

# MÉTROLOGIE DES AÉROSOLS DE FLUIDES DE COUPE

Les fluides de coupe utilisés dans les procédés d'usinage des métaux sont la cause de pathologies cutanées (dermites, cancers...) et d'affections respiratoires justifiant la mise en oeuvre de mesures de prévention. La nature complexe de ces fluides et la grande diversité des polluants émis qui en résulte, ne facilitent pas la tâche des hygiénistes du travail chargés d'évaluer l'exposition des travailleurs concernés. Cet article décrit les méthodes de mesurage d'aérosols de fluides de coupes, utilisées aux USA et dans trois pays européens.

L'évaluation des risques liés à l'utilisation des fluides de coupe soumet l'hygiéniste du travail à la nécessité d'effectuer une évaluation de l'exposition des travailleurs concernés. Étant donné la nature complexe des fluides mis en oeuvre dans les procédés d'usinage des métaux et la grande variabilité des polluants émis, la tâche des analystes, chargés de concevoir et de mettre en oeuvre les métrologies adaptées, n'en est que plus difficile. L'examen des techniques de mesurage utilisées dans quelques pays tant en Europe qu'aux USA montre qu'il n'y a pas unicité de point de vue sur la meilleure façon de mesurer la pollution issue de l'utilisation des fluides de coupe dans l'air des lieux de travail.

Cet article fait donc le point sur les méthodes de mesurage des aérosols de fluides de coupe des métaux utilisables pour l'évaluation de l'exposition sur les lieux de travail.

Les méthodes décrites s'appliquent aux aérosols issus des fluides de coupe sous forme d'huiles entières ou de fluides aqueux.

## NATURE DES FLUIDES

Les fluides de coupe sont des liquides appliqués sur les outils et destinés à faciliter l'opération d'usinage par des

effets de lubrification et de refroidissement de ces outils.

Ces fluides se répartissent en deux grandes catégories qui se partagent le marché à part égale : les huiles entières et les fluides aqueux.

## COMPOSITION DES FLUIDES DE COUPE

Sans entrer dans une énumération exhaustive des nombreux constituants des fluides de coupe, on rappellera que les huiles entières sont le plus souvent composées d'huiles minérales de pétrole tandis que les fluides aqueux comportent une part d'eau importante dans laquelle sont dispersées des huiles minérales sous forme d'émulsions (particules de 1 à 5 µm) ou de micro-émulsions (particules de 0,01 à 1 µm) stabilisées par des émulseurs. Pour compléter la liste de ces fluides aqueux, citons aussi les pseudo-solutions qui sont des micro-émulsions d'huile (particules de 0,001 à 0,02 µm) et les solutions vraies où tous les composés sont solubles dans l'eau. Tous ces fluides aqueux sont utilisés en solution aqueuse à des teneurs de 1 à 10 %.

Aux composés précédents s'ajoutent, à des concentrations généralement faibles, de nombreux additifs destinés à fournir des propriétés diverses aux fluides de coupe : onctuosité, extrême-pression, anti-usure, anti-corrosion, antibactériens, anti-mousse...

- Fluide de coupe
- Aérosol
- Métrologie
- Méthodologie

► François DIÉBOLD,  
INRS, département Ingénierie des procédés

## CUTTING FLUID AEROSOL METROLOGY

Cutting fluids used in metal machining process are involved in respiratory and allergic and carcinogenic skin disorders, which justify prevention rules to be taken. The complex nature of these fluids and the resulting wide variety of emitted pollutants does not facilitate the task of occupational hygienists responsible for assessing exposure of workers concerned. This paper describes cutting fluid aerosol measuring methods applied in the USA and in three European countries.

- Cutting fluid
- Aerosol
- Metrology
- Methodology

## NATURE DES POLLUANTS ÉMIS

Lors de l'usinage, des polluants sont émis sous formes d'aérosols liquides (appelés couramment « brouillards d'huile »), de vapeurs et même d'aérosols solides (particules métalliques).

Parmi les polluants émis, on retrouvera :

■ les composants de base du fluide : huiles minérales de pétrole, hydrocarbures de synthèse, additifs de formulation ;

■ des composés issus de phénomènes de dégradation chimique ou thermique : formaldéhyde, morpholine... ;

■ des métaux à l'état de particules ou solubilisés au cours de l'usinage ;

■ des composés présents dans la formulation du fluide ou susceptibles de se former au cours du temps (stockage, utilisation) et dont la toxicité est avérée :

- benzo[a]pyrène (B[a]P) représentatif des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) dans les huiles entières,
- nitrosamines dans les fluides aqueux.

## ÉVALUATION DE L'EXPOSITION

Outil principal de l'évaluation des risques, l'évaluation de l'exposition aux fluides de coupe dans l'air des lieux de travail s'avère complexe étant donné la diversité des polluants émis.

C'est pourquoi, le choix du type de métrologie à mettre en œuvre devra être fait en fonction des objectifs recherchés et de l'existence de valeurs limites d'exposition.

Deux approches sont alors envisageables :

■ une approche globale qui a pour but de mesurer la quantité totale de fluide dans l'air, fluide qui peut être présent sous forme d'aérosols et de vapeurs ;

■ une approche dite spécifique qui privilégiera la mesure des concentrations

d'un ou de plusieurs polluants identifiés : B[a]P, formaldéhyde, métaux...

Les deux approches ne sont pas contradictoires. En effet, la mesure de polluants spécifiques vient compléter celle des brouillards de fluide de coupe.

Pour les méthodes de mesurage des polluants spécifiques cités, bien connues, se reporter aux documents INRS concernés (base de données Metropol).

C'est pourquoi nous porterons notre attention sur les méthodes de mesurage globales des brouillards de fluide de coupe décrites dans ce document.

Il convient auparavant de préciser les valeurs limites d'exposition professionnelle à la disposition des préventeurs pour établir un diagnostic de qualité de l'air sur la base des mesurages réalisés

### VALEURS LIMITES D'EXPOSITION

Ni le Ministère du Travail chargé d'établir les valeurs limites d'exposition professionnelle en France, ni le Comité scientifique pour les valeurs limites professionnelles (SCOEL) en Europe n'ont fixé de valeurs limites concernant les brouillards d'huile.

En Grande-Bretagne, une valeur de  $5 \text{ mg/m}^3$  [1] (valeur moyenne sur huit heures de travail) a été fixée en 1997 pour les brouillards d'huiles minérales entières raffinées, mais elle est actuellement en cours de révision. Pour les fluides aqueux, une valeur limite indicative de  $2 \text{ mg/m}^3$ , fondée sur les résultats des mesures d'exposition réalisées dans l'industrie britannique, a été proposée par certaines entreprises pour une utilisation interne sans validation par la Commission d'hygiène et de sécurité (Hygiene Security Commission - HSC).

L'Allemagne (BGIA-DGF) [2] a établi en mars 1996 une valeur limite technique (TRK) de  $10 \text{ mg/m}^3$  pour les fluides de coupe (huiles entières et fluides aqueux) et qui s'applique à la somme de l'aérosol et de la vapeur (fraction extractible). Par suite de l'abandon par l'Allemagne du système des valeurs TRK en 2005, ce pays ne dispose plus de valeur relative aux fluides de coupe.

Aux USA, plusieurs valeurs limites issues de deux institutions cohabitent :

■ le NIOSH (National Institute for Occupational Safety and Health) propose une valeur de  $0,4 \text{ mg/m}^3$  pour la fraction thoracique et de  $0,5 \text{ mg/m}^3$  pour la fraction inhalable de l'aérosol [3]. Cette valeur est applicable à tous les types de fluide de coupe ;

■ l'ACGIH (American Conference of Governmental and Industrial Hygienist) propose, à titre provisoire et en attente de validation, deux valeurs qui concernent exclusivement les brouillards d'huiles minérales [4] :  $5 \text{ mg/m}^3$  pour les huiles pures hautement raffinées et  $0,2 \text{ mg/m}^3$  pour les huiles utilisées dans le travail des métaux.

À la lumière des résultats observés aux USA et en l'absence de valeur indicative française, il a été établi, au sein de l'institution prévention (CRAM, INRS...), de retenir la valeur NIOSH de  $0,5 \text{ mg/m}^3$  comme objectif à atteindre pour l'assainissement des ateliers où sont utilisés des fluides de coupe. Cette valeur doit être comprise comme la concentration moyenne de fluide de coupe dans l'air des lieux de travail en dessous de laquelle l'exposition des travailleurs doit être maintenue.

## MÉTHODES DE MESURAGE DES AÉROSOLS DE FLUIDE DE COUPE

Les principales méthodes actuellement mises en œuvre aux USA, en France, en Grande-Bretagne et en Allemagne sont décrites ci-après. La méthode française est directement dérivée de la méthode développée par le NIOSH aux USA.

### MÉTHODES NIOSH 5 524 [5] / INRS METROPOL 099 [6]

L'exigence générale de la méthode est d'être utilisable pour tous les types de fluide de coupe, les huiles minérales entières, les fluides aqueux et les fluides synthétiques.

Son principe repose sur la détermination gravimétrique de l'aérosol

collecté sur un filtre de prélèvement. Cependant, une telle méthode revient à prendre en compte la totalité des particules présentes dans l'air de l'atelier : aérosol liquide de fluide, particules métalliques et toutes poussières d'origine diverse. Afin de déterminer la concentration en aérosol de fluide seul, une technique d'extraction de celui-ci par un mélange de solvants a été développée.

La limitation de la méthode est qu'elle ne permet pas de prendre en compte la fraction des composés volatils susceptibles de s'évaporer au cours du prélèvement.

### Prélèvement

L'aérosol est prélevé sur une membrane tarée en PTFE (polytétrafluoroéthylène), de porosité  $2\ \mu\text{m}$  et de diamètre  $37\ \text{mm}$ , placée sur un support en cellulose dans une cassette de même diamètre. Pour un prélèvement de la fraction thoracique (USA), la cassette est couplée à un cyclone thoracique tandis qu'elle est utilisée seule en configuration fermée pour un prélèvement de la fraction inhalable (USA, France).

Le dispositif de prélèvement est utilisé au débit de  $1,6\ \text{L/min}$  en configuration thoracique et  $2\ \text{L/min}$  en configuration inhalable. La méthode permet de couvrir la gamme  $0,05 - 2\ \text{mg}$  en masse collectée pour un prélèvement de  $1000\ \text{L}$ . Il est conseillé d'effectuer un prélèvement d'une durée de 4 à 8 heures en fonction de la pollution estimée.

### Analyse

Elle est réalisée par détermination gravimétrique soit directe, soit après extraction dans un mélange de solvants.

La pesée directe après le prélèvement permet de mesurer la masse totale ( $M_T$ ) des matières particulaires collectées sur la membrane et d'en déduire la concentration dans l'air ( $M_T/\text{Volume de prélèvement}$ ). Si la concentration mesurée est supérieure à  $0,5\ \text{mg/m}^3$  (fraction inhalable) ou  $0,4\ \text{mg/m}^3$  (fraction thoracique), une seconde détermination gravimétrique est effectuée après une étape d'extraction du fluide collecté sur la membrane. Toutefois, cette détermination gravimétrique en deux étapes pourra toujours être effectuée dès lors que l'objectif de la métrologie est d'évaluer l'exposition en aérosol de fluide seul.

L'extraction est réalisée à l'aide de deux mélanges de solvants :

- un mélange ternaire constitué de dichlorométhane, méthanol et toluène en même proportion,
- un mélange binaire de méthanol et eau en égale proportion.

L'utilisation successive du mélange ternaire puis du mélange binaire puis, une fois encore, du mélange ternaire assure une extraction complète du fluide collecté sur la membrane.

La pesée de la membrane ( $M_E$ ) après la phase d'extraction permet de mesurer la masse de fluide ( $M_F$ ) collectée sur la membrane, par différence :  $[M_F = M_T - M_E]$ .

La concentration de fluide dans l'air est calculée en rapportant la masse de fluide  $M_F$  au volume prélevé  $V_P$  ( $C_{\text{mg/m}^3} = M_F / V_P$ ).

### MÉTHODES MDHS 84 / MDHS 95/2 (Grande-Bretagne)

En Grande-Bretagne, deux méthodes développées par le HSL (Health and Safety Laboratory) permettent de mesurer tous les types d'aérosols provenant de fluides de coupe.

#### Méthode MDHS 84 [7]

Cette méthode permet la mesure de l'exposition individuelle aux brouillards d'huile. Elle s'applique exclusivement aux aérosols formés à partir de fluide de coupe à base d'huile minérale entière de viscosité supérieure à  $18\ \text{mm}^2/\text{s}$  à  $40^\circ\text{C}$ . En effet, son application à la mesure de brouillards provenant d'huiles moins visqueuses peut conduire à une sous-estimation de la concentration par suite d'une perte de composés volatils par évaporation au cours du prélèvement.

Son principe repose sur la détermination gravimétrique de l'aérosol collecté sur un filtre de prélèvement. Cette méthode prend en compte la totalité des particules présentes dans l'air de l'atelier : aérosol liquide de fluide, particules métalliques et toutes poussières d'origine diverse. C'est pourquoi, une deuxième détermination gravimétrique est effectuée après extraction dans le cyclohexane de l'huile collectée.

### Prélèvement

Afin d'éviter la contamination par des projections de gouttelettes au cours du prélèvement, il est recommandé de réaliser celui-ci à l'aide d'un dispositif permettant de collecter la fraction inhalable de l'aérosol tel que les échantillonneurs IOM, conique (CIS) ou multi-orifices [8]. Le prélèvement est effectué sur filtre en fibre de verre exempt de liant ou sur membrane en ester de cellulose de porosité  $0,8\ \mu\text{m}$ , au diamètre correspondant à l'échantillonneur choisi ( $25\ \text{mm}$  ou  $37\ \text{mm}$ ), tandis que le débit de prélèvement est défini en conformité avec les préconisations relatives à l'échantillonneur utilisé.

### Analyse

Elle est réalisée par détermination gravimétrique soit directe, soit après extraction dans le cyclohexane.

Le filtre préalablement taré est pesé directement après le prélèvement permettant de mesurer la masse totale ( $M_T$ ) des matières particulaires collectées sur le filtre et d'en déduire la concentration dans l'air ( $C_{\text{mg/m}^3} = M_T/\text{Volume de prélèvement}$ ).

Si la concentration est supérieure à  $2,5\ \text{mg/m}^3$ , soit la moitié de la valeur limite d'exposition, il est recommandé de procéder à l'extraction de l'huile collectée sur le filtre puis de peser à nouveau celui-ci ( $M_E$ ) afin de calculer par différence la masse d'huile prélevée ( $M_H = M_T - M_E$ ) et de déduire la concentration de brouillard d'huile dans l'air ( $C_H = M_H/\text{Volume prélevé}$ ).

#### MÉTHODE MDHS 95/2 [9]

Cette méthode a été développée pour mesurer les expositions aux aérosols de fluides aqueux.

### Principe

La méthode repose sur le dosage d'un élément chimique marqueur présent dans le fluide de coupe. Elle ne peut s'appliquer que si le fluide utilisé sur la machine d'usinage à l'origine de l'exposition contient un élément chimique en concentration suffisante pour être dosé. Les éléments chimiques susceptibles d'être utilisés comme marqueur sont notamment le bore (provenant des borates présents dans la formulation

de nombreux fluides), le sodium et le potassium. Le dosage de l'élément marqueur est réalisé à la fois dans le prélèvement d'aérosol atmosphérique et dans le fluide de la machine.

### Prélèvement

Comme dans la méthode MDHS 84, il est recommandé de prélever l'aérosol à l'aide d'un dispositif permettant de collecter la fraction inhalable de l'aérosol [8].

Le prélèvement est effectué sur membrane en ester de cellulose de porosité 0,8 µm lorsque le sodium ou le potassium est utilisé comme traceur, et sur filtre en fibre de quartz pour le traceur bore. Le diamètre des filtres ou membranes ainsi que le débit de prélèvement sont adaptés au type d'échantillonneur utilisé. En parallèle, on prélève un échantillon de la solution de fluide utilisé dans le carter de la machine d'usinage ainsi que des échantillons du fluide concentré et de l'eau ayant servi à préparer la solution.

### Analyse

Afin de sélectionner l'élément marqueur le plus approprié, il est recommandé d'analyser, en priorité, la solution de fluide du carter/machine et, si nécessaire, le fluide concentré et l'eau de dilution. On considère que les éléments bore et potassium sont appropriés s'ils sont en concentration d'au moins 100 µg/l dans la solution de fluide du carter/machine, tandis que pour le sodium la concentration minimale requise est de 400 µg/l. Puis on procède à l'analyse du filtre prélevé après désorption de l'aérosol par une solution de chlorure de césium. L'analyse est effectuée en spectrophotométrie d'absorption atomique en flamme air-acétylène, à 589 nm pour le sodium et 766,5 nm pour le potassium. Pour le bore, l'analyse est réalisée en spectrophotométrie d'émission plasma à couplage inductif à 249,773 nm. Les concentrations de l'élément traceur choisi sont ainsi mesurées, d'une part, dans l'air prélevé  $[C(E)_A]$  et, d'autre part, dans la solution de fluide du carter/machine  $[C(E)_S]$ .

Enfin, on procède à la mesure du taux de dilution ( $T_D$  en %) de la solution du carter/machine à l'aide d'une méthode réfractométrique. Cette grandeur intervient dans le calcul de la concen-

tration ( $C_{FC}$ ) en fluide concentré dans l'air :  $C_{FC} = C(E)_A / C(E)_S \times T_D / 100$ .

### MÉTHODES 7750/8 000 BIA (Allemagne) [10]

Les deux méthodes sont identiques et permettent de couvrir les différents types de fluides de coupe. La méthode 7750 s'applique aux fluides aqueux et aux huiles entières ayant un point éclair supérieur à 100°C tandis que la méthode 8000 s'applique aux huiles entières de point éclair inférieur à 100°C.

### Principe

La méthode repose sur l'utilisation du dispositif de prélèvement GGP-BIA [11] permettant de prélever le fluide dans l'air sous les phases d'aérosol et de vapeur.

### Prélèvement

L'aérosol (fraction inhalable) est collecté sur filtre de diamètre 37 mm en fibre de verre exempt de liant, disposé dans un échantillonneur conique, selon un débit de 3,5 L/min.

La phase vapeur est prélevée sur résine adsorbante type XAD-2 contenue dans une cartouche en verre ou en plastique. La cartouche de résine XAD-2 est reliée à l'échantillonneur conique en aval de celui-ci. L'ensemble constitue le dispositif combiné de prélèvement d'aérosol et vapeur GGP (Gesamtsstaub-Gas-Probenahme). La durée de prélèvement recommandée est de deux heures (420 L).

### Analyse

Elle est effectuée par spectrométrie Infra-Rouge à Transformée de Fourier (IR-TF) dans la bande d'absorption 2 800 à 3 000  $\text{cm}^{-1}$  sur les fractions extractibles de l'aérosol et de la phase vapeur et dans un solvant approprié (tétrachloroéthylène ou 1,1,2-trichloro-trifluoroéthane). Pour cela, le filtre et la résine XAD-2 sont transférés séparément dans des flacons et recouverts d'un volume de 10 ml du solvant choisi, pendant une durée déterminée. Puis le contenu de chaque flacon est filtré et une fraction aliquote est analysée en IR-TF. Compte tenu de la grande diversité des fluides de coupe, il est recommandé de calibrer la méthode d'analyse avec le fluide utilisé sur la machine étudiée et prélevé dans le carter de celle-ci. Ceci ne pose aucun problème pour les fluides à

base d'huiles entières qui sont totalement solubles dans les solvants retenus. Pour les fluides aqueux, c'est le fluide concentré qui doit être utilisé comme étalon de calibrage. Dans le cas où le concentré ne serait pas totalement soluble dans les solvants utilisés, seule la fraction soluble dans ceux-ci sera utilisée pour le calibrage.

### Limitations de la méthode

Certains fluides aqueux sont totalement insolubles dans les solvants utilisés pour l'extraction et ne peuvent être analysés par cette méthode.

Par ailleurs, avec la technique d'analyse infra-rouge dans la bande 2 800-3 000  $\text{cm}^{-1}$  utilisée, tous les composés ayant une absorption IR dans cette gamme sont détectés. Cette non-spécificité analytique est donc susceptible d'être à l'origine d'interférences dues à des composés volatils (hydrocarbures) présents dans l'air de l'atelier où est effectuée la mesure.

## CONCLUSION

Plusieurs méthodes de mesurage des aérosols de fluide de coupe sont à la disposition des hygiénistes du travail : elles diffèrent tant au niveau du mode de prélèvement que de la détermination analytique des aérosols.

Cependant, elles préconisent de prélever la fraction inhalable de l'aérosol, les dispositifs de prélèvement proposés dans ce but étant le plus souvent ceux qui sont en usage dans le pays où la méthode a été développée. Certains d'entre eux étant peu utilisés hors des frontières de leur pays d'origine, il est recommandé aux hygiénistes d'utiliser le dispositif de prélèvement dont ils ont l'habitude pour cette fraction granulométrique.

Pour le choix d'une technique d'analyse, il apparaît que la méthode NIOSH 5524 (reprise par l'INRS) présente l'avantage d'être applicable à tous les types de fluide de coupe et de ne recourir qu'à une technique (la gravimétrie) relativement accessible.

Reçu le : 14/02/2007

Accepté le : 11/04/2007

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] Health and Safety Executive Environmental Hygiene Series Guidance Note. Occupational exposure limits EH 40/98, HSE Books 1998.
- [2] Technische Regeln für Gefahrstoffe: Begründungen und Erläuterungen zu Grenzwerten in der Luft am Arbeitsplatz. Begründungspapier Nr. 72 Luftgrenzwerte für komplexe kohlenwasserstoffhaltige Gemische (TRGS 901). B ArbBl (2001) N° 9, pp. 89-96.
- [3] Criteria for a recommended standard. Occupational exposure to metal working fluids. Cincinnati, NIOSH, janvier 1998.
- [4] Threshold Limit Values for Chemical Substances in the Work Environment. ACGIH, 2006.
- [5] Metalworking fluids: Method 5524, issue 1, mars 2003. NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), 4th Edition.
- [6] Fluides d'usage. Détermination gravimétrique. INRS, Metropol, fiche 099, 2006.
- [7] Health and Safety Executive: MDHS 84. Measurement of oil mist from mineral oil-based metalworking fluids, HSE, London (1997).
- [8] Health and Safety Executive: MDHS 14/3. General methods for sampling and gravimetric analysis of respirable and inhalable dust, HSE, London (2000).
- [9] Health and Safety Executive: MDHS 95/2. Measurement of personal exposure of metalworking machine operators to airborne water-mix metalworking fluid, HSE, London (2003).
- [10] BIA-Arbeitsmappe Messung von Gefahrstoffen. Kühlschmierstoffe, méthode 7750. Mineralöle, Dampf und Aerosol, méthode 8000 (1997).
- [11] SIEKMANN H., BLOME H. H., HEISIG W. – Probenahmesysteme: Spezielle Anforderungen und Entwicklungstendenzen. Staub Reinhaltung der Luft, vol. 48, 1988, p. 89-94.