

Fluides de coupe M-446

Prélèvement : Surfacique 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"> ■ C1A ■ C1B 	Dossier CMR inrs.fr

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 surfacique et d'analyse de substances chimiques sur les surfaces de travail** ¹ (V1-mai 2019).

¹ <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 _____ Surfacique

Principe général et mise en oeuvre du prélèvement surfacique ²

² <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-surfacique/metropol-prelevement-surfacique.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 ²	10 mg/100 cm ²

Liste des réactifs

- ETHANOL
- TETRAHYDROFURANE stabilisé avec BUTYLHYDROXYTOLUENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire³

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

Méthode de prélèvement

Principe général et mise en œuvre du prélèvement surfacique⁴

⁴ <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 :

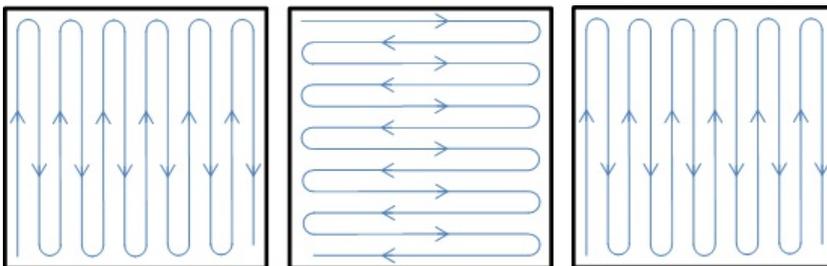
La compresse est sortie de son emballage individuel.

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 laboratoire⁵

⁵ <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 ± 2 °C dès leur arrivée au laboratoire.

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Les échantillons préparés sont conservés à 4 ± 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'HPCLC 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