

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT
ET DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES

Méthode d'analyse MA. 415 HGT

2022-10-03 (révision 2)

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques (MELCC). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCC.

Renseignements

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

Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp
Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

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

Dépôt légal – 2022

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

ISBN 978-2-550-93138-6 (PDF) Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2022

Table des matières

Avant-propos	iv
Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Fiabilité	2
3.1 Interférence	2
4. Conservation	2
5. Appareillage	3
6. Réactifs et étalons	3
7. Protocole d'analyse	4
7.1 Préparation du matériel	4
8. Calcul et expression des résultats	8
8.1 Expression des résultats	8
9. Critères d'acceptabilité	8
10. Bibliographie	8

Avant-propos

À la suite de certains essais d'aptitude concernant les huiles et les graisses en 2008, des prescriptions ont été imposées aux laboratoires accrédités qui effectuent la détermination des huiles et des graisses par gravimétrie dans des effluents. Ces prescriptions ont permis de réduire les écarts interlaboratoires constatés pour ce paramètre dans des effluents municipaux chargés d'huiles et de graisses, tels que des effluents alimentaires et cosmétiques. **D'autres prescriptions ont été ajoutées en 2019 pour uniformiser les pratiques interlaboratoires.**

Toute analyse de l'eau pour la détermination du paramètre huiles et graisses doit dorénavant être effectuée selon la méthode MA. 415 - HGT, et ce, quel que soit le type d'eau.

ATTENTION

Les sections mises en évidence dans un encadré comme celui-ci doivent être appliquées telles quelles puisqu'il s'agit de prescriptions.

LES PRESCRIPTIONS SONT LES SUIVANTES :

- L'hexane (n-hexane) doit avoir les spécifications suivantes : pureté minimale de 85 %, 99,0 % en isomères C6 saturés et la quantité de résidus après évaporation doit être inférieure à 1 mg/l.
- Le gel de silice doit être séché à un minimum de 105 °C pendant un minimum de 8 heures.
- Le volume de l'échantillon est d'au minimum 400 ml et la totalité de l'échantillon doit être extraite, de même que la bouteille d'échantillonnage.
- Il faut respecter le ratio solvant suivant : eau pour les deux extractions (50 ml d'hexane à la première extraction et 25 ml à la deuxième extraction pour 400 ml d'échantillon).
- La vitesse du rolacell doit être vérifiée à 54 tours par minute et le temps de traitement doit être d'au moins 16 heures pour la première extraction et d'au moins 1 heure pour la deuxième extraction.
- Toute émulsion est traitée au Na₂SO₄.
- Tout le matériel utilisé pour l'extraction est rincé à l'hexane.
- Pour le dosage des huiles et des graisses minérales, il faut respecter les dilutions et les portions de silice ajoutées ainsi que le temps de contact.
- Toujours peser à poids constant.

Introduction

Les huiles et les 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.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 415 - HGT sert à déterminer les huiles et les graisses totales et minérales dans les eaux usées, notamment les effluents municipaux et industriels. Elle peut aussi servir à déterminer ce paramètre dans les eaux moins chargées, telles que les eaux de surface et l'eau potable.

2. Principe et théorie

La détermination de la concentration des huiles et des graisses totales et minérales dans les effluents municipaux et industriels s'effectue principalement en trois étapes.

Les huiles et les 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 et les huiles et les graisses totales sont déterminées par gravimétrie.

Pour déterminer la concentration des huiles et des graisses **minérales** par gravimétrie, le contenu des huiles et des graisses totales est par la suite remis en solution, puis traité au gel de silice avant d'être évaporé à sec et pesé.

3. Fiabilité

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

À titre indicatif, la limite de détection méthodologique (LDM) et la limite de quantification d'une méthode (LQM) sont respectivement de 2,0 et 6,0 mg/l en huiles et en graisses totales pour des effluents municipaux.

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 des graisses totales ou minérales, ou les deux. 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 des graisses. De plus, une sous-estimation de la concentration des huiles et des graisses peut être causée par la perte de composés volatils lors de l'évaporation à sec de l'hexane. Enfin, la pesée à poids constant peut avoir une incidence importante sur le résultat réel si elle n'est pas réalisée adéquatement.

4. Conservation

Prélever les quantités requises et les préserver, en fonction de la nature de l'échantillon, selon les recommandations décrites à la section *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*. **À titre d'exemple, les eaux usées et les eaux de surface sont acidifiées et conservées 28 jours à 4 °C. Les eaux souterraines sont acidifiées et conservées 14 jours à 4 °C.**

5. Appareillage

- 5.1. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,0001 g
- 5.2. Évaporateur rotatif sous vide (de type Rotavap)
- 5.3. Agitateur rotatif à rouleaux permettant une rotation des bouteilles à au moins 54 rotations à la minute
- 5.4. Dessiccateur
- 5.5. Ballons gravimétriques de 250 ml
- 5.6. Gants de tissu (p. ex., coton) pour manipulation des ballons gravimétriques
- 5.7. Ballons volumétriques de 100 ml (classe A)
- 5.8. Colonnets en verre (pour sulfate de sodium)
- 5.9. Laine de verre
- 5.10. Cylindres gradués de 500 ml et de 1 000 ml
- 5.11. Ampoules à décantation de 500 ml et de 1 000 ml
- 5.12. Pipettes volumétriques de capacité allant de 5 ml à 50 ml (classe A)
- 5.13. Filtres Millex, de l'ordre 0,8 µm

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

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

- 6.3. Sulfate de sodium anhydre 12-60 mesh, Na₂SO₄ (CAS n° 7757-82-6)

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

6.4. Hexane, C₆H₁₄ (CAS n° 110-54-3)

L'hexane (n-hexane) doit avoir les spécifications suivantes : pureté minimale de 85 %, 99,0 % en isomères C6 saturés et la quantité de résidus après évaporation doit être inférieure à 1 mg/l.

6.5. Chlorure de sodium en cristaux, NaCl (CAS n° 7647-14-5)

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

Traiter le gel de silice en le chauffant à 130 °C pendant au moins 8 heures pour en éliminer l'eau résiduelle.

Le gel de silice 60-200 mesh grade 62, ou équivalent doit être séché à un minimum de 105 °C pendant un minimum de 8 heures.

6.7. Desséchant CaSO₄ de type « Drierite » (CAS n° 7778-18-9)

Changer au besoin.

6.8. Azote (N₂) sous pression (grade 4,8, ou l'équivalent, à une pureté égale ou supérieure à 99,995 %)

7. Protocole d'analyse

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

- Décontaminer les ballons gravimétriques **en rinçant une fois au dichlorométhane et deux fois à l'hexane**. Transférer les ballons au dessiccateur pour une nuit (au moins 8 heures), puis les peser à poids constant et noter le poids des ballons gravimétriques.

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 g. Plus précisément, une deuxième pesée est réalisée après 60 minutes et une troisième, après 30 minutes.

- Après la pesée, remettre les ballons au dessiccateur.

NOTE – Toujours utiliser des gants de tissu lors de la manipulation des ballons gravimétriques pour éviter d'y laisser des huiles et des graisses.

7.2 Extraction des huiles et des graisses totales et minérales

7.2.1 Huiles et graisses (extractions communes pour huiles et graisses totales et minérales)

- 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 %, s'il y a lieu.

• Utiliser la totalité du volume d'échantillon, qui doit être d'au moins 400 ml. Si le volume est excédentaire, il faut en transférer une portion dans une autre bouteille, en prenant soin de répartir le solvant dans les deux bouteilles et ainsi extraire le contenant d'origine. Il est interdit de jeter un volume d'échantillon dans le cadre de cette méthode étant donné la non-solvabilité des huiles et des graisses dans l'eau et de leur adsorption sur les parois du verre.

- Le bouchon doit être en téflon. Sinon, il faut transférer l'échantillon dans une bouteille à large goulot avec bouchon en téflon et rincer la bouteille d'origine avec le solvant d'extraction.

7.2.1.1. Première extraction

• Ajouter environ 50 ml d'hexane dans la bouteille d'extraction pour respecter un ratio 8:1. S'il y a transfert de bouteille, l'hexane doit d'abord servir à rincer la bouteille d'origine.

- 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 à une vitesse de rotation de la bouteille d'environ 54 tours par minute. La vitesse de rotation doit être vérifiée.

• Laisser tourner pendant un minimum de 16 heures.

- Transférer l'échantillon dans une ampoule à décantation de 1 000 ml. Laisser les phases se séparer.
- Recueillir la phase aqueuse (phase inférieure) dans la bouteille d'extraction.

Cas où il n'y a pas d'émulsion

S'il n'y a pas d'émulsion, récupérer la phase organique (phase supérieure) par le robinet en la faisant passer sur une colonnette de sulfate de sodium anhydre pour la recueillir dans un ballon gravimétrique de 250 ml. Procéder à la deuxième extraction.

Cas où il y a émulsion

S'il y a émulsion, même légère, il faut absolument qu'elle soit traitée pour récupérer le plus possible l'hexane qui y est présent. Un traitement au Na_2SO_4 est prescrit.

- L'émulsion avec ses phases est transférée dans un bécher ou tout autre contenant adéquat et du sulfate de sodium y est ajouté en agitant jusqu'à ce que la présence d'eau ne soit plus apparente. L'hexane du bécher est alors décanté et filtré en le faisant passer sur une colonnette de sulfate de sodium anhydre pour le recueillir dans le ballon gravimétrique prépesé.

- Le résidu dans le bécher est traité une seconde fois avec 10 ml d'hexane et du sulfate de sodium. L'hexane est de nouveau récupéré et filtré de la même façon que précédemment.
- Procéder ensuite à la deuxième extraction de la phase aqueuse.

7.2.1.2. Deuxième extraction

- Procéder à une deuxième extraction **en respectant un ratio eau-solvant de 16:1.**
- Ajouter environ **25 ml** d'hexane à la phase aqueuse 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 à une vitesse de rotation de la bouteille d'environ 54 tours par minute. Laisser tourner **un minimum** d'une heure.
- Répéter les étapes de séparation des phases et du traitement de l'émulsion (si nécessaire).
- Rincer les parois de l'ampoule ainsi que la colonnette à l'hexane et récupérer le solvant dans le ballon gravimétrique prépesé. **Le rinçage est nécessaire pour déloger toutes huiles et graisses des parois.**
- 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 d'échantillon.
- Effectuer le dosage comme décrit à la section 7.3.

7.2.2 Huiles et graisses minérales

Terminer le dosage des huiles et des graisses totales avant d'entreprendre celui des huiles et des graisses minérales.

Si la concentration en huiles et en graisses totales est inférieure à la limite de détection, il n'est pas nécessaire de procéder à l'analyse des huiles et des graisses minérales.

Si la concentration en huiles et en graisses totales est supérieure à 300 mg total, procéder à la dilution de l'échantillon. Si la concentration est inférieure à 300 mg total, passer directement à la mise en contact avec le gel de silice.

7.2.2.1. Dilution (si la concentration en huiles et en graisses totales est supérieure à 300 mg total)

Pour diluer l'échantillon :

- Dissoudre le résidu d'huiles et de graisses totales contenu dans le ballon gravimétrique avec de l'hexane et transférer quantitativement l'extrait de solvant dans un ballon volumétrique de 250 ml.
- Compléter au trait de jauge avec de l'hexane. Homogénéiser.
- À l'aide d'une pipette volumétrique, prélever un volume d'échantillon contenant une concentration inférieure à 300 mg total d'huiles et de graisses totales.
- Transférer cette portion dans un ballon gravimétrique (prépesé) propre et procéder à la mise en contact avec le gel de silice.

7.2.2.2. Mise en contact avec le gel de silice

- Dans le ballon gravimétrique contenant les huiles et les graisses totales ou dans le ballon gravimétrique contenant la portion prélevée pour la dilution, ajouter de l'hexane pour avoir un total d'environ 100 ml afin de dissoudre le résidu.

- Ajouter 3 g de gel de silice dans le ballon gravimétrique et agiter mécaniquement pendant au moins 5 minutes.
- Si la concentration en huiles et en graisses totales de l'extrait prélevé est supérieure à 100 mg total, s'assurer d'avoir au moins 3 g de gel de silice par 100 mg d'huiles et de graisses totales, jusqu'à concurrence de 9 g de gel de silice (300 mg total).

- Transférer quantitativement l'hexane contenu dans le ballon de mise en contact en le filtrant sur **colonnnette de** sulfate de sodium dans un **autre** ballon gravimétrique prépesé de 250 ml.

- **Rincer les parois du ballon de mise en contact ainsi que la colonnette de sulfate de sodium à l'hexane et récupérer le solvant dans le ballon gravimétrique prépesé. Le rinçage est nécessaire pour déloger toutes huiles et graisses des parois.**

- Effectuer le dosage comme décrit à la section 7.3.

7.3 Dosage

- Évaporer à sec le solvant contenu dans l'extrait à l'aide de l'évaporateur rotatif tout en maintenant la température du bain d'eau à **température ambiante** pour limiter l'évaporation des composés les plus volatils. L'évaporation doit se faire en moins de 30 minutes.
- Essuyer la surface externe du ballon **gravimétrique**.
- Effectuer une purge à l'azote du ballon gravimétrique pour aider à évaporer les traces d'hexane.

NOTE – Si, à simple vue, des cristaux de sulfate de sodium ou de gel de silice étaient présents, dissoudre de nouveau le résidu avec de l'hexane et le transférer quantitativement en le filtrant à l'aide d'une colonnette de sulfate de sodium vers un nouveau ballon gravimétrique prépesé. Reprendre le dosage.

- Placer le ballon gravimétrique au dessiccateur pour une nuit.

- Par la suite, peser à poids constant le ballon gravimétrique pour les huiles et les graisses (totales ou minérales).

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 g. Plus précisément, une deuxième pesée est réalisée après 60 minutes et une troisième, après 30 minutes.

8. Calcul et expression des résultats

8.1 Expression des résultats

Les résultats sont exprimés en mg/l d'huiles et de graisses totales ou minérales 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);
- A : poids du ballon gravimétrique avec les huiles et les graisses contenues dans l'échantillon (g);
- B : poids initial du ballon gravimétrique (g);
- V : volume de l'échantillon analysé (ml);
- F : facteur de dilution, si nécessaire

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

9. Critères d'acceptabilité

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

Blanc de méthode	≤ LDM, sinon il est soustrait
Duplicata	± 30 % si les résultats sont ≥ 10 x LDM
Matériaux de référence	Graphiques de contrôle (±3 σ)

10. Bibliographie

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie*, DR-12-SCA-01, [En ligne], 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. *Guide d'échantillonnage à des fins d'analyse environnementale*, [En ligne], Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, édition courante, [<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/documents/publications/echantillonnage.htm>].



**Environnement
et Lutte contre
les changements
climatiques**

Québec 