

Méthode d'analyse

MA. 400 – HYD 1.1

2025-01-27 (révision 9)

Détermination des hydrocarbures pétroliers
(C₁₀ à C₅₀) : dosage à l'aide d'un chromatographe
en phase gazeuse couplé à un détecteur à
ionisation de flamme

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par le Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/reenseignements.asp

Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec
Ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements
climatiques, de la Faune et des Parcs
675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2025
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN : 978-2-555-00158-9 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2025

TABLE DES MATIÈRES

| | | |
|-----|--|----|
| 1. | Domaine d'application _____ | 1 |
| 2. | Principe et théorie _____ | 1 |
| 3. | Interférence _____ | 1 |
| 4. | Conservation _____ | 2 |
| 5. | Matériel et appareillage _____ | 2 |
| 6. | Réactifs et étalons _____ | 2 |
| 7. | Protocole d'analyse _____ | 4 |
| | 7.1 Préparation du matériel _____ | 4 |
| | 7.2 Extraction des hydrocarbures _____ | 4 |
| | 7.3 Dosage _____ | 8 |
| 8. | Calcul et expression des résultats _____ | 10 |
| 9. | Critères d'acceptabilité _____ | 10 |
| 10. | Bibliographie _____ | 11 |

1. Domaine d'application

Cette méthode s'applique au dosage des hydrocarbures pétroliers (C₁₀ à C₅₀) dans les matières liquides aqueuses, les matières solides et les matières liquides organiques, y compris les matières dangereuses.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 20 et 2 500 µg/ml d'hydrocarbures.

2. Principe et théorie

Les échantillons de matières liquides aqueuses sont extraits avec de l'hexane à l'aide d'un agitateur mécanique. Les échantillons de matières solides sont d'abord séchés avec de l'acétone, puis extraits avec de l'hexane à l'aide d'un système d'extraction de type « mélangeur à peinture ». Quant aux matières liquides organiques, elles sont directement diluées dans l'hexane.

Par la suite, du gel de silice est ajouté à l'extrait pour adsorber les substances polaires, l'hexane surnageant est analysé à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse couplé à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID).

La concentration des hydrocarbures présents dans l'échantillon est déterminée en comparant la surface totale de l'ensemble des pics de n-C₁₀ à n-C₅₀ avec les surfaces des étalons ayant servi à établir la courbe d'étalonnage dans les mêmes conditions de dosage.

La limite de détection méthodologique (LDM) est de l'ordre de 0,1 mg/l pour une matière liquide aqueuse et 30 mg/kg pour une matière solide.

3. Interférence

Tous les composés autres que les hydrocarbures pétroliers qui sont solubles dans l'hexane et qui répondent au détecteur à ionisation de flamme peuvent entraîner une surestimation de la concentration des hydrocarbures pétroliers.

Les terreaux fabriqués à partir de certains composts peuvent contenir entre autres des hydrocarbures qui ne sont pas d'origine pétrolière mais qui peuvent interférer dans la région chromatographique C₁₀-C₅₀. De même, des sols riches en composés organiques naturels peuvent poser le même type de problème. Il est alors préférable d'effectuer une purification plus exhaustive de ces échantillons pour limiter l'apport de tels composés dans le résultat final, comme on le mentionne à la section 7.2.3.1. En complément, une caractérisation plus fine de l'échantillon (identification des produits pétroliers, des HAP alkylés, des composés organiques volatils ou de tout autre marqueur) peut être effectuée pour confirmer la présence de composés d'origine pétrolière.

Les résidus lourds du pétrole peuvent contenir une portion de matière non soluble dans l'hexane.

Les composés légers qui coéluent avec le n-nonane peuvent affecter la récupération de ce dernier.

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 (effluents) peuvent être conservés 28 jours à 4 °C. 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. Matériel et appareillage

- 5.1. Agitateur rotatif (Rollacell), réglé sur une vitesse d'environ 54 (tr/min). Une vérification visuelle de la vitesse doit être effectuée
- 5.2. Système d'extraction de type « mélangeur à peinture »
- 5.3. Système d'évaporation sous jet d'azote avec aiguilles (N-Evap)
- 5.4. Chromatographe en phase gazeuse muni d'un injecteur automatique *on column*, couplé à un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID)
- 5.5. Colonne chromatographique capillaire de type DB-1 ou l'équivalent dont les dimensions sont de 15 m x 0,53 mm Di x 0,15 µm
- 5.6. Flacon clair de 40 ml en verre de borosilicate avec septum de silicone PTFE et bouchon approprié
- 5.7. Flacon clair de 20 ml en verre de borosilicate avec bouchon de téflon de 24 mm.
- 5.8. Laine de verre
- 5.9. Tubes de 15 ml
- 5.10. Centrifugeuse

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.

- 6.1. Acide sulfurique (n° CAS 7664-93-9), H₂SO₄
- 6.2. Solution d'acide sulfurique à 50 % (V/V)

Diluer avec précaution l'acide sulfurique selon une proportion 1:1 (V/V) avec de l'eau et laisser refroidir.

- 6.3. Sulfate de sodium anhydre 10-60 mesh (n° CAS 7757-82-6), Na₂SO₄

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

- 6.4. Gel de silice 60-200 mesh, grade 62 (n° CAS 112926-00-8), SiO₂

Traiter le gel de silice en le chauffant à environ 130 °C pendant au moins 16 heures pour en éliminer l'eau résiduelle. Le gel de silice ainsi traité se conserve un mois au dessiccateur.

- 6.5. Hexane (n° CAS 110-54-3)

- 6.6. Acétone (n° CAS 67-64-1)

- 6.7. Dichlorométhane (DCM) (n° CAS 75-09-2)

- 6.8. Standard de calibration : alcanes C₈-C₄₀

- 6.9. n-Pentacontane (n° CAS 6596-40-3), n-C₅₀

- 6.10. Solution de C₅₀ à 15 µg/ml

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre environ précisément 1,5 mg de n-pentacontane dans environ 70 ml d'hexane. Immerger la fiole dans un bécher d'eau chaude placé dans un bain à ultrasons pendant 20 minutes. Laisser revenir à température ambiante et compléter à 100 ml avec de l'hexane.

- 6.11. Solution de balise C₈-C₅₀

Dans un tube de 15 ml avec bouchon de téflon, ajouter 50 µl de la solution commerciale standard de calibration C₈-C₄₀ alcanes. Ajouter environ 10 ml de la solution de C₅₀ à 15 µg/ml. Ajouter environ 1 cm de gel de silice au tube. Agiter 30 secondes au vortex. Conserver à 4 °C.

- 6.12. Solution étalon de diesel altéré à 50 % à 5 000 µg/ml (*Diesel fuel no. 2*)

- 6.13. Solution d'étalon de recouvrement de n-nonane à 5000 µg/ml (CAS n° 111-84-2)

Dans un ballon jaugé de 50 ml, peser 0,25 g de n-nonane et compléter avec de l'hexane.

- 6.14. Solution d'étalon de recouvrement de n-nonane à 50 000 µg/ml (CAS n° 111-84-2)

Dans un ballon jaugé de 50 ml, peser 2,5 g de n-nonane et compléter avec de l'hexane

- 6.15. Solutions pour courbe d'étalonnage

À partir de la solution étalon de diesel altéré à 50 % à 5 000 µg/ml et de la solution de n-nonane à 5000 µg/ml, préparer une série de solutions étalons dans l'hexane. Les concentrations visées sont de 20, 50, 100, 1 000 et 2 500 µg/ml pour le diesel et respectivement de 0,5; 1,2; 2,4; 24 et 60 µg/ml pour le n-nonane

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 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

Tout le matériel utilisé (verrerie, pinces, laine de verre, Na_2SO_4 , etc.) doit préalablement être décontaminé avec les solvants appropriés.

7.2 Extraction des hydrocarbures

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 la température ambiante environ 30 minutes.
- Acidifier l'échantillon pour atteindre un $\text{pH} \leq 2$ à l'aide d'une solution d'acide sulfurique à 50 % 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 munie d'un bouchon de téflon.
- Si possible, rincer la bouteille d'échantillonnage avec environ 50 ml d'hexane et transvider le solvant dans la bouteille d'extraction.
- Agiter manuellement la bouteille d'extraction pendant environ 10 secondes, puis évacuer 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 à environ 54 tr/min.
- Transférer l'échantillon dans une ampoule à décantation de 1 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_2SO_4 anhydre, puis la recueillir dans une fiole jaugée de 100 ml. La colonnette de Na_2SO_4 est préparée en insérant un morceau de laine de verre afin de retenir les 3 à 5 cm de sulfate de sodium.
- Ajouter environ 30 ml d'hexane à la phase aqueuse.
- Agiter manuellement la bouteille d'extraction pendant environ 10 secondes, puis évacuer 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 au moins une heure à environ 54 tr/min.

- 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 et peut inclure le brassage, la filtration sur laine de verre, la centrifugation, l'utilisation d'un bain à ultrasons, l'ajout 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 avec l'hexane, puis compléter la fiole jaugée à 100 ml avec de l'hexane. Homogénéiser.
- Prélever environ 10 ml de la fiole jaugée de 100 ml et transférer ce volume dans un flacon de 20 ml muni d'un bouchon de téflon.
- Ajouter à ce tube environ 0,75 g de gel de silice pour en éliminer les substances polaires.
- Agiter le tube avec l'agitateur « vortex ». Si le dépôt de gel de silice semble très foncé, transférer le surnageant et répéter cette étape avec une nouvelle portion d'environ 0,5 g de gel de silice.
- Laisser déposer le gel de silice. Prélever l'hexane avec une pipette Pasteur et le transférer dans un vial.
- Si le résultat du dosage est inférieur à la limite de quantification de la méthode (LQM) calculée avec cette procédure, l'extrait doit être concentré par 20 en utilisant un système d'évaporation sous jet d'azote, à température ambiante. Cette concentration permet alors d'atteindre toutes les exigences réglementaires.

NOTE : Le blanc est soumis à la même concentration que les échantillons.

7.2.2 Échantillons de matières liquides aqueuses contenant des particules

- Sortir les échantillons du réfrigérateur et les laisser reposer à température ambiante environ 30 minutes.
- Acidifier l'échantillon pour atteindre un $\text{pH} \leq 2$ à l'aide d'une solution d'acide sulfurique à 50 % s'il y a lieu.
- Homogénéiser et filtrer un volume d'environ 800 ml d'échantillon sur un filtre Whatman 41.
- Transvider le filtrat dans une bouteille d'extraction en verre à goulot étroit munie d'un bouchon de téflon.

7.2.2.1 Traitement du filtre

- Transférer le filtre dans une bouteille à centrifugation ou une bouteille en verre de 250 ml avec bouchon en téflon.
- Ajouter 10 ml d'acétone avec une pipette automatique et agiter à l'aide d'un agitateur « vortex ».

- À l'aide d'une pipette automatique, ajouter précisément 10 ml d'hexane et agiter avec l'agitateur « vortex ».
- Installer sur le mélangeur à peinture et agiter pendant 30 minutes.
- Ajouter 50 ml d'eau, agiter par inversion puis centrifuger à environ 1600 tr/min pendant 2 minutes.
- Prendre une aliquote de 2 ml de la phase supérieure d'hexane et la transférer dans un tube de 15 ml avec bouchon de téflon contenant 0,75 g de gel de silice.
- Agiter le tube avec l'agitateur « vortex ». Si le dépôt de gel de silice semble très foncé, transférer le surnageant et répéter cette étape avec une nouvelle portion d'environ 0,25 g de gel de silice.
- Laisser déposer le gel de silice. Prélever le surnageant avec une pipette Pasteur et le transférer dans un vial.

7.2.2.2 Traitement du filtrat

- Traiter le filtrat comme un échantillon liquide en suivant les étapes de la section 7.2.1.

7.2.2.3 Combinaison des résultats du filtre et du filtrat

- À la suite du dosage des deux extraits séparés, additionner la valeur totale recueillie sur le filtre à la valeur obtenue du filtrat pour obtenir un résultat final en mg/l.

7.2.3 Échantillons de matières solides

- Homogénéiser l'échantillon et prélever environ précisément 5,00 g d'échantillon dans un flacon de 40 ml. Éviter les particules d'un diamètre supérieur à 5 mm. Noter le poids.
- **Ajouter 40 µl de la solution de recouvrement n-nonane à 5 000 µg/ml.**
- Ajouter 5 ml d'acétone avec une pipette automatique et agiter à l'aide d'un agitateur « vortex » jusqu'à l'obtention d'une bonne dispersion de l'échantillon.
- À l'aide d'une pipette automatique, ajouter précisément 5 ml d'hexane et agiter avec l'agitateur « vortex ».
- Installer sur le mélangeur à peinture et agiter pendant 30 minutes. Laisser refroidir.
- Ajouter 25 ml d'eau, agiter par inversion puis centrifuger à environ 1600 tr/min pendant 2 minutes.
- **Noter que cette extraction peut être faite conjointement avec l'extraction des hydrocarbures aromatiques polycycliques. Se référer à la méthode MA. 400 – HAP 1.1.**
- Dans un tube de 15 ml avec bouchon de téflon, ajouter 2 ml d'hexane et 2 ml de la phase supérieure d'hexane de l'échantillon. Ajouter 1,5 g de gel de silice.
- Agiter le tube avec l'agitateur « vortex ». Si le dépôt de gel de silice semble très foncé, recommencer la mise en contact avec le gel de silice avec une aliquote pré-diluée de

l'échantillon ou transférer le surnageant et répéter cette étape avec une nouvelle portion d'environ 0,5 g de gel de silice.

- Laisser déposer le gel de silice. Prélever le surnageant avec une pipette Pasteur et le transférer dans un vial.
- Effectuer le dosage en suivant les étapes de la section 7.3 ou procéder à une purification sur colonne de gel de silice si l'échantillon semble fortement chargé en matière organique ou que toute autre information indique qu'une contamination en hydrocarbures d'origine non pétrolière est possible.

7.2.3.1 Purification sur colonne de gel de silice

- Dans une pipette en verre jetable de 10 ml, insérer un morceau de laine de verre pour retenir le gel de silice.
- Dans un bécher, peser 3 g de gel de silice et ajouter juste assez de DCM pour le mouiller.
- Verser le contenu du bécher dans la colonnette à l'aide d'un entonnoir.
- Transférer le reste du gel de silice en rinçant avec un peu de DCM et ajouter l'équivalent d'environ 1 ml de Na₂SO₄ en tête de colonne.
- Conditionner la colonnette d'abord avec 4 ml de DCM, ensuite avec 3 x 6 ml d'hexane.
- Insérer un ballon pour évaporateur rotatif sous la colonne.
- Transférer 1 ml de la phase d'hexane extraite à la section 7.2.3 sur la colonne de gel de silice.
- Éluer les hydrocarbures avec 12 ml d'hexane et par la suite avec 12 ml de DCM.
- Évaporer l'extrait à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 2 ml.
- Transférer quantitativement l'extrait avec de petites portions d'hexane dans un tube conique jaugé à 1 ml.
- Concentrer l'extrait sous un jet d'azote jusqu'au trait de jauge de 1 ml.

7.2.4 Matières liquides organiques

- Dans un tube de 15 ml muni d'un bouchon en téflon préalablement jaugé à 10 ml, peser 1 g d'échantillon.
- **Ajouter 40 µl de la solution de recouvrement de n-nonane à 50 000 µg/ml**
- Compléter au trait de jauge avec de l'hexane et bien agiter. Cette solution est à 0,1 g/ml en matières liquides organiques.
- Diluer 100x une aliquote de la solution à 0,1 g/ml avec de l'hexane.
- Si nécessaire (présence de gouttelettes d'eau), filtrer sur colonnette de Na₂SO₄ anhydre.

- Dans un tube de 15 ml muni d'un bouchon de téflon, traiter 5 ml de la solution diluée 100x avec 1,5 g de gel de silice.
- Agiter le tube avec l'agitateur « vortex ». Si le dépôt de gel de silice semble très foncé, transférer le surnageant et répéter cette étape avec une nouvelle portion d'environ 0,5 g de gel de silice.
- Laisser déposer le gel de silice. Prélever aussitôt le surnageant avec une pipette Pasteur et le transférer dans un vial.
- Si le résultat du dosage ne satisfait pas aux exigences réglementaires, reprendre le dosage en diluant 20x la solution préparée à 0,1 g/ml en matières liquides organiques. La concentration finale de cette nouvelle solution est de 0,005 g/ml.

7.3 Dosage

7.3.1 Conditions instrumentales

| | |
|--------------------------------|--|
| Injecteur : | <i>On column</i> , qui suit la température du four |
| Colonne : | DB-1 (ou l'équivalent) d'une longueur de 15 m x 0,53 mm Di avec une phase stationnaire de 0,15 µm Gaz vecteur : Hélium ou hydrogène Débit constant : 5,0 ml/min (visé : 37 cm/s) |
| Programmation du four : | Température initiale : 40 °C durant 0,25 minute Paliers de programmation 1 ^{er} palier : Taux : 30 °C/min Final : 300 °C 2 ^e palier : Taux : 10 °C/min Final : 340 °C/min durant 7 minutes Post-analyse : 340 °C durant 10 minutes |
| Détecteur FID : | Température du détecteur : 360 °C |
| Volume d'injection : | 1 µl |

Note : Les objectifs à atteindre sont un temps de rétention du n-C₁₀ supérieur d'au moins 0,5 minute par rapport à la fin du pic solvant et un temps final de programmation d'au minimum 2 minutes après la fin du n-C₅₀.

7.3.2 Compensation du détecteur et ajustement des bornes d'intégration (C₁₀ et C₅₀)

Lorsque la ligne de base du GC-FID ne permet plus une intégration adéquate (ex. : étalon ou blanc de méthode), refaire une compensation sur l'appareil en effectuant une course chromatographique sans injecter de solvant (« analyse à blanc »). Utiliser le mode de compensation de signal (*signal compensation*) lors des injections subséquentes. L'hexane injecté en début de journée permet rapidement de déterminer si une nouvelle compensation est nécessaire.

À chaque séquence, injecter la solution de balise C₈-C₅₀ pour ajuster la plage d'intégration (n-C₁₀ à n-C₅₀).

7.3.3 Étalonnage de départ ou lors de changements majeurs

Injecter d'abord les solutions étalons de 20, 50, 100, 1 000 et 2 500 µg/ml pour obtenir une courbe d'étalonnage des hydrocarbures sur GC-FID.

Les courbes de régression linéaire sont faites lors de l'implantation de la méthode d'analyse, lorsque survient tout changement chromatographique de nature à changer ces courbes d'étalonnage ou lorsque les étalons de vérification ne répondent plus aux critères d'acceptabilité.

La courbe est considérée comme acceptable si le coefficient de détermination est $\geq 0,990$.

À noter que les points doivent être le plus près possible de la droite de régression et qu'un minimum de trois points est nécessaire pour réaliser l'étalonnage.

Un facteur de réponse moyen, avec un minimum de trois points, peut être utilisé au lieu de la régression linéaire à condition que l'écart type soit de 20 % ou moins.

7.3.4 Vérification des étalons en inconnu et dosage

Les étalons, les échantillons et les éléments de contrôle de la qualité sont injectés selon la séquence décrite ci-dessous. **Cette séquence est élaborée à titre indicatif.**

1. Solvant des étalons
2. Solution de balise C₈-C₅₀
3. Étalon de bas niveau (1 ou 2)
4. Étalon de niveau 3
5. Blanc de méthode
6. Élément de contrôle de la qualité (matériau de référence, duplicata, réplikat, etc.)
7. Extraits des échantillons (maximum 10 en incluant le blanc et les éléments de contrôle de la qualité)
8. Étalon (d'un autre niveau que ceux précédemment utilisés)
9. Extraits des échantillons (maximum 10)
10. Étalon de niveau 5
11. Étalon de niveau 1
12. Fin de séquence : étalons restants

Intégrer l'ensemble des pics de n-C₁₀ à n-C₅₀ en s'assurant que l'intégration commence et finisse à la ligne de base. **Intégrer également l'étalon de recouvrement.**

Les solutions étalons sont dosées en inconnu lors de chaque séquence de dosage. La courbe d'étalonnage est refaite lorsqu'un étalon de vérification génère une valeur dont l'écart dépasse les critères d'acceptabilité.

8. Calcul et expression des résultats

8.1 Calculs

Lorsque le logiciel de calcul utilise la régression linéaire, l'équation utilisée est la suivante :

$$Y = mX + b$$

où

Y : réponse du détecteur pour le composé*;

m : pente de la droite de régression;

X : concentration du composé;

b : ordonnée à l'origine.

* L'unité de la réponse est : *count* (réponse du détecteur/unité de surface).

Le logiciel génère la courbe d'étalonnage, qui est la réponse obtenue pour chacune des solutions étalons en fonction de sa concentration.

8.2 Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en mg/l ou en mg/kg d'hydrocarbures pétroliers (C₁₀ à C₅₀), selon la nature de l'échantillon, d'après l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times B}{D} \times F$$

où

C : concentration des hydrocarbures pétroliers (C₁₀ à C₅₀) contenus dans l'échantillon (mg/l ou mg/kg);

A : concentration des hydrocarbures pétroliers (C₁₀ à C₅₀) contenus dans la solution dosée déterminée à l'aide de la courbe d'étalonnage (µg/ml);

B : volume final de la solution dosée (ml);

D : volume ou poids de l'échantillon analysé (ml ou g);

F : facteur de dilution ou de concentration de la solution dosée.

Pour les matières solides requérant un résultat sur base sèche, les résultats sont exprimés en mg/kg de matière sèche en tenant compte du pourcentage d'humidité déterminé sur une aliquote de l'échantillon.

9. Critères d'acceptabilité

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

| Élément de contrôle | Critère d'acceptabilité |
|------------------------|---|
| Courbe d'étalonnage | $R^2 \geq 0,990$ |
| Blanc de méthode | \leq LQM, sinon il est soustrait |
| Étalons de contrôle | $\pm 20 \%$ |
| Matériaux de référence | Chartes de contrôle ($\pm 3 \sigma$) |
| Duplicata | $\pm 30 \%$ si les résultats sont supérieurs à 10 x LDM |
| Étalon de recouvrement | Entre 50 % et 130 % |

Les chimistes peuvent valider les résultats des analyses à partir de l'ensemble des données du contrôle de la qualité, même s'il y a dépassement des critères.

10. Bibliographie

NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, se référer à la dernière édition du document.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, OFFICE OF WATER ENGINEERING AND ANALYSIS DIVISION (4303), Method 1664: 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), EPA-821-B-94-004b, 1995.

LE CONSEIL CANADIEN DES MINISTRES DE L'ENVIRONNEMENT. Méthode de référence pour le standard pancanadien relatif aux hydrocarbures pétroliers dans le sol – méthode du 1er volet, 2001.



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec 