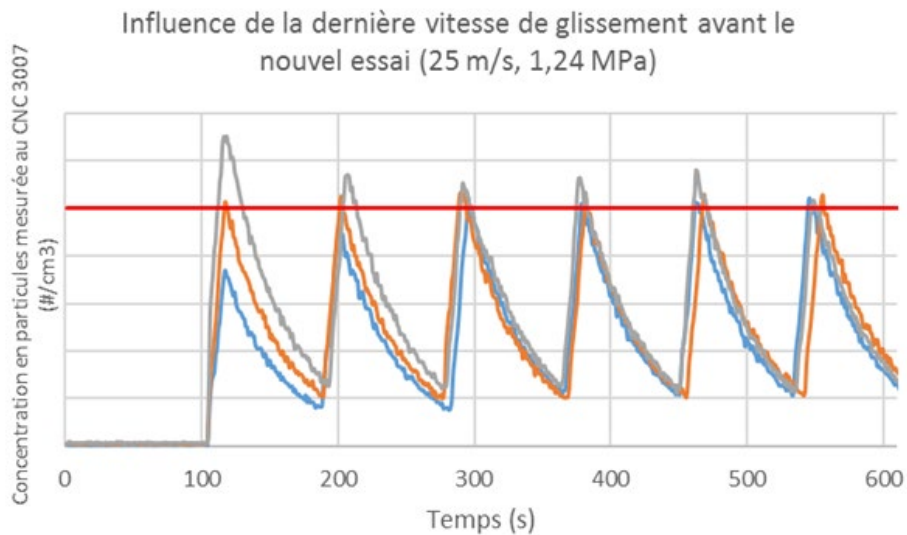


Figure 4. 18 : Evolution d'une émission à 25 m/s et 1,24 MPa selon la précédente vitesse de glissement utilisée, courbe bleue (T1) après frottement à 36,1 m/s, orange (T2) après 25 m/s et grise (T3) après 13,9 m/s

La courbe de l'essai (T2), en orange, après 10 frottements à 25 m/s, montre une concentration maximale observée après chaque frottement autour de $2,5 \cdot 10^3 \text{ \#/cm}^3$. La concentration maximale après chaque frottement ne montre pas de variations significatives.

La courbe de l'essai (T1), en bleu, après plusieurs frottements à 36,1 m/s, montre une première concentration maximale de $1,8 \cdot 10^3 \text{ \#/cm}^3$. Cette concentration maximale évolue au second frottement pour atteindre la valeur de $2,3 \cdot 10^3 \text{ \#/cm}^3$. Enfin, cette concentration maximale n'évolue plus du 3ème frottement jusqu'au dernier pour atteindre la valeur de $2,5 \cdot 10^3 \text{ \#/cm}^3$.

La courbe de l'essai (T3), en grise, après 10 frottements à 13,9 m/s, montre une première concentration maximale de $3,2 \cdot 10^3 \text{ \#/cm}^3$. Cette concentration maximale garde une valeur autour de $2,8 \cdot 10^3 \text{ \#/cm}^3$ du deuxième au quatrième frottement. Enfin, cette concentration maximale atteint la valeur de $2,5 \cdot 10^3 \text{ \#/cm}^3$ au cinquième frottement.

Une mesure du coefficient de frottement est toujours effectuée en parallèle de la mesure des aérosols. La figure 4.20 représente l'évolution des coefficients de frottement de ces essais, rapprochés dans le temps pour plus de visibilité. Pour rappel, chacun de ces frottements dure 10 secondes. Les coefficients de frottement des essais précédés par des frottements de 25,0 m/s et 36,1 m/s semblent équivalents. Le coefficient de frottement de leur premier frottement commence à 0.35 et termine à 0.41. Pour les essais suivants, cette évolution est plus faible, elle passe de 0.38 à 0.42. Le coefficient de frottement du contact suivant l'essai à 13,9 m/s semble être plus faible que ceux des deux autres et montre une évolution de 0.33 à 0.39 m/s. Selon les incertitudes liées à la matière, notamment l'hétérogénéité du pion, on peut dire qu'à partir du troisième frottement, les frottements deviennent équivalents avec une valeur moyenne autour de 0,40.

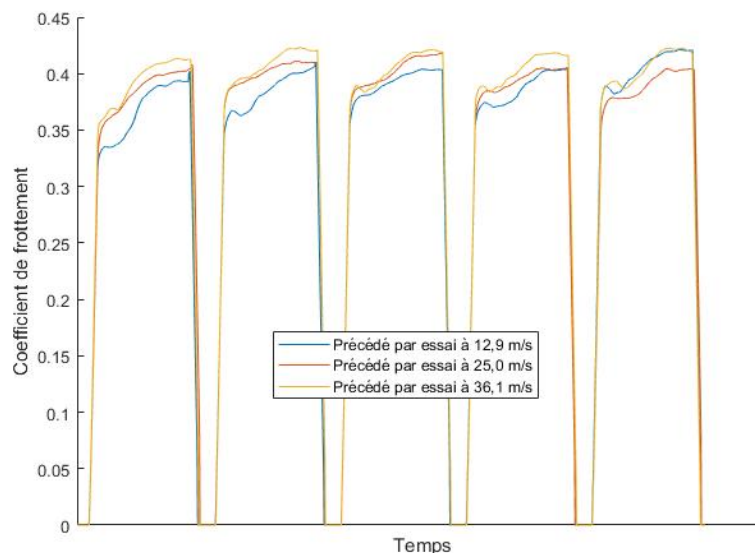


Figure 4. 19 : Evolution des premiers coefficients de frottement d'un essai selon l'essai précédent

4.4.4. Discussion

La figure 4.19 montre que la concentration maximale de la courbe de (T2) est égale à $2,5 \cdot 10^3 \text{ \#}/\text{cm}^3$ après chaque frottement. Cela montre une forme de répétabilité de l'essai qui en conditions similaires produit des résultats identiques.

La répétabilité des essais a été approchée ici avec l'étude de l'influence des vitesses de frottement précédentes sur la future émission. Un phénomène a été identifié : les premières émissions sont influencées par les précédentes vitesses de frottement mais après quelques freinages, les émissions tendent à se stabiliser autour d'une valeur moyenne constante. Lorsque les vitesses de glissement précédentes sont élevées, une baisse de l'émissivité est remarquée lors des frottements suivants. L'observation inverse est également réalisée.

Par ailleurs, la littérature et les essais réalisés au CETIM montrent que l'augmentation de la vitesse de glissement augmente l'oxydation du disque. Plus spécifiquement, cela augmente la proportion de la surface du disque recouverte d'un oxyde. Aucun essai de dureté n'a pu être réalisé sur les surfaces oxydées en raison de leur faible épaisseur. Néanmoins, la littérature rapporte une diminution du taux d'usure avec l'oxydation des fontes. L'hypothèse suivante est proposée afin d'expliquer l'influence des dernières vitesses de glissement sur la future émission. Après une vitesse de glissement élevée, une plus grande partie de la surface du disque est recouverte de films d'oxyde. Ces films d'oxyde s'usent moins vite que la fonte pure, et d'une manière générale, le taux d'usure du disque est plus faible. Ce taux d'usure se traduit par une émissivité plus faible. Lors de la répétition de frottement, la proportion de couverture du disque par des films d'oxyde et l'énergie thermique dissipée viennent à s'équilibrer. Lorsque cet équilibre est retrouvé, les émissions montrent des niveaux de concentrations comparables. La forte influence de l'état initial des matériaux implique qu'une forte proportion des particules émises par ce système provienne de l'usure du disque. Cette hypothèse concorde avec la littérature qui rapporte de fortes concentrations de Fer dans la gamme micrométrique des aérosols [7]–[9].

Par ailleurs, une brève étude des coefficients de frottement a été menée ici. La vitesse de glissement des précédents frottements semble avoir un léger impact sur le coefficient de frottement. Les variations sont faibles et même si aucun mécanisme n'a été identifié, cela montre *que* l'état initial des matériaux influence la nature même du frottement. Les différences d'évolutions entre le premier frottement et les suivants pourrait par ailleurs témoigner de la création d'une couche de transfert (voir partie 6) et de la montée en température du pion.

4.4.5. Amélioration de la répétabilité du protocole

Dans des conditions réelles de conduite, l'équilibre entre oxydation de la surface et énergie thermique dissipée est rarement atteint. Les freinages ne suivent pas de suite logique, en outre les freinages ont rarement la même intensité plus de 5 fois de suite. Il n'est pas possible d'estimer la puissance du prochain freinage en se basant sur le dernier. Des cycles de freinage, type WLTP, ont été déterminés suivant l'occurrence des types de freinages (décélération, vitesse de glissement, ...). Il s'agit d'une moyenne statistique visant à exécuter les freinages les plus courants. Les événements sont catégorisés par type de route ; leur ordre dans le cycle est purement arbitraire.

A l'échelle mondiale, pour un nombre de kilomètres donnés sur un certain type de circuit (route de campagne, ville, autoroute), la répartition des freinages au cours d'un voyage est

effectivement stochastique. L'effet de l'état initial des matériaux précédemment démontré résulte d'une suite de freinage spécifique. Son influence est donc également aléatoire d'un freinage à un autre. En ce sens, il est préférable de considérer les surfaces comme équilibrées et indissociables d'un type de freinage. En s'affranchissant de l'influence de l'état initial des matériaux de chaque freinage, on peut donc déterminer l'émission propre à un freinage, non influencée par le hasard qui la précède.

Une courbe de Gauss peut être établie lorsqu'un minimum de 30 événements a été effectués. Le nombre total de particules mesurées lors d'un freinage est déterminé grâce au protocole défini en partie 5.6. Ces nombres totaux de particules représentent les événements statistiques.

Les frottements réalisés 25 m/s, 1,24 MPa, avec le même disque de frein et le même pion de 4,65 mm, lors de cette série d'essais sont tous regroupés et analysés statistiquement. Ainsi, un total de 133 pics avec ces mêmes matériaux a été recensé par analyse Matlab, sachant que les derniers frottements n'ont jamais été comptabilisés. Le modèle d'exploitation final des données n'était effectivement pas encore déterminé lors de la campagne d'essai, ce point a été rectifié lors de l'établissement du protocole expérimental. Lorsque les 5 premiers événements, témoignant de l'influence de l'état initial des matériaux ne sont pas pris en compte, un total de 63 événements est recensé.

Le nombre d'événements étant suffisant, la figure 4.21 présente les courbes de Gauss suivantes :

- En rose, la loi de distribution établie selon tous les pics
- En bleue, la loi de distribution excluant les 5 premiers frottements de chaque essai.

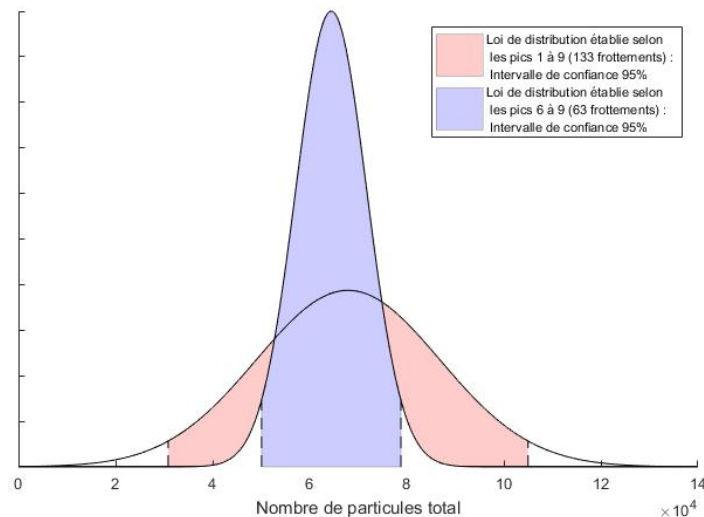


Figure 4. 20: Distribution des données selon les frottement pris en compte

En prenant la totalité des frottements, et donc l'influence de l'état initial des matériaux, l'intervalle de confiance de 95 % s'établit à $\pm 54,6$ % de la valeur moyenne. En ne prenant pas en compte les premiers frottements, cet intervalle s'établit à $\pm 22,3$ % de la valeur moyenne. La division de l'intervalle de confiance par un facteur 2,5 montre une amélioration importante de la répétabilité de l'essai avec l'équilibre du degré d'oxydation.

L'analyse des surfaces effectuée lors de cette thèse survole le sujet en se basant sur la puissance de frottement qui regroupe la pression de contact et la vitesse. Une analyse plus approfondie des surfaces en rapport direct avec les vitesses de frottement et les pressions de contact permettrait de mieux comprendre l'effet de l'état initial des matériaux observé et les mécanismes de génération en général. Ce point soulève notamment les différences de comportement observé entre l'influence de la pression et la vitesse sur les futurs essais.

Différents paramètres d'entrée du protocole ont été étudiés afin d'améliorer la sensibilité du protocole expérimental. La diminution du bruit de fond et des concentrations résiduelles peut être réalisée en augmentant le temps entre chaque frottement et en augmentant le débit. Par ailleurs, le nombre de particules de freinage mesurées peut être augmenté en augmentant la vitesse, la pression, la surface de contact ou en diminuant le débit.

La répétabilité des essais a été améliorée grâce à une meilleure compréhension des mécanismes de génération, et notamment l'observation de l'influence de l'état initial des matériaux

La dispersion observée est de l'ordre de $\pm 25\%$ pour un essai avec une plaquette LM et un disque en fonte. Cette nette première amélioration de la répétabilité peut par ailleurs être complétée par un contrôle plus efficace des paramètres climatiques. La campagne d'expérience a été réalisée dans des conditions d'urgence et le choix a été fait de négliger le contrôle des paramètres climatiques au profit d'un plus grand nombre d'essais afin d'explorer l'influence des paramètres d'entrée. Avec un contrôle efficace de la température et de l'hygrométrie, la répétabilité des essais devrait augmenter. Par ailleurs, l'automatisation totale du déclenchement des frottements au cours d'un essai pourrait également servir l'amélioration de la répétabilité.

Du fait de l'évolution des matières et de leur hétérogénéité, la dispersion observée n'est jamais nulle. Celle-ci devrait varier en fonction des matériaux de freinage utilisés. La littérature rapporte que les plaquettes Non-Asbestos Organic (NAO) ont déjà montré des émissions plus variables que les plaquettes LM.

-
- [4.1] M. Alemani, J. Wahlström, et U. Olofsson, « On the influence of car brake system parameters on particulate matter emissions », *Wear*, vol. 396-397, p. 67-74, févr. 2018, doi: 10.1016/j.wear.2017.11.011.
- [4.2] « TF Activities Update », présenté à PMP Presentation, oct. 30, 2019.
- [4.3] M. Marjamäki, J. Keskinen, D.-R. Chen, et D. Y. H. Pui, « PERFORMANCE EVALUATION OF THE ELECTRICAL LOW-PRESSURE IMPACTOR (ELPI) », *Journal of Aerosol Science*, vol. 31, n° 2, p. 249-261, févr. 2000, doi: 10.1016/S0021-8502(99)00052-X.
- [4.4] M. Eriksson, F. Bergman, et S. Jacobson, « On the nature of tribological contact in automotive brakes », *Wear*, vol. 252, n° 1, p. 26-36, janv. 2002, doi: 10.1016/S0043-1648(01)00849-3.
- [4.5] M. Eriksson et S. Jacobson, « Tribological surfaces of organic brake pads », *Tribology International*, vol. 33, n° 12, p. 817-827, déc. 2000, doi: 10.1016/S0301-679X(00)00127-4.
- [4.6] David. M. Lane, D. Scott, M. Helb, R. Guerra, D. Osherson, et H. Zimmer, *Introduction to Statistics*. 2003.
- [4.7] A. Iijima *et al.*, « Particle size and composition distribution analysis of automotive brake abrasion dusts for the evaluation of antimony sources of airborne particulate matter »,

Atmospheric Environment, vol. 41, n° 23, p. 4908-4919, juill. 2007, doi:
10.1016/j.atmosenv.2007.02.005.

- [4.8] J. Wahlström, L. Olander, et U. Olofsson, « Size, Shape, and Elemental Composition of Airborne Wear Particles from Disc Brake Materials », *Tribol Lett*, vol. 38, n° 1, p. 15-24, avr. 2010, doi: 10.1007/s11249-009-9564-x.
- [4.9] P. G. Sanders, N. Xu, T. M. Dalka, et M. M. Maricq, « Airborne Brake Wear Debris: Size Distributions, Composition, and a Comparison of Dynamometer and Vehicle Tests », *Environ. Sci. Technol.*, vol. 37, n° 18, p. 4060-4069, sept. 2003, doi: 10.1021/es034145s.

5. Protocole optimisé

A l'aide des études paramétriques menées dans la partie 4 et à l'expérience acquise sur le banc et les différents instruments de mesure, un nouveau protocole expérimental est établi. Celui-ci permet la caractérisation de l'émission d'un couple plaquette de frein/disque de frein. Les données de sortie de ce protocole sont le nombre de particules émises au cours d'un frottement et la distribution en taille de l'aérosol.

Idéalement celui-ci sera réalisé après optimisation du banc expérimental selon les recommandations faites lors de l'analyse critique du banc réalisée en partie 3.3.

5.1. Mise en place d'une campagne d'essai

5.1.1. Matériaux

Un disque de frein de série peut être directement utilisé sur le banc d'essai jusqu'à un rayon maximal de 30 cm. Si le rayon du disque est trop important, une plaquette du disque pourra être découpé et utilisée pour l'expérience. Les dimensions de cette plaquette sont libres, jusqu'à un minimum de 11 cm de diamètre.

Les garnitures de freinage sont des pions issus de plaquettes de freinage. A l'instar des pions utilisés dans la campagne d'essais, des pions de 4,65 mm et de 10 mm de diamètre sont échantillonnés : 5 pions de chaque diamètre, de chaque garniture suffisent à mener le protocole.

5.1.2. Mise en place de la chambre

Avant la mise en place de la chambre, il est nécessaire de nettoyer les différentes surfaces du banc avec un essuie-tout ou un tissu et de l'éthanol. De même, les surfaces internes de la chambre et du conduit d'extraction devront être nettoyées à l'éthanol.

Les différents éléments peuvent avoir des géométries difficiles d'accès. Le nettoyage des surfaces reste une première étape pour limiter la contamination des mesures, mais c'est une purification ultérieure qui assure une pollution minimale.

Il est recommandé de placer le disque de frein et le pion avant l'installation de la chambre pour des raisons de praticité.

La chambre peut être mise en place selon le schéma de principe, les annotations et les différentes photographies :

- le conduit de prélèvement doit être enfoncé dans la chambre jusqu'à ce que le trait réalisé au marqueur ne soit plus visible.
- Le conduit doit être le plus horizontal possible.
- Les fuites doivent être limitées en s'assurant que les différents éléments sont bien vissés/serrés.
- Veiller à ce que les tubes pneumatiques des capteurs de pressions et sonde Pitot ne soient pas pliés.
- Veiller à ce que toutes les mesures soient cohérentes.
- Vérifier la présence d'éventuelles nouvelles fuites avec un débit de 40 m³/h.
- Mettre en place les différents instruments de mesure en limitant les courbures aiguës et les transports trop longs. Privilégier le transport vertical des particules (voir partie 2).
- Mettre le disque en rotation à 3000 tours/minute, sans frottement.
- Purifier l'air de la chambre avec un débit de 40 m³/h jusqu'à atteindre une concentration particulaire moyenne inférieure à 30 #/cm³ sur compteur optique (type CNC).

- Arrêter la rotation du disque et ouvrir le hublot de la chambre.

5.2. Rodage des matériaux

A l'instar des cycles de freinage décrits dans la littérature, un rodage des matériaux est effectué avant chaque campagne d'essais. Celui-ci a pour but d'enlever les différents traitements de surfaces de matériaux afin de ne garder que les matériaux seuls.

Le graphe présenté en figure 5.1 montre un exemple de rodage initial des matériaux : disque et pion. Les temps entre chaque frottement ne sont pas constants en raison d'erreur de manipulation, d'où quelques écarts. L'observation faite ici est que l'amplitude des pics trouve un équilibre après 20 frottements de 10 secondes à 1,24 MPa de pression de contact et 25 m/s de vitesse de glissement. Dans le cas du rodage présenté ici, une décroissance des émissions est observée après l'équilibre défini plus tôt. Cette observation relate plutôt la répétabilité des essais, avec notamment une variation de $\pm 25\%$ entre les différentes émissions. Le pion étant une matrice hétérogène, il est possible qu'un élément moins émissif ait été au cœur du frottement lors de la fin de l'essai.

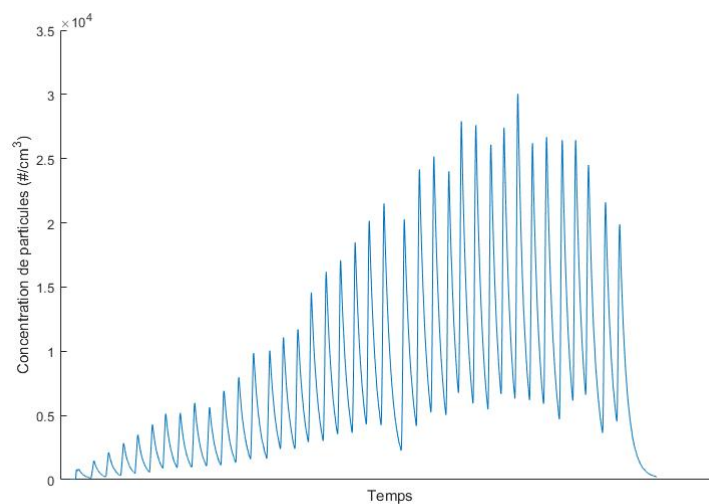


Figure 5. 1 : Mesure de la concentration particulaire lors du rodage d'un disque en fonte (CNC 3007)

Le rodage du disque est défini par une trentaine de frottement de 10 secondes à 1,24 MPa de pression de contact et 25 m/s de vitesse de glissement. L'espacement des frottements utilisé a jusqu'alors été d'une minute, avec un débit mesuré à la sonde Pitot de 5 m³/h. Dans le cadre d'étude d'émissivité des matériaux de freinage, il n'est pas utile d'améliorer la sensibilité des mesures de rodage, car leur exploitation n'est pas nécessaire. Aucun débit ou temps inter-frottement n'est spécifiquement recommandé.

Le frottement continu de la surface du pion permet un rodage plus bref lors de l'implémentation d'un nouveau pion d'une même nature : 10 frottements de 10 secondes à 1,24 MPa et 25 m/s à effectuer lorsque l'on change de pion.

Lors de l'utilisation d'un nouveau pion avec un diamètre différent, il est impératif de changer de disque. Un nouveau rodage de disque est nécessaire. Idéalement, il est nécessaire de

changer de disque lorsqu'une nature différente de plaquette est utilisée. Ce changement de disque est toujours suivi d'un rodage du disque.

Le changement de disque pouvant être laborieux, si l'urgence de la mesure ne le permet pas, nettoyer le disque avec de l'essuie-tout imbibé d'éthanol, puis effectuer un rodage type disque avec le nouveau pion..

Lorsque le format du diamètre du pion ne permet pas d'atteindre 1,24 MPa de pression de contact, les frottements de rodage doivent être effectués avec la charge maximale possible sur le banc (32 N).

5.3. L'essai

5.3.1. Avant l'essai

Une fois que les matériaux sont mis en place, que la chambre est nettoyée et installée, et que l'étanchéité est vérifiée, une dernière étape est nécessaire de régler les paramètres d'entrée du système. Ceux-ci sont à effectuer dans l'ordre suivant :

- Réglage de la charge du pion, et donc de la pression de contact de l'essai.
- Fermeture du hublot et mise en place d'un débit de 40 m³/h pour purifier l'air de la chambre.
- Mise en rotation du disque à la vitesse de l'essai. En tout début de campagne, la mise en rotation provoque la remise en suspension de particules (cf. part 3). La purification de l'air est donc plus longue. Cette étape peut durer 10 minutes en début de campagne, et 30 secondes sur les essais suivants.
- Réglage du débit à 4,0 m³/h.
- Lancer l'acquisition des instruments de mesure.

5.3.2. Paramètres d'entrée

Les différentes études paramétriques ont permis de définir quelles valeurs les paramètres d'entrée devaient être utilisées pour favoriser la mesure d'une émission, tout en gardant la représentativité de la génération de particules. Un groupe de 7 configurations différentes a été défini (Tableau 5.2)

Essai	Debit	Diametre	Vitesse	Pression
1	4	4.65	12.9	0.43
2	4	4.65	12.9	1.24
3	4	4.65	12.9	1.82
4	4	4.65	25	0.43
5	4	4.65	25	1.24
6	4	10	8.2	0.43
7	4	10	12.9	0.43

Tableau 5. 2: Protocole d'évaluation d'émissivité d'une configuration de matériaux de freinage.
Diamètres en mm, débits en m³/h, vitesses en m/s et pressions de contact en MPa.

Ces configurations utilisent un débit à la sonde Pitot constant de 4,0 m³/h. Les pressions de contact utilisées restent dans la gamme des valeurs observées sur route. Par ailleurs, les vitesses de glissement choisies sont plus faibles que lors des études paramétriques. Il est

donc attendu que les concentrations mesurées dépassent 1000 \#/cm^3 uniquement lors des essais 4,5 et 7. Les vitesses de ce protocole correspondent à des vitesses sur route de 90, 142 et 255 km/h. Ces vitesses restent élevées mais s'approchent des conditions réelles de conduite. Dans la plupart des cas, l'utilisation d'un pion de 10 mm permettra d'ailleurs de mesurer l'émission d'un freinage léger sur route de campagne.

5.3.3. Déroulement d'un essai

Au cours d'un essai, différentes phases vont être observées. Le protocole est décrit comme suit selon la figure 5.3 :

- phase 1 : avant l'essai, attendre que le bruit de fond diminue jusqu'à atteindre une valeur stable. Pour rappel, avec une mesure au CNC 3007, un taux d'environ 10 \#/cm^3 est observé lorsque la rotation du disque est de 1275 tours/min, 50 \#/cm^3 à 2295 tours/min et 200 \#/cm^3 à 3315 tours/min.
- Phase 2 : Réaliser 5 premiers frottements de 10 secondes aux conditions d'essais, espacés d'une minute chacun. Dans le cadre d'une étude d'émissivité non-liée à l'influence de l'état initial des matériaux, ces frottements ne seront pas pris en compte.
- Phase 3 : Attendre un retour à la ligne de base : 4 minutes suffisent.
- Phase 4 : Réaliser 5 frottements de 10 secondes aux conditions d'essais, espacés de 3 minutes chacun. Ces frottements sont exploitables et représentent la donnée de sortie du protocole.

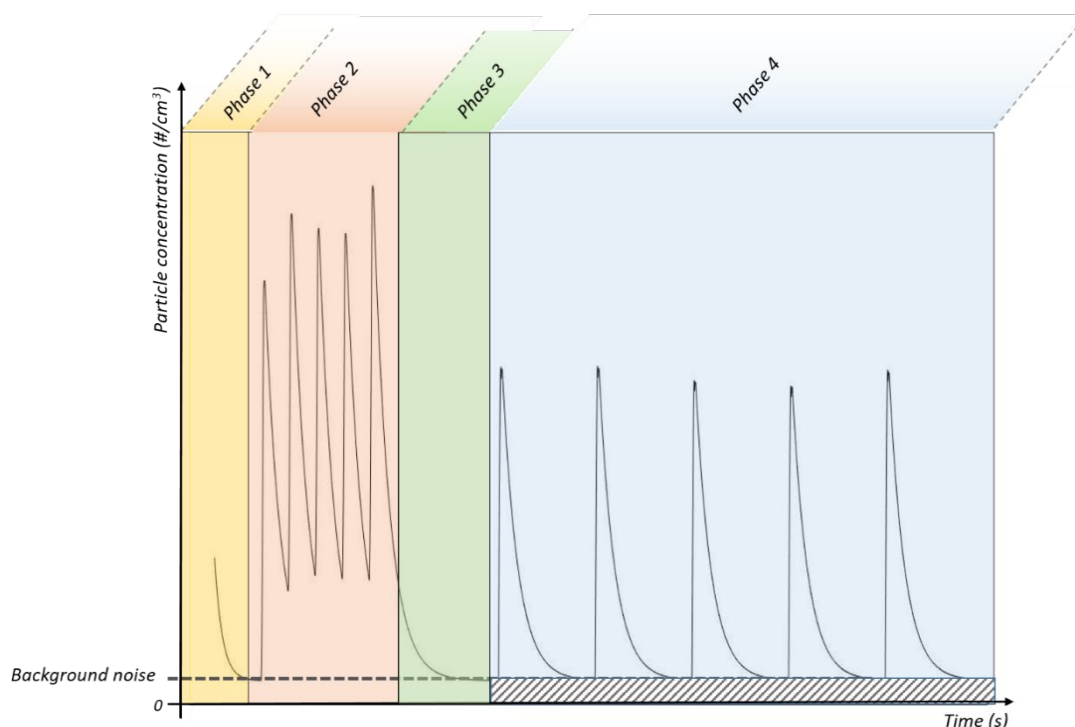


Figure 5. 3: Déroulement d'un essai

Enfin, lorsque la phase 4 est terminée, attendre un retour à la ligne de base avant d'arrêter l'acquisition ou de suspendre la rotation du disque.

5.3.4. Répétition des essais

Les configurations exposées en partie 5.3.2. doivent être répétées, afin de limiter les incertitudes des résultats. Plus les essais sont répétés, plus les résultats sont certains. Dans le cas d'un temps de manipulation confortable, il est donc recommandé de répéter chaque essai 5 fois pour obtenir 25 mesures, soit un total de 35 essais. Ces 35 essais doivent être réalisés avec trois pions différents (3 pions de 4,65 mm et 3 pions de 10 mm de diamètre) pour prendre en compte la variabilité des résultats avec l'hétérogénéité de la plaquette. Pour chaque nature de plaquette, il est donc nécessaire de réaliser 105 essais.

Etant donné les temps de manipulation, et les temps de repos conseillés, chaque essai dure une heure. Afin de caractériser une seule configuration de matériaux de freinage, un total de 105 heures d'expérience doit être alloué. La comparaison de deux configurations immobilise pendant plus d'un mois le banc pion-disque. Dans la grande majorité des cas, ce temps d'immobilisation est trop important.

Afin de caractériser l'émissivité d'une configuration de matériaux dans des délais plus brefs, le protocole suivant peut être suivi :

- ne pas réaliser les configurations 1 et 5.
- Répéter chaque essai seulement 2 fois.
- Réaliser les essais sur 3 pions différents.

Ce protocole allégé permet de déterminer l'émissivité d'une configuration de matériaux de freinage en 30 essais, soit une semaine de manipulation.

Les essais doivent parfois être réalisés en urgence et les optimisations de protocole proposées peuvent être insuffisantes pour permettre une étude complète. Les temps de repos du banc peuvent alors être amenés à être négligés au détriment de la répétabilité des mesures. Des écarts de paramètres d'entrée d'un essai à un autre peuvent alors être observés au cours de la journée d'essai. Les fluctuations de températures et d'hygrométrie s'avèrent importantes, et leur influence reste indéterminée. Aucun modèle de correction en fonction des variations de température et d'hygrométrie n'est défini.

5.4. Paramètres climatiques

L'UNECE/PMP recommande l'utilisation d'un flux d'air entre 18 et 22 °C avec une hygrométrie entre 45 et 55%.

Lorsque le débit utilisé est maximal, il est observé une augmentation de la température sur le premier thermomètre, directement après la pompe volumétrique. La pompe volumétrique est une source de chaleur qui peut induire une augmentation de la température du flux d'air.

De même, les filtres captent une partie des molécules d'eau de l'air et une baisse continue de l'humidité de l'air a été observée au cours des journées d'expérience. Cet effet est accentué par la baisse naturelle de l'hygrométrie au cours de la journée.

Afin de respecter les recommandations de l'UNECEPMP, un contrôle des paramètres climatiques de l'air de la pièce où se trouve le système pion-disque pourra être réalisé : avec un humidificateur d'air et/ou une climatisation.

Tant que ce contrôle n'est pas effectué, il est difficile d'atteindre ces conditions climatiques en toutes saisons.

Afin de limiter les températures trop hautes et les hygrométries trop basses, il est recommandé ici de réaliser une aération de la pièce et de la chambre, pendant 30 minutes, entre chaque essai (ouverture du hublot de la chambre et ouverture de la fenêtre de la pièce). Tous les moteurs du système doivent être à l'arrêt.

Chaque essai est donc constitué de 30 minutes d'essai et de 30 minutes de temps de repos.

Ce nouveau banc du CETIM permet de réaliser un suivi des pressions statiques dans la chambre. Il n'y aucune recommandation de l'UNECE/PMP concernant la pression. Aucune recommandation n'est donnée pour ce paramètre.

5.5. Instrumentation privilégiée

5.5.1. Caractérisation en nombre

La principale caractérisation de l'aérosol est le comptage des particules inférieures à 10 μm . Cette mesure est préférentiellement réalisée avec un compteur optique type CNC (voir partie 2). La précision et la capacité de ces instruments à observer des changements brusques de concentrations en font un outil idéal pour l'expérience. Au sein de l'UNECEPMP, et malgré une large utilisation de le DEKATI ELPI et de le DEKATI ELPI + (voir partie 2), la mesure optique est l'option retenue pour mesurer dénombrer les particules.

Il existe un grand nombre de compteurs optiques. De par sa mesure des particules de 4 nm à plus de 3 μm de diamètre (pour des concentrations inférieures à 50 000 $\#/\text{cm}^3$), le TSI CPC 3775 est une très bonne option pour l'expérience. Il a pu être testé lors d'autres campagnes, et la majorité de la distribution en taille des particules de freinage est effectivement couverte par cet instrument. Il existe d'autres compteurs optiques, qui n'ont pas pu être testés dans ce projet, qui pourrait également convenir :

- TSI CPC 3772 (4 nm à > 3 μm pour des concentrations jusqu'à 1.10⁴ $\#/\text{cm}^3$)
- PALAS UF-CPC (0.004 μm - 10 μm , pour des concentrations jusqu'à 1 000 000 $\#/\text{cm}^3$)

Le dénombrement de particules grâce au DEKATI ELPI est déconseillé. Malgré toutes les tentatives pour compenser la faible précision de l'instrument, celle-ci n'a jamais été suffisante. Par ailleurs, le réglage de la « range » du DEKATI ELPI permet d'améliorer sa précision mais la réactivité au changement de concentration en pâtit.

5.5.2. Distribution en taille

Afin de poursuivre la caractérisation de l'aérosol, il est possible de déterminer sa distribution en taille, tout en prenant en compte les pertes lors du transports (cf. partie 3). Lors d'autres campagnes d'essais, une combinaison de deux instruments de mesures a pu être réalisée :

- Un TSI APS 3321 mesurant le diamètre aérodynamique des particules entre 0,523 μm et 20 μm (cf. partie 2)
- Un TSI SMPS 3080 mesurant le diamètre de mobilité électrique des particules entre 10 nm et 700 nm (cf. partie 2)

Ces deux instruments de mesure ont été choisis en vertu de leur précision. Le TSI APS effectue une mesure du diamètre de toutes les particules en parallèle. Cette mesure peut convenir à la mesure d'émission brève comme à la mesure de concentrations ambiantes. Le TSI SMPS effectue quant à lui un balayage sur différentes gammes de diamètres et compte le nombre de particules de ces gammes. Avec un temps d'acquisition de 120 secondes, sa mesure est adaptée à la mesure de concentrations ambiantes ou d'émission continue, mais pas à celle d'émission courte comme un freinage.

Une étude globale des essais et non individuelle de chaque frottement peut néanmoins être réalisée. D'après les résultats obtenus lors de ces essais, la caractérisation par la distribution en taille est possible grâce à cette combinaison d'instruments.

Pour rappel, la conversion du diamètre aérodynamique avec le diamètre de mobilité électrique est difficile (voir partie 2). Afin de permettre une exploitation sur toute la gamme de mesure offerte par les instruments, l'approximation de diamètre de mobilité électrique comme diamètre équivalent peut être réalisé. La densité des particules devient ainsi un moyen de comparaison entre les deux diamètres. Si éventuellement, des formes de distributions similaires ont été détectés sur les deux instruments, une densité peut être déterminée pour ajuster la conversion des données dans un instrument sur l'autre.

Enfin, il existe d'autres instruments de mesure permettant d'évaluer la distribution en taille comme le GRIMM 1.109 OAS qui permet une mesure sur la gamme 0.25-32 μm .

5.5.3. Caractérisation chimique et morphologique

Afin de compléter la caractérisation des particules de freinage, il est utile de s'intéresser à la morphologie et la composition des particules. La nature, la forme, la taille et la composition chimique des objets collectés peut expliquer des événements tribologiques menant à leur génération. Deux méthodes de caractérisation morphologique et chimique prévalent, la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et la Microscopie Electronique à Transmission (MET).

Un échantillonnage efficace des nanoparticules aérosols est possible depuis le développement des MPS (Mini Particles Sampler). A l'aide d'un faible débit, l'aérosol est aspiré à travers une grille MET constituée d'une membrane poreuse comme support de filtration. Ce système a montré sa capacité à collecter de manière représentative et répétable tous types de particules, peu importe leur morphologie ou leur taille. L'efficacité de collection des grilles MET varient de 18% à 75% selon la grille utilisée et le diamètre des particules collectées. Cette efficacité de collection s'appuie sur différents phénomènes physiques comme l'impaction des particules par inertie et la diffusion. La contribution de ces mécanismes varie selon la taille et la densité des particules, des propriétés de la grille MET utilisée et de la vitesse d'échantillonnage. La vitesse d'échantillonnage dépend du débit d'échantillonnage et de la géométrie du système en amont de la grille MET. Le débit d'échantillonnage est usuellement fixé à 0.3 L/min [1]. Entre 40 et 200 nm, l'efficacité de collection augmente en grande partie grâce aux phénomènes d'impaction par inertie. En dessous de 20 nm, le mécanisme de diffusion devient le facteur prédominant qui augmente l'efficacité de collection [1] (voir figure 5.4).

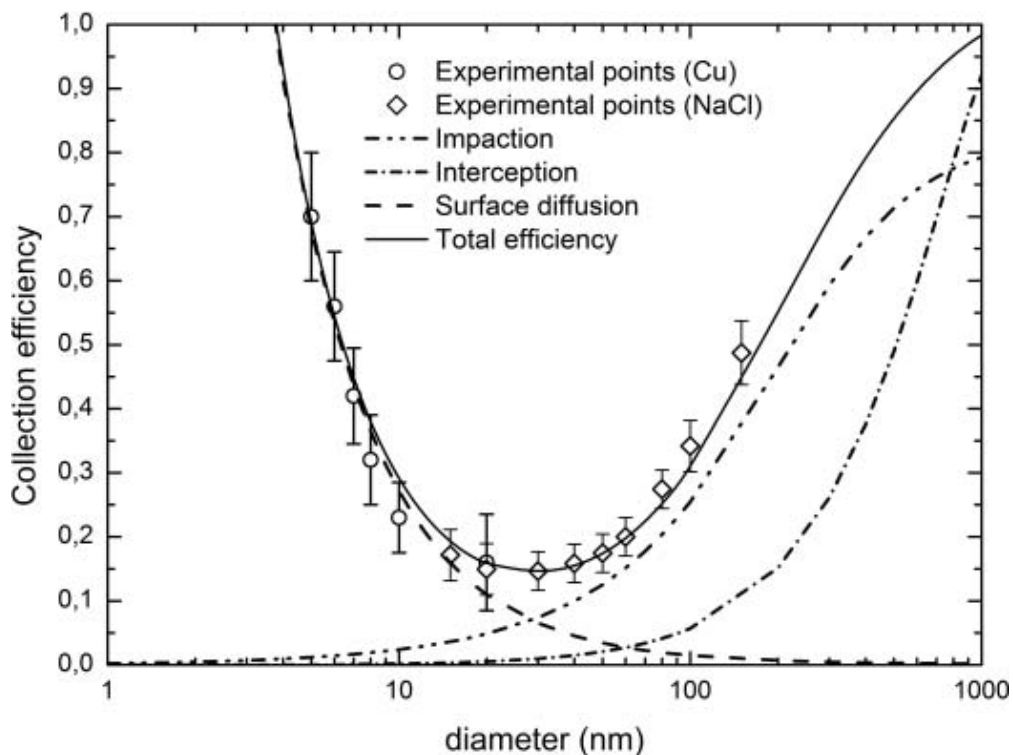


Figure 5. 4 : Comparaison entre les approches expérimentale et théorique de l'évaluation de l'efficacité de collection sur grille MET (Quantifoil 1.2/1.3) [1].

Dans notre cas, les particules d'aérosols peuvent être collectées sur une grille MET, puis analysées avec un MEB à haute résolution..

5.5.4. Mesures en parallèle

La mise en parallèle de ces instrumentations permet de mieux interpréter les phénomènes physiques de génération d'aérosols. . L'utilisation d'un diviseur de flux est ainsi primordiale si l'aérosol doit être caractérisé selon sa distribution en taille et sa concentration en nombre. Ces mesures directes doivent en effet être réalisées dans des conditions de prélèvement identiques.

Compte tenu des différents débits de fonctionnement des instruments de mesure, il est difficile d'établir un échantillonnage isocinétique (voir partie 3). L'utilisation d'une pompe d'échantillonnage est d'ailleurs déconseillée car la dépression résultante peut provoquer des dysfonctionnements sur les appareils de mesures.

Si le prélèvement sur grille MET est réalisé pour effectuer une mesure indirecte, sa position par rapport aux autres instruments n'est pas importante. Si le prélèvement est réalisé ailleurs qu'en dehors de la zone initialement prévue, il est nécessaire de réévaluer les pertes dues aux transports.

5.6. Exploitation des données

Contrairement aux réglementations sur la pollution automobile qui nécessitent d'indiquer l'émissivité d'un véhicule en #/km, la quantification de l'émissivité par kilomètre est ici impossible. Les émissions sont donc regardées individuellement et comparées selon les matériaux de freinages et les conditions d'essai. Les nombres de particules mesurées sont donc comparés selon une échelle de puissance de frottement.

L'exploitation des données de niveaux de concentrations particulières est uniquement détaillée ici car elle est le cœur de la mesure de l'émissivité de matériaux de freinage. Les distributions en taille et les observations microscopiques permettent également un suivi mais leur utilisation approfondie relève plutôt de la compréhension des mécanismes de génération de particules (voir partie 6).

Dans le cadre de cette thèse, les instruments de mesure de concentrations de particules étaient de la marque TSI. L'acquisition des données a donc été réalisée sous un logiciel spécifique : AIM. Si la mesure de la concentration est réalisée avec une instrumentation différente, les principes d'exploitation des données seront toujours valables mais les scripts en format .m devront certainement être modifiés. L'auteur de la thèse a développé des scripts sous MATLAB afin de permettre l'exploitation d'une campagne d'essai, soit plusieurs centaines de frottements.

Pour la mesure de concentration particulière, le logiciel AIM permet l'extraction des données d'un essai (environ 30 minutes) sous forme d'un tableau .xls avec une colonne de "Temps (s)" et une colonne "Concentrations particulières ($\#/cm^3$)". Ces deux colonnes sont les données fondamentales de l'étude de l'émission, l'utilisation des scripts repose dessus.

Les grands principes de l'exploitation des données sont de :

- déterminer le début des pics d'émissions grâce à la tendance croissante observée. L'algorithme développé jusqu'ici repose sur l'évolution des valeurs brutes. L'utilisation de courbe de tendance pourrait être un point d'amélioration du code, bien que celui-ci semble déjà assez robuste (voir Annexe V).
- Déterminer le bruit ambiant avant chacun de ces pics. Il est réalisé selon la moyenne des 5 dernières valeurs précédant le pic.
- Réaliser une somme discrète des concentrations sur 84 secondes en prenant comme point de départ le début du pic. La valeur de 84 secondes a été définie arbitrairement. Celle-ci représente les 24 secondes de mise en chargement du pion, ainsi que 60 secondes supplémentaires d'exploitation de données. Il n'est pas jugé pertinent d'exploiter la totalité du temps entre 2 frottements car cela augmente le bruit global sur les mesures et complexifie l'exploitation du dernier frottement.
- Corriger les sommes discrètes par le bruit ambiant.
- Rapporter les données de position de pics, de bruit ambiant et des sommes discrètes dans un fichier Excel. Le fichier Excel est créé automatiquement, et chaque feuille du tableur créé correspond à un essai. Les feuilles du tableur sont nommées selon le nom de l'essai.
- Afin de déterminer la puissance de frottement, il convient de déterminer le coefficient de frottement. Celui-ci augmente progressivement au cours du frottement, la valeur médiane est utilisée. Par ailleurs, le coefficient de frottement peut évoluer selon les matériaux utilisés, la vitesse de frottement et la pression de contact. Il est nécessaire de déterminer chacune de ces valeurs lorsque les surfaces des matériaux sont considérées comme à l'équilibre (voir partie 4.4.).
- Grâce à l'utilisation d'un plan d'expérience et une rigueur sur la dénomination des essais, il est possible d'automatiser la mise en commun des essais, l'étude de la répétabilité, et plus généralement l'exploitation des données (voir Annexe VI). Ainsi, les courbes de tendance de nombre de particules mesurées en fonction de la puissance de frottement peuvent être établies. Les matériaux de freinage sont qualifiés selon l'évolution et la position de ces courbes de tendance.

La réalisation de ces tâches sans informatique est une tâche fastidieuse et longue. Même si le logiciel utilisé diffère de AIM, ou si le code jusqu'alors utilisé ne convient pas, il est fortement conseillé de développer une forme d'automatisation.

Avec plusieurs dizaines de frottements lors d'une campagne, il n'est pas rare d'observer des artefacts de mesure. Ceux-ci peuvent provenir de l'instrumentation opérant dans de mauvaises conditions (par exemple CNC en trop forte dépression). Il convient d'identifier et d'exclure ces données lors de l'établissement de l'exploitation des données. L'identification de ces artefacts de mesure est facilitée avec l'utilisation de plusieurs instruments en parallèle dédiés à la mesure de la concentration particulaire.

De plus, le pion issu d'une plaquette est un matériau friable et fragile : lorsque celui est soumis à un effort tangentiel, il peut casser. La mesure résultant de cette rupture ne doit pas être prise en compte puisqu'elle ne reflète pas l'utilisation standard d'une plaquette de frein. Ces événements sont également considérés comme des artefacts de mesure.

Par ailleurs, la grande variabilité de l'émissivité provoquée par l'hétérogénéité de la plaquette et/ou l'inconstance du frottement peut influencer sur la variabilité des essais. Les plaquettes NAO ont notamment déjà montré dans la littérature des problèmes de répétabilité des essais. Il convient de différencier les artefacts de mesure de cette variabilité, et de les extraire. Les artefacts étant rares (moins d'un frottement sur 20), le reste des données permet d'établir les moyennes comme indiquées plus tôt.

En conclusion, cette partie propose un protocole répétable et suffisamment sensible pour mesurer des émissions caractéristiques de freinages réels. La répétabilité des essais et la précision des données sont grandement dépendantes du temps de manipulation disponible. Des concessions comme une diminution du nombre d'essais, ou l'absence de temps de repos est possible, au détriment de la répétabilité des résultats. La répétabilité et l'émissivité des mesures est grandement dépendante du type de matériaux de freinage. Aucun intervalle de confiance ou nombre de particules mesurées n'est défini par le protocole. Le choix de l'instrumentation est libre mais l'utilisation d'un compteur optique de particules par condensation (voir partie 2) est indispensable.

[5.1] B. R'Mili, O. L. C. Le Bihan, C. Dutouquet, O. Aguerre-Charriol, et E. Frejafon, « Particle sampling by TEM grid filtration », *Aerosol Science and Technology*, vol. 47, n° 7, p. 767-775, 2013, doi: 10.1080/02786826.2013.789478.

6. Approche d'une compréhension des mécanismes de génération des particules

La dernière partie de la thèse traite de la compréhension des mécanismes de génération des particules lors des freinages. Le contact d'une plaquette de frein et d'un disque de frein forme en effet un système tribologique complexe. Les garnitures de freins représentent des systèmes difficiles à appréhender de par le nombre de leur composants et leur hétérogénéité. Cette problématique se retrouve sur les plans théorique et expérimental. La compréhension des mécanismes de génération des particules est un pas important vers la diminution des émissions de freinage. A noter que l'amélioration de la répétabilité en partie IV.D profite également de la compréhension de ces mécanismes.

Un article nommé "*Emission rate assessment of airborne brake particles by characterization of the pad and disc surfaces from a pin*" est présenté ici dans ce but. Les essais effectués pour la partie IV.C ont permis d'étudier l'évolution des surfaces de contact en fonction des puissances de frottement. La campagne initiale n'étant pas orientée autour de la compréhension des mécanismes de génération, peu d'échantillons différents, (notamment de disque) ont pu être analysés. Les observations se limitent donc à des conditions de puissances de frottements faibles et élevées.

Par ailleurs, la totalité de la campagne avait été réalisée avec des prélèvements sur grilles MET pour mieux caractériser les particules. Lors de cette campagne, une pompe d'échantillonnage complémentaire était utilisée pour réaliser un prélèvement isocinétique. Cette pompe sera plus tard enlevée. Malheureusement, aucune grille n'a pu être exploitée, à cause de la dépression trop forte provoquée par la pompe d'échantillonnage complémentaire. Cette approche de la compréhension des mécanismes de génération peut donc être largement approfondie.

Les mécanismes de génération de particules étant complexes, et les matériaux de freinage variant grandement, il est probable que les observations et les hypothèses résultantes varient d'un système de freinage à un autre. Il est important de s'assurer que les résultats des autres études sont applicables à celle-ci.

L'étude de la surface du disque a montré la présence d'un film d'oxyde après frottement. Le film recouvre de manière discontinue la surface du disque. Une étude en coupe du disque a également été réalisée mais l'oxyde n'y a pas été observé. L'épaisseur a donc été déduite comme inférieure à 1 μm . Plus la puissance du frottement est élevée, plus le film recouvre une grande partie de la surface du disque. Ces observations sont en accord avec la littérature qui montre une augmentation de la surface oxydée avec la vitesse de glissement.

La surface des pions a également été étudiée selon différentes puissances de frottement. Le pion étant granuleux et friable, la surface du pion n'est pas entièrement en contact avec le disque. Il a été observé que la croissance de la puissance de frottement provoquait l'augmentation de la surface réelle de frottement. La littérature montre que la surface du pion

a tendance à s'écraser avec la pression de contact, ce qui explique l'augmentation de la surface réelle de frottement.

Enfin, une étude de la surface du pion a montré la présence de composés avec une dureté élevée, sans rainures, tels que des zircons, et d'autres éléments avec une faible dureté marqués de stries profondes, comme la sépiolite. Une hypothèse de génération des particules dans le cas d'un pion LM et d'un disque en fonte perlitique à graphite lamellaire a été établie : les particules dures du pion, les abrasifs, provoquent une usure de la surface du disque. L'usure abrasive du disque par le pion provoque la génération de débris riches en fer au sein du contact. Ces débris peuvent rester dans le contact et subir une série de broyages successifs, et provoquer une usure abrasive des matériaux les plus ductiles du pion.

La vitesse d'usure dépend par ailleurs de l'oxydation de sa surface. La surface oxydée du disque s'use moins rapidement qu'une fonte pure. L'augmentation de la puissance de frottement provoque donc une oxydation plus importante, de par l'augmentation de la température, ce qui favorise la génération de particules.

Emission rate assessment of airborne brake particles by characterization of the pad and disc surfaces from a pin-on-disc tribometer

Abstract

Particles from brake, road and tire wear contribute to about half of the emissions (PM₁₀) of particulate traffic pollution. It is estimated that 50 to 70 % of the brake debris material is transformed into an emission of polydisperse aerosols.

In order to improve the understanding of the brake debris generation and its dependency on the brake material, the wear of a disc and a brake pad from a standard production car were studied. The disc was made of perlitic cast iron with lamellar graphite and subjected to standard braking cycles. Microscopic evaluation was performed on the disc track, as well as analyses by Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). Finally, a metallographic section has been made in the longitudinal direction of friction to better understand the morphology. The study focuses on disc surface oxidation and morphology of a thin layer on both disc and pin surface. Particle concentrations increase with the friction power and the area of contact surface.

The observations show that the generation of particles can be the result of the oxidation of the disc surface during friction by two and three body abrasion when braking.

Notation

CNC : Counter Nucleus Counter
DMA : Differential Mobility Analyzer
EDS : Energy Dispersive Spectroscopy
ELPI : Electrical Low Pressure Impactor
LM : Low-Metallic
 N : Normal force applied (N)
NAO : Non-Asbestos Organic
 P : Friction power (W)
PM : Particle Matter
PV : Product of sliding speed and contact pressure
SEM : Scanning Electron Microscope
SM : Semi-Metallic
SMPS : Scanning Mobility Particle Sizer
TTL : Tribological Transferred Layer
 V : the sliding speed (m/s)
#/cm³ : particles/cm³
 μ : Coefficient of friction or CoF (U.S.)

Introduction

Particles from brake, road and tire wear contributes to about half of the emissions (PM₁₀) of particulate traffic pollution (1). The specific contribution of brake wear particles remains undetermined, but it is estimated that 50 to 70 % of the debris material is transformed into an emission of polydisperse aerosols (2) while the contribution of braking may become predominant due to the expected reduction of engine emissions, *i.e.* by changing the engine type from combustion to electric motors.

In a report of 2019, the European Environment Agency estimated that PM_{2.5} exposure was accountable of 412 000 premature deaths in 41 European countries (3). Those premature deaths are also seen as a total of 4 223 000 years of life lost (3). The toxicity of braking emissions remains unclear. It is however known that majority of braking particles fits in PM_{2.5} category (4).

The difference between data from literature highlights the need to better document the subject through reliable, standardized and transdisciplinary methodologies (5,6). The measurement of braking particles in real-life situations results in cross-contamination, but a confined test bench might help to reach an experimental consensus on the subject.

The dynamometer is an instrument able to experimentally simulate the contact between brake pads and brake disc. This device is designed to experimentally replicate friction between braking materials. In a dynamometer, real-life braking equipment such as a brake pad and a disc are used. For this reason, the majority of researchers study brake particles with a dynamometer bench (5–8). In practice, a disc rotates with a defined inertia, representing the simulated vehicle mass. Two small plates come into contact with the disc to slow it down. This operation is close to that observed in a real car. Several parameters are controlled such as initial speed, final speed, initial rotor temperature, braking deceleration and the number of stops. It is possible to choose the rotation speed of the disc, the inertia of the disc, the pressure of the pads and the braking time. By this, all parameters of the 'Worldwide Harmonised Light Vehicles Test Procedure' (WLTP) cycle can be applied (9).

Another approach is to experimentally simulate braking friction using a mount with a disc and solely a disc pin, which is a classic piece of equipment for experimentally simulating friction contact between materials. This pin-on-disc bench is commonly used to determine the coefficient of friction, the quality of the lubricant or to characterize tribofilm formation (10). Alemani et al. (11) published a study showing the evolution of emissivity according to the different friction parameters on a pin-on-disc bench. In this study, the speeds and pressures used are close to driving conditions in the city. To compensate for the low emissions expected, the authors carried out continuous sliding tests over 14 km.

The essential difference between the dynamometer and the pin-on-disc pin is the power dissipated during braking. On a dynamometer, all the energy dissipated is evacuated by the air flow, which thus often is required to be large. This high flow rate can perturb both aerosol particle distribution and flow stability, making measurements more difficult. Another drawback of the dynamometer is the pollution of the whole system by depositions from previous tests and by the emission of many dynamic joints of the system.

The main role of brake is to transform kinetic energy to heat by friction. During this transformation, brake pad and disc materials can worn by several procedures, abrasion, adhesion and tribo-chemical reactions with oxydation of disc (12). The worn material is generally under particle form in different dimensions. Particles smaller than 10 µm like PM₁₀ and PM_{2,5} became often airborne particle (13). The main tribological mechanism observed in this study is abrasive wear. In a discussion about two and three body abrasion, J.D. Gates (14) describes abrasive wear as "wear in which hard asperities on one body moving across a softer body under some load, penetrate and remove material from the surface of the softer body, leaving a groove". The such called hard asperities may be on a large material, in which case,

the abrasive wear is of two-body abrasion nature. Hard asperities may also be small discrete particles resulting in three-body abrasion (12).

When two surfaces are rubbed against each other a transfer of atoms happens (15). Braking contacts are often performed in dry sliding conditions which enhance the material transfer phenomena. Those conditions may then result in the formation of transfer layers on the sliding surfaces. The transfer layer mediates the interaction of the two surfaces during sliding. The tribological properties at the sliding interface can also be changed by the presence of the transfer layer (15).

This study thus focuses on pin-on-disc bench systems and its objective is to present optimized test conditions such as contact pressure, sliding speed, air flow and sampling parameters to provide a more sensitive and less expensive set up than the dynamometer for pre-selection testing of pad and disc materials. This study aims to improve the understanding of mechanisms of wear that generate aerosol particles and furthermore help to find solutions to reduce emissions.

1. Experimentation

1.1. Pin-on-disc Tribometer

The pin-on-disc studied is a tribometer designed and manufactured by CETIM initially to investigate the friction of dry compressors segment/jacket parts (Figure 1) (16). It has been used in wear tests such as machine wires for textile and automotive and railway brakes (17,18).

The rotation of the disc is driven by an electric motor fixed on a block with dampers. This block is independent of the assembly on which the pin is attached, which avoids the transmission of the engine vibrations on the pin-on-disc contact part. The transmission of torque is achieved by a belt woven and impregnated with elastomer that does not allow the vibrations to pass at high frequencies. The spindle is supported by two sloping roller bearings for high stiffness and low friction. Loading is carried out by a system of masses like many tribometers of this type. The particularity is that the load is applied horizontally via a pulley and a parallelogram made of very thin steel blades, which allows application of very low loads. Another advantage of the horizontal system is the possibility to modify the mass of the support without changing the applied load, which is very interesting for the study of vibration and noise generated by friction. It is thus possible to control the loading speed, duration and number of cycles. The load can be set to a value ranging from 1 to 30 Newton (N). The machine is installed in a room where humidity is regulated by a steam generation system.

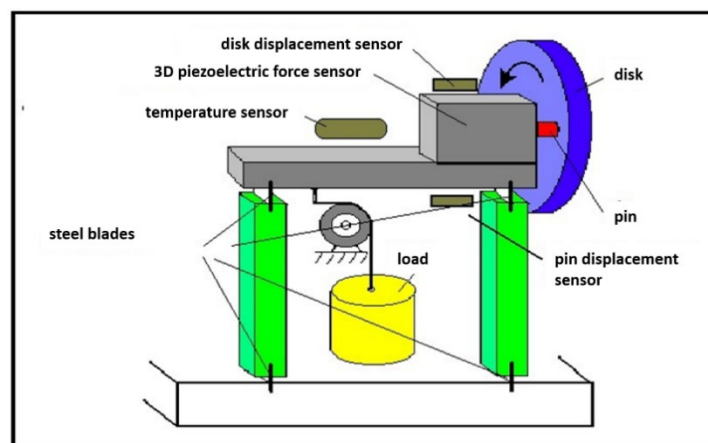


Figure 6: Design of the CETIM pin-on-disc (16)

The pin-on-disc tribometer is placed in a confinement chamber to minimize disturbances due to particles already present in the air (air pollution and electric motor emissions). The new air of the confinement chamber is constantly filtered. The filtered air flow is constant during the test. The disc is a ventilated disc model with improved heat dissipation. In order to reduce ventilation disturbances, the confinement chamber, the air flow and the slight overpressure in the chamber is designed to optimize the detection of emission during the tests.

1.2. Methods for particle measurements

The two apparatus types used in this study for measuring aerosol particles are the Condensation Nucleus Counter (CNC) (19), and the Electrical Low Pressure Impactor (ELPI) (20).

Condensation Nucleus Counters (CNCs) are commonly used to measure the number of submicronic concentrations in air particles with sizes up to a few nanometers (19,21). They are used in many applications, including ambient air, quality monitoring, workplace exposure measurements, laboratory testing, filtration efficiency or as a particle counter coupled to a Differential Mobility Analyzer (DMA) in a SMPS type particle detector (22).

The ELPI is used to select particles by inertia and then electrically detect them (6,12,23). The charged particles before their introduction into the device (corona charger) are then taken according to their size in an impactor where each stage has an electrical counting system. The ELPI provides a classification into 13 particle sizes with cut-off diameters of 7 nm to 10 μm . Due to their inertia, the larger objects accumulate on the upper levels, while the smaller ones are positioned on the lower levels. Each stage is equipped with an electrical system that delivers a signal that is dependent on the electrical load received. A size distribution is thus obtained with the number of classes corresponding to the number of stages in the impactor.

The influence of friction power was also studied according to the 13 values in Table 1 over a total of 66 tests. Friction power defines the power dissipated during friction. It is described by the following equation (1):

$$P = \mu NSV \quad (1)$$

With P , the friction power (W),
 μ , the coefficient of friction (U.S.),
 N , the normal force applied (N),
and V , the sliding speed (m/s)

1.3. Materials tested

The disc and brake pad are from a standard production car. The disc is made of perlitic cast iron with lamellar graphite. This kind of cast iron is widely used on European market as it grants friction stability with graphite flakes. A coating is applied and can limit oxidation when storing the discs. The discs are ground with a series of beak-in friction tests during 30 frictions of 10 seconds at 25 m/s and under 1.24 MPa to remove this coating layer.

Lining pads can be divided in four categories : Non-Asbestos Organic (NAO), Semi Metallic (SM), Low-Metallic (LM) and Ceramic pads. The pin is cut from a very common pad material in Europe (LM). Pads are consisted of at least seven components in four categories (12):

- Binding materials sticks all components together and ensure thermal stability of the matrix.
- Reinforced fibers are used to improve friction performance and strength.
- Fillers are used to reduce the cost of friction material and to improve processability.
- Reinforcing fibers (12,24,25) are added in pad to control wear rates of both pad and disc and to ensure stable frictional properties (12,24). Abrasive particles increase coefficient of friction and give better defined rubbing surface by removing iron oxides and other undesired surface films from the disc (12,24).

These components are usually associated with about twenty chemical elements. The specifications of the brake linings vary greatly from one vehicle to another. This variability gives rise to a multitude of formulations needed for braking efficiency.

The pins are taken by high pressure water jet cutting to avoid any thermal damage during machining. Two sizes of pins were used in this study: 4.65 mm and 10.0 mm in diameter to have larger variation of contact pressure.

1.4. Test Conditions

Figure 2 is a flow diagram of the testing process used. Preparing tests needed to purify air of the pin-on-disc chamber. When background noise is steady and low enough to ensure good test sensibility, test starts. In order to mimic actual driving conditions, four contact pressures and three sliding speeds were used in this study (Table 1) (9). The particle emission is defined here as the average of the sum of the particles emitted during the last 5 friction tests.

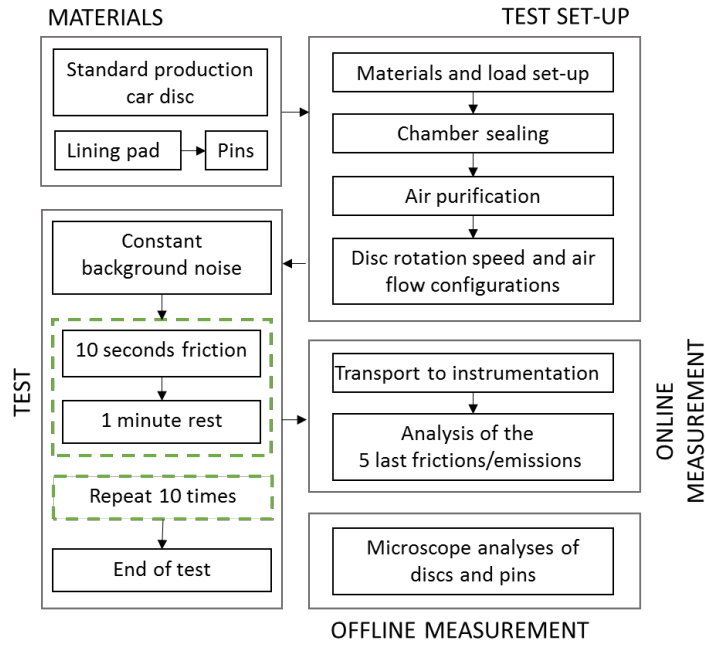


Figure 7: Flow diagram of the testing process

To have a similar initial condition, each test series is preceded by a 10-second run-in at 25 m/s and 1.24 MPa. Each test consists of 10 contact sequences at constant contact pressure and sliding speed. Each contact sequence lasts 10 seconds with one minute of rest between the sequences. This minute of intervening time is planned to make possible a return to particle concentrations close to the initial background noise counting.

Table 1: List of the performed tests

Pin diameter (mm)	Sliding speed (m/s)	Contact pressure (MPa)
4.65	13.9	0.43
4.65	13.9	0.65
4.65	13.9	1.24
4.65	13.9	1.83
4.65	25.0	0.43
4.65	25.0	0.65
4.65	25.0	1.24
4.65	25.0	1.83
4.65	36.1	0.43
4.65	36.1	1.24
4.65	36.1	1.83
10.0	13.9	0.43
10.0	25.0	0.43
10.0	36.1	0.43

2. Results of the tests

Figure 3 shows an example of the concentration measured at CNC 3007 and the coefficient of friction while a speed of 25 m/s and a pressure of 1.24 MPa on a 4.65 mm diameter pin are applied. The friction coefficient curve (red curve) highlights the stable value between 0.4 and 0.45 during the braking period. The particle concentration curve (blue curve) stabilizes around 10 #/cm³ at the starting point of the test, suggesting the low level of particles entering the containment chamber after filtration. The peaks can reach 2750 #/cm³ during the friction between the pin and the disc. Ten contact sequences were performed as shown in the μ curve, and ten peaks of particle concentrations are observed during the test. In addition, peak concentrations always appear after the increase in the measured friction coefficient.

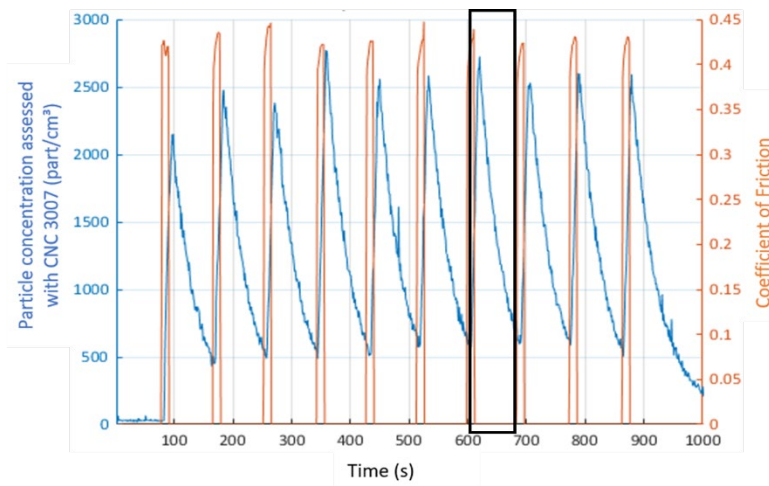


Figure 8 :Coefficient of friction and concentration measured by CNC during a test at 1.24 MPa and 25.0 m/s (PV = 31 MPa.m/s)

Between two contact sequences, particle concentration goes down rapidly but did not return to the baseline. Thus, from the second friction, each emission is impacted by the previous emission. These residual concentrations from the previous test can be up to 650 #/cm³. These residual concentrations can be significantly reduced by increasing the time between frictions.

The black rectangle highlights the analysis area defined for each emission. Thus, the data between the beginning and the end of the emission are processed electronically under Matlab. The different concentrations in the range are summed and corrected by ambient noise. In the plotted example, the total emission of the interval is $6.3 \cdot 10^4$ #/cm³ and the average over the last five friction events is equal to $6.5 \cdot 10^4$ #/cm³. Tests with identical conditions were carried out just after tests at different conditions in order to investigate the influence of the initial condition of the pin surface and the friction track of the disc.

Series of tests have been performed with different test conditions than previously *i.e.*, speed and pressure, in order to investigate the influence of the initial condition of the pin surface and the friction track of the disc. Emission levels are assessed for the different initial configurations. It is observed that the number of particle emitted increases with friction power.

In order to understand particle generation mechanisms, microscopic evaluations were performed on disc track. The disc track after a test at 0.43 MPa and 13.9 m/s (PV = 5.8

MPa.m/s) observed on an optical microscope equipped with a dynamic focusing device is illustrated by Figure 4. The surface is partially covered with grey areas that were not observed on the initial material. Most of those areas have an elongated shape following the friction direction. Analyses by EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) were carried out on a friction runway to determine the nature of these grey areas. This analysis shows that these grey areas are enriched in oxygen compared to the mostly clear areas of iron. A metallographic section was made in the longitudinal direction of friction to better understand the morphology of the grey zone. A homogeneous structure of lamellar graphite cast iron has been observed. The grey areas observed on the surface are poorly visible in sections, due to their small thickness ($< 1 \mu\text{m}$). Figure 4 also shows some abrasion strips. Lines can be also observed as cracks in network.

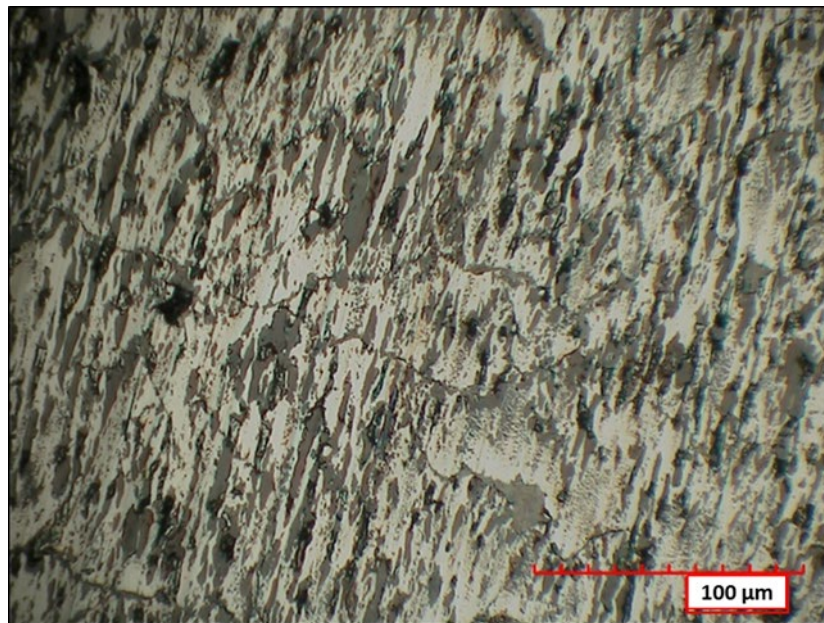


Figure 9: Disc track observed on optical microscopy when testing at 0.43 MPa of pressure and 13.9 m/s of speed (PV = 5.8 MPa.m/s)

Figure 5 shows another example of a friction track after testing at 1.24 MPa and 25.0 m/s (PV = 31 MPa.m/s). Compared to the previous track, the grey area is significantly larger. An image analysis of these two photos indicates that the grey area represents 30 % +/- 10 % of the total area for the 5.8 Mpa.m/s test, while it is 60 % +/- 10 % for the 31 MPa.m/s test. Abrasion stripes on this track appear to be greater than those on the track in Figure 4. Network lines are also observed on this runway.



Figure 10: Disc track observed on optical microscopy when testing at 1.24 MPa of pressure and 25.0 m/s of speed (PV = 31 MPa.m/s)

Figure 6 shows a detailed observation of the surface of the disc after friction at 31 MPa.m/s at the SEM (Scanning Electron Microscope). Some of these grey areas appear to originate from surface material. The size fluctuations of the relief are about a few micrometers to several tens of micrometers. Other grey areas correspond to a change of color without formation of relief. Cavities of a few micrometers were found on the surface.

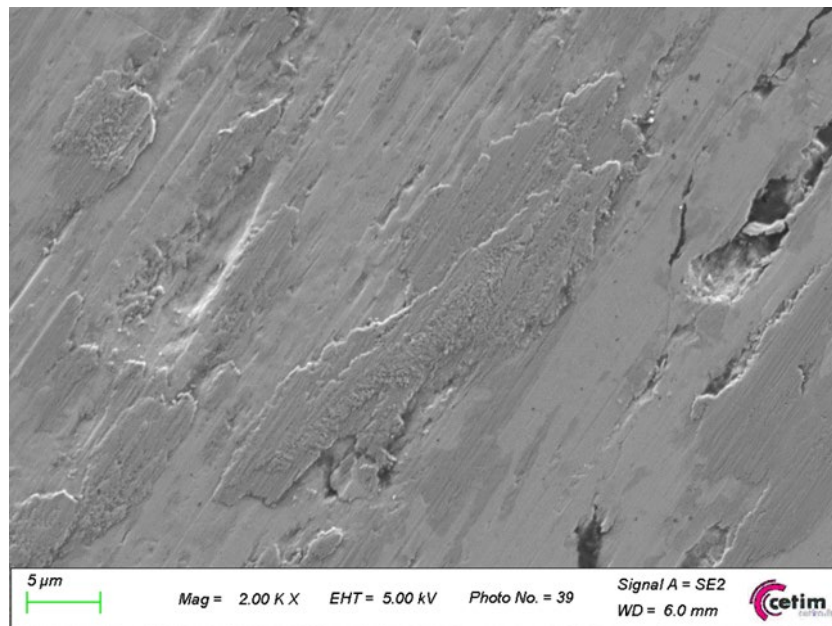


Figure 11: Disc SEM microscopy showing grey areas detailed when testing at 1.24 MPa of pressure and 25.0 m/s of speed (PV = 31 MPa.m/s)

Figure 7 shows the pin surface when testing at 0.43 MPa and 13.9 m/s analyzed with optical microscopy. Friction surface appears to be heterogeneous. This surface is made of light-colored grains and dark colored grains. The shiny appearance of the pin surface is a clue suggesting a thin transfer layer. Real friction areas are distinguished by low-angled light photo which identifies upper plane surfaces. Image analysis was performed with image analysis software to determine the ratio of real friction surface/total surface. An extended analysis of

the surface showed that real friction areas represent $20 \pm 5 \%$ of the total pin surface. In a similar approach, Figure 8 reports the investigation of a pin surface when testing respectively with 1.24 MPa and 25.0 m/s as of speed and pressure during friction stress. Global analysis of this sample shows that $45 \pm 5\%$ of the pin is covered by real friction areas.

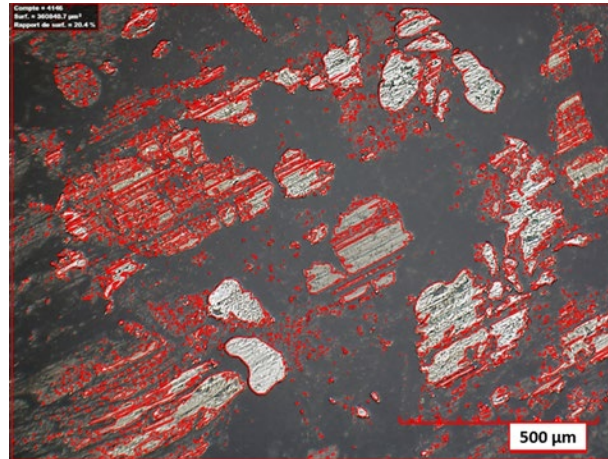


Figure 12: Optical microscopy of pin surface when testing at 0.43 MPa of pressure and 13.9 m/s of speed (PV = 5.8 MPa.m/s)

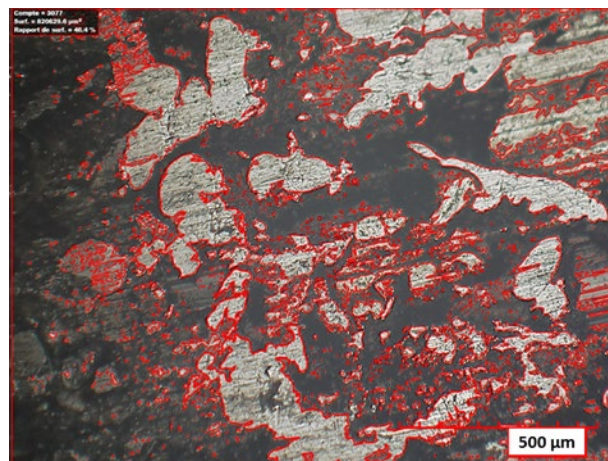


Figure 13: Optical microscopy of pin surface when testing at 1.24 MPa of pressure and 25.0 m/s of speed (PV = 31 MPa.m/s)

SEM and EDS analyses of the surface of a pin when testing with friction at 0.43 MPa of pressure and 13.9 m/s of speed (PV = 5.8 MPa.m/s) is presented in Figure 9. SEM analysis shows deep streaks can on the weakly conductive material (bottom of the image). The conductive material at the top center of the image is smooth and does not show streaks. Furthermore, another conductive material with an elongated shape at the top left of the image shows traces of wear by streaks. EDS analysis allow us to determine several other points :

- Iron is observed here in two states. One is shown as worn objects with dimension of $40 \mu\text{m} \times 120 \mu\text{m}$. Those objects are mainly composed of iron and oxygen. The other iron material is observed as powder spread on most of the area.
- The poorly streaked material is mainly composed of silicone and zirconium
- The material with strong streaks is rich in silicone, oxygen, magnesium and potassium.

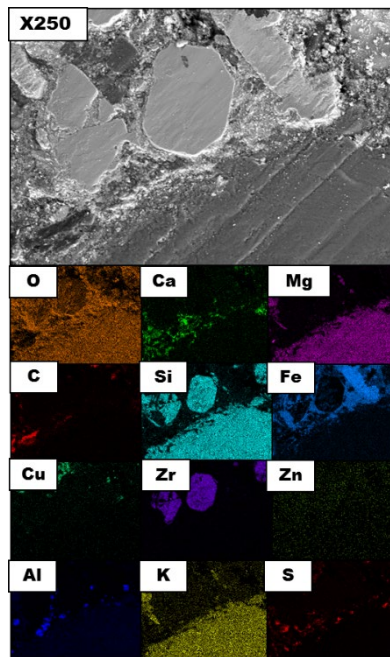


Figure 14: EDS analysis of a pin after a test at 0.43 Mpa and 13.9 m/s (PV = 5.8 MPa.m/s)

3. Discussion

Two important questions should be discussed in this study, disc surface oxidation and morphology of thin layer on both disc and pin surface.

The EDS analysis showed that the grey areas on the disc friction track were enriched in oxygen compared with the original matrix. These grey areas correspond most likely to a disc surface that has been oxidized. Comparison between Figures 4 and 5 highlights a higher grey area surface when increasing the product PV (Pressure x Speed). So, the greater is the friction power, the greater will be the oxide layer. Similar observations were obtained by Riahi et al. (26). *i.e.* higher contact pressures and sliding speeds will drive to a larger proportion of the contact surface covered with oxide film. This increase in the coverage rate with the PV product could be explained by the increase in the contact temperature and consequently to a higher energy dissipated by the friction. The cast iron material of disc might be transformed to oxide at high temperature during braking action since the transformation is correlated to friction power.

To understand how the disc and pin material have been transformed to airborne particles, we are interested in the morphology of surface layer on both disc and pin surface. As shown in figures 6 and 9 (SEM images), very thin reliefs on the wear track were observed on both pin and disc surface. These reliefs could originate from supermicronic debris previously pulled out from the disc or pad and crushed onto the surface. The dimensions of the debris observed are also consistent with the size distributions measured at the ELPI assessing micrometric particle emissions. This transfer phenomenon was also noted by Riahi et al (26) under a severe wear regimen. This tribological transferred layer (TTL) could be removed from both disc and pin surface to air by abrasion. Two body and three body abrasion may take place at the same time during braking. As observed in figure 9, the presence of hard particles in the pad could cause two body abrasion of disc by the high surface roughness to two bodies of the cast iron by the pad.

The presence of a thin layer of transfer on figures 7 and 8 on the piece testifies to a three-body abrasion process of the cast iron by transfer layer on the contact plateaus of the pad (24). The transfer layer observed on the pin could result from repetitive grinding of the wear debris, which would shrink as the cycles progressed. This gradual reduction in size of the debris could take place until the end of the friction, where the debris would then pull out from the tribological system to the air.

Iron oxides are more friable than metallic iron (12) and are therefore more able to be transformed into finer particles by successive grinding. The increase in emissivity with speed could therefore be caused by the greater coverage of the disc track by iron oxides, which would promote the successive crushing of debris. In addition, cracking lines and graphite pads can act as particle traps and keep them in contact longer. This could promote the process of transformation into small particles.

Conclusion

The braking tests were performed on a pin-on-disc tribometer supplemented with a chamber confined to the flow of filtered constant air before braking. The braking was carried out using a 4.65 and 10 mm diameter pin taken from classical materials like a commercial pad and a car brake disc.

The results of measurements using a Condensation Nucleus Counter show that the concentration of aerosol particles ranges from 7 to 1000 nm and can reach a peak of 2000 #/cm³ during the 10 seconds of braking, while the level of particle concentration is about 20 #/cm³ in the chamber before braking. Size distribution analysis by Electrical Low Pressure Impactor (ELPI) shows that maximum particle concentration is between 0.94 µm and 1.59 µm. CNC results showed that level of particle concentrations emitted increase with friction power. Microscopic observations show that oxidation of disc surface also tends to increase with friction power. The generation of particles can be the result of the oxidation of the disc surface during friction by two and three body abrasion during braking. Limiting abrasion mechanisms that occurs during braking could be a solution to reduce emission of braking particles.

Acknowledgment

Authors gratefully acknowledge our respective institutions for making this transdisciplinary project possible. Also, we acknowledge the financial support of the ANRT 2017/1023 in this project. The French Ministry for Ecology funding is gratefully acknowledged.

Bibliography

1. Guerreiro C, Leeuw F de, Foltescu V, González Ortiz A, Horálek J, European Environment Agency. Air quality in Europe: 2015 report. [Internet]. Luxembourg: Publications Office; 2015 [cité 4 nov 2019]. Disponible sur: <http://bookshop.europa.eu/uri?target=EUB:NOTICE:THAL15005:EN:HTML>
2. Wahlström J, Olofsson U. A field study of airborne particle emissions from automotive disc brakes. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering. mai 2015;229(6):747-57.
3. European Environment Agency. Air quality in Europe 2019 — European Environment Agency [Internet]. [cité 9 oct 2020]. Disponible sur: <https://www.eea.europa.eu/publications/air-quality-in-europe-2019>
4. Grigoratos T, Martini G. Brake wear particle emissions: a review. Environ Sci Pollut Res. févr 2015;22(4):2491-504.

5. Hagino H, Oyama M, Sasaki S. Laboratory testing of airborne brake wear particle emissions using a dynamometer system under urban city driving cycles. *Atmospheric Environment*. avr 2016;131:269-78.
6. Perricone G, Alemani M, Metinöz I, Matějka V, Wahlström J, Olofsson U. Towards the ranking of airborne particle emissions from car brakes – a system approach. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering*. mai 2017;231(6):781-97.
7. Iijima A, Sato K, Yano K, Tago H, Kato M, Kimura H, et al. Particle size and composition distribution analysis of automotive brake abrasion dusts for the evaluation of antimony sources of airborne particulate matter. *Atmospheric Environment*. juill 2007;41(23):4908-19.
8. Kukutschová J, Moravec P, Tomášek V, Matějka V, Smolík J, Schwarz J, et al. On airborne nano/micro-sized wear particles released from low-metallic automotive brakes. *Environmental Pollution*. avr 2011;159(4):998-1006.
9. Mathissen M, Grochowicz J, Schmidt C, Vogt R, Farwick zum Hagen FH, Grabiec T, et al. A novel real-world braking cycle for studying brake wear particle emissions. *Wear*. nov 2018;414-415:219-26.
10. Österle W, Kloß H, Dmitriev AI. Friction control during automotive braking: experimental observations and simulation at nanometre scale. *Tribology - Materials, Surfaces & Interfaces*. déc 2009;3(4):196-202.
11. Alemani M, Wahlström J, Olofsson U. On the influence of car brake system parameters on particulate matter emissions. *Wear*. févr 2018;396-397:67-74.
12. Xiao X, Yin Y, Bao J, Lu L, Feng X. Review on the friction and wear of brake materials. *Advances in Mechanical Engineering*. mai 2016;8(5):168781401664730.
13. Hagino H, Oyama M, Sasaki S. Airborne brake wear particle emission due to braking and accelerating. *Wear*. juill 2015;334-335:44-8.
14. Two-body and three-body abrasion: A critical discussion. *Wear*. 1 janv 1998;214(1):139-46.
15. Cho MH, Cho KH, Kim SJ, Kim DH, Jang H. The Role of Transfer Layers on Friction Characteristics in the Sliding Interface between Friction Materials against Gray Iron Brake Disks. *Tribol Lett*. 1 oct 2005;20(2):101-8.
16. Chen Y-M, Richard C, de l'usure-Mesure T. *Tribomètres et essais tribologiques. Techniques de l'ingénieur Frottement et usure*. 2011;
17. Ranganathan N (Mohan). *Materials Characterization: Modern Methods and Applications*. CRC Press; 2016. 330 p.
18. Hentour K, Marsal A, Turq V, Weibel A, Ansart F, Sobrino J-M, et al. Carbon nanotube/alumina and graphite/alumina composite coatings on stainless steel for tribological applications. *Materials Today Communications*. 1 sept 2016;8:118-26.
19. The History of Condensation Nucleus Counters: *Aerosol Science and Technology: Vol 33, No 4* [Internet]. [cité 11 sept 2020]. Disponible sur: <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/02786820050121512>
20. Marjamäki M, Keskinen J, Chen D-R, Pui DYH. PERFORMANCE EVALUATION OF THE ELECTRICAL LOW-PRESSURE IMPACTOR (ELPI). *Journal of Aerosol Science*. févr 2000;31(2):249-61.
21. Keller A, Tritscher T, Burtscher H. Performance of water-based CPC 3788 for particles from a propane-flame soot-generator operated with rich fuel/air mixtures. *Journal of Aerosol Science*. 1 juin 2013;60:67-72.
22. Kouam J, Songmene V, Djebara A, Khettabi R. Effect of Friction Testing of Metals on Particle Emission. *J of Materi Eng and Perform*. juin 2012;21(6):965-72.
23. Sanders PG, Xu N, Dalka TM, Maricq MM. Airborne Brake Wear Debris: Size Distributions, Composition, and a Comparison of Dynamometer and Vehicle Tests. *Environ Sci Technol*. 1 sept 2003;37(18):4060-9.
24. Eriksson M, Bergman F, Jacobson S. On the nature of tribological contact in automotive brakes. *Wear*. 1 janv 2002;252(1):26-36.

25. Chan D, Stachowiak GW. Review of automotive brake friction materials: Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering [Internet]. 9 août 2016 [cité 12 déc 2019]; Disponible sur: <https://journals-sagepub-com.ezproxy.utc.fr/doi/10.1243/0954407041856773>
26. Riahi AR, Alpas AT. Wear map for grey cast iron. *Wear*. 1 août 2003;255(1):401-9.

7. Conclusions

7.1. Mise en place du moyen expérimental

Orientée selon une étude bibliographique préliminaire et une visite des laboratoires de l'École royale polytechnique de Stockholm (KTH), le développement d'une adaptation du banc pion-disque TGV du CETIM a été le premier objectif de la thèse. Le nouveau moyen expérimental développé montre que la caractérisation des particules de freinage est possible. Il est notamment montré que les émissions observées sur le nouveau banc sont comparables à celles observées dans les différentes études menées sur banc dynamométrique à inertie. En ce sens, l'adaptation du pion-disque est un succès. On relève cependant quelques lacunes au banc comme l'absence d'isocinétisme, le manque de précision sur la mesure du débit et la présence d'une pollution lors de la rotation du disque. Ces points pourront faire l'objet de révisions futures mais ne remettent pas en cause la capacité du banc à mesurer les particules issues du freinage.

L'adaptation du pion-disque mise en place permet la mesure de freinage individuel. Pour rappel, l'unique système pion-disque de la littérature adapté à la mesure d'émissions de freinage nécessite des frottements longs (plus de 15 minutes) pour obtenir des mesures exploitables. Le nouveau moyen mis en place au sein du CETIM n'est pas soumis à cette contrainte grâce à une sensibilité et un transport des particules optimisés. Des frottements de 10 secondes suffisent à observer l'émission d'un aérosol, dont la distribution est comparable à celles obtenues sur banc dynamométrique à inertie.

7.2. Identification des paramètres clefs d'amélioration du protocole

L'étude de sept paramètres d'entrée a permis une compréhension plus approfondie de l'expérience et des différents facteurs d'émission. Afin d'améliorer la sensibilité du protocole expérimental, la diminution du bruit de fond et des concentrations résiduelles est possible en augmentant le temps entre chaque frottement. Par ailleurs, le nombre de particules émises augmente avec la vitesse de glissement, la pression et la surface de frottement. Enfin, le débit utilisé joue également un rôle en influant sur la dilution de l'aérosol : l'augmentation du débit provoque une diminution des concentrations mesurées.

La répétabilité des essais a été améliorée grâce à une meilleure compréhension des mécanismes de génération, et notamment l'observation I'. Dans le cas d'un frottement d'une plaquette LM sur un disque en fonte perlitique à graphite lamellaire, la variance des données est observée dans un ordre de $\pm 25\%$. A noter que ces essais ont été réalisés avec un faible contrôle des paramètres climatiques pour des raisons de temps de manipulation. Pour cette même raison, l'étude de deux autres paramètres climatiques – la température et l'hygrométrie de l'air - n'a pu être réalisée. Avec un contrôle efficace de la température et de l'hygrométrie, la répétabilité des essais est supposée meilleure.

Enfin, l'évolution des matières et de leur hétérogénéité est en grande partie responsable de la dispersion des résultats. Il est donc attendu que cette dispersion varie en fonction des matériaux de freinage utilisés. A ce sujet, la littérature a rapporté une répétabilité moins bonne lors d'essais avec plaquettes Non-Asbestos Organic (NAO).

7.3. Le protocole

L'étude des différents paramètres d'entrée a mené à l'établissement d'un protocole de mesure de l'émissivité de matériaux de freinage. L'étude de ces paramètres a permis l'amélioration de la sensibilité et de la répétabilité des mesures. Par ailleurs, l'expérience acquise au cours des différentes campagnes d'essais a permis de définir une instrumentation adaptée aux besoins et dimensions du banc. En ces termes, un compteur optique à nucléation est indispensable à l'utilisation du banc. Le protocole expérimental mis au point repose sur le comptage des particules grâce à un compteur optique. Cette mesure peut être complétée par une mesure de la distribution en taille de l'aérosol selon les différentes recommandations faites plus tôt. Par ailleurs, l'absence de lien direct avec une conduite automobile réelle, comme sur banc dynamométrique à inertie, empêche l'établissement de données type #/km. De par le format des essais pion-disque, les données issues du banc correspondent au nombre de particules mesurées à chaque freinage. Les données issues des instruments de mesure sont ensuite traitées automatiquement grâce à un script MATLAB afin de calculer puis de comparer les résultats. La comparaison de l'émissivité des matériaux de freinage est donc réalisée selon le nombre de particules mesurées en fonction de la puissance de frottement. La comparaison est possible grâce aux courbes de tendances issues de ces données.

La dispersion des mesures et la précision des résultats restent cependant dépendantes du temps de manipulation disponible. Le protocole entier requiert effectivement 105 heures de manipulations pour caractériser une combinaison disque/pion. Des solutions pour réduire ce temps de manipulation existent mais toujours au détriment de la répétabilité des résultats. L'émissivité et la répétabilité observées dépendent des matériaux de freinage utilisés. Pour cette raison aucune plage d'incertitude n'est définie.

7.4. Approche d'une compréhension des mécanismes de génération des particules

Dans une dernière partie, des hypothèses sur les mécanismes de génération des particules ont été établies. Par l'analyse des surfaces, l'étude a permis de confirmer de précédentes observations de la littérature. Ainsi, la surface réelle de frottement observée sur le pion augmente avec la puissance de frottement, et surtout la pression de contact ; et l'oxydation de la surface du disque augmente avec la puissance de frottement, et surtout la vitesse de glissement. La fonte à graphite lamellaire voit son taux d'usure augmenté dans son état oxydé. Cette oxydation peut donc accentuer la génération de particules en rendant la surface du disque globalement plus friable. De plus, cette étude a permis d'établir une hypothèse de génération de particules grâce à l'étude des différents matériaux du pion. Les composants durs de la garniture provoquent une usure abrasive du disque. Dans ces cas, on observe une abrasion à deux corps. Par ailleurs, des débris riches en fer sont générés au sein du contact. Ces débris peuvent à leur tour subir des usures abrasives ou provoquer celle des composants les plus ductiles de la garniture. Lorsque ces débris riches en fer entre en contact avec les composants les plus ductiles de la plaquettes, une abrasion à trois corps est observée.

8. Perspectives

Le but de cette thèse était d'apprivoiser le sujet assez nouveau des particules de freinage et d'y répondre avec un protocole expérimentale adapté. Des études ultérieures plus approfondies pourraient ainsi être poursuivies sur des bases importantes. En conséquence, un panel important de perspectives, d'améliorations et d'approfondissements est envisageable.

Avec la mise en place d'un protocole fiable et répétable, les émissivités de différents matériaux de freinage, et plus généralement de frottement, peuvent être comparées. Ce banc pourra donc être utilisé pour des études comparatives ou dans la recherche de matériaux moins émissifs. Ces études pourront être réalisées avec des caractérisations directes et indirectes. L'analyse sur grille MET d'aérosols issues de différents freinages, ou de différentes combinaisons de matériaux de freinages pourrait notamment être une étude d'intérêt. La compréhension des mécanismes de génération bénéficierait d'une étude des surfaces de frottement plus approfondie que celle menée lors de cette thèse. Cette étude couplée à la caractérisation de l'aérosol par observation sur grille MET permettrait de confirmer ou non les différentes hypothèses formulées lors de ces travaux. De nombreuses pistes de recherche autour de la compréhension des mécanismes de génération de particules de freinage existent :

- Etudier plus finement l'effet de l'oxydation sur la génération de particules. Un suivi plus régulier de l'évolution des surfaces pourrait notamment être une étude clef pour une compréhension des comportements liés aux états de surfaces initiaux observés. Au cours de cette thèse, l'influence de l'état initial des matériaux en lien avec les variations de vitesses ont été liés à l'oxydation. Une autre étude pourrait déterminer les mécanismes impliqués dans l'influence de l'état initial des matériaux observée avec les changements de pression de contact.
- Caractériser chimiquement grâce aux grilles MET les particules de freinage pourrait permettre l'identification de traceur. L'utilisation de grilles MET pourra par ailleurs permettre d'étudier l'effet des forces de sollicitation sur la composition des particules.

Par ailleurs, l'aspect pratique de l'expérience peut être amélioré. Voici les pistes d'améliorations identifiées autour du banc pion-disque et de l'exploitation des données :

- la mesure actuelle du débit souffre d'une forte incertitude, et la valeur mesurée peut être erronée. Dans ces conditions, les estimations de perte lors du transport ou les calculs de dilution des concentrations particulières sont rendus difficiles. Il est par ailleurs impossible d'établir un prélèvement isocinétique, qui nécessite une mesure fine du débit. Ce manque de précision peut être corrigé par un changement du système de mesure au niveau de la sonde Pitot. En diminuant le diamètre du conduit où se trouve la sonde Pitot, une amélioration importante du banc peut être réalisée. Les incertitudes de mesure et la variabilité du système peuvent donc être corrigées. L'interface entre la sonde Pitot et le circuit d'air est une pièce imprimée en 3D. Une nouvelle impression 3D permettrait une amélioration importante du banc pour un coût négligeable.
- La mise en place de roulements étanches dans le moteur permettrait de diminuer la contamination corrélée à la rotation du disque. Cette contamination reste négligeable comparée aux émissions mesurées mais représente un point d'amélioration économique.

- L'automatisation totale du déclenchement des frottements au cours d'un essai pourrait également servir l'amélioration de la répétabilité.
- Un suivi de la température et de l'hygrométrie de l'air est réalisé au cours du circuit d'air. Néanmoins, le contrôle des paramètres climatiques reste impossible sur le banc. Pour cette raison, l'influence de ces paramètres n'a pas été étudiée. Si un contrôle des conditions climatiques est possible sur le banc, alors ces études seront réalisables. Enfin, cela permettrait d'alléger considérablement le protocole en diminuant les temps de repos. La limite de 10 frottements par essais jusqu'alors imposée pourrait alors être largement augmentée. La collecte de données en serait bien plus rapide.
- La mise en place d'un prélèvement isocinétique nécessite l'achat de sondes isocinétiques spécifiques aux instruments de mesure et au débit utilisés. Le gain estimé de ces sondes comparé à l'investissement requis semble cependant marginal.
- La robustesse des différents algorithmes d'exploitation des données développés lors de cette thèse peut également être améliorée.

Annexes

Annexe I : Certificat d'étalonnage de la sonde Pitot



Laboratoire Central Mesures
Laboratoire d'Etalonnage des Débitmètres

BP802 - 27208 VERNON
Tél: 02 32 21 78 82
Fax: 02 32 21 76 65

CERTIFICAT D'ETALONNAGE

N°: **11-19-0497**

Délivré à: **CETIM**
52 avenue Félix Louat
60300 SENLIS

INSTRUMENT ETALONNE:

Désignation: Tube de Pitot
Constructeur: Halstrup Walcher GmbH
Diamètre col: Pitot-rohr L305mm/Da4mm
N° de série: deltaP P34 SN AI291851
Désignation client: NC

Ce document comporte 5 pages

Date d'émission: 02-oct-19

Responsable du Laboratoire:
Yves CONTE

Laboratoire Central Mesures
Laboratoire d'Etalonnage des Débitmètres

OBJET

Etalonnage d'un appareil de mesure de débit de gaz, par comparaison avec un débitmètre étalon.

CONDITIONS DE LA MESURE:

Température ambiante: 22 °C
Pression atmosphérique: 0,995 bar
Opérateur: Yves CONTE

SECURITE DU PERSONNEL ET DES INSTALLATIONS:

Connections de l'appareil en tuyauteries souples (rigides si appareil sonique).
Pression maximum utilisée: 7 bar
Le débitmètre doit être propre (sans particule ni graisse)
Un ajustage est réalisé, si demandé, après fourniture de la documentation fabricant

METHODE D'ETALONNAGE

La méthode consiste à connecter en série:

- une source d'alimentation de fluide
- un débitmètre étalon
- une vanne de protection et/ou de régulation du débit
- un ou plusieurs débitmètres ou compteurs à tester

Les valeurs de débit étalon et de l'appareil en test sont relevées après stabilisation

RESULTATS DE L'ETALONNAGE

Les résultats de mesure sont indiqués en page(s) suivante(s)

INCERTITUDES DE MESURE

Les incertitudes mentionnées sont celles correspondant à deux écart-types. Les écart-types ont été calculés en tenant compte des différentes sources d'incertitude, étalons de référence, moyens de mesure, conditions d'environnement, contribution de l'appareil testé, répétabilité ... La délivrance de ce document garantit la traçabilité des résultats de mesure aux étalons nationaux.

L'attention de l'utilisateur est attirée sur le fait que, pour estimer l'incertitude avec laquelle il effectue des mesures de débit ou de volume avec cet appareil, il doit tenir compte:

- des incertitudes indiquées dans les tableaux de résultats
- du nombre de points de mesure
- de la méthode utilisée pour exploiter les résultats d'étalonnage (interpolation linéaire, polynômes, ...)
- des conditions d'utilisation et des grandeurs d'influence (nature du fluide; température et pression du fluide; qualité de l'écoulement hydraulique: longueurs droites amont/aval, vannes ...)

Laboratoire Central Mesures
 Laboratoire d'Etalonnage des Débitmètres

Client:	CETIM	Date de l'étalonnage:	01/10/2019
Ville:	Senlis	Opérateur:	Yves CONTE
Batiment:	/	Température ambiante (°C):	Ta = 22,0 °C
Installation / banc:	Chambre étanche	Patm (bar):	Pa = 0,995 bar abs
Site/ Labo ?:	site CETIM	Date d'émission du PV:	02/10/2019
Matériel vérifié:	Tube de Pitot	Etalon:	82000938
Fabricant:	Halstrup Walcher GmbH	Fab:	BRONKHORST
Type:	Pitot-rohr L305mm/Da4mm	Type:	IRM-A G160
n° série:	deltaP P34 SN A1291851	Pleine Echelle:	89,8 g/s AIR
Désignation client:	NC	Incertitude:	+/- 0,53 %mesure
Fluide prévu/fab.:	AIR	Résolution:	0,001 nm3/h
Résolution + stab:	0,05 m3/h	Procédure JOLT11:	GUM-0320

RESULTATS DE LA VERIFICATION

- F: Fréquence ventilation pour génération/régulation débit Air
 Ts: Température du fluide mesurée au niveau du tube de Pitot
 P0: Pression atmosphérique (mesurée par l'étalon ArianeGroup 81502480; incertitude de 24 Pa)
 Ps: Pression relative mesurée en amont du tube de Pitot (capteur banc)
 ρ : Masse volumique du fluide au niveau tube de Pitot: $\rho = (P0 + Ps) / r.T$ avec $r = 287$
 Re: Nombre de Reynolds
 D: diamètre interne de la ligne au niveau du tube de Pitot: **D = 0,040 m**
 Qvd-lu: Débit volumique d'air lu par le tube de Pitot dans les conditions Ts et (P0 + Ps)
 Qvrn: Débit étalon dans les conditions normales (Tn = 0 °C et Pn = 101325 Pa)
 Qvr: Débit étalon dans les conditions de service Ts et (P0 + Ps): $Qvr = Qvrn \cdot [Pn / (P0 + Ps)] \cdot (Ts / Tn)$
 E: Ecart (Qvd-lu - Qvr)
 R: Répétabilité de la mesure: Ecart-type sur la moyenne des écarts E par palier de débit

Appareil en étalonnage							Débit Étalon		E (%mes)	R (%mes)
F (Hertz)	Ts (°C)	P0 (Pa-abs)	Ps (Pa-abs)	ρ (kg/m3)	Re (/)	Qvd-lu (m3/h)	Qvrn (nm3/h)	Qvr (m3/h)		
4,06	22,7	99512	66	1,173	1677	3,50	2,581	2,844	23,0	3,1
4,06	22,7	99467	67	1,172	1690	3,60	2,600	2,867	25,6	
4,13	23,3	99436	75	1,170	1687	3,60	2,590	2,862	25,8	
5,55	22,7	99515	65	1,173	1963	4,00	3,022	3,330	20,1	2,6
5,53	22,7	99467	69	1,172	1970	4,10	3,031	3,342	22,7	
5,46	23,3	99440	76	1,170	1936	4,00	2,972	3,284	21,8	
6,46	22,7	99533	63	1,173	2461	5,00	3,789	4,175	19,8	0,1
6,44	22,7	99467	70	1,172	2463	5,00	3,789	4,178	19,7	
6,51	23,3	99440	76	1,170	2488	5,05	3,819	4,220	19,7	
7,58	22,7	99533	69	1,173	3024	6,00	4,656	5,130	17,0	1,8
7,49	22,7	99453	72	1,172	2981	6,00	4,586	5,057	18,6	
7,56	23,3	99440	76	1,170	3013	6,00	4,626	5,112	17,4	
8,63	22,8	99533	69	1,173	3541	7,00	5,450	6,007	16,5	0,3
8,61	22,0	99453	73	1,175	3524	6,98	5,434	5,978	16,8	
8,61	23,3	99432	74	1,170	3541	7,00	5,436	6,008	16,5	
12,41	23,0	99533	70	1,172	5242	10,00	8,063	8,893	12,4	0,9
12,32	23,1	99453	75	1,171	5175	9,95	7,952	8,780	13,3	
12,32	23,3	99432	77	1,170	5272	10,10	8,093	8,944	12,9	
19,20	23,2	99533	78	1,171	8012	15,00	12,316	13,592	10,4	0,2
19,18	23,2	99450	83	1,170	8001	14,95	12,290	13,574	10,1	
19,18	23,3	99450	81	1,170	7987	14,95	12,264	13,550	10,3	
26,55	23,3	99533	90	1,171	10733	20,00	16,496	18,209	9,8	0,3
26,46	23,3	99446	84	1,170	10718	20,00	16,457	18,183	10,0	
26,32	23,3	99446	95	1,170	10654	19,90	16,361	18,075	10,1	
42,93	23,3	99533	120	1,171	16330	30,00	25,104	27,702	8,3	0,5
42,98	23,3	99446	126	1,170	16322	30,05	25,072	27,690	8,5	
42,98	23,4	99446	124	1,170	16279	30,05	24,997	27,617	8,8	
60,00	23,2	99538	158	1,172	22026	39,65	33,887	37,366	6,1	0,4
60,00	23,3	99446	163	1,171	22023	39,75	33,841	37,361	6,4	
60,00	23,3	99451	164	1,171	22021	39,80	33,840	37,358	6,5	

Laboratoire Central Mesures
 Laboratoire d'Etalonnage des Débitmètres

<i>Client:</i>	CETIM	<i>Date de l'étalonnage</i>	01/10/2019
<i>Ville:</i>	Senlis	<i>Opérateur:</i>	Yves CONTE
<i>Batiment:</i>	/	<i>Température ambiante (°C):</i>	Ta = 22,0 °C
<i>Installation / banc:</i>	Chambre étanche	<i>Patm (bar):</i>	Pa = 0,995 bar abs
<i>Site/ Labo ?:</i>	site CETIM	<i>Date d'émission du PV:</i>	02/10/2019
<i>Matériel vérifié:</i>	Tube de Pitot	<i>Etalon:</i>	82000938
<i>Fabricant:</i>	Halstrup Walcher GmbH	<i>Fab:</i>	BRONKHORST
<i>Type:</i>	Pitot-rohr L305mm/Da4mm	<i>Type:</i>	IRM-A G160
<i>n° série:</i>	deltaP P34 SN A1291851	<i>Pleine Echelle:</i>	89,8 g/s AIR
<i>Désignation client:</i>	NC	<i>Incertitude:</i>	+/- 0,53 %mesure
<i>Fluide prévu/fab.:</i>	AIR	<i>Résolution:</i>	0,001 nm3/h
<i>Résolution + stab:</i>	0,05 m3/h	<i>Procédure JOLT11:</i>	GUM-0320

RESULTATS DE LA VERIFICATION

- F: Fréquence ventilation pour génération/régulation débit Air
 Ts: Température du fluide mesurée au niveau du tube de Pitot
 P0: Pression atmosphérique (mesurée par l'étalon ArianeGroup 81502480; incertitude de 24 Pa)
 Ps: Pression relative mesurée en amont du tube de Pitot (capteur banc)
 ρ : Masse volumique du fluide au niveau tube de Pitot: $\rho = (P0 + Ps) / r.T$ avec $r = 287$
 Re: Nombre de Reynolds
 D: diamètre interne de la ligne au niveau du tube de Pitot: **D = 0,040 m**
 Qvd-lu: Débit volumique d'air lu par le tube de Pitot dans les conditions Ts et (P0 + Ps)
 Qvrn: Débit étalon dans les conditions normales (Tn = 0 °C et Pn = 101325 Pa)
 Qvr: Débit étalon dans les conditions de service Ts et (P0 + Ps): $Qvr = Qvrn.[Pn/(P0+Ps)].(Ts/Tn)$
 E: Ecart (Qvd-lu - Qvr)
 UE: Incertitude sur E

UE est calculé en prenant en compte les données suivantes (pour P = 0,95):

résolution de lecture de Qvd-lu:	0,01 m3/h	
stabilité de Qvd-lu:	0,05 m3/h	
incertitude sur Qvrn:	0,53 %mes	
résolution de Qvrn:	0,001 nm3/h	
stabilité de Qvrn:	0,001 nm3/h	
incertitude sur P0:	24 Pa	
résolution sur P0:	1 Pa	
incertitude sur Ps:	10 Pa	Non connue (capteur banc) - Estimation ArianeGroup
résolution sur Ps:	1 Pa	
incertitude sur Ts:	1 °C	Non connue (capteur banc) - Estimation ArianeGroup
résolution sur Ts:	0,1 °C	
répétabilité:	%mes	2 Ecart-types sur la moyenne des écarts E par palier de débit

Appareil en étalonnage						Débit Etalon			E (%mes)	R (%mes)	UE (%mes)
F (Hertz)	Ts (°C)	P0 (Pa-abs)	Ps (Pa-abs)	ρ (kg/m3)	Re (/)	Qvd-lu (m3/h)	Qvrn (nm3/h)	Qvr (m3/h)			
4,08	22,9	99472	69	1,172	1684	3,57	2,590	2,858	24,8	3,1	3,2
5,51	22,9	99474	70	1,172	1956	4,03	3,008	3,319	21,5	2,6	2,8
6,47	22,9	99480	70	1,172	2470	5,02	3,799	4,191	19,7	0,1	0,9
7,54	22,9	99475	72	1,172	3006	6,00	4,623	5,100	17,7	1,8	1,9
8,62	22,7	99473	72	1,172	3535	6,99	5,440	5,998	16,6	0,3	0,8
12,35	23,1	99473	74	1,171	5230	10,02	8,036	8,872	12,9	0,9	1,1
19,19	23,2	99478	81	1,170	8000	14,97	12,290	13,572	10,3	0,2	0,7
26,44	23,3	99475	90	1,170	10702	19,97	16,438	18,155	10,0	0,3	0,7
42,96	23,3	99475	123	1,170	16310	30,03	25,058	27,670	8,5	0,5	0,8
60,00	23,3	99478	162	1,171	22023	39,73	33,856	37,361	6,3	0,4	0,8

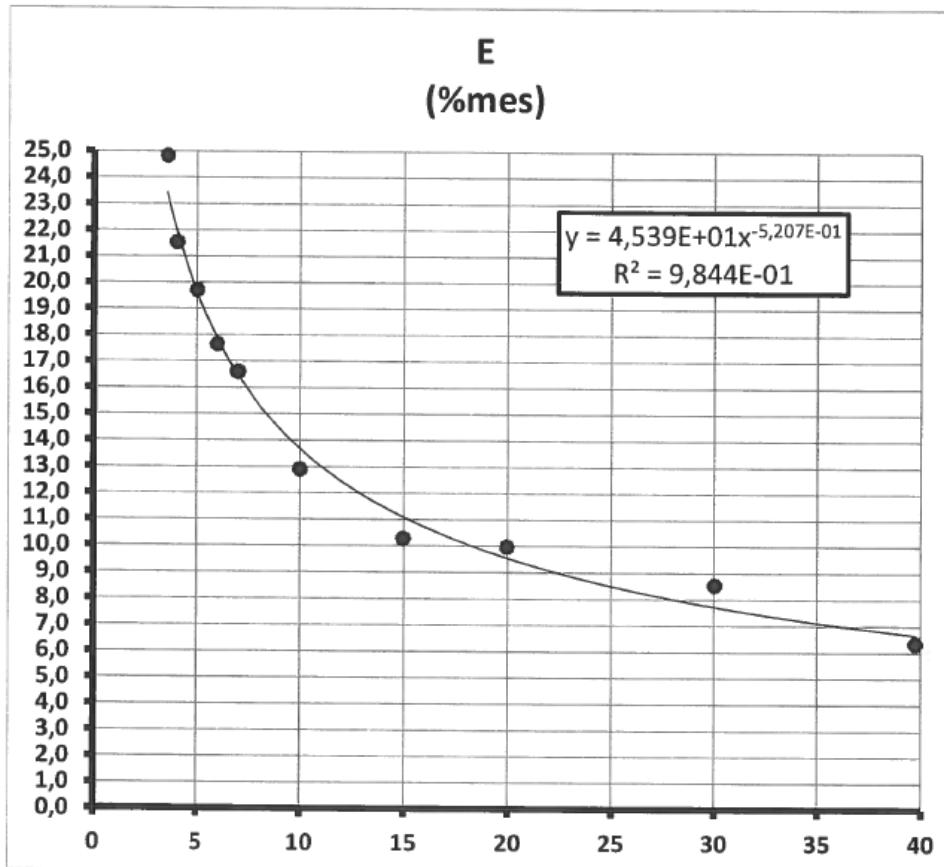
Laboratoire Central Mesures
 Laboratoire d'Etalonnage des Débitmètres

Client:	CETIM	Date de l'étalonnage:	01/10/2019
Ville:	Senlis	Opérateur:	Yves CONTE
Batiment:	/	Température ambiante (°C):	Ta = 22,0 °C
Installation / banc:	Chambre étanche	Patm (bar):	Pa = 0,995 bar abs
Site/Labo ?:	site CETIM	Date d'émission du PV:	02/10/2019
Matériel vérifié:	Tube de Pitot	Etalon:	82000938
Fabricant:	Halstrup Walcher GmbH	Fab:	BRONKHORST
Type:	Pitot-rohr L305mm/Da4mm	Type:	IRM-A G160
n° série:	deltaP P34 SN AI291851	Pleine Echelle:	89,8 g/s AIR
Désignation client:	NC	Incertitude:	+/- 0,53 %mesure
Fluide prévu/fab.:	AIR	Résolution:	0,001 nm3/h
Résolution + stab:	0,05 m3/h	Procédure JOLT11:	GUM-0320

Qvd-lu: Débit volumique d'air lu par le tube de Pitot dans les conditions Ts et (P0 + Ps)

E: Ecart (Qvd-lu - Qvr)

Emod: Proposition de modélisation de l'écart

 ϵ_{mod} : Ecart résiduel après modélisation proposée: $\epsilon_{mod} = (E - E_{mod})$
Courbe: Ecart E constaté (%mes) en fonction du débit lu Qvd-lu (m3/h)


Qvd-lu (m3/h)	E (%mes)	ϵ_{mod} (%mes)
3,57	24,8	1,4
4,03	21,5	-0,4
5,02	19,7	0,1
6,00	17,7	-0,2
6,99	16,6	0,1
10,02	12,9	-0,8
14,97	10,3	-0,8
19,97	10,0	0,4
30,03	8,5	0,8
39,73	6,3	-0,3

Laboratoire Central Mesures
Laboratoire d'Etalonnage des Débitmètres

<i>Client:</i>	CETIM	<i>Date de l'étalonnage:</i>	01/10/2019
<i>Ville:</i>	Senlis	<i>Opérateur:</i>	Yves CONTE
<i>Batiment:</i>	I	<i>Température ambiante (°C):</i>	Ta = 22,0 °C
<i>Installation / banc:</i>	Chambre étanche	<i>Patm (bar):</i>	Pa = 0,995 bar abs
<i>Site/ Labo ?:</i>	site CETIM	<i>Date d'émission du PV:</i>	02/10/2019
<i>Matériel vérifié:</i>	Tube de Pitot	<i>Etalon:</i>	82000938
<i>Fabricant:</i>	Halstrup Walcher GmbH	<i>Fab:</i>	BRONKHORST
<i>Type:</i>	Pitot-rohr L305mm/Da4mm	<i>Type:</i>	IRM-A G160
<i>n° série:</i>	deltaP P34 SN AI291851	<i>Pleine Echelle:</i>	89,8 g/s AIR
<i>Désignation client:</i>	NC	<i>Incertitude:</i>	+/- 0,53 %mesure
<i>Fluide prévu/fab.:</i>	AIR	<i>Résolution:</i>	0,001 nm3/h
<i>Résolution + stab:</i>	0,05 m3/h	<i>Procédure JOLT11:</i>	GUM-0320

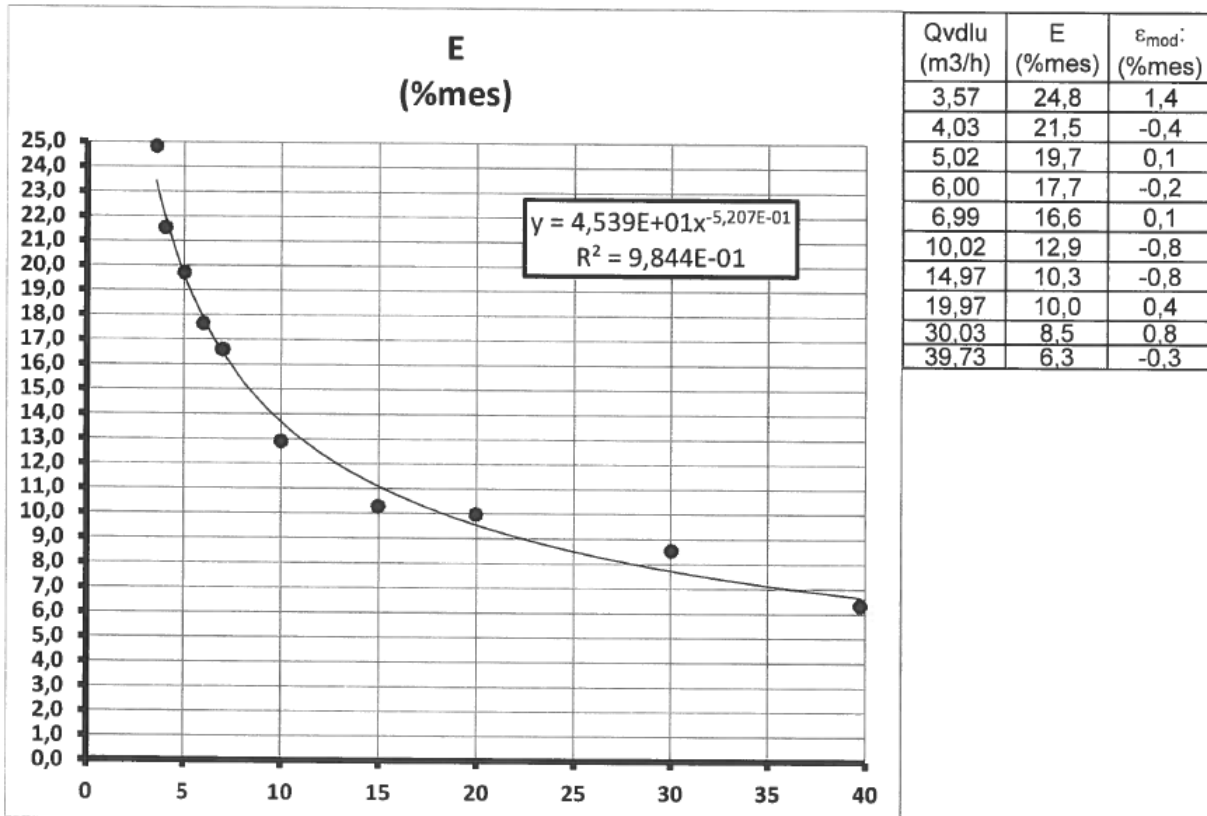
Qvdlu: Débit volumique d'air lu par le tube de Pitot dans les conditions Ts et (P0 + Ps)

E: Ecart (Qvdlu - Qvr)

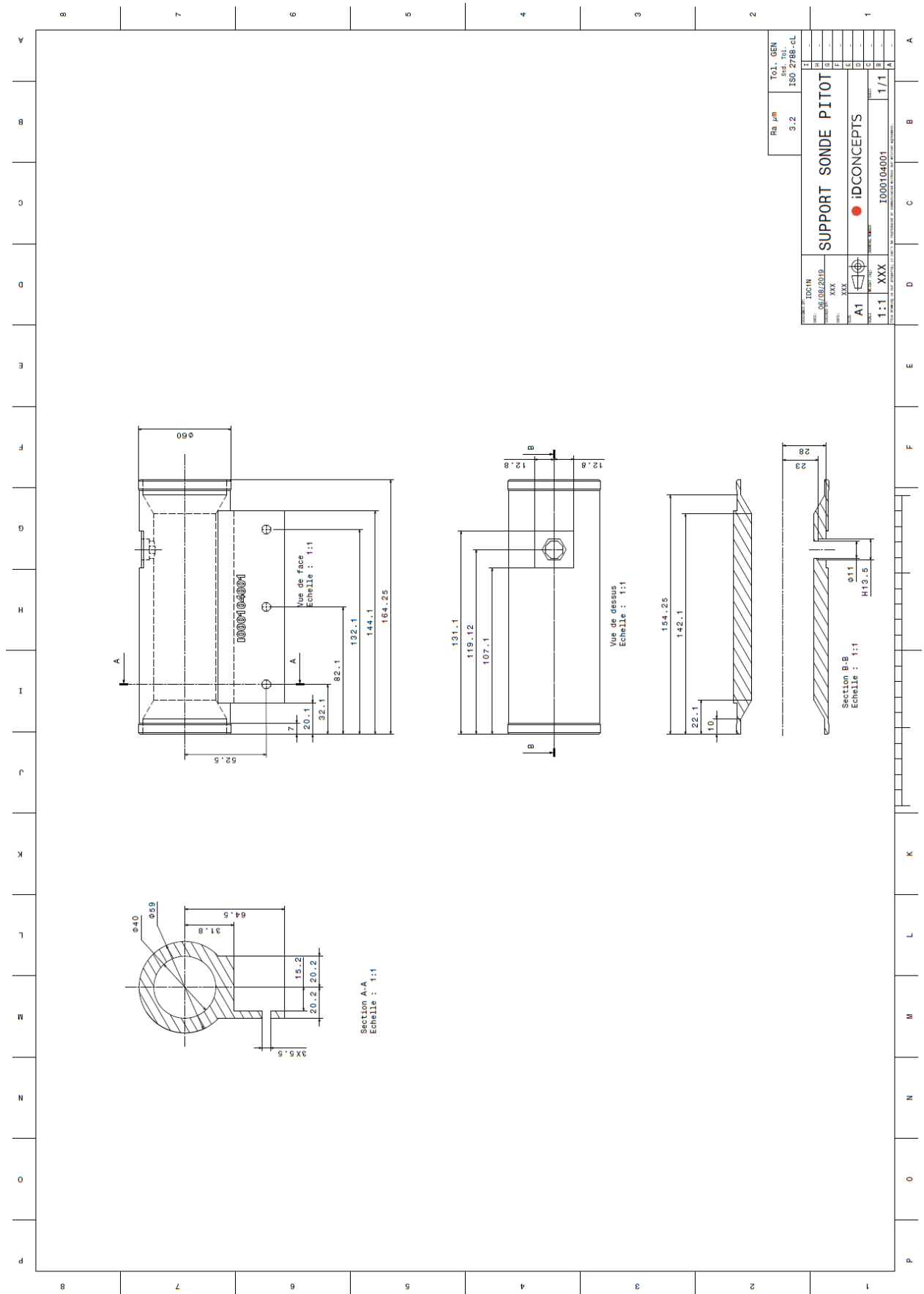
E_{mod}: Proposition de modélisation de l'écart

ε_{mod}: Ecart résiduel après modélisation proposée: ε_{mod} = (E - E_{mod})


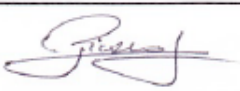

Courbe: Ecart E constaté (%mes) en fonction du débit lu Qvdlu (m3/h)



Annexe II : Support de la sonde pitot



Annexe III : Certificat d'étalonnage des thermomètres

		DGQ1214 Déclaration de Conformité (NF L 00-015C) <i>Statement of Conformity</i> (NF L 00-015C)		N° de déclaration : <i>Statement no. :</i> DC1908030	
MESUREX 13, rue des corroyés 78730 St-Arnoult-en-Yvelines				Page 1/1	
Client : <i>Customer :</i>					
		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">IDSERVICES</div>			
Numero de la commande ou du marché : <i>Order or contract no. :</i>					
		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">BON POUR ACCORD</div>			
Renseignements particuliers aux fournitures livrées, notamment la référence des dérogations accordées : <i>Information particular to the supplies delivered :</i>					
		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">NEANT</div>			
Référence <i>Type</i>	Désignation du matériel <i>Description</i>	Quantité <i>Quantity</i>	Numéro de série et/ou de lot <i>Serial and/or batch number</i>	Autres renseignements <i>Others informations</i>	
SD4P50EXT2M	Sonde platine type PT100 Sous tube inox Diamètre 4 mm Longueur 50 mm Extension téflon blindé Longueur 2 m Montage 4 fils Sortie fils nus Température d'utilisation : de -20°C à 200°C	2	Numéro de Lot : 1288 Numéros de série : de 730838 à 730839	Classe 1/10 DIN selon la norme NF EN 60751	
Numéro et date du bordereau de livraison : <i>Number and date of delivery note :</i>					
		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">35795 du 28/08/2019</div>			
<p>Nous déclarons que la fourniture citée est conforme aux exigences du contrat et que, après vérifications et essais, elle répond en tout point, aux exigences spécifiées, aux normes et règlements applicables, sauf exceptions, réserves ou dérogations énumérées dans la présente déclaration de conformité.</p> <p><i>We hereby declare, barring exceptions, reservations, or exemptions listed in this statement of conformity, that the listed supplies comply with the contract requirements and that, after completion of testing and verification, they completely satisfy all specified requirements, and applicable standards and regulations.</i></p>					
CONTRÔLE FOURNISSEUR <i>SUPPLIER'S INSPECTION</i>					
Nom et fonction : <i>Name and function :</i>		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">Loïc PICARD, Responsable Qualité</div>			
Date : <i>Date :</i>		<div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">28 Août 2019</div>		Cachet : <i>Stamp :</i>	
Signature : <i>Signature :</i>					

Annexe IV : Certificat d'étalonnage de l'hygromètre

		DGQ1214 Déclaration de Conformité (NF L 00-015C) <i>Statement of Conformity</i> (NF L 00-015C)		N° de déclaration : <i>Statement no. :</i> DC1907168	
MESUREX 13, rue des corroyés 78730 St-Arnoult-en-Yvelines				Page 1/1	
Client : IDSERVICES <i>Customer :</i>					
Numero de la commande ou du marché : BON POUR ACCORD <i>Order or contract no. :</i>					
Renseignements particuliers aux fournitures livrées, notamment la référence des dérogations accordées : <i>Information particular to the supplies delivered :</i> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;">NEANT</div>					
Référence <i>Type</i>	Désignation du matériel <i>Description</i>	Quantité <i>Quantity</i>	Numéro de série et/ou de lot <i>Serial and/or batch number</i>	Autres renseignements <i>Others informations</i>	
HUMT MX 2M	Capteur d'humidité et température diamètre 6mm Longueur 60mm utile Câble 2m Etendue de mesure : 0/100 % RH Alimentation : +5Vdc Tension de sortie 0,8 à 3,9V Sonde température PT100 Température : -40°C / +85°C	1	Numéro de Lot : 1297 Numéro de série : 729060		
Numéro et date du bordereau de livraison : BL 35779 du 01/08/2019 <i>Number and date of delivery note :</i>					
Nous déclarons que la fourniture citée est conforme aux exigences du contrat et que, après vérifications et essais, elle répond en tout point, aux exigences spécifiées, aux normes et règlements applicables, sauf exceptions, réserves ou dérogations énumérées dans la présente déclaration de conformité. <i>We hereby declare, barring exceptions, reservations, or exemptions listed in this statement of conformity, that the listed supplies comply with the contract requirements and that, after completion of testing and verification, they completely satisfy all specified requirements, and applicable standards and regulations.</i>					
CONTRÔLE FOURNISSEUR <i>SUPPLIER'S INSPECTION</i>					
Nom et fonction : Loïc PICARD, Responsable Qualité <i>Name and function :</i>					
Date : 23 Juillet 2019 <i>Date :</i>		Cachet :  <i>Stamp :</i>			
Signature :  <i>Signature :</i>					

Annexe V : Détection des pics et sommes discrètes des concentrations mesurées

```
clear all close all cnc

%% Récupérer les feuilles .xlsx dans un dossiers réunissant toutes les
données CNC.
files = dir('DOSSIER\*.xls');

%indentation files
a = 1;
%Ensemble des sommes
for a = 1:size(files)
    T = xlsread('DOSSIER\'',files(a).name);

%Préparation data : On enlève les premières lignes des feuilles excel

%Time = Temps depuis le début de l'acquisition
Time = T(18:end,1);

%CC Concentration particulière mesurée
CC = T(18:end,2);
%On utilisera index de CC pour le temps

%%Définir cycle

%Identifier les pics grâce aux augmentations constantes
Sommes = [];
k = 1;

% i = Colonne emission
i = 1;
% J = Numéro de pic
J = 1;
% Liste lignes avant pic
Prepic = [];
% Liste des moyennes de bruit ambiant avant chaque pic
Moyennes = [];

Bruit = mean(CC(i:i+10,1));
while CC(i,1) < 2* Bruit
    i = i+1;
end

while (i+50 < size(CC,1))

while not((CC(i,1)<CC(i+2,1)) && ...
    (CC(i+1,1)<CC(i+3,1)) && ...
    (CC(i+2,1)<CC(i+4,1)) && ...
    (CC(i+3,1)<CC(i+5,1)) && ...
    (CC(i+4,1)<CC(i+6,1))) && ...
    (i+50 < size(CC,1))
    i = i+1 ;
end

if J==1
Prepic(J) = i ;
i = i + 40;
Moyennes(J) = mean([CC(Prepic(J),1) CC((Prepic(J))-1,1) CC((Prepic(J))-2,1)
    CC((Prepic(J))-3,1) CC((Prepic(J))-4,1)]);
```

```

J = J +1;

elseif CC(i,1) > 0.7*Moyennes(J-1)
Prepic(J) = i ;
i = i + 40;
Moyennes(J) = mean([CC(Prepic(J),1) CC((Prepic(J))-1,1) CC((Prepic(J))-2,1)
CC((Prepic(J))-3,1) CC((Prepic(J))-4,1)]);
J = J +1;
end
i=i+1;
end

i = Prepic(J-1)+20;
%Définir le dernier Prepic
while CC(Prepic(J-1),1) < CC(i,1)
i = i+1;
end

Prepic(J) = i;

%% Définir Bruit ambiant pour chaque pic
% Ajout des mesures du bruit avant pic dans Prepic

%Sommes discrètes de chaque pic puis liste des sommes

while k < size(Prepic,2)
Sommes(k) = sum(CC(Prepic(k):Prepic(k+1),1)-Moyennes(k));
k = k+1;
end

%Création d'un document .xlsx avec pour chaque nom de feuille correspondant
à un nom d'essai
%La première colonne montre le début des pics,
%En deuxième colonne, le bruit moyen avant chaque pic
%Et en troisième colonne la somme discrète des concentrations mesurées lors
du pic.

[~,Nom,~] = fileparts(files(a).name);
writematrix(transpose(Prepic), 'Sommes.xlsx', 'Sheet', Nom, 'Range', 'A1')
writematrix(transpose(Moyennes), 'Sommes.xlsx', 'Sheet', Nom, 'Range', 'B1')
writematrix(transpose(Sommes), 'Sommes.xlsx', 'Sheet', Nom, 'Range', 'C1')

end

```

Annexe VI : Moyenne des sommes et exemple de mise en forme

```
clear all close all cnc

% Prendre la liste de tous les essais et de leur paramètre grâce au plan
d'expérience
Donnees = readtable('plan_d_essais.xlsx');

% On récupère les paramètres d'expérience à comparer :
% Nom de l'essai, Pression, Vitesse, Puissance de frottement,
% coefficient de frottement,...
Tri1=sortrows(Donnees,[2 4 12 5 6]);
Tri = Tri1(:,[2 4 12 5 6]).Variables;
b = 1;
a = 1;
Results = [];

% On identifie
while (a < size(Tri)-1)
    i=a;

    while (i < size(Tri,1))&& Tri(i,1)==Tri(i+1,1) && Tri(i,2)==Tri(i+1,2)
        SR = [];
        c=i;
        while i < size(Tri,1) && Tri(i,3)==Tri(i+1,3)
            i=i+1;
        end

        for b = c:i
            T = xlsread('DOSSIER\Sommes_CNC.xlsx',string(Tri{b,1}));

            % On enlève les 5 premières mesures pour ne garder que les
mesures
            % répétables; et on fait une liste de toutes les sommes des
frottements
            % effectués dans les différentes configurations données
par le plan d'expérience

            PVS = Tri(i,3);
            SR = [SR; T(6:end-1,3)];

        end
        threshold = 2*std( SR );
        validRange = mean( SR ) + [-1 1] * threshold;
        Moystd = SR(SR >= validRange(1) & SR <= validRange(2));
        Moyenne = mean(Moystd);
        Ecart = std(Moystd);

        % Rapporter les valeurs de sommes à des distances de frottement
équivalentes
        Moydis = (Moyenne.*13.89/Tri(i,5));
        Ecartdis = (Ecart*13.89/Tri(i,5));

        Results = [Results;Tri(i,[1 2 3 4]) Moyenne Ecart Moydis
Ecartdis] ;

        i=i+1;

    end
    % Cas de la dernière feuille
```



```

if i <=size(Tri,1) && i >1 && (Tri(i,3)~=Tri(i-1,3))
    T = xlsread('DOSSIER\Sommes_CNC.xlsx',string(Tril{i,1}));
    SR = [T(7:end-2,3)];
    PVS = Tri(i,3);
    SR = [SR; T(6:end-1,3)];
    threshold = 2*std(SR);
    validRange = mean(SR) + [-1 1] * threshold;
    Moystd = SR(SR >= validRange(1) & SR <= validRange(2));
    Moyenne = mean(Moystd);
    Ecart = std(Moystd);
    Moydis = (Moyenne.*13.89)/Tri(i,5);
    Ecartdis = (Ecart*13.89)/Tri(i,5);

    Results = [Results;[Tri(i,[1 2 3 4]) Moyenne Ecart Moydis
Ecartdis]] ;
end
Results

a = i+1;

end

% Exemple de Mise en forme : ici le nombre de particules émise en fonction
de la puissance de frottement
% Pour différents matériaux avec un intérêt pour de la captation
différenciée par magnétisme

R = Results([1:end],1:end);
i = 1;

f = figure('visible','on');
hold on;
grid on;
grid minor;
title(['\fontsize{11}' sprintf('Number of particle emitted after a
friction\n for the same friction distance')]);
xlabel('Dissipated Power (W)');
ylabel('Average emission to each friction (#/cm^3)');

NomMat = 0;

i=1;
Plow= [];
Pmid = [];
Phigh =[];

while i<=size(SansMag,2)
    if R(SansMag(1,i),4) == R(1,4)
        Plow = [Plow SansMag(1,i)];
    elseif R(SansMag(1,i),4) == R(5,4)
        Pmid = [Pmid SansMag(1,i)];
    elseif R(SansMag(1,i),4) == R(4,4)
        Phigh = [Phigh SansMag(1,i)];
    end
    i=i+1;
end
end

```

```

i=1;
j=1;

while i<=size(SansMag,2)
    while i<size(SansMag,2) && (R(SansMag(1,i),1) == R(SansMag(1,i+1),1))
        i=i+1;
    end

    if R(SansMag(1,i),1) == 1
        NomMat = 'GA-5015';
    elseif R(SansMag(1,i),1) == 2
        NomMat = 'GA-6004';
    elseif R(SansMag(1,i),1) == 3
        NomMat = 'GA-9000mod2';
    end

    errorbar(R(SansMag(1,j:i),3),R(SansMag(1,j:i),7), R(SansMag(1,j:i),8))
    l=legend('Location','northeast');
    l.String(size(l.String,2)) = {sprintf(NomMat)};
    i=i+1;
    j=i;
end

i=1;
j=1;

f = figure('visible','on');
hold on;
grid on;
grid minor;
title(['\fontsize{11}' sprintf('Low contact pressure')]);
xlabel('Dissipated power (W)');
ylabel('Average emission to each friction (#/cm^3)');
ylim([0 50000]);

%Graphe pour pression faible
while i<=size(Plow,2)
    while i<size(Plow,2) && (R(Plow(1,i),1) == R(Plow(1,i+1),1))
        i=i+1;
    end

    if R(Plow(1,i),1) == 1
        NomMat = 'GA-5015';
    elseif R(Plow(1,i),1) == 2
        NomMat = 'GA-6004';
    elseif R(Plow(1,i),1) == 3
        NomMat = 'GA-9000mod2';
    end

    errorbar(R(Plow(1,j:i),3),R(Plow(1,j:i),7), R(Plow(1,j:i),8));
    l=legend('Location','northeast');
    l.String(size(l.String,2)) = {sprintf(NomMat)};
    i=i+1;
    j=i;
end

i=1;
j=1;

```

```

f = figure('visible','on');
hold on;
grid on;
grid minor;
title(['\fontsize{11}' sprintf('Medium contact pressure')]);
xlabel('Dissipated power (W)');
ylabel('Average emission to each friction (#/cm^3)');
%Graphe pour pression moyenne
while i<=size(Pmid,2)
    while i<size(Pmid,2) && (R(Pmid(1,i),1) == R(Pmid(1,i+1),1))
        i=i+1;
    end

    if R(Pmid(1,i),1) == 1
        NomMat = 'GA-5015';
    elseif R(Pmid(1,i),1) == 2
        NomMat = 'GA-6004';
    elseif R(Pmid(1,i),1) == 3
        NomMat = 'GA-9000mod2';
    end
    errorbar(R(Pmid(1,j:i),3),R(Pmid(1,j:i),7), R(Plow(1,j:i),8));
    l=legend('Location','northeast');
    l.String(size(l.String,2)) = {sprintf(NomMat)};
    i=i+1;
    j=i;
end
i=1;
j=1;

```

```

f = figure('visible','on');
hold on;
grid on;
grid minor;
title(['\fontsize{11}' sprintf('High contact pressure')]);
xlabel('Dissipated power (W)');
ylabel('Average emission to each friction (#/cm^3)');

%Graphe pour pression élevée
while i<=size(Phigh,2)
    while i<size(Phigh,2) && (R(Phigh(1,i),1) == R(Phigh(1,i+1),1))
        i=i+1;
    end

    if R(Phigh(1,i),1) == 1
        NomMat = 'GA-5015';
    elseif R(Phigh(1,i),1) == 2
        NomMat = 'GA-6004';
    elseif R(Phigh(1,i),1) == 3
        NomMat = 'GA-9000mod2';
    end
    errorbar(R(Phigh(1,j:i),3),R(Phigh(1,j:i),7), R(Phigh(1,j:i),8));
    l=legend('Location','northeast');
    l.String(size(l.String,2)) = {sprintf(NomMat)};

    i=i+1;
    j=i;
end

```

```

%Différence de captation magnétisme

f = figure('visible','on');
hold on;
grid on;
grid minor;
ylim([0 50000]);
xlim([0 3]);
names = {'GA-5015'; 'GA-6004'};
set(gca,'xtick',[1:2],'xticklabel',names);
title(['\fontsize{11}' sprintf('Difference of captation with magnetism')]);
xlabel('Material');
ylabel('Average emission to each friction (#/cm^3)');

MAGN = [R(8,7) R(16,7);R(8,8) R(16,8); 1 2];
NOMAGN = [R(5,7) R(13,7);R(5,8) R(13,8); 1 2];

    errorbar(MAGN(3,:),MAGN(1,:),MAGN(2,),'LineStyle','none');
        l=legend('Location','northeast');
            l.String(size(l.String,2)) = {sprintf('Magnet')};
    errorbar(NOMAGN(3,:),NOMAGN(1,:),NOMAGN(2,),'LineStyle','none');
        l=legend('Location','northeast');
            l.String(size(l.String,2)) = {sprintf('No Magnet')};

x1 = [0;R(1:i,3)];
y1 = [0;R(1:i,6)];
format long
b1 = x1\y1;
yCalcl = b1*x1;
scatter(x1,y1,'HandleVisibility','off')
plot(x1,yCalcl,'Color','blue','HandleVisibility','off')
mdl1 = fitlm(x1,y1);
mdl1.Rsquared.Ordinary;

x1 = [0;R(i+1:end,3)];
y1 = [0;R(i+1:end,4)];
format long
b1 = x1\y1;
yCalcl = b1*x1;
scatter(x1,y1,'HandleVisibility','off')
plot(x1,yCalcl,'Color','red','HandleVisibility','off');

i = 1;
f = figure('visible','on');
hold on;
grid on;
grid minor;
title(['\fontsize{11}' sprintf('Emission totale à chaque pic\n à distance
de frottement constante')]);
xlabel('Puissance de frottement (W)');
ylabel('Emission à chaque pic (#/cm^3)');

while i<=size(R,1)
    while i<size(R,1) && (R(i,1) == R(i+1,1))
        i=i+1;
    end
    scatter(R(1:i,3),R(1:i,6),c,'blue', 'filled');

```

```

l=legend('Location','northwest');
l.String(size(l.String,2)) = {sprintf('%.2f mm', R(i,1))};
scatter(R(i+1:end,3),R(i+1:end,6),c,'red','filled');
l.String(size(l.String,2)) = {sprintf('%.2f mm', R(i+1,1))};
break
end

x1 = [0;R(1:i,3)];
y1 = [0;R(1:i,6)];
format long
b1 = x1\y1;
yCalcl = b1*x1;
scatter(x1,y1,'HandleVisibility','off')
plot(x1,yCalcl,'Color','blue','HandleVisibility','off')
mdl3 = fitlm(x1,y1);
mdl3.Rsquared.Ordinary;

x1 = [0;R(i+1:end,3)];
y1 = [0;R(i+1:end,6)];
format long
b1 = x1\y1;
yCalcl = b1*x1;
scatter(x1,y1,'HandleVisibility','off')
plot(x1,yCalcl,'Color','red','HandleVisibility','off');
mdl4 = fitlm(x1,y1);
mdl4.Rsquared.Ordinary;

```