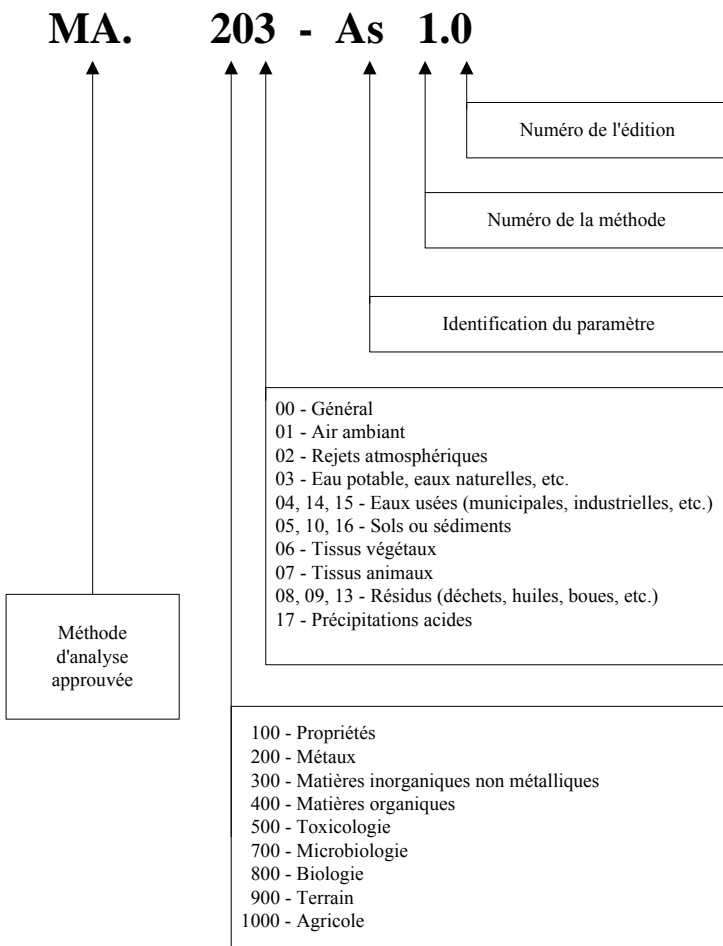


**MA. 400 – HGT 1.1**  
Édition : 2007-07-26

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

## Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est marquée de l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. Il peut également être élevé si une révision entraîne des modifications en profondeur de la méthode. La date de révision est suivie d'un chiffre qui indique le numéro de la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,  
Détermination des huiles et graisses totales: méthode gravimétrique, MA. 400 – HGT 1.1,  
Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2007, 14 p.

### Historique de la méthode

Cette méthode est une adaptation de la méthode 1664 de l'EPA, intitulée *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*.

Elle intègre des documents de référence relatifs aux matières liquides organiques et aux matières solides et remplace la méthode MA. 415 – HGT 1.0.

## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	5
1. DOMAINE D'APPLICATION	5
2. PRINCIPE ET THÉORIE	5
3. FIABILITÉ	5
3.1. Interférence	6
4. CONSERVATION	6
5. APPAREILLAGE	6
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	7
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	8
7.1. Préparation du matériel	8
7.2. Extraction des huiles et graisses totales	8
7.3. Dosage	12
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	13
8.1. Expression des résultats	13
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	13
10. BIBLIOGRAPHIE	14



## **INTRODUCTION**

Les huiles et graisses totales représentent la somme des huiles et des graisses animales, végétales et minérales. Les huiles et les graisses minérales proviennent de la distillation du pétrole et 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 les 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 les graisses d'origine animale proviennent de l'industrie alimentaire (domestique et industrielle), 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 produites par l'industrie pétrolière et par les effluents d'industries utilisant des produits pétroliers à l'intérieur de leur processus industriel. De plus, un 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 sert à déterminer les huiles et graisses totales dans les matières liquides aqueuses, les matières solides et les matières liquides organiques. Seule la partie de la méthode qui s'applique aux matières liquides aqueuses est touchée par un domaine d'accréditation.

### **2. PRINCIPE ET THÉORIE**

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

Les huiles et graisses totales contenues dans l'échantillon sont d'abord extraites à l'aide d'hexane. Cet extrait est par la suite asséché avec du sulfate de sodium.

L'extrait de l'échantillon est ensuite évaporé à sec et pesé pour déterminer 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 ».

Les données statistiques, soit la limite de détection méthodologique (LDM), la limite de quantification méthodologique (LQM), la sensibilité, la répétabilité, la répliquabilité, la justesse et

le pourcentage de récupération ne sont pas contenues dans cette méthode, mais elles sont disponibles sur demande pour les clients qui requièrent des analyses.

### 3.1. INTERFÉRENCE

Toutes substances autres que les huiles et les 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 causée par la perte de composés volatils lors de l'évaporation à sec de l'hexane.

## 4. CONSERVATION

Prélever les quantités requises et les préserver selon les guides d'échantillonnage qui s'appliquent en fonction de la nature de l'échantillon.

À titre d'exemple, les échantillons d'eaux usées peuvent être conservés 28 jours à 4 °C ou 40 jours à 4 °C si l'échantillon a été extrait à l'intérieur des 28 premiers jours. Les échantillons de sols peuvent être conservés indéfiniment à -20 °C ou 14 jours à 4 °C. Les autres échantillons solides et les matières liquides organiques peuvent être conservés 6 mois à 4 °C.

## 5. APPAREILLAGE

- 5.1. Four pouvant maintenir une température de 110 °C ( $\pm 5$  °C)
- 5.2. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,0001 g
- 5.3. Balance dont la sensibilité est de 0,01 g
- 5.4. Évaporateur rotatif sous vide (de type Rotavap)
- 5.5. Agitateur rotatif à environ 12 rotations à la minute (de type Rollacell)
- 5.6. Bain à ultrasons dont la puissance est d'environ 350 watts
- 5.7. Dessiccateur grand format
- 5.8. Ballon à fond plat de 250 ml
- 5.9. Gants de tissu (ex. : coton) pour manipulation des ballons gravimétriques
- 5.10. Bouteille à centrifugation de 250 ml ou bouteille en verre à large goulot de 250 ml avec couvercle en téflon
- 5.11. Fiole jaugée de 50 ml (classe A)

- 5.12. Cylindre gradué de 1 000 ml
- 5.13. Pipettes volumétriques à capacité variante de 5 ml à 50 ml (classe A)
- 5.14. Pipette volumétrique de 100 ml (classe A)
- 5.15. Cylindres gradués de 50 ml et de 100 ml
- 5.16. Seringue jetable, à embout de type Luer-Lok, exempte d'huiles et de graisses
- 5.17. Filtre Millex, 0,8 µm
- 5.18. Filtre Whatman 41

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

**NOTE – Lorsqu'une vitesse de rotation est prescrite, une vérification visuelle approximative est faite au début de l'utilisation de l'appareil concerné.**

## 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les solvants utilisés sont de qualité « pesticide » ou l'équivalent. Les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS, à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs est de l'eau déminéralisée, traitée sur charbon activé et filtrée sur une membrane de 5 µm.

6.1. Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)

6.2. Solution d'acide sulfurique 50 % (V/V)

Diluer avec précaution l'acide sulfurique (cf. 6.1) dans des proportions 1:1 (V/V) avec de l'eau et laisser refroidir.

6.3. Sulfate de sodium anhydre 12-60 Mesh, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7757-82-6)

Traiter le sulfate de sodium en le chauffant à 650 °C pendant au moins 8 heures afin d'éliminer l'eau résiduelle et les impuretés d'origine organique.

6.4. Sulfate de magnésium anhydre, MgSO<sub>4</sub> (CAS n° 7487-88-9)

Traiter le sulfate de magnésium en le chauffant à 650 °C pendant au moins 8 heures afin d'éliminer l'eau résiduelle et les impuretés d'origine organique.

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

L'hexane doit être de grade pesticide ou mieux.

## 7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en 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

Après leur décontamination, sécher les ballons à fond plat dans un four maintenu à environ 110 °C pendant un minimum de une heure. Transférer les ballons au dessiccateur pour une nuit (au moins 8 heures), puis peser et noter le poids des ballons à fond plat. Après la pesée, boucher les ballons.

**NOTE – Utiliser toujours des gants de tissu lors de la manipulation des ballons à fond plat pour éviter d'y laisser des huiles et des graisses.**

### 7.2. EXTRACTION DES HUILES ET GRAISSES TOTALES

#### 7.2.1. Matières liquides aqueuses

**NOTE – Lorsqu'un échantillon aqueux contient des particules (plus de 1 cm dans le fond du contenant), se référer à la section 7.2.2.**

- Sortir les échantillons du réfrigérateur et les laisser reposer à température ambiante environ 30 minutes.
- Acidifier l'échantillon à  $\text{pH} \leq 2$  à l'aide d'une solution d'acide sulfurique 50 % (cf. 6.2), s'il y a lieu.
- Homogénéiser et prélever un volume d'environ 800 ml d'échantillon dans une bouteille d'extraction en verre à goulot étroit muni d'un bouchon de téflon.

**NOTE – Le volume précis est mesuré et noté après les extractions et les séparations des phases.**

- Si possible, rincer la bouteille d'échantillonnage avec environ 50 ml d'hexane (cf. 6.5) et transvider le solvant dans la bouteille d'extraction.
- Agiter manuellement la bouteille d'extraction pendant environ 10 secondes, puis enlever la surpression. S'assurer que le goulot de la bouteille est propre et sec.
- Déposer les bouteilles sur l'agitateur rotatif et laisser tourner pendant une nuit.
- Transférer l'échantillon dans une ampoule à décantation de un litre. Laisser les phases se séparer.

- Recueillir la phase aqueuse (phase inférieure) dans la bouteille d'extraction et faire passer la phase organique (phase supérieure) sur une colonnette de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydre (cf. 6.3), puis la recueillir dans un ballon à fond plat de 250 ml.

**NOTE – Recueillir la phase organique dans une fiole jaugée de 100 ml si l'analyse des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) ou l'identification de produits pétroliers ou l'analyse des huiles et des graisses minérales gravimétrique est requise.**

- Ajouter environ 30 ml d'hexane (cf. 6.5) à la phase aqueuse.
- Agiter manuellement la bouteille d'extraction pendant environ 10 secondes, puis enlever la surpression. S'assurer que le goulot de la bouteille est propre et sec.
- Déposer les bouteilles sur l'agitateur rotatif et laisser tourner pendant une heure.
- Répéter les étapes de séparation et de récupération des phases.

**NOTE – S'il y a présence d'émulsion, la technique pour l'éliminer dépend de la nature de l'échantillon; elle peut inclure le brassage, la filtration sur laine de verre, la centrifugation, l'utilisation d'un bain à ultrasons, l'addition de sel ou d'autres méthodes physiques.**

- À l'aide d'un cylindre gradué de 1 000 ml, mesurer précisément à 5 ml près le volume de phase aqueuse qui a été extrait. Noter le volume.
- Rincer l'ampoule et la colonnette à l'hexane.

**NOTE – Si l'analyse des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) est requise ou si une identification des produits pétroliers ou une détermination des huiles et des graisses minérales gravimétriques doit être faite, il faut procéder de la façon suivante :**

**Compléter plutôt dans une fiole jaugée à 100 ml avec l'hexane (cf. 6.5) et homogénéiser. Prélever précisément les volumes nécessaires selon les paramètres visés. Transférer le reste de l'extrait final de la fiole jaugée dans un ballon à fond plat préalablement pesé. Rincer la fiole jaugée avec de l'hexane (cf. 6.5) et transférer le solvant dans le ballon à fond plat.**

- Effectuer le dosage tel que décrit à la section 7.3.

#### 7.2.2. Matières liquides aqueuses contenant des particules

- Sortir les échantillons du réfrigérateur et les laisser reposer à température ambiante environ 30 minutes.
- Acidifier l'échantillon à pH ≤ 2 à l'aide d'une solution d'acide sulfurique 50 % (cf. 6.2), s'il y a lieu.
- Homogénéiser et filtrer un volume d'environ 800 ml d'échantillon sur un filtre Whatman 41 dans une bouteille d'extraction en verre à goulot étroit muni d'un bouchon de téflon.

**NOTE – Le volume précis est mesuré et noté après les extractions et les séparations des phases.**

#### 7.2.2.1 Traitement du filtre

- Transférer le filtre dans une bouteille en verre à large goulot de 250 ml.
- Ajouter environ 5 g de  $\text{MgSO}_4$  anhydre (cf. 6.4). Triturer jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Cette poudre contient le filtre et le dépôt. Il peut être nécessaire de rajouter du  $\text{MgSO}_4$  pour assécher complètement l'échantillon.
- À l'aide d'une pipette volumétrique, ajouter précisément 50 ml d'hexane (cf. 6.5).
- Mettre au bain à ultrasons pendant 10 minutes en s'assurant que le niveau d'eau dans le bain est égal ou supérieur au niveau d'hexane dans les bouteilles d'extraction.
- Brasser les bouteilles pendant au moins 10 minutes au moyen de l'agitateur à culbutage. Laisser déposer le sulfate de magnésium.

#### 7.2.2.2 Traitement du filtrat

- Rincer le vase Büchner et l'erenmeyer ayant servi à la filtration avec environ 25 ml d'hexane (cf. 6.5) et le transférer dans la bouteille contenant le filtrat.
- Agiter manuellement la bouteille d'extraction pendant environ 10 secondes, puis enlever la surpression. S'assurer que le goulot de la bouteille est propre et sec.
- Déposer les bouteilles sur l'agitateur rotatif et laisser tourner pendant une nuit.
- Transférer l'échantillon dans une ampoule à décantation de un litre. Laisser les phases se séparer.
- Recueillir la phase aqueuse (phase inférieure) dans la bouteille d'extraction et faire passer la phase organique (phase supérieure) sur une colonnette de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhydre (cf. 6.3) et la recueillir dans une fiole jaugée de 50 ml.
- Ajouter environ 15 ml d'hexane (cf. 6.5) à la phase aqueuse.
- Déposer les bouteilles sur l'agitateur rotatif et laisser tourner pendant une heure.
- Répéter les étapes de séparation et de récupération des phases.

**NOTE – S'il y a présence d'émulsion, la technique pour l'éliminer dépend de la nature de l'échantillon; elle peut inclure le brassage, la filtration sur laine de verre, la centrifugation, l'utilisation d'un bain à ultrasons, l'addition de sel ou d'autres méthodes physiques.**

- À l'aide d'un cylindre gradué de 1 000 ml, mesurer précisément à 5 ml près le volume de phase aqueuse qui a été extrait. Noter le volume.
- Rincer l'ampoule et la colonnette à l'hexane, puis compléter la fiole jaugée à 50 ml avec de l'hexane (cf. 6.5). Homogénéiser.

### 7.2.2.3 Combinaison des extraits du filtre et du filtrat

**NOTE – Si l'analyse des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) est requise ou si une identification des produits pétroliers doit être faite, prélever précisément à l'aide de pipettes volumétriques 5 ml de l'extrait du filtre et 5 ml de l'extrait du filtrat et les transférer dans un tube de 15 ml.**

- Prélever le surnageant de l'extrait du filtre à l'aide d'une seringue jetable à embout de type Luer-Lok. Filtrer cet extrait sur un filtre Millex 0,8 µm dans un cylindre gradué de 50 ml.
- À l'aide d'une pipette volumétrique, prélever précisément le volume le plus grand possible de l'extrait du filtre passé sur un filtre Millex et le transférer dans un ballon à fond plat préalablement pesé.
- À l'aide d'une pipette volumétrique, prélever précisément le même volume de l'extrait du filtrat. Ajouter cet extrait dans le ballon à fond plat correspondant. Noter le volume total utilisé.
- Effectuer le dosage tel que décrit à la section 7.3.

### 7.2.3. Matières solides

**NOTE – Si l'analyse des composés organiques volatils (COV) est requise, prélever une aliquote avant de procéder à toute autre analyse.**

- Homogénéiser l'échantillon et prélever environ précisément 25,00 g d'échantillon (balance avec une précision de ± 0,01 g) dans une bouteille en verre à large goulot de 250 ml. Éviter les particules supérieures à 5 mm. Noter le poids.
- Ajouter environ 5 g de MgSO<sub>4</sub> anhydre (cf. 6.4). Triturer jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Il peut être nécessaire de rajouter du MgSO<sub>4</sub> pour assécher complètement l'échantillon.
- À l'aide d'une pipette volumétrique, ajouter précisément 100 ml d'hexane (cf. 6.5).
- Mettre au bain à ultrasons pendant 10 minutes en s'assurant que le niveau d'eau dans le bain est égal ou supérieur au niveau d'hexane dans les bouteilles d'extraction.
- Brasser les bouteilles au moins 10 minutes au moyen de l'agitateur à culbutage. Laisser déposer le sulfate de magnésium.

**NOTE – Prélever précisément 10 ml de l'extrait final et le transférer dans un tube de 15 ml si l'analyse des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub>-C<sub>50</sub>) est requise ou si l'identification des produits pétroliers est faite.**

- Prélever le surnageant à l'aide d'une seringue jetable à embout de type Luer-Lok. Filtrer cet extrait sur un filtre Millex 0,8 µm dans un contenant en verre.
- À l'aide d'une pipette volumétrique, prélever précisément le volume le plus grand possible de l'extrait déjà filtré sur le filtre Millex et le transférer dans un ballon à fond plat préalablement pesé.
- Effectuer le dosage tel que décrit à la section 7.3.

#### 7.2.4. Matières liquides organiques

- Peser environ précisément 0,0500 g de l'échantillon (balance avec une précision de ± 0,0001 g) dans un ballon à fond plat préalablement pesé et diluer environ 10 ml d'hexane (cf. 6.5).
- Si le résultat du dosage est inférieur à la LQM, reprendre l'extraction avec environ précisément 0,2500 g d'échantillon dilué dans environ 10 ml d'hexane (cf. 6.5). Cette nouvelle extraction permettra d'atteindre les normes réglementaires applicables.
- Effectuer le dosage tel que décrit à la section 7.3.

#### 7.3. DOSAGE

- Évaporer à sec le solvant contenu dans l'extrait au moyen de l'évaporateur rotatif tout en maintenant la température du bain d'eau de façon que l'évaporation de l'hexane se fasse en moins de 30 minutes. La température d'ébullition de l'hexane est de 69 °C. Essuyer la surface externe du ballon.
- Laisser le ballon à fond plat sans le bouchon à la température ambiante dans le dessiccateur pour une nuit.
- Peser le ballon afin de déterminer le poids des huiles et graisses totales contenues dans l'échantillon.

**NOTE – S'assurer que le temps de séjour au dessiccateur est le même avant la pesée initiale et celle-ci (cf. 7.1).**

## 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1. EXTRESSION DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés en mg/l ou en mg/kg d'huiles et graisses totales, selon la nature de l'échantillon, d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{(A - B)}{V} \times F \times 1000000$$

où

- C : concentration des huiles et des graisses contenues dans l'échantillon (mg/l ou mg/kg);
- A : poids du ballon à fond plat avec les huiles et les graisses contenues dans l'échantillon (g);
- B : poids initial du ballon à fond plat (g);
- V : volume ou poids de l'échantillon analysé (ml ou g);
- F : facteur de correction tenant compte du volume final d'extrait (ml) sur la portion utilisée pour le dosage (ml)\*;

1 000 000 : facteur de conversion des g/ml en mg/l ou des g/g en mg/kg.

Pour les matières solides qui requièrent des bases sèches, exprimer les résultats en mg/kg de matière sèche en tenant compte du pourcentage d'humidité déterminé sur une aliquote. Pour les matières liquides organiques, les unités finales étant en g/kg, la formule ci-dessus doit être ajustée en conséquence.

\* Pour les matières liquides aqueuses, la totalité du volume final d'extrait étant évaporé à sec, le facteur de correction est de 1.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

Le blanc de méthode doit se situer sous la LQM sinon il est soustrait des échantillons. Dans certaines situations particulières, le professionnel peut avoir à soustraire le blanc lorsque celui-ci se situe entre la LDM et la LQM.

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

En ce qui concerne les matériaux de référence, les critères d'acceptabilité sont définis en fonction de l'historique des résultats obtenus pour l'analyse de ces composés dans une matrice donnée (chartes de contrôle).

## 10. BIBLIOGRAPHIE

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

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

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Détermination des hydrocarbures pétroliers (C<sub>10</sub> à C<sub>50</sub>) : dosage par chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme, MA. 400 - HYD. 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs 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, rev. A, 1999.