


Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 1 de 15

AVERTISSEMENT : Avant d'appliquer cette méthode, consulter les manuels d'instructions, les fiches [de données de sécurité](#) et autres documents portant sur la sécurité.

Le timbre d'encre coloré indique que ceci est un document contrôlé. L'absence de couleur indique que cette copie n'est pas contrôlée et ne recevra pas des mises à jour de révision.

INTRODUCTION

Dans les eaux usées, les huiles et graisses proviennent principalement des activités domestiques et des rejets industriels. Les huiles et les graisses totales se définissent comme étant la somme des huiles et des graisses d'origine synthétique et naturelle (minérale, végétale et animale). Les huiles et les graisses minérales proviennent de la distillation de certains combustibles fossiles (ex : pétrole, charbon). Les huiles et les graisses végétales proviennent de la décomposition de la végétation (terrestre ou aquatique) qui libère des produits secondaires gras et huileux. Les huiles et les graisses animales proviennent de l'industrie alimentaire, de l'industrie laitière (laiteries et fromageries) et des abattoirs.

L'identification de l'origine des huiles et graisses est d'une grande utilité dans la conception des ouvrages d'épuration ainsi que dans le dépiégeage des sources de pollution.

1. INTERVALLE DE MESURES

Cette méthode permet de mesurer des concentrations d'huiles et graisses totales ou minérales supérieures à 3 mg/l dans les eaux usées domestiques ou industrielles et dans les effluents traités.


2. PRINCIPE ET THÉORIE

2.1. Il est important de préciser que dans cette méthode, les termes génériques suivants désignent :

2.1.1. « hexane » est spécifique à l'isomère n-hexane.

2.1.2. « huiles et graisses totales » correspond à toutes les substances extraites du n-hexane. Il y a, entre autres, les huiles et graisses végétales, animales et minérales, mais il peut aussi y avoir certaines substances dont des colorants organiques, des composés sulfurés, certains acides organiques et surfactants, etc., à condition que cette substance soit moins volatile que l'hexane.

2.1.3. « huiles et graisses minérales » correspond à toutes les substances extraites du n-hexane qui reste après un traitement au gel de silice notamment des hydrocarbures pétroliers.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 2 de 15

- 2.2. Les huiles et graisses totales sont extraites de l'eau avec de l'hexane par agitation continue pendant au moins 16 heures et une deuxième agitation d'au moins 60 minutes.
- 2.3. La phase organique est séparée, puis asséchée avec du sulfate de sodium et évaporée. Les substances extraites, nommément les huiles et graisses, sont déterminées par gravimétrie.
- 2.4. Après solubilisation des résidus dans l'hexane, un traitement subséquent au gel de silice permet de retenir les huiles et graisses polaires. Les substances non retenues par le gel de silice encore solubles dans l'hexane sont considérées comme étant les huiles et graisses minérales et elles sont dosées par gravimétrie.

3. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

3.1. Validation de méthode

3.1.1. **Interférences et limitations**

3.1.1.1. N'importe quelle substance pouvant être solubilisée dans l'hexane, autre que les huiles et les graisses, peut entraîner une surestimation de la concentration des huiles et des graisses totales ou minérales, ou les deux.

3.1.1.2. Certains composés organiques volatils peuvent être perdus lors de l'évaporation de l'hexane.

3.1.1.3. Les fractions d'huiles, tels les résidus lourds du pétrole, non solubles dans l'hexane ne seront pas extraites par cette méthode.

3.1.1.4. Le suivi rigoureux de toutes les différentes étapes de cette méthode par le technicien est essentiel pour récupérer le plus possible les substances extractibles à l'hexane (notamment durant les rinçages).

3.1.2. **Limites**

3.1.2.1. La limite de détection rapportée (LDR) de la méthode est établie à 3 mg/l.

Note : La limite de détection calculée est disponible sur demande.


3.1.2.2. La limite de quantification de la méthode est établie à 10 mg/l.

3.1.3. **Sensibilité**

3.1.3.1. Sans objet.

3.1.4. **Fidélité**

3.1.4.1. La répétabilité relative est inférieure à 12%.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : 7.0.0
		Page : 3 de 15

3.1.4.2. La fidélité intermédiaire de mesure est inférieure à 12%.

3.1.5. **Justesse**

3.1.5.1. La justesse doit se situer entre 88% et 100%.

3.1.6. **Récupération**

3.1.6.1. La récupération d'un échantillon fortifié se situe entre 88 et 112%.


3.2. **Éléments de contrôle qualité**

3.2.1. Les éléments de contrôle de la qualité analysés doivent se situer à l'intérieur des intervalles spécifiés ci-dessous :


Éléments de contrôle qualité	Huiles et graisses	Limite minimale acceptable	Limite maximale acceptable	Unité
Blanc de méthode (BLM)	Totales	-3	3	mg/l
	Minérales			
Blanc fortifié (BLF) eau fortifié e basse ou haute conc.	Totales	76	124	% Récupération
	Minérales			
Échantillon fortifié (ECF)	Totales	76	124	% Récupération
	Minérales			
Étalon de contrôle externe (ETCE)	Totales	76	124	% Récupération
	Minérales			
Duplicata (DUP)	Totales	-24	24	% Écart
	Minérales			
Écart Masse Vide Écart_Masse	Totales	0	1	mg
	Minérales			


4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

4.1. Les échantillons sont prélevés et conservés selon le document n° L-CR-5.8-001, *Contenants, modes et délais de conservation pour les échantillons d'eau.*

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : 7.0.0
		Page : 4 de 15

5. APPAREILLAGE, ACCESSOIRES ET DOCUMENTS QUALITÉ REQUIS

- 5.1. Dispositif de rotation horizontal (figure 1 en annexe)
- 5.2. Appareil de distillation
- 5.3. Fioles d'au moins 250 ml avec col à joint rodé
- 5.4. Ampoules d'extraction en verre ou en téflon de 1000 ml
- 5.5. Entonnoirs de filtration en verre ou en polypropylène
- 5.6. Papiers-filtre Whatman #41, 150 mm de diamètre (ou l'équivalent)
- 5.7. Cylindres gradués de [100 ml](#) et 1000 ml classe A
- 5.8. Dessiccateur contenant du gel de silice (6.7)
- 5.9. Pompe vacuum de type « sans huile »
- 5.10. Bêchers
- 5.11. Tige de verre
- 5.12. Papier absorbant
- 5.13. Barreau magnétique
- 5.14. Plaque agitatrice
- 5.15. Bouteilles en verre de capacité d'environ 1L
- 5.16. Ballons volumétriques, classe A
- 5.17. Pipettes volumétriques en verre, classe A
- 5.18. Balance analytique dont la sensibilité est d'au moins 0,1 mg
- 5.19. Dispositif, accessoire ou bracelet pour réduire l'électricité statique lors de toutes les pesées
- 5.20. Seringues de 10 ml
- 5.21. [Bouteille d'échantillon avec volumes prédéfinis aux 25 ml](#)
- 5.22. [Dispensette](#)
- 5.23. Pour la consultation des documents reliés à la méthode, cliquer sur l'icône  « lien vers la documentation » dans le logiciel IsoVision.


Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 5 de 15

6. RÉACTIFS, ÉTALONS ET CONTRÔLES QUALITÉ

ATTENTION : Les matériaux de référence **périmés** doivent être validés de nouveau avant utilisation. Une nouvelle date de péremption doit être identifiée et justifiée.

Note : Les acronymes entre parenthèses sont des références du logiciel LIMS.

- 6.1. Eau (EAU_CR) : Eau dont la conductivité est < que 2 µmhos/cm ou que la résistivité est > 0,5 MΩ•cm.
- 6.2. n-Hexane (n-Hexane_95_Ultra_CR) : Solvant d'une pureté minimale de 85 %, et 99.0% en isomères C₆ saturés, et dont la quantité de résidus après évaporation doit être inférieure à 1 mg/l.
- 6.3. Gel de silice anhydre (GelSilice_100_200_CR) : Solide anhydre de 100-200 mailles. Sécher le gel de silice à un minimum de 105°C pendant une nuit (au moins 8 heures) et conserver dans un contenant en verre avec couvercle dans un dessiccateur. Lors de l'utilisation du gel de silice, celui-ci doit être à la température ambiante (GelSiliceSeche_CR).
- 6.4. Sulfate de sodium granulaire anhydre (Na₂SO₄_ACS_CR) : Sel de qualité ACS ou supérieure de 10-60 mailles. Sécher le sulfate de sodium granulaire anhydre à un minimum de 105°C pendant une nuit (au moins 8 heures) et garder dans un contenant en verre avec couvercle dans un dessiccateur. Lors de son utilisation, celui-ci doit être à la température ambiante.
- 6.5. Azote : Gaz d'une pureté minimale de 99,999 % (Ultra haute pureté).
- 6.6. Chlorure de sodium (NaCl_ACS_CR) : Sel de qualité ACS ou supérieure.
- 6.7. Gel de silice du dessiccateur : Préparer un mélange 1:9 de gel de silice 6-16 mailles « indicateur » et de gel de silice 6-12 mailles « régulier ». Lorsque le gel de silice « indicateur » devient rosé, régénérer le mélange de gel de silice en le chauffant à 105°C pendant au moins une nuit, soit environ 16 heures pour qu'il redevienne bleu.
- 6.8. Huile végétale (HuilePolaire_CR) : huile du commerce (ex. Mazola)
- 6.9. Huile minérale (HuileMinerale_CR) : huile du commerce
- 6.10. Blanc (BLM): Ajouter dans une bouteille (5.15) environ 800 ml d'eau (6.1).
- 6.11. Blanc fortifié 1 (BLF1) (HetG_Mix1_ETCECR) :
 - 6.11.1. Ajouter dans une bouteille (5.15) environ 800 ml d'eau (6.1).
 - 6.11.2. Prélever à l'aide d'une seringue (5.20), une quantité d'huile végétale (6.8) et déterminer sa masse au dixième de milligramme à l'aide d'une balance analytique (5.18).
 - 6.11.3. Ajouter environ de 2 à 3 gouttes d'huile dans la bouteille.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : 7.0.0
		Page : 6 de 15

6.11.4. Peser de nouveau la seringue et déterminer par différence la masse d'huiles et graisses végétales ajoutée à la bouteille.

Note : Ceci devrait donner entre 25 et 50 mg d'huiles et graisses végétales.

6.11.5. Répéter les points 6.11.2. à 6.11.4 avec une huile minérale (6.9).

Note : Il y aura environ entre 50 et 100 mg d'huiles et graisses totales.

6.12. Blanc fortifié 2 (BLF2) (HetG_Mix2_ETCECR) :

6.12.1. Répéter les points 6.11.1. à 6.11.5 avec une seconde bouteille (5.15) en ayant pris soin d'ajouter environ de 5 à 8 gouttes.

Note : Ceci devrait donner environ entre 100 et 300 mg d'huiles et graisses totales et entre 50 et 150 mg d'huiles et graisses minérales.

6.13. Étalon de contrôle externe (ETCE) (HetG_Mix3_ETCECR) : Utiliser une bouteille de l'étalon de contrôle externe fourni par l'assurance qualité.

6.14. Échantillon fortifié (ECF) (HetG_Mix4_ECFCR) :

6.14.1. Utiliser la seconde bouteille du triplicata d'un échantillon.

6.14.2. Prélever à l'aide d'une seringue (5.20), une quantité d'huile végétale (6.8) et déterminer sa masse au dixième de milligramme à l'aide d'une balance analytique (5.18).

6.14.3. Ajouter des gouttes d'huile de manière à obtenir entre 50 à 100 % d'ajout en concentration d'huile par rapport à la concentration mesurée de cet échantillon.


Note : Dans le cas d'un échantillon dont la concentration en huiles et graisses est inférieure à la LDR, l'ajout devra correspondre à une concentration équivalente entre 3 à 10 fois la valeur de la LDR.

6.14.4. Peser de nouveau la seringue et déterminer par différence la masse d'huiles et graisses végétales ajoutée à la bouteille.

6.14.5. Au besoin, répéter les points 6.14.2 à 6.14.4 avec une huile minérale (6.9).

6.15. Duplicata (DUP) :

6.15.1. Analyser la troisième bouteille du triplicata d'un échantillon.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 7 de 15

7. PROCÉDURE ANALYTIQUE

7.1. Huiles et graisses totales

7.1.1. Si ce n'est pas déjà fait, vérifier que le pH de l'échantillon au moment de la réception est inférieur ou égale à 2. Si ce n'est pas le cas, ajuster le pH selon le document du point 4.1.

7.1.1.1. Si un scellé a été apposé sur la bouteille, le pH est vérifié au tout début de l'analyse lorsque le scellé est brisé.

ATTENTION : Les bouteilles doivent être à température ambiante avant de commencer l'analyse.

ATTENTION : Pour qu'une pesée soit considérée comme étant à poids constant, il faut que l'écart entre les deux dernières pesées soit de maximum 0,001 g. Entre les pesées, garder les fioles dans le dessiccateur avec un temps d'attente d'au moins 30 minutes.

7.1.2. Le volume d'échantillon doit être d'au moins 400 ml pour effectuer l'analyse. Si le volume est moins de 400 ml, l'échantillon est annulé. La totalité du volume d'échantillon disponible doit être traitée selon cette méthode. Il est interdit d'en jeter ou d'en prendre seulement une aliquote.

7.1.2.1. Pour la première extraction, mesurer le plus précisément possible le volume d'échantillon en comparant avec une bouteille d'échantillon avec volumes prédéfinis aux 25 ml (5.21).


7.1.2.2. Ajouter un volume d'hexane (6.2), en utilisant un cylindre gradué de 100 ml (5.7), correspondant au ratio échantillon-hexane 8:1 (voir tableau 1 de l'annexe) directement dans la bouteille de verre contenant l'échantillon.

7.1.3. Lorsqu'un échantillon doit être transvidé :

7.1.3.1. En partie dans une autre bouteille (ex : lorsqu'il y a un volume excédentaire d'échantillon dans la bouteille pour ajouter l'hexane):

7.1.3.1.1. Transvider avec soin une partie de l'échantillon dans une nouvelle bouteille.

7.1.3.1.2. Répartir proportionnellement le volume d'hexane, déterminé à la section 7.1.2.2, entre cette nouvelle bouteille et la bouteille d'origine en fonction du volume d'échantillon présent dans chaque bouteille.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 8 de 15

7.1.3.2. En totalité dans une nouvelle bouteille (ex : lorsque le bouchon n'est pas en téflon ou aluminium) :

7.1.3.2.1. Transvider avec soin la totalité de l'échantillon dans une nouvelle bouteille.

7.1.3.2.2. Ajouter 25 ml d'hexane (6.2) à la bouteille qui contenait l'échantillon. Remettre le bouchon et agiter celle-ci environ 10 secondes.

7.1.3.2.3. S'assurer de bien rincer les parois de la bouteille et transférer l'hexane dans la nouvelle bouteille.


7.1.3.2.4. Répéter les étapes 7.1.3.2.2 et 7.1.3.2.3 une autre fois.

7.1.3.2.5. Ajouter dans la nouvelle bouteille la quantité d'hexane nécessaire pour respecter le ratio échantillon-hexane 8:1 tel que stipulé à l'étape 7.1.2.2. en tenant compte du volume déjà ajouté.

- 7.1.4. Fermer hermétiquement la bouteille contenant l'échantillon et l'hexane, agiter manuellement pendant environ 10 secondes, dévisser avec précaution le couvercle pour enlever la surpression et après, revisser le couvercle en vérifiant qu'il n'y a pas de fuite. Placer la bouteille sur le dispositif de rotation horizontal (5.1).
- 7.1.5. Mettre sous tension le dispositif de rotation horizontal et ajuster la vitesse de rotation afin que la bouteille effectue 54 ± 2 rotations à la minute. Noter la vitesse de rotation dans le formulaire approprié.


Note : On peut observer visuellement et utiliser un chronomètre.

- 7.1.6. Laisser fonctionner pendant un minimum de 16 heures.
- 7.1.7. À la fin du cycle, vérifier de nouveau que la vitesse de rotation de la bouteille est de 54 ± 2 rotations à la minute. Noter la vitesse de rotation dans le formulaire approprié.
- 7.1.8. Transférer le contenu de la bouteille dans une ampoule à extraction (5.4).
- 7.1.9. Ajouter à la bouteille environ 10 ml d'hexane.
- 7.1.10. Bien rincer les parois de la bouteille et transférer l'hexane dans l'ampoule à extraction.
- 7.1.11. Répéter une fois les points 7.1.9 et 7.1.10.
- 7.1.12. Laisser les 2 phases se séparer.
- 7.1.13. Récupérer la phase aqueuse dans la bouteille en verre de l'échantillon.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 9 de 15

[7.1.14. Utiliser des gants pour manipuler les fioles \(5.3\) pour les prochaines étapes.](#)

- 7.1.15. Pré peser jusqu'à masse constante une fiole (5.3) conservée au dessiccateur pour une nuit (au moins 8 heures). Placer un papier-filtre (5.6) dans un entonnoir de filtration (5.5) et ajouter du sulfate de sodium (6.4) pour remplir le papier filtre à moitié. Disposer la fiole sous l'entonnoir.
- 7.1.16. Vérifier s'il y a présence d'émulsion dans l'ampoule. S'il n'y a pas d'émulsion, filtrer l'hexane à travers le papier filtre et récupérer dans la fiole. S'il y a présence d'émulsion, même légère, suivre les étapes suivantes:
- 7.1.16.1. Transférer l'émulsion dans un bécher (5.10).
- 7.1.16.2. S'il y a des particules flottantes, ajouter le chlorure de sodium (6.6) dans le bécher et mélanger avec une tige de verre (5.11).
- 7.1.16.3. Ajouter du sulfate de sodium (6.4) au bécher et mélanger avec la tige de verre.
- 7.1.16.4. Ajouter du sulfate de sodium jusqu'à ce que ce dernier ne s'agglomère plus.
- 7.1.16.5. Laver le sulfate de sodium avec de l'hexane en ajoutant suffisamment d'hexane pour le couvrir et mélanger avec la tige de verre.
- 7.1.16.6. Filtrer l'hexane à travers le papier filtre dans la fiole pré pesée.
- 7.1.16.7. Répéter deux fois les étapes 7.1.16.5 et 7.1.16.6.
- 7.1.17. Ajouter environ 10 ml d'hexane à l'ampoule à extraction.
- 7.1.18. Bien rincer les parois de l'ampoule à extraction et récupérer l'hexane en le filtrant à travers le papier filtre.
- 7.1.19. Répéter une fois les étapes 7.1.17 et 7.1.18.
- 7.1.20. Rincer, deux fois, avec une portion d'environ 10 ml d'hexane, le sulfate de sodium contenu dans le papier filtre, et récupérer dans la fiole.
- 7.1.21. Faire chauffer l'eau du bain-marie de l'appareil de distillation (5.2) à $60 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 7.1.22. Ajuster le vide de la pompe (5.9) afin que le temps d'évaporation prenne environ une quinzaine de minutes sans dépasser environ 30 minutes.
- 7.1.23. Si nécessaire, installer chaque fiole sur l'appareil à distillation et distiller un peu l'hexane pour permettre d'avoir assez d'espace dans la fiole pour mettre l'hexane de la deuxième extraction.
- 7.1.24. Enlever la fiole de l'appareil de distillation.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 10 de 15

7.1.25. **Pour la deuxième extraction**, ajouter un volume d'hexane correspondant au ratio échantillon-hexane 16:1 (voir tableau 1 de l'annexe) dans la bouteille qui contient la phase aqueuse récupérée (7.1.13).

7.1.25.1. En cas de besoin, il est possible d'enlever la surpression dans la bouteille d'échantillon en faisant comme à l'étape 7.1.4.

7.1.26. Placer la bouteille d'échantillon sur le dispositif de rotation horizontal (5.1) pour un temps d'extraction d'au moins 60 minutes selon les conditions décrites au point 7.1.5. À la fin du cycle, vérifier de nouveau que la vitesse de rotation de la bouteille est de 54 ± 2 rotations à la minute. Noter la vitesse de rotation dans le formulaire approprié.

7.1.27. Répéter les étapes de 7.1.8 à 7.1.20 (à l'exception du point 7.1.13), étant donné que la phase organique lors de la deuxième extraction, est récupérée dans la même fiole que celle utilisée pour la première extraction.

7.1.28. Récupérer et mesurer la phase aqueuse à l'aide d'un cylindre gradué (5.7) et noter le volume recueilli.

7.1.29. Remettre la fiole sur l'appareil de distillation et poursuivre l'évaporation de l'hexane jusqu'à ce qu'il n'en reste plus visuellement dans la fiole en respectant les étapes 7.1.21 à 7.1.24.

7.1.30. Afin de terminer l'évaporation du solvant, déposer un adaptateur à vide (embout en verre) sur la fiole pré pesée, appliquer un vide à l'aide d'une trompe à eau et déposer la fiole pré pesée dans l'eau du bain-marie pour environ une minute.

7.1.31. Enlever l'adaptateur à vide et assécher l'extérieur de la fiole avec du papier absorbant.

7.1.32. Afin d'évacuer les dernières traces de solvant, purger doucement chaque fiole avec de l'azote (6.5) pendant environ 10 secondes.

7.1.33. Vérifier visuellement à la lumière s'il y a présence de sulfate de sodium dans la fiole et, le cas échéant, noter l'observation.


7.1.34. **Lorsqu'il y a présence de cristaux de sulfate de sodium et/ou de gel de silice dans la fiole**, effectuer les étapes suivantes :

7.1.34.1. Ajouter suffisamment d'hexane à la fiole pour dissoudre l'échantillon.

7.1.34.2. Pré peser jusqu'à masse constante une fiole (5.3) conservée au dessiccateur pour une nuit (au moins 8 heures).

7.1.34.3. Récupérer l'hexane en le filtrant à travers un papier-filtre, contenant du sulfate de sodium (6.4), dans la fiole pré pesée préparée au point précédent.

7.1.34.4. Ajouter environ 10 ml d'hexane dans la fiole du point 7.1.34.1 et rincer les parois.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : 7.0.0
		Page : 11 de 15

7.1.34.5. Récupérer l'hexane en le filtrant à travers le papier-filtre, dans la fiole pré pesée.

7.1.34.6. Répéter deux fois les étapes 7.1.34.4 et 7.1.34.5.

7.1.34.7. Effectuer les étapes 7.1.29 à 7.1.33.

7.1.35. Déposer la fiole dans un dessiccateur (5.8) pour une nuit.

7.1.36. Peser chaque fiole et son contenu jusqu'à masse constante.

7.2. **Huiles et graisses minérales**

7.2.1. Pré peser jusqu'à masse constante une fiole (5.3) conservée au dessiccateur pour une nuit (au moins 8 heures).

7.2.2. Ajouter, [à l'aide d'une dispensette \(5.22\) ou d'un cylindre gradué \(5.7\)](#), 100 ml d'hexane [\(6.2\)](#) dans la fiole qui contient le résidu obtenu lors de l'extraction des huiles et graisses totales (7.1.36). Au besoin, pour aider à la dissolution du résidu, chauffer dans le bain-marie à $60 \pm 2^\circ\text{C}$.

ATTENTION : Si la masse d'huiles et graisses totales est \leq 300 mg, aller au point 7.2.3. Si la masse est > que 300 mg, diluer l'échantillon tel que décrit au point 7.2.12 avant de poursuivre le point 7.2.3.

7.2.3. [Si la masse d'huiles et graisses totales est inférieure ou égale à 100 mg, ajouter 3 g de gel de silice \(6.3\) dans la fiole et agiter mécaniquement avec un barreau magnétique \(5.13\) pendant \[au moins\]\(#\) 5 minutes.](#)

[7.2.3.1. Lorsque la quantité d'huiles et graisses totales est > que 100 mg, ajouter 3 g de gel de silice pour chaque portion de 100 mg d'huiles et graisses totales additionnelle. Il est permis d'ajouter jusqu'à 9 g de gel de silice pour traiter jusqu'à 300 mg d'huiles et graisses totales.](#)

7.2.4. Placer un papier-filtre dans un entonnoir de filtration et ajouter du sulfate de sodium pour remplir le papier filtre au tiers. Disposer sous l'entonnoir la fiole pré pesée au point 7.2.1.


7.2.5. Filtrer l'hexane à travers le papier-filtre.

7.2.6. Ajouter environ 10 ml d'hexane à la fiole contenant le résidu (point 7.2.2) et rincer les parois.

7.2.7. Filtrer l'hexane à travers le papier-filtre.

7.2.8. Répéter une fois les points 7.2.6 et 7.2.7 et ensuite rincer deux fois le papier-filtre.

7.2.9. Distiller la totalité de l'hexane récupéré dans la fiole pré pesée selon les étapes précédentes de la section des huiles et graisses totales.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 12 de 15

7.2.9.1. Vérifier visuellement à la lumière s'il y a présence de sulfate de sodium ou de gel de silice dans la fiole et, le cas échéant, noter l'observation. Si la présence est constatée, traiter le résidu tel que décrit au point 7.1.34.

7.2.10. Déposer la fiole pré pesée dans un dessiccateur et laisser refroidir pour une nuit.

7.2.11. Peser la fiole avec son contenu jusqu'à masse constante.

7.2.12. **Pour diluer l'échantillon si la masse en huiles et graisses est supérieure à 300 mg :**

7.2.12.1. Déposer un entonnoir sur un ballon volumétrique (5.16).

7.2.12.2. Transvider l'hexane qui contient les huiles et graisses totales dissoutes dans le ballon volumétrique.

7.2.12.3. Ajouter environ 10 ml d'hexane dans la fiole, rincer et transférer dans le ballon volumétrique.

7.2.12.4. Répéter le point 7.2.12.3 deux fois.

7.2.12.5. Rincer l'entonnoir avec environ 10 ml d'hexane.

7.2.12.6. Compléter le ballon au trait de jauge avec de l'hexane.

7.2.12.7. Prélever à l'aide d'une pipette volumétrique (5.17) un volume d'échantillon contenant une masse d'huiles et graisses totales < 300 mg et transférer dans une nouvelle fiole (elle n'a pas besoin d'être pré pesée).

7.2.12.8. Ajouter un volume d'hexane à cette fiole afin d'avoir un volume final d'environ 100 ml et effectuer les étapes des points 7.2.3 à 7.2.11.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1. Les résultats sont exprimés en mg/l.


8.2. La concentration en huiles et graisses totales de l'échantillon sera de :

$$H \text{ \& } G \text{ totales (mg/l)} = \frac{[(M_{\text{ fiole H \& G (g)}}) - M_{\text{ fiole vide (g)}}] * 10^6}{V_{\text{éch. (ml)}}$$

$M_{\text{ fiole H \& G}}$ = masse en gramme de la fiole contenant les huiles et graisses totales.

$M_{\text{ fiole vide}}$ = masse de la fiole vide.

$V_{\text{éch.}}$ = volume de l'échantillon (section 7.1.28).

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : 7.0.0
		Page : 13 de 15

8.3. La concentration en huiles et graisses minérales de l'échantillon sera de :

$$H \ \& \ G \ \text{minérales} \ (mg/l) = \frac{[M_{\text{ fiole H \ \& \ G min}}(g) - M_{\text{ fiole vide}}(g)]}{V_{\text{éch.}}(ml)} * \frac{V_{\text{total}}(ml)}{V_{\text{éch. prélevé}}(ml)} * 10^6$$

$M_{\text{ fiole H \ \& \ G min}}$ = masse en gramme de la fiole contenant les huiles et graisses minérales.

$M_{\text{ fiole vide}}$ = masse en gramme de la fiole vide servant à l'analyse des huiles et graisses minérales.


$V_{\text{éch.}}$ = volume de l'échantillon.

V_{total} = volume du ballon volumétrique.

$V_{\text{éch. prélevé}}$ = volume d'échantillon prélevé.

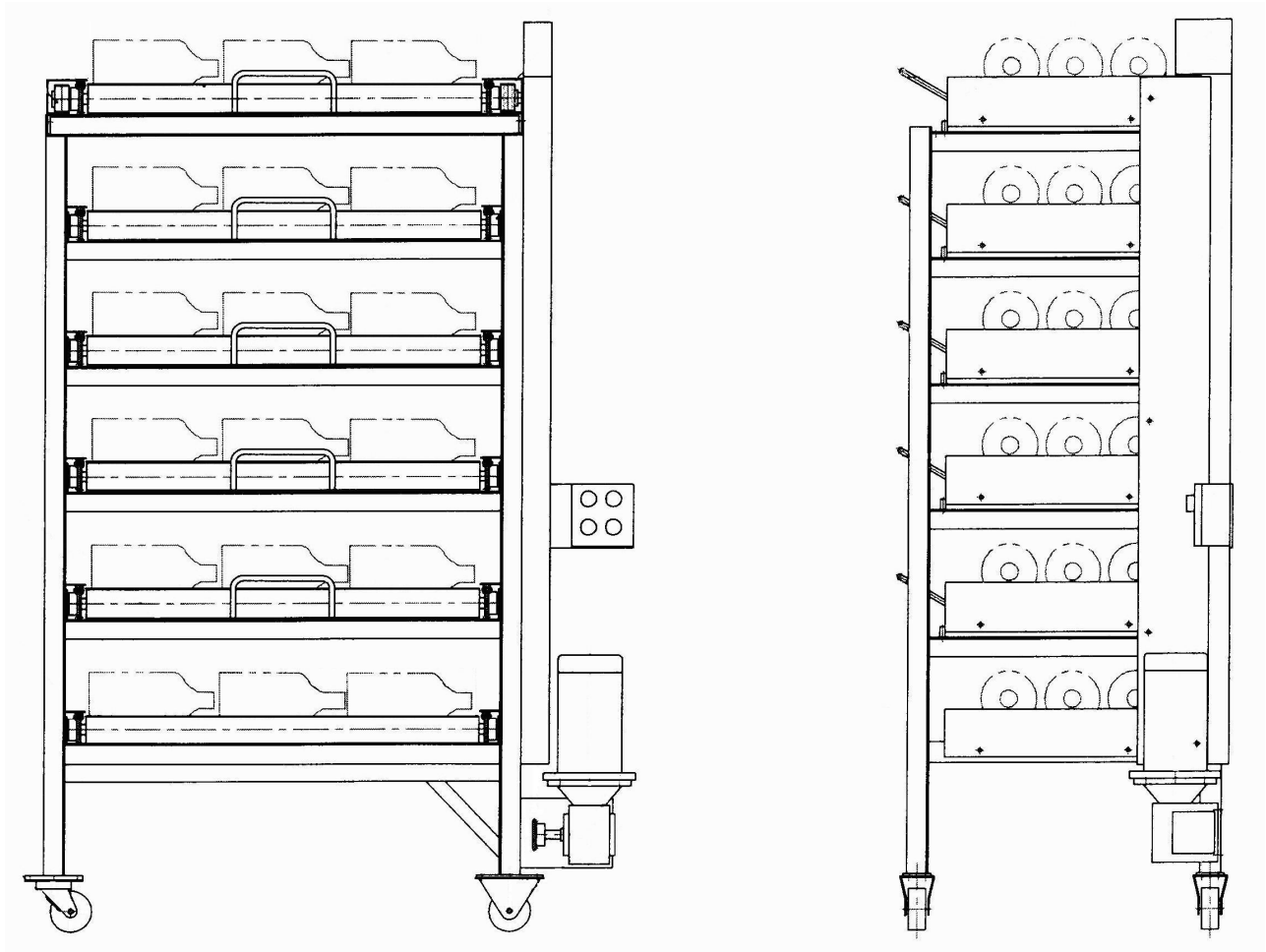
9. RÉFÉRENCES

- 9.1. UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY, OFFICE OF WATER, *Method 1664, Revision B: N-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Gel Treated N-Hexane Extractable Material (SGT-HEM; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry*, EPA-821-R-10-001, February 2010, 35 p.
- 9.2. CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Détermination des huiles et des graisses dans les eaux : méthode gravimétrique*, MA. 415 – HGT 2.0, rév [2](#), Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2019, [14](#) p.

Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : 7.0.0
		Page : 14 de 15

Annexes

Figure 1, Schéma d'un dispositif d'extraction basé sur une rotation horizontale des bouteilles




Émis par : Division de l'expertise technique Montréal 	Méthode	No : M-CR-5.4-017
	Détermination gravimétrique des huiles et graisses totales et minérales (matières extractibles à l'hexane)	Version : <u>7.0.0</u>
		Page : 15 de 15

Tableau 1. Quantité de n-hexane à ajouter en fonction du volume d'échantillon

<u>Volume éch (ml)</u>	<u>Volume hexane (ml) ratio échantillon-hexane 8:1</u>	<u>Volume hexane (ml) ratio échantillon-hexane 16:1</u>
<u>400</u>	<u>50</u>	<u>25</u>
<u>425</u>	<u>53</u>	<u>27</u>
<u>450</u>	<u>56</u>	<u>28</u>
<u>475</u>	<u>59</u>	<u>30</u>
<u>500</u>	<u>63</u>	<u>31</u>
<u>525</u>	<u>66</u>	<u>33</u>
<u>550</u>	<u>69</u>	<u>34</u>
<u>575</u>	<u>72</u>	<u>36</u>
<u>600</u>	<u>75</u>	<u>38</u>
<u>625</u>	<u>78</u>	<u>39</u>
<u>650</u>	<u>81</u>	<u>41</u>
<u>675</u>	<u>84</u>	<u>42</u>
<u>700</u>	<u>88</u>	<u>44</u>
<u>725</u>	<u>91</u>	<u>45</u>
<u>750</u>	<u>94</u>	<u>47</u>
<u>775</u>	<u>97</u>	<u>48</u>
<u>800</u>	<u>100</u>	<u>50</u>