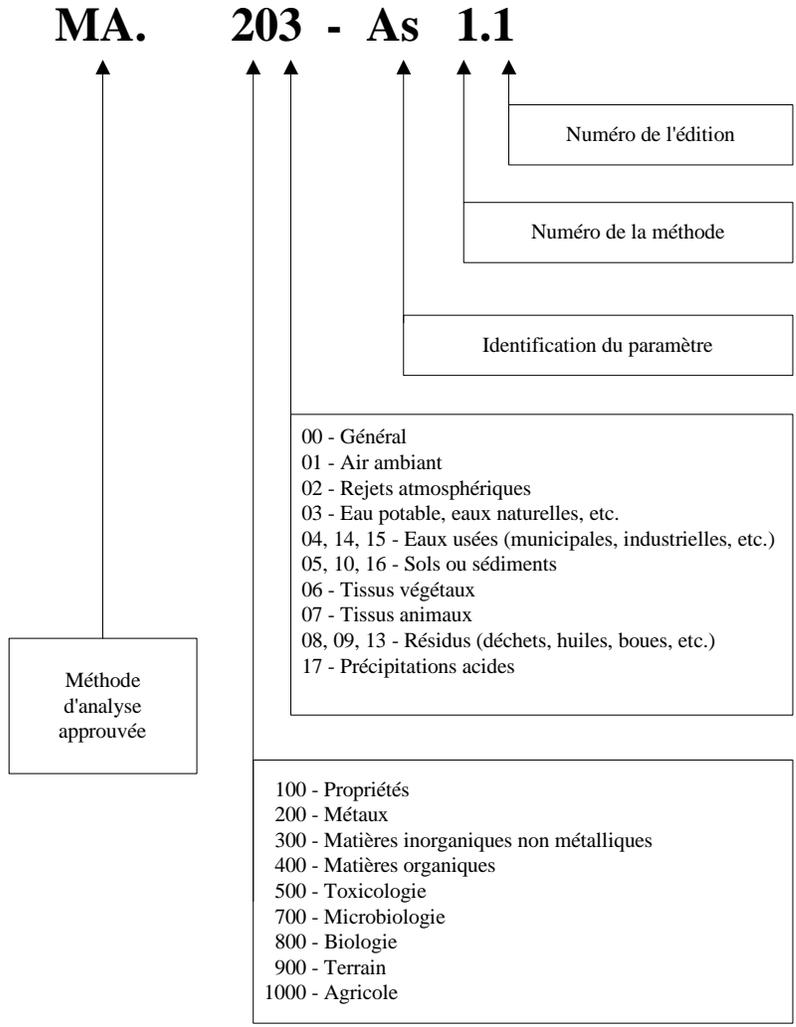


**MA. 415 – HGT 1.0**  
Édition : 1999-04-23  
Révision : 2001-10-26 (1)

**Méthode d'analyse**  
Détermination des huiles et graisses totales  
dans les eaux : méthode gravimétrique

# Exemple de numérotation :



**ÉDITION APPROUVÉE LE :** 23 avril 1999

### Historique de la méthode

Cette méthode est une adaptation de la méthode 1664 de l'EPA intitulé « N-Hexane Extractable Material (HEM) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGT-HEM) by Extraction and Gravimetry Oil and Grease and Total Petroleum Hydrocarbons ».

**Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.**

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,  
Détermination des huiles et graisses totales dans les eaux; Méthode gravimétrique.  
MA. 415 – HGT 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2001, 14 p.



## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	7
3.1. Interférence	8
3.2. Limite de détection	8
3.3. Limite de quantification	8
3.4. Sensibilité	8
3.5. Fidélité	8
3.6. Justesse	8
3.7. Pourcentage de récupération	8
4. CONSERVATION	9
5. APPAREILLAGE	9
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	9
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	10
7.1. Préparation du matériel	10
7.2. Extraction des huiles et graisses totales	10
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	13
8.1. Calcul des résultats	13
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	13
10. BIBLIOGRAPHIE	14



## **INTRODUCTION**

Les huiles et graisses totales représentent la somme des huiles et graisses animales, végétales et minérales. Les huiles et graisses minérales proviennent de la distillation du pétrole; elles se divisent en deux catégories : les hydrocarbures aliphatiques et les hydrocarbures aromatiques. Une huile est constituée d'hydrocarbures contenant de 17 à 22 atomes de carbone tandis qu'une graisse est constituée d'hydrocarbures contenant plus de 22 atomes de carbone.

Les huiles et graisses d'origine végétale proviennent de la décomposition de la végétation (terrestre ou aquatique), qui libère des produits secondaires gras et huileux. Les huiles et graisses d'origine animale proviennent de l'industrie alimentaire (domestiques et industrielles), de l'industrie laitière (laiteries et fromageries) et des abattoirs.

Les hydrocarbures du pétrole sont des polluants aux propriétés physiques, chimiques et toxiques variées. Les principales sources d'émission dans l'environnement sont constituées par l'industrie pétrolière et les effluents d'industries utilisant des produits pétroliers à l'intérieur du processus industriel. De plus, l'entreposage inadéquat de ces produits, un déversement accidentel ou un lessivage par les eaux de précipitation sont autant de causes susceptibles d'entraîner une contamination ponctuelle par les hydrocarbures.

### **1. DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode s'applique à la détermination des huiles et graisses totales dans les eaux usées et de surface ainsi que les rejets liquides industriels et domestiques.

### **2. PRINCIPE ET THÉORIE**

La détermination de la concentration des huiles et graisses totales s'effectue principalement en deux étapes.

Dans une première étape, les huiles et graisses totales contenues dans l'échantillon, préalablement acidifié, sont extraites à l'aide d'hexane. Cet extrait est par la suite séché avec du sulfate de sodium.

Dans la seconde étape, l'extrait de l'échantillon est évaporé à sec et pesé pour déterminer ainsi la concentration des huiles et graisses totales par gravimétrie.

### **3. FIABILITÉ**

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12-VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

### 3.1. INTERFÉRENCE

Toutes substances autres que les huiles et graisses pouvant être solubilisées dans l'hexane peuvent entraîner une surestimation de la concentration des huiles et graisses totales. Les résidus lourds du pétrole peuvent quant à eux contenir une portion non soluble dans l'hexane et entraîner une sous-estimation de la concentration des huiles et graisses totales. De plus, une sous-estimation de la concentration des huiles et graisses totales peut être due à la perte de composés volatils lors de l'évaporation à sec de l'hexane.

### 3.2. LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 2,0 mg/l d'huiles et graisses totales.

### 3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

La limite de quantification est de 5,0 mg/l d'huiles et graisses totales.

### 3.4. SENSIBILITÉ

Sans objet.

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1. Répliquabilité

La répliquabilité d'une série de mesures (n = 8) est de  $\pm 0,3$  mg/l à une concentration de 5,0 mg/l en huiles et graisses totales dans l'échantillon.

#### 3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures (n = 6) est de 12,7 % à un niveau de 43 mg/l en huiles et graisses totales dans des échantillons de contrôle de qualité.

### 3.6. JUSTESSE

La justesse effectuée sur une série de mesures (n = 8) est de 46 % pour une valeur attendue de 5,0 mg/l en huiles et graisses totales dans l'échantillon.

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

La récupération pour un ajout de 5 mg/l dans l'échantillon est de 146 %.

#### 4. CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif de 800 ml dans un contenant de verre exempt de contaminant.

Acidifier l'échantillon à  $\text{pH} \pm 2$  par l'ajout d'environ 1 ml d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  10 N par litre d'échantillon. Conserver l'échantillon à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

#### 5. APPAREILLAGE

- 5.1 Four pouvant maintenir une température de 110 °C ( $\pm 5$  °C)
- 5.2 Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg
- 5.3 Évaporateur rotatif sous vide
- 5.4 Agitateur rotatif (de type « Rollacell »)
- 5.5 Dessiccateur pouvant contenir plusieurs ballons à fond plat pendant leur refroidissement.
- 5.6 Bain à ultrason dont la puissance est d'environ 350 watts.

**NOTE – La verrerie est lavée, séchée et décontaminée selon le document de référence interne DR-09-04-COL-01, intitulé « Instructions de lavage ».**

#### 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les solvants utilisés sont de qualité « glass distilled » ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S. ou jugé équivalent.

L'eau utilisée est filtrée sur une membrane de 5  $\mu\text{m}$ , traitée sur charbon activé, déminéralisée, puis distillée.

- 6.1 Acide sulfurique,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 10 N (CAS n° 7664-93-9)

Diluer, par exemple, 277 ml d' $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré dans environ 600 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.2 Sulfate de sodium anhydre,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (CAS n° 7757-82-6)

Traiter le  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  en le chauffant à 650 °C pendant une nuit, laisser refroidir au dessiccateur, puis transférer dans un contenant en verre.

6.3 Sulfate de magnésium anhydre, MgSO<sub>4</sub> (CAS n° 487-88-9)

Traiter le MgSO<sub>4</sub> en le chauffant à 650 °C pendant une nuit, laisser refroidir au dessiccateur, puis transférer dans un contenant en verre.

6.4 Laine de verre

Décontaminer la laine de verre en la rinçant avec de l'hexane.

6.5 Hexane, C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> (CAS n° 110-54-3)

Il doit être approprié pour la chromatographie et contenir moins de 1 mg/l de résidu.

## 7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

### 7.1. PRÉPARATION DU MATÉRIEL

- Sécher les ballons à fond plat décontaminés dans un four maintenu à environ 110 °C pour un minimum d'une heure. Retirer du four et transférer au dessiccateur pour une nuit. Peser chacun des ballons à fond plat en prenant soin de les manipuler avec des gants. Après la pesée, boucher ces ballons.

### 7.2. EXTRACTION DES HUILES ET GRAISSES TOTALES

#### 7.2.1. Échantillon exempt de particules

- Vérifier le pH et ajuster à  $\pm 2$  au besoin à l'aide de la solution d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 N (cf. 6.1).
- Introduire un volume connu d'échantillon (de préférence 800 ml) dans une bouteille de 1 litre à goulot étroit pour l'extraction.
- Rincer la bouteille d'échantillonnage et le bouchon avec 50 ml d'hexane (cf. 6.5) et transférer celui-ci dans la bouteille d'extraction.
- Agiter manuellement la bouteille et laisser échapper la surpression. Bien sécher le goulot de la bouteille, y déposer un carré de téflon décontaminé ou utiliser les bouchons avec revers en téflon et fermer hermétiquement.

- Placer sur l'agitateur rotatif, ajuster la vitesse de rotation à environ 12 tr/min et laisser tourner pendant une nuit.
- Transférer le liquide dans une ampoule à décantation de 1 litre et laisser décanter.
- Recueillir la phase aqueuse (phase du bas) dans la bouteille d'extraction et faire passer la phase organique sur une colonnette de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydre (cf. 6.2), préalablement décontaminée à l'hexane (cf. 6.5) et la recueillir dans une fiole jaugée de 100 ml.
- Ajouter 30 ml d'hexane (cf. 6.5) à la bouteille d'extraction et répéter l'étape d'extraction à l'aide de l'agitateur rotatif pendant 1 heure.
- Séparer et assécher la phase organique comme précédemment puis rincer la colonnette avec de l'hexane (cf. 6.5) et compléter au trait de jauge.

**NOTE – S'il y a présence d'émulsion, la meilleure technique pour l'éliminer dépend beaucoup de la nature de l'échantillon. Elle peut inclure le brassage, la filtration sur laine de verre (cf. 6.4), la centrifugation, l'utilisation d'un bain à ultrason, l'addition de sel ou d'autres méthodes physiques.**

**S'il y a lieu, prélever 10 ml de l'extrait final et le transférer dans un tube de 15 ml afin de compléter l'extraction et le dosage des huiles et graisses minérales par GC-FID tel que spécifié dans la méthode « Dosage des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>) », MA. 400 - HYD. 1.0.**

- Transférer l'extrait final de la fiole jaugée au ballon à fond plat préalablement pesé. Rincer la fiole jaugée avec de l'hexane (cf. 6.5) et combiner à l'extrait final.
- Évaporer à sec l'extrait contenu dans le solvant au moyen de l'évaporateur rotatif tout en maintenant la température du bain d'eau de façon à ce que l'évaporation de l'hexane se fasse en moins de 30 minutes. La température d'ébullition de l'hexane est de 69 °C. Utiliser des gants pour la manipulation et essuyer la surface externe des ballons de traces de doigts et d'humidité.
- Refroidir le ballon à fond plat à la température de la pièce dans le dessiccateur pour une nuit puis peser afin de déterminer le poids d'huiles et graisses totales contenu dans le ballon.

**NOTE – S'assurer que le temps de séjour au dessiccateur soit le même avant chaque pesée.**

### 7.2.2. Échantillon contenant des particules

- Homogénéiser l'échantillon et l'acidifier jusqu'à un pH ± 2 par ajout d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 N (cf. 6.1) s'il y a lieu.
- Filtrer un volume connu, le plus grand possible, jusqu'à 800 ml, sur filtre Whatman 41.
- Transférer le filtrat dans une bouteille de 1 litre à goulot étroit.

### 7.2.2.1 Traitement du filtrat

- Rincer le Büchner et l'erenmeyer ayant servi à la filtration avec 25 ml d'hexane (cf. 6.5) et le transférer dans la bouteille contenant le filtrat. Fermer et agiter puis laisser échapper la surpression. Bien sécher le goulot de la bouteille, y déposer un carré de téflon décontaminé ou utiliser les bouchons avec revers en téflon et fermer hermétiquement. Placer sur l'agitateur rotatif, ajuster la vitesse de rotation à environ 12 tr/min et laisser tourner pendant une nuit.
- Transférer le liquide dans une ampoule à décantation et laisser décanter.
- Recueillir la phase aqueuse (phase du bas) dans la bouteille d'extraction et faire passer la phase organique sur une colonnette de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydre (cf. 6.2), préalablement décontaminé à l'hexane et la recueillir dans une fiole jaugée de 50 ml.
- Ajouter 20 ml d'hexane et répéter l'étape d'extraction à l'aide de l'agitateur rotatif pendant 1 heure.
- Séparer et assécher la phase organique comme précédemment puis rincer la colonnette avec de l'hexane et compléter au trait de jauge.

### 7.2.2.2 Traitement du filtre

- Transférer le filtre dans une bouteille à centrifugation.
- Ajouter environ 5 g de MgSO<sub>4</sub> anhydre (cf. 6.3) préalablement traité. Il peut être nécessaire de rajouter du MgSO<sub>4</sub> pour assécher complètement l'échantillon. Triturer avec une tige de verre ou une spatule.
- Ajouter 50 ml d'hexane (cf. 6.5). Mettre au bain à ultrason pendant 10 minutes en s'assurant que le niveau d'eau dans le bain soit égal ou supérieur au niveau d'hexane dans les bouteilles d'extraction.

### 7.2.2.3 Quantification des huiles et graisses totales

**NOTE – S'il y a lieu, prélever 5 ml de l'extrait du filtre et 5 ml de l'extrait du filtrat et les transférer dans un tube de 15 ml afin de compléter l'extraction et le dosage des huiles et graisses minérales par GC-FID tel que spécifié dans la méthode « Dosage des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>) », MA. 400 - HYD. 1.0.**

- Dans un cylindre gradué, filtrer sur laine de verre (cf. 6.4) l'extrait du filtre et mesurer le volume obtenu. Prélever le même volume de l'extrait du filtrat. Transférer les deux portions dans un ballon à fond plat préalablement décontaminé et pesé. Rincer le cylindre avec de l'hexane et le transférer au ballon à fond plat. Noter le volume total utilisé.

- Évaporer à sec l'extrait contenu dans le solvant au moyen de l'agitateur rotatif tout en maintenant la température du bain d'eau de façon à ce que l'évaporation de l'hexane se fasse en moins de 30 minutes. La température d'ébullition de l'hexane est de 69 °C. Utiliser des gants pour la manipulation et essuyer la surface externe des ballons de traces de doigts et d'humidité.
- Refroidir le ballon à fond plat à la température de la pièce dans le dessiccateur pour une nuit puis peser afin de déterminer le poids d'huiles et graisses totales contenu dans le ballon.

**NOTE – S'assurer que le temps de séjour au dessiccateur est le même avant chaque pesée.**

## 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1. CALCUL DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés en mg/l d'huiles et graisses totales à partir de l'équation suivante :

$$C = \frac{A - B}{Vé} \times F \times 1\,000$$

où

- C : concentration des huiles et graisses totales contenues dans l'échantillon (mg/l);
- A : poids du ballon avec les huiles et graisses contenues dans l'échantillon (g);
- B : poids initial du ballon à fond plat (g);
- Vé : volume initial d'échantillon analysé (l);
- F : facteur de correction tenant compte de la portion utilisée par rapport au volume final d'extrait.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

En ce qui concerne les matériaux de référence et matériaux de référence certifiés, les résultats doivent se situer dans l'intervalle défini par le responsable désigné.

Le blanc de la méthode est soustrait même s'il est inférieur à la limite de quantification.

Les résultats obtenus pour l'analyse de duplicata ou replica ne doivent pas différer de plus de 30 % entre eux lorsqu'ils sont supérieurs à au moins 10 fois la limite de détection.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Instructions de lavage, DR-09-04-COL-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en physico-chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Dosage des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>), MA. 400 - HYD. 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

U.S. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, N-Hexane Extractable Material (HEM) and Silica Gel Treated n-Hexane Extractable Material (SGT-HEM) by Extraction and Gravimetry (Oil and Grease and Total Petroleum Hydrocarbons), Method 1664, 1995.