

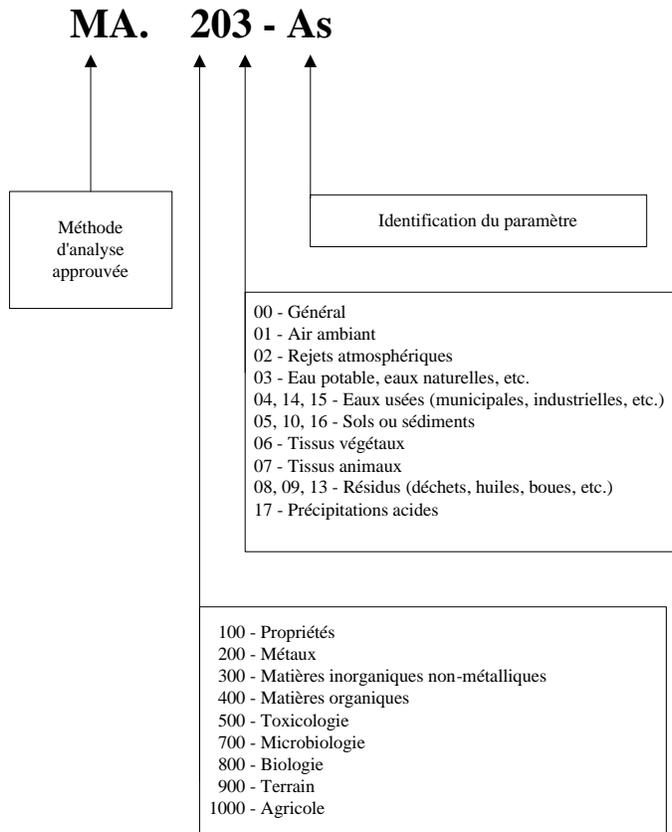
Méthode d'analyse



MA. 400 – HGT 1.1

Détermination des huiles et des graisses totales :
méthode gravimétrique

Comment fonctionne la codification?



Note – Les méthodes publiées avant le 14 janvier 2014 ont deux chiffres à la fin de la codification de la méthode (ex. : MA. 203 – As 3.4). Le premier chiffre désigne le numéro de la méthode (3) et le deuxième chiffre désigne le numéro de l'édition (4).

Référence à citer :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC.
Détermination des huiles et graisses totales: méthode gravimétrique, MA. 400 – HGT 1.1, Rév. 2, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques du Québec, 2014, 10 p.

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
2700, rue Einstein, bureau E.2.220
Québec (Québec) G1P 3W8

Téléphone : 418 643-1301
Télécopieur : 418 528-1091
Courriel : ceaeq@mddefp.gouv.qc.ca

© Gouvernement du Québec, 2014

TABLE DES MATIÈRES

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

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 solides et les matières liquides organiques. Elle 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*.

Les huiles et graisses totales dans les matières liquides aqueuses telles que les eaux usées, les eaux de surface, les effluents, etc., sont déterminées selon la procédure décrite dans la méthode MA. 415 – HGT 2.0.

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. 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

Les échantillons doivent être prélevés et conservés (en fonction de la matrice et du règlement) selon les recommandations décrites à la section [Échantillonnage à des fins d'analyse environnementale](#), accessible sur le site Web du CEAEQ.

5. APPAREILLAGE

- 5.1. Four pouvant maintenir une température de 110 °C (± 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. Bain à ultrasons dont la puissance est d'environ 350 watts
- 5.6. **Agitateur à culbutage**
- 5.7. Dessiccateur grand format
- 5.8. Ballons **en verre** à fond plat de 250 ml
- 5.9. **Colonnettes de verre**
- 5.10. Gants de tissu (ex. : coton) pour manipulation des ballons gravimétriques
- 5.11. Bouteilles à centrifugation de 250 ml ou bouteilles en verre à large goulot de 250 ml avec couvercle en téflon
- 5.12. **Dispensette®**

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

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. Sulfate de sodium anhydre 12-60 Mesh, Na₂SO₄ (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.

6.2. Sulfate de magnésium anhydre, MgSO₄ (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.

6.3. Hexane, C₆H₁₄ (CAS n° 110-54-3)

L'hexane doit être de grade pesticide ou **équivalent**.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, sont suivies pour 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, 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 solides

- 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 MgSO₄ anhydre (cf. 6.2). Triturer jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Il peut être nécessaire de rajouter du MgSO₄ pour assécher complètement l'échantillon.
- **Ajouter à l'aide d'une dispensette environ 50 ml d'hexane (cf. 6.3).**
- 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 MgSO_4 .
- Transférer le surnageant sur une colonnette de Na_2SO_4 anhydre (cf. 6.1) pour le recueillir dans un ballon en verre à fond plat de 250 ml préalablement pesé.
- Refaire une deuxième extraction avec une autre portion de 50 ml d'hexane, en répétant les étapes du bain à ultrasons et le transfert du surnageant.
- Rincer la colonnette de Na_2SO_4 avec de l'hexane, 2 à 3 fois.
- Effectuer le dosage tel que décrit à la section 7.3.

7.2.2. Matières liquides organiques

- Peser environ précisément 0,0500 g de l'échantillon (balance avec une précision de $\pm 0,0001$ g) dans un ballon en verre à fond plat de 250 ml préalablement pesé et ajouter à l'aide d'une dispenseuse environ 10 ml d'hexane (cf. 6.3).
- Si le résultat du dosage est inférieur à la LQM, reprendre l'extraction avec environ précisément 0,2500 g. Cette nouvelle extraction permettra d'atteindre les normes réglementaires applicables.
- S'il y a présence de particules, filtrer l'échantillon sur une colonnette de Na_2SO_4 anhydre (cf. 6.1).
- 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 à obtenir une évaporation de l'hexane 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 à poids constant pour déterminer le poids des huiles et graisses totales contenues dans l'échantillon.

NOTE – Pour qu'une pesée soit considérée comme étant à poids constant, il faut que la différence entre deux pesées soit d'au plus 0,0005 gramme. À titre indicatif, le temps d'attente entre 2 pesées varie normalement entre 30 et 60 minutes.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1. EXTRESSION DES RÉSULTATS

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

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

où

C : concentration des huiles et des graisses contenues dans l'échantillon (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);

P : Poids de l'échantillon analysé (g);

1 000 000 : facteur de conversion 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.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

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

Éléments de contrôle	Critères d'acceptabilité
Blanc	< LQM
Duplicata	Écart maximum de 30 % entre les résultats lorsque > 10 x LQM.
Matériaux de référence	Intervalle défini selon les graphiques de contrôle.

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.

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 les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, Édition courante. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12SCA01_lignes_dir_chimie.pdf]

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. [http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/accreditation/PALA/DR12VMC_protocole_val_chimie.pdf]

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination des huiles et des graisses dans les eaux : méthode gravimétrique*, MA. 415 – HGT 2.0, 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.