

Fluides d'usinage M-282

Prélèvement : Actif sur cassette

Analyse : gravimétrie

Données de validation _____ Informations complémentaires

Numéro de la méthode _____ M-282

Ancien numéro de fiche _____ 099

Substances

Informations générales

Nom	
Fluides d'usinage	
Substance	données de validation
Fluides d'usinage	Validation_245

Principe et informations

Ce mode opératoire s'applique à la détermination gravimétrique de la fraction collectée sur filtre de tout type de fluide d'usinage (fluide de coupe aqueux, huiles minérales, fluides synthétiques) lors de prélèvements en cassette fermée.

La méthode présentée ci-dessous est adaptée de la méthode NIOSH 5524 voir [3].

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

Type de prélèvements _____ Actif

En savoir plus sur ce type de prélèvement ¹

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ cassette

Technique analytique _____ GRAVIMETRIE

Domaine d'application

Substance
Fluides d'usinage

Liste des réactifs

- DICHLOROMETHANE
- EAU ULTRAPURE
- METHANOL
- SULFATE DE CALCIUM
- TOLUENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ²

² <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement des aérosols³

³ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette/metropol-prelevement-cassette.pdf>

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série _____ 1

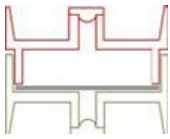
Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ CASSETTE 37 mm 2 pièces

Support ou substrat de collecte _____ ■ MEMBRANE PTFE (Téflon)
■ TAMPON EN CELLULOSE

Commentaires, conseils, consignes :

Déposer le tampon au fond de la cassette puis la membrane juste au-dessus.



Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 2

Particularités, commentaires, conseils :

Pour une concentration de 0,5 mg/m³, prélever 600 L minimum. Faire un prélèvement de 4 à 8 h selon la pollution.

Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Conditionnement particulier

Description :

Prélever des échantillons de fluides d'usinage pour la quantification de la fraction soluble.

Compléments

Le filtre en PTFE de 2 µm de porosité est taré avant d'être déposé sur le tampon de cellulose dans la cassette qui sera utilisée fermée.

Préparation des dispositifs de prélèvement⁴

⁴ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/metropol-intervention-preparation.pdf>

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 _____ 1 semaine(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Les cassettes sont placées au réfrigérateur.

Nombre d'étapes de préparation _____ 3

Commentaires sur les étapes :

La première étape de préparation correspond au conditionnement du prélèvement.

Si, après la pesée du filtre, on obtient une concentration pondérale supérieure à $0,5 \text{ mg/m}^3$ alors il faut quantifier la fraction de l'aérosol soluble.

Les étapes 2 et 3 correspondent à la préparation des filtres pour cette quantification, soit un test de solubilité sur un échantillon de fluide d'usinage récolté lors du prélèvement puis une extraction des filtres avec le solvant testé.

Durée de conservation testée et validée pour les échantillons préparés _____ 0 jour(s)

3 étapes de préparation :

Etape de préparation n° 1

Type de préparation _____ ■ Conditionnement

Commentaires :

Sortir les cassettes du réfrigérateur et ôter les bouchons puis les placer dans un dessiccateur contenant du sulfate de calcium pendant un maximum de 2 heures.

Les transférer ensuite dans le local de pesée. Ouvrir les cassettes et les laisser s'équilibrer pendant une heure.

Peser les filtres en intercalant les pesées des filtres témoins ayant suivi le même processus. **L'analyse gravimétrique est décrite**

dans la fiche du guide méthodologique " Analyse gravimétrique ⁶"

⁶<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-gravimetrie/metropol-analyse-gravimetrie.pdf>

Si la concentration pondérale est supérieure à $0,5 \text{ mg/m}^3$ alors il faut quantifier la fraction de l'aérosol soluble en réalisant les étapes de préparation 2 et 3.

Etape de préparation n° 2

Solvant ou solution _____ ■ DICHLOROMETHANE
■ METHANOL
■ TOLUENE

Type de préparation _____ ■ Test De Solubilité

Volume _____ 10 mL

Commentaires :

Test de solubilité d'un échantillon de fluide d'usinage :

Agiter le flacon contenant l'échantillon d'huile pour assurer une bonne homogénéité.

Placer 10 mL du solvant ternaire (Dichlorométhane-méthanol-toluène : 1-1-1) dans une fiole de 20 mL.

Ajouter 50 μL de fluide d'usinage.

Reboucher puis agiter autant que pourrait le nécessiter une dilution.

Si la solution reste trouble ou sous forme de deux phases, le solvant ne sera pas jugé efficace pour l'extraction. A contrario, si la solution devient translucide, la totalité du fluide collecté pourra être extraite.

Etape de préparation n° 3

Solvant ou solution _____

- DICHLOROMETHANE
- METHANOL
- TOLUENE

Type de préparation _____

- Extraction

Volume _____ 30 mL

Commentaires:

Détermination de la fraction soluble :

Placer le filtre en PTFE dans une cassette en polypropylène munie d'un tampon support en polypropylène destiné à lui assurer une certaine résistance aux déformations.

Disposer le tout sur une fiole à vide (voir schéma du montage ci-dessous).

Introduire 10 mL de solvant ternaire (dichlorométhane-méthanol-toluène : 1-1-1) à l'aide d'une pipette. Laisser le solvant s'écouler par gravité.

Introduire de la même manière 10 mL de solvant binaire (méthanol-eau : 1-1).

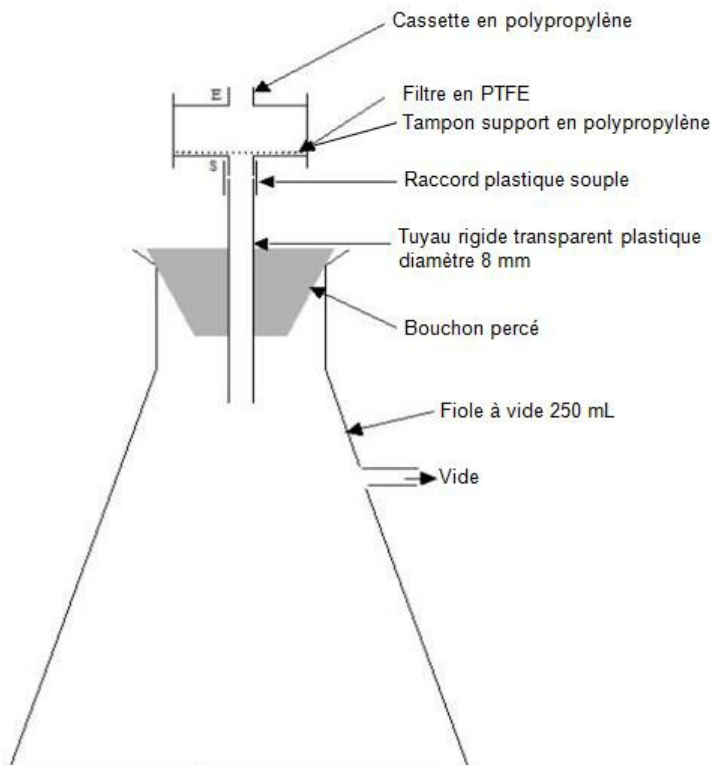
Mettre à nouveau 10 mL de solvant ternaire (dichlorométhane-méthanol-toluène : 1-1-1).

Laisser le filtre s'imprégner pendant 30 s puis actionner le vide.

Couper le vide avant de retirer le filtre de son support pour ne pas l'endommager (risque de séparation des différentes couches qui le constituent).

Faire sécher les filtres sur une grille métallique préalablement nettoyée avec le solvant ternaire.

Les laisser 2 heures sous une sorbonne.



Peser les filtres utilisés ayant été soumis à l'extraction en intercalant les pesées des filtres témoins ayant suivi le même processus.

L'analyse gravimétrique est décrite dans la fiche du guide méthodologique "Analyse gravimétrique"⁷

⁷ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-gravimetrie/metropol-analyse-gravimetrie.pdf>

1 condition analytique :

Condition analytique n° 1

L'analyse gravimétrique, de la préparation des supports de collecte à l'interprétation des pesées est décrite dans la fiche du guide méthodologique " Analyse gravimétrique ⁸".

⁸ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-gravimetrie/metropol-analyse-gravimetrie.pdf>

Technique analytique _____ ■ GRAVIMETRIE

Etalonnage et expression des résultats

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Calcul de la masse d'aérosol collecté

Soient :

M_{fx} : la masse du x^e filtre utilisé après prélèvement

M'_{fx} : la masse du x^e filtre utilisé avant prélèvement

T_{iy} : la masse initiale du y^e filtre témoin

T_{fy} : la masse du y^e filtre témoin

Δ : la différence de masse d'un filtre entre la pesée initiale et la pesée finale (ΔM_x pour X^e le filtre utilisé et ΔT_y pour y^e filtre témoin).

La masse de particules Q_x (en mg) prélevées sur le filtre x est donnée par la formule :

$$Q_x = \Delta M_x - \frac{1}{3} (\Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3)$$

Calcul de la masse extraite

Soient :

M_{fx} : la masse du x^e filtre utilisé après prélèvement

M'_{fx} : la masse du x^e filtre utilisé après extraction

T_{fy} : la masse du y^e filtre témoin avant extraction

M'_{fy} : la masse du y^e filtre témoin après extraction.

$\Delta M'_x = M_{fx} - M'_{fx}$: est la variation de masse non corrigée du x^e filtre utilisé après extraction.

$\Delta T'_y = T_{fy} - T'_{fy}$: est la variation de masse du y^e filtre témoin après extraction.

La masse d'extrait Q_{ex} (en mg) est donnée par la formule :

$$Q_{ex} = \Delta M'_x - 1/3 (\Delta T'_1 + \Delta T'_2 + \Delta T'_3)$$

Concentration pondérale atmosphérique

La concentration pondérale C_p de l'atmosphère en mg/m^3 relative à la fraction d'aérosol collecté est donnée par le rapport :

$$C_p = Q_x / V$$

où V est le volume d'air prélevé exprimé en m^3 et Q_x la masse d'aérosol collecté définie ci-dessus. Lorsque cette concentration est inférieure à $0,5 mg/m^3$, la concentration en fluide d'usinage ne peut pas excéder cette valeur et l'extraction de celui-ci peut être omise.

Si l'extraction a été effectuée, la concentration pondérale C_e de l'atmosphère en mg/m^3 de matière soluble dans le mélange ternaire de solvants est donnée par le rapport :

$$C_e = Q_{ex} / V$$

où V est le volume d'air prélevé exprimé en m^3 et Q_{ex} la masse d'extrait définie ci-dessus. Elle peut être assimilée à la concentration en fluide d'usinage dans les ateliers où ceux-ci sont employés.

Le calcul de l'incertitude élargie sur la masse est décrit dans la fiche du guide méthodologique Analyse gravimétrique.

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

- [1] NIOSH. Février 1996. Criteria for a recommended standard : occupational exposure to metal working fluids. Cincinnati (OH). US Department of Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control and Prevention National Institut for Safety and Health. DHHS (NIOSH).
- [2] M. HARPER. - Extracting Metalworking Fluid Aerosol Samples in Cassettes by Provisional ASTM and NIOSH Methods. AIHA Journal 63:488-492 (2002).
- [3] Method 5524, issue 1, Metalworking fluids (MWF) all categories 15 March 2003, 10 p. In NIOSH Manual of Analytical Methods.
- [4] Captage et traitement des brouillards d'huile. Guide pratique de ventilation n° 6. INRS, 2005, ED 972, 24 p.
- [5] NF X 43-257. Air des lieux de travail. Prélèvement individuel de la fraction inspirable de la pollution particulaire. Paris-La-Défense, AFNOR, en cours de modification.
- [6] NF X 43-261. Août 1988. Air des lieux de travail. Prélèvement à poste fixe et mesurage de la pollution particulaire totale. Paris-La-Défense, AFNOR, 9 p.

Historique

Vesion	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
099/V01	05/09/2005	Création. Cette fiche annule et remplace la fiche 006 applicable uniquement aux brouillards d'huile entière. Adoption du principe d'extraction des fluides d'usinage par des mélanges de solvants ternaire et binaire : méthode proposée par le NIOSH et l'ASTM.
099/V01.01	28/11/2008	Correction d'une erreur typographique.
099/V01.02	31/12/2008	Ajout d'une note pour expliquer la disparition de la fiche 019.
M-282/V01	mars 2016	Mise en ligne dans la nouvelle base de données.
M-282/V01.1	Août 2016	Correction bug, conditionnement particulier
M-282/V01.2	Juin 2024	Renvoi vers la fiche du guide Analyse gravimétrique et correction bug rajout extraction solvant