

## Fluides de coupe M-446

**Prélèvement :** Surfaique sur compresse en coton

**Analyse :** SEC-Fluo

**Données de validation** \_\_\_\_\_ Validation complète

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-446

### Substances

#### Informations générales

| Nom  | Classification CMR   | Lien CMR                            |
|--|--|-------------------------------------|
| Fluides de coupe (huiles entières ou fluides aqueux) | <ul style="list-style-type: none"> <li>■ C1A</li> <li>■ C1B</li> </ul> | <a href="#">Dossier CMR inrs.fr</a> |

| Nom  |
|--|
| Fluides de coupe (huiles entières ou fluides aqueux) |

| Substance  | données de validation |
|--|-----------------------|
| Fluides de coupe (huiles entières ou fluides aqueux) | Validation_350        |

#### Famille de substances

- FLUIDES DE COUPE

#### Principe et informations

Cette méthode concerne le prélèvement d'huiles entières ou de fluides aqueux sédimentés sur des surfaces de travail peu rugueuses et l'analyse par chromatographie d'exclusion stérique couplée à une détection par fluorescence. Le prélèvement est réalisé par essuyage à l'aide d'une compresse imprégnée de solvant. La méthode a été validée selon les indications du **protocole de mise au point de méthodes de prélèvement surfaique et d'analyse de substances chimiques sur les surfaces de travail** <sup>1</sup> (V1-mai 2019).

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-surfaces/metropol-analyse-validation-surfaces.pdf>

La validation de la méthode a été effectuée pour plusieurs fluides de coupe commerciaux représentatifs de la diversité des compositions rencontrées :

- deux huiles entières de compositions différentes : l'huile H1 présentant une double composante stérique (présentant un pic de composés modérément lourds et un pic de composés plus légers ; voir le chromatogramme dans les données de validation) et l'huile H2 constituée de composés plus encombrants.
- un fluide aqueux H3.

#### Principe de prélèvement et d'analyse

**Etat physique** \_\_\_\_\_ Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

**Type de prélèvements** \_\_\_\_\_ Surfaique

**Principe général et mise en oeuvre du prélèvement surfaique** <sup>2</sup>

<sup>2</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-surfaique/metropol-prelevement-surfaique.pdf>

**Nom du dispositif** \_\_\_\_\_ compresse en coton

**Technique analytique** \_\_\_\_\_ CHROMATOGRAPHIE D'EXCLUSION STERIQUE (SEC)

**Injecteur** \_\_\_\_\_ PASSEUR AUTOMATIQUE

**Détecteur** \_\_\_\_\_ FLUORIMETRIE

## Domaine d'application

| Substance  | Quantité minimum sur le dispositif | Quantité maximum sur le dispositif |
|--|------------------------------------|------------------------------------|
| Fluides de coupe (huiles entières ou fluides aqueux) | 1 mg/100 cm <sup>2</sup>           | 10 mg/100 cm <sup>2</sup>          |

## Liste des réactifs

- ETHANOL
- TETRAHYDROFURANE stabilisé avec BUTYLHYDROXYTOLUENE

### Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire<sup>3</sup>

<sup>3</sup> <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

## Méthode de prélèvement

### Principe général et mise en œuvre du prélèvement surfacique<sup>4</sup>

<sup>4</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-surfacique/metropol-prelevement-surfacique.pdf>

## Dispositif de prélèvement

Type de dispositif \_\_\_\_\_ ■ COMPRESSE COTON

### Commentaires, conseils, consignes :

Les compresses sont en coton tissé. Le coton permet une bonne absorption du solvant d'imprégnation. Toute compresse en coton, voire d'un autre matériau, peut être utilisée à condition qu'elle ne contienne pas de traces d'éléments chimiques susceptibles d'interférer sur l'analyse.

La quantité de solvant est adaptée de sorte à obtenir un taux d'imprégnation de l'ordre de 1 g/g. Par exemple, pour une compresse stérile standard en coton de 5\*5 cm, de masse environ 1 g, le volume de solvant ajouté sera de l'ordre de 1 mL.

## Conditions de prélèvement

### Particularités, commentaires, conseils :

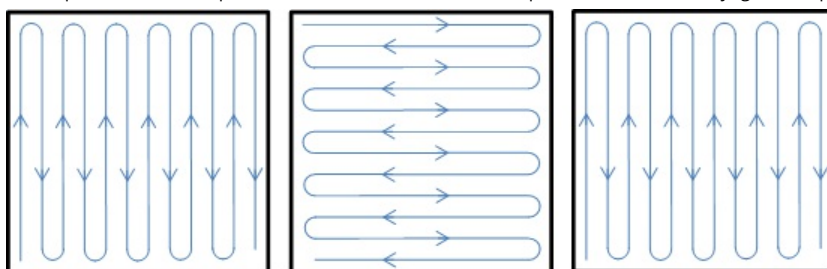
La compresse est sortie de son emballage individuel.

Un millilitre d'éthanol est déposé de façon homogène sur la surface de la compresse dans son pliage initial.

Un premier passage est effectué sur la surface à prélever, en procédant à des allers-retours de sorte à couvrir l'intégralité de la superficie (10\*10 cm) sans pression excessive.

La compresse est ensuite repliée sur elle-même pour un deuxième essuyage perpendiculaire.

La compresse est enfin repliée une seconde fois sur elle-même pour un troisième essuyage identique au premier.



Après le prélèvement, la compresse est conditionnée dans un flacon en verre pour le transport, idéalement ambré ou à l'abri de la lumière. S'ils sont également destinés à l'extraction solvant, les flacons doivent avoir une contenance d'au moins 25 mL.

L'usage de flacons plastiques, surtout s'ils sont également dédiés à l'extraction en laboratoire, est fortement déconseillé par risque de contamination par migration d'interférents chimiques.



## Méthode d'analyse

### Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>5</sup>

<sup>5</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

### Préparation de l'analyse

**Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements** \_\_\_\_\_ 30 jours

**Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :**

Les prélèvements sont conservés à  $4 \pm 2$  °C dès leur arrivée au laboratoire.

**Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :**

Les échantillons préparés sont conservés à  $4 \pm 2$  °C.

#### 1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

**Solvant ou solution** \_\_\_\_\_ ■ THF stabilisé

**Type de préparation** \_\_\_\_\_ ■ Mise en solution

**Volume** \_\_\_\_\_ 20 mL

**Ultrasons** \_\_\_\_\_ 10 min à 20 °C

**Autres conditions de préparation :**

Après séchage de la compresse sous sorbonne pour évaporer le solvant d'imprégnation, la placer si besoin dans un flacon en verre d'au moins 25 mL pour ajouter 20 mL de THF.

Le flacon est ensuite passé aux ultra-sons puis filtré.

**Filtration :**

L'extrait est prélevé à l'aide d'une seringue de 20 mL, ou de volume inférieur en plusieurs étapes répétées. Un filtre PTFE de porosité 0,45 µm pour seringue est alors positionné sur la seringue et le filtrat récupéré dans un flacon en verre.

#### 1 condition analytique :

Condition analytique n° 1

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

**Technique analytique** \_\_\_\_\_ ■ CHROMATOGRAPHIE D'EXCLUSION STERIQUE (SEC)

**Injecteur** \_\_\_\_\_ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

**Colonne** \_\_\_\_\_ ■ A EXCLUSION STERIQUE

**Détecteur** \_\_\_\_\_ ■ FLUORIMETRIE

**Phase mobile** \_\_\_\_\_ ■ THF

**Commentaires, conseils ou conditions particulières :**

Il est conseillé d'utiliser l'HPLC sous sorbonne ou dans une enceinte capotée, le THF étant toxique.

### Etalonnage et expression des résultats

Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe

Solvant de l'étalon \_\_\_\_\_ ■ Même solvant que celui des échantillons

**Commentaires :**

Les solutions étalons sont préparées à l'aide des huiles neuves utilisées. Si l'opérateur le juge pertinent au vu de l'activité et de ses objectifs, les solutions étalons peuvent être réalisées à l'aide d'échantillons d'huiles usagées récoltées sur site.

Les gammes sont réalisées par dilutions successives à partir d'une solution mère préparée à 10 mg/mL (par exemple, 100 mg dans 10 mL).

La courbe d'étalonnage est obtenue par injections de ces solutions étalons.

Remarque : injecter une solution de contrôle issue de ces étalons environ tous les 10 échantillons pour s'assurer de la stabilité analytique.

## Contacts

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

## Historique

| Version    | date      | Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version |
|------------|-----------|--|
| M-446 V-01 | Juin 2022 | Création   |