

direction de l'environnement et de l'aménagement littoral
département écologie côtière
laboratoire eutrophisation et bioaccumulation

Alain Aminot et Roger Kérouel

novembre 2000 - R.INT.DEL/EC/EB 2000-AA-RNO-1

ifremer

intercomparaison des laboratoires antillais (2000-2001)

**préparation et contrôle des matériaux de
référence pour la salinité et les nutriments
(nitrate, nitrite, ammonium, phosphate)**



RÉSEAU NATIONAL D'OBSERVATION

INTERCOMPARAISON DES LABORATOIRES ANTILLAIS (2000-2001)

**Préparation et contrôle des matériaux de référence
pour la salinité
et les nutriments (nitrate, nitrite, ammonium, phosphate)**

Alain Aminot et Roger Kérouel

*IFREMER - Brest, Direction de l'Environnement et de l'Aménagement Littoral, Département Écologie Côtière,
Laboratoire Eutrophisation et Bioaccumulation,*

B.P. 70, 29280 Plouzané

Novembre 2000

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25

SOMMAIRE

1. INTRODUCTION.....	3
2. PROGRAMME DE L'EXERCICE.....	3
3. PROCÉDURE DE PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS.....	3
3.1. Principe.....	3
3.2. Stabilité des échantillons.....	4
3.3. Choix des niveaux de concentrations.....	4
4. ASPECTS OPÉRATIONNELS.....	5
5. RÉSULTATS DES CONTRÔLES.....	6
5.1. Salinité.....	6
5.2. Nutriments.....	6
6. CONCENTRATIONS ASSIGNÉES AUX ÉCHANTILLONS.....	8
7. CONCLUSION.....	9
8. RÉFÉRENCES.....	9
INSTRUCTIONS POUR L'UTILISATION DES ÉCHANTILLONS.....	10

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100

1. INTRODUCTION

La préparation de matériaux de référence pour des exercices d'intercomparaison pour les eaux de mer a été pratiquée à plusieurs reprises par notre laboratoire au cours des années passées, soit au niveau français (cas de la salinité pour le RNO) soit au niveau international (cas des nutriments). Ainsi, pour les nutriments, deux exercices du CIEM (Conseil International pour l'Exploration de la Mer) ont été préparés, lesquels ont été suivis du programme européen d'assurance qualité QUASIMEME comportant six exercices en trois ans. Nous avons également contribué à l'exercice concernant l'agrément des laboratoires type 8 « eaux marines » du Ministère de l'Environnement en 1998. Les résultats de ces exercices et les méthodes de préparation des matériaux de référence correspondant ont été publiés (Aminot et Kérouel, 1991; 1995a; 1995b; 1997).

Il importe de signaler que les échantillons produits pour cet exercice (comme ceux des exercices internationaux mentionnés précédemment) ont des concentrations « assignées » dont la valeur repose sur une procédure faisant intervenir de façon très mineure les mesures du laboratoire en charge de la préparation. Cette procédure est décrite en détail par Aminot et Kérouel (1997).

Ce rapport résume le principe de préparation des échantillons de référence de l'exercice 2000-2001 de l'Intercomparaison de laboratoires antillais en vue d'un partenariat RNO, et donne tous les éléments chiffrés permettant de s'assurer de la validité des valeurs assignées aux concentrations des échantillons.

2. PROGRAMME DE L'EXERCICE

L'exercice comporte l'analyse de cinq paramètres : salinité, nitrate, nitrite, ammonium et phosphate. Chacun des paramètres doit être analysé à deux niveaux de concentration. Les participants sont au nombre de 3. Chaque laboratoire reçoit deux flacons de 250 ml pour la salinité et huit flacons de 150 ml pour les nutriments (un flacon par paramètre et par niveau).

Les laboratoires sont informés qu'ils doivent analyser les échantillons dans un délai de six semaines environ après réception (cf. dernière page de ce document). Ceci limite les risques de dérive potentielle des concentrations pouvant provenir d'une instabilité accidentelle des échantillons.

3. PROCÉDURE DE PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

3.1. PRINCIPE

Salinité

Les échantillons pour la salinité sont préparés à partir d'une eau de mer côtière vieillie au laboratoire et filtrée à environ 1 µm. L'eau vieillie filtrée est utilisée directement pour préparer l'échantillon de forte salinité (appelé échantillon H). L'eau filtrée diluée à l'aide d'eau déminéralisée sert à préparer l'échantillon de faible salinité (appelé échantillon K). Les échantillons pour la salinité ne subissent aucun traitement de conservation particulier, si ce n'est la filtration.

Nutriments

Les échantillons de nutriments sont préparés par ajout d'une concentration connue du sel correspondant dans une eau de mer épuisée en nutriments. Compte tenu des volumes d'eau mis en jeu, la mesure du volume d'eau de mer est faite par pesée. Les ajouts sont effectués à l'aide de pipettes

électroniques soigneusement contrôlées avant usage. Les échantillons sont stabilisés par autoclavage. Cette opération génère une légère production de phosphate et d'ammonium, par hydrolyse de complexes phosphorés et de composés aminés, et dont il est tenu compte pour l'attribution de la concentration du matériau de référence.

Dans le cas du phosphate, nous avons montré antérieurement qu'une légère précipitation se produisait lors de l'autoclavage pour les niveaux élevés de phosphate, au pH naturel de l'eau de mer (environ 8,2). Ce phénomène a été attribué à la formation de phosphates de calcium, éventuellement des apatites, connues pour être à l'état métastable en eau de mer. Nous avons remédié à ce phénomène en abaissant légèrement le pH de l'eau de mer à une valeur proche de 7, par ajout d'acide chlorhydrique dilué. Cette modification n'a pas de conséquences sur les mesures ultérieures, étant donné l'effet tout à fait mineur de ce traitement sur la matrice saline et sur l'effet tampon, comme l'ont prouvé les résultats des tests des exercices réalisés précédemment.

3.2. STABILITÉ DES ÉCHANTILLONS

Les échantillons utilisés pour le présent exercice ont été préparés à l'occasion d'exercices précédents. Ceci permettait de bénéficier du support technique de préparation et de contrôle mis en œuvre pour de grandes séries, donc d'une meilleure garantie globale de fiabilité. Les contrôles effectués sur ces échantillons ont permis de vérifier leur homogénéité et de déterminer leur dérive éventuelle dans le temps sur de longues périodes.

Une fois les échantillons vérifiés, leur stabilité n'est plus un critère intervenant dans les exercices car ceux-ci se déroulent sur des laps de temps où la dérive peut être considérée comme négligeable. Il a, par exemple, été démontré que le nitrate et le nitrite étaient stable sur plus de 2 ans (Aminot et Kérouel, 1995). Quant au phosphate, sa stabilité est légèrement altérée par une dissolution de la paroi du flacon de verre au cours du temps. Néanmoins, les exercices précédents ont permis d'évaluer que le phosphore libéré lors de cette dissolution n'a pas dépassé $0,07 \mu\text{mol/l}$ par an (Aminot et Kérouel, 1995). Le délai entre le contrôle des échantillons et la période d'analyse ne devant pas excéder trois mois, la dérive éventuelle des échantillons devrait rester $\ll 0,02 \mu\text{mol/l}$, c'est-à-dire quasiment négligeable dans le contexte du présent exercice. Considérant l'ammonium, la légère perméabilité du bouchon en polypropylène aux composés azoté volatils induit également une petite dérive des concentrations (de l'ordre de $0,1 \mu\text{mol/l}$ par an), mais celle-ci reste négligeable sur la durée de l'exercice.

On doit néanmoins noter que certains lots d'échantillons de nutriments présentent un léger dépôt de fines particules ou de paillettes de silicate provenant du verre du flacon. Ces dépôts sont sans effet sur l'analyse, mais on doit impérativement laisser reposer le flacon 24 h avant de prélever la partie aliquote à analyser (de préférence par pipettage).

Les échantillons de nitrate et nitrite ont été contrôlés à la mi-mai 2000; ceux de salinité ainsi que ceux de phosphate et d'ammonium à la mi-novembre 2000.

3.3. CHOIX DES NIVEAUX DE CONCENTRATION

Le choix des concentrations est basé sur les niveaux côtiers que l'on peut rencontrer tout en tenant compte des difficultés analytiques.

Les salinités devant différer suffisamment, une salinité marine d'environ 35 (niveau H) et une salinité estuarienne d'environ 20 (niveau K) ont été choisies. Noter que la salinité est un nombre sans dimension sur l'échelle PSS78 (Practical Salinity Scale 1978).

Pour les nutriments, les gammes *approximatives* suivantes ont été retenues :

- nitrate : $1-2 \mu\text{mol/l}$ (H) et $10-15 \mu\text{mol/l}$ (K) ;
- nitrite : $0,1-0,2 \mu\text{mol/l}$ (H) et $0,8-1 \mu\text{mol/l}$ (K) ;

- ammonium : 0,5-1 $\mu\text{mol/l}$ (H) et 3-3,5 $\mu\text{mol/l}$ (K) ;
- phosphate : 0,2-0,5 $\mu\text{mol/l}$ (H) et 1-1,5 $\mu\text{mol/l}$ (K).

Les valeurs basses sont ainsi au moins dix fois plus élevées que les limites de détection usuelles des méthodes décrites pour l'eau de mer (Aminot et Chaussepied, 1983), ce qui permet de ne pas placer les laboratoires dans des conditions extrêmes pour cet exercice.

4. ASPECTS OPÉRATIONNELS

Les principales opérations concernant la préparation du matériel de référence peuvent se résumer comme suit.

- Nettoyage des flacons

Des études antérieures, nous avons retenu le protocole de nettoyage suivant : les flacons subissent un seul lavage en lave-vaisselle à l'eau déminéralisée sans détergent. Les flacons sont séchés dans la machine, puis à l'étuve (80 °C) et conservés bouchés. Un test des quantités résiduelles de nutriments après ce traitement est fait sur six flacons pris au hasard.

- Contrôle des pipettes

Des pipettes électroniques sont utilisées pour ajouter les solutions concentrées de nutriment à l'eau de mer et pour préparer les étalons destinés à la mesure des concentrations dans les échantillons. leur contrôle est donc essentiel. Ce dernier est réalisé selon la méthode standard de pesée d'eau déminéralisée. Tous les volumes de solutions de nutriments délivrés avec ces pipettes sont systématiquement corrigés en fonction des résultats de ces mesures.

- Préparation des solutions concentrées de nutriments

Des solutions concentrées de nutriments doivent être préparées, tant pour les ajouts destinés à l'élaboration des matériaux de référence que pour les solutions étalons. Ces solutions sont préparées par pesée des sels ainsi que de l'eau déminéralisée. Les sels (Baker Analysed Reagents) sont séchés à 105 °C pendant au moins deux heures peu avant leur utilisation et conservés au dessiccateur sous vide avant usage. Un exemple de calcul détaillé a été donné antérieurement (Aminot et Kérouel, 1995b). Les deux types de solutions concentrées (ajout et étalon) sont préparées par deux personnes différentes, ceci permettant de détecter une éventuelle erreur de préparation.

- Préparation des échantillons

L'eau de mer utilisée provient de stocks conservés au laboratoire en barils de polyéthylène. Cette eau a été prélevée l'année précédente avant la fin de l'été, ses niveaux de nutriments étant déjà assez faibles. Le phytoplancton et les micro-organismes, qui s'y développent durant les mois qui suivent, épuisent l'eau en nutriments et maintiennent le milieu à des niveaux souvent indétectables. En vue de son utilisation pour préparer du matériel de référence, l'eau est filtrée (environ 1 μm) et portée à pH = 7 lorsque le phosphate est concerné (voir section 3.1).

Salinité

Les deux niveaux de salinité ont été préparés d'une part en utilisant l'eau de mer vieillie filtrée telle quelle (H), d'autre part en la diluant avec de l'eau déminéralisée (K).

Nutriments

Les nutriments sont groupés par deux dans le même flacon, soit : nitrate et nitrite d'une part, et phosphate et ammonium d'autre part.

Un certain volume du stock d'eau de mer a été pesé en baril de polypropylène (taré à sec) et enrichi en nitrate et nitrite ou en phosphate et ammonium au niveau faible (niveau H). Une fois les

flacons remplis avec cette eau, le baril a été rincé et réutilisé pour la préparation (similaire) des échantillons de niveau fort (niveau K).

Le coefficient de variation de l'ajout théorique de nutriments est calculé comme la racine carrée de la somme des variances sur les volumes ajoutés et sur la pureté des sels : il n'excède pas 0,3 %.

5. RÉSULTATS DES CONTRÔLES

5.1. SALINITÉ

Les résultats des contrôles de salinité des échantillons sont décrits dans la table 1. A partir de la mesure de l'échantillon de forte salinité (35,254), et connaissant les proportions d'eau de mer et d'eau déminéralisée, on calcule que la salinité résultante de l'eau dessalée doit être de 20,399. La mesure directe donne 20,401, ce qui ne diffère pas de la valeur attendue à la précision des pesées et des mesures de salinité (les salinomètres utilisés garantissent une exactitude de $\pm 0,003$ en salinité). Les mesures de contrôle faites au laboratoire de métrologie IFREMER-DITI-GO-QE (2 salinomètres) sont en accord avec celles de notre laboratoire, confirmant l'homogénéité du lot d'échantillons et la valeur qui leur est attribuable avec une très grande précision (les écarts relatifs sont $< 0,04$ % au niveau de salinité 20 et $< 0,02$ % au niveau de salinité 35).

Table 1. RÉSULTATS DES CONTRÔLES DE SALINITÉ.
Statistiques sur 5 à 8 échantillons (moyenne \pm écart-type).

LABORATOIRE	Date d'analyse	Faible salinité (K)	Forte salinité (H)
Laboratoire Métrologie IFREMER-DITI/GO-QE	25/03/1998		
Salinomètre 1		20,399 \pm 0,001	35,247 \pm 0,000
Salinomètre 2		20,408 \pm 0,001	35,254 \pm 0,001
IFREMER-DEL	25/03/1998	20,401 \pm 0,001	35,254 \pm 0,001
IFREMER-DEL	25/04/1998	20,400 \pm 0,001	35,252 \pm 0,001
IFREMER-DEL	15/11/2000	20,403 \pm 0,002	35,251 \pm 0,002

Les contrôles effectués sur les échantillons deux ans et demi après la première mesure ne montrent pas de dérive ni de dispersion significative des mesures, à la précision de l'appareillage. On peut donc considérer que les échantillons de salinité sont satisfaisants pour la période de l'exercice d'intercomparaison. Sur les 8 mesures de novembre 2000 à la forte salinité, une valeur significativement plus élevée (35,41) a été rejetée. Un défaut du bouchon a été constaté, expliquant l'évaporation.

5.2. NITRATE ET NITRITE

Les nitrate et nitrite étant exceptionnellement stables, nous les avons traités séparément de l'ammonium et du phosphate. Les résultats concernant les échantillons de nitrate et nitrite sont rassemblés dans la table 2.

L'homogénéité inter-échantillons, contrôlée par l'écart-type sur 5 replicats, est très bonne, quelle que soit le délai entre préparation et contrôle :

- nitrate : niveau bas $\leq 0,013 \mu\text{mol/l}$; niveau haut $\leq 0,025 \mu\text{mol/l}$;
- nitrite : niveau bas $\leq 0,0008 \mu\text{mol/l}$; niveau haut $\leq 0,002 \mu\text{mol/l}$;

En nitrate et nitrite, sur une durée de 7 ans, ni l'homogénéité, ni les concentrations ne semblent altérées par le vieillissement des échantillons. On ne peut mettre en évidence aucune dérive significative. Ces échantillons sont donc considérés comme validés pour l'exercice d'intercomparaison des laboratoires antillais.

Table 2. RÉSULTATS DES CONTRÔLES POUR NITRATE ET NITRITE

Concentrations mesurées en micromole par litre plus ou moins 1 écart-type (5 réplicats).

NUTRIMENT	NIVEAU BAS (H)		NIVEAU HAUT (K)	
	Date de contrôle	Concentration	Date de contrôle	Concentration
NITRATE	20/08/1993	1,67 \pm 0,007	20/08/1993	13,41 \pm 0,020
	26/05/1994	1,69 \pm 0,008	26/05/1994	13,44 \pm 0,005
	09/11/1994	1,69 \pm 0,003	12/05/1995	13,44 \pm 0,016
			16/11/1995	13,37 \pm 0,010
	12/05/2000	1,68 \pm 0,013	12/05/2000	13,46 \pm 0,025
NITRITE	20/08/1993	0,171 \pm 0,0005	20/08/1993	0,891 \pm 0,001
	26/05/1994	0,175 \pm 0,0007	26/05/1994	0,900 \pm 0,002
	09/11/1994	0,178 \pm 0,0005	12/05/1995	0,898 \pm 0,0015
			16/11/1995	0,895 \pm 0,001
	12/05/2000	0,176 \pm 0,0008	12/05/2000	0,898 \pm 0,0008

Table 3. RÉSULTATS DES CONTRÔLES POUR PHOSPHATE ET AMMONIUM

Concentrations mesurées en micromole par litre plus ou moins 1 écart-type (10 réplicats au niveau bas et 5 réplicats au niveau haut).

NUTRIMENT	NIVEAU BAS (H)		NIVEAU HAUT (K)	
	Date de contrôle	Concentration	Date de contrôle	Concentration
PHOSPHATE	19/05/95	0,123 \pm 0,001	19/05/95	0,907 \pm 0,001
	28/11/95	0,128 \pm 0,002	28/11/95	0,927 \pm 0,002
	10/11/2000	0,623 \pm 0,018	10/11/2000	1,38 \pm 0,004
AMMONIUM	19/05/1995	0,64 \pm 0,006	19/05/1995	3,05 \pm 0,018
	28/11/1995	0,68 \pm 0,02	28/11/1995	3,04 \pm 0,008
	10/11/2000	0,98 \pm 0,02	10/11/2000	3,25 \pm 0,04

5.3. PHOSPHATE ET AMMONIUM

Le phosphate et l'ammonium sont examinés séparément car tous les tests antérieurs ont prouvé que leur concentrations dérivent soit par dissolution à partir de la paroi de verre (phosphate), soit par diffusion à travers le bouchon (ammonium).

Les résultats concernant les échantillons de phosphate et d'ammonium sont rassemblés dans la table 3.

L'homogénéité inter-échantillons, contrôlée par l'écart-type sur 10 replicats au niveau bas et 5 au niveau haut, est restée relativement bonne pour une durée de stockage de 5,5 ans :

- phosphate : niveau bas 0,018 $\mu\text{mol/l}$; niveau haut 0,004 $\mu\text{mol/l}$;
- ammonium : niveau bas 0,02 $\mu\text{mol/l}$; niveau haut 0,04 $\mu\text{mol/l}$.

Ces écart-types sont plus élevés que ceux obtenus avec des échantillons conservés moins longtemps, cependant ils restent proches de la précision usuelle de la méthode manuelle pour le phosphate et meilleurs pour l'ammonium.

Sur une durée de conservation aussi longue, l'augmentation de concentration est de 0,4 à 0,5 $\mu\text{mol/l}$ (soit environ 0,09 $\mu\text{mol/l}$ par an) en phosphate et de 0,2 à 0,3 $\mu\text{mol/l}$ (soit environ 0,04 à 0,06 $\mu\text{mol/l}$ par an) en ammonium. Ceci est cohérent avec les valeurs déjà observées sur des temps plus courts, et compatible avec la lente dissolution du phosphate contenu dans le verre des flacons et avec la diffusion d'ammonium par le bouchon comme indiqué ci-dessus (section 3.2).

Le vieillissement des échantillons a donc introduit des changements de concentration significatifs en phosphate et ammonium, mais la variabilité inter-échantillons est restée acceptable au regard de la précision usuelle des méthodes de mesures. La dérive sur la période de l'exercice ne peut donc introduire d'erreur supérieure à la précision des méthodes.

6. CONCENTRATIONS ASSIGNÉES AUX ÉCHANTILLONS

Les concentrations assignées aux échantillons ne sont pas obtenues par l'unique série de mesures de contrôle faites par le laboratoire en charge de la préparation des échantillons.

Pour la salinité, l'ensemble des mesures réalisées, à l'aide de trois salinomètres de précision, par des personnes différentes a été prise en compte pour calculer les valeurs assignées.

Pour les nutriments, les concentrations assignées sont déterminées d'une manière plus complexe prenant en compte la concentration initiale de l'eau, l'ajout de nutriment, l'effet de l'autoclavage et l'effet dû au vieillissement (Aminot et Kérouel, 1997).

Les concentrations assignées aux échantillons de nutriments sont résumées dans la table 4. Compte tenu de ce qui vient d'être indiqué, de légères différences peuvent donc être notées entre les mesures et les valeurs assignées.

Les valeurs assignées sont affectées d'un intervalle de confiance. Ce dernier est calculé comme plus ou moins le double de l'écart-type, c'est-à-dire que tout échantillon distribué aux participants doit se trouver dans cet intervalle avec une probabilité de 95 %. Les écarts-types sont calculés comme la racine carrée de la somme des variances des éléments intervenant dans la concentration assignée. Pour le phosphate et l'ammonium, c'est l'écart-type sur la dérive au cours du temps qui constitue la composante majeure de la variance : cet écart-type est quasiment égal à la répétabilité des échantillons de contrôle.

Table 4. CONCENTRATIONS ASSIGNÉES AUX ÉCHANTILLONSIntervalle de confiance à la probabilité de 95 % = $2 \times$ (somme variances des termes)^{1/2}.

PARAMÈTRE	NIVEAU BAS			NIVEAU HAUT		
	CODE	valeur	Intervalle de confiance	CODE	valeur	Intervalle de confiance
SALINITÉ (sans dimension)	K	20,402	± 0,007	H	35,252	± 0,006
NITRATE (µmol/l)	H	1,73	± 0,02	K	13,47	± 0,06
NITRITE (µmol/l)	H	0,173	± 0,004	K	0,892	± 0,018
PHOSPHATE (µmol/l)	H	0,62	± 0,04	K	1,38	± 0,04
AMMONIUM (µmol/l)	H	0,98	± 0,05	K	3,23	± 0,10

7. CONCLUSION

Les matériaux de référence préparés pour l'exercice d'intercomparaison RNO, destiné aux laboratoires antillais, se sont révélés satisfaisants.

Les tests présentés dans ce rapport ont permis :

- de vérifier l'homogénéité des lots d'échantillons, avant l'exercice,
- de s'assurer que les échantillons présentaient les caractéristiques de stabilité usuelles,
- de fixer les valeurs de concentration assignées aux échantillons distribués.

8. RÉFÉRENCES

Aminot, A. et Chaussepied, M., 1983. Manuel des analyses chimiques en milieu marin. CNEXO-Documentation, B.P. 70, 29280 Plouzané, France, 395 pp.

Aminot, A. et Kérouel, R., 1991. Autoclaved sea water as a reference material for the determination of nitrate and phosphate in sea water. *Analytica Chimica Acta*, **248** : 277-283.

Aminot, A. et Kérouel, R., 1995a. Reference material for nutrients in seawater : stability of nitrate, nitrite, ammonia and phosphate in autoclaved samples. *Mar. Chem.*, **49** : 221-232.

Aminot, A. et Kérouel, R., 1995b. Preparation and control of sample material. In: Report on the results of the fifth ICES intercomparison exercise for nutrients in sea water (Aminot, A. & Kirkwood, D. S.). *ICES Cooperative Research Report*, **213** : 41-65.

Aminot, A. et Kérouel, R., 1997. Reference material for nutrients for the QUASIMEME laboratory performance studies 1993-1996. *Marine Pollution Bulletin*, **35** (1-6):78-83.

INTERCOMPARAISON RNO 2000-2001

INSTRUCTIONS POUR L'UTILISATION DES ÉCHANTILLONS

LES FLACONS SONT PRÉSENTÉS SOUS SACHET PLASTIQUE SCÉLÉ
AFIN D'EN PRÉSERVER L'INTÉGRITÉ JUSQU'AU JOUR DE
L'UTILISATION.

En cas d'*humidité visible à l'intérieur du sachet*, prière de le signaler dès réception. Renvoyer aussitôt le flacon suspect, *sans ouvrir le sachet*, à l'adresse ci-dessous*. Un flacon de remplacement sera expédié dès le retour du premier flacon.

Les échantillons doivent être analysés dans un délai de six semaines environ après réception.

ÉCHANTILLONS POUR LA SALINITÉ

Conserver les échantillons à température ambiante. Bien les reboucher, sans attendre, entre deux mesures.

ÉCHANTILLONS POUR NITRATE, NITRITE, AMMONIUM ET PHOSPHATE

*CES ÉCHANTILLONS SONT AUTOCLAVÉS: NE LES OUVRIR QU'AU DERNIER MOMENT AVANT UTILISATION.
LEUR SALINITÉ EST D'ENVIRON 35 (PSS78)*

- 1) Avant la première analyse: conserver les échantillons à température ambiante.
- 2) Laisser impérativement reposer les flacons pendant 24 heures avant de prélever la partie aliquote à analyser (de préférence par pipetage). En effet, certains échantillons peuvent présenter de fines particules ou des paillettes de silice provenant du verre du flacon.
- 3) Après ouverture, et entre deux analyses, conserver les échantillons au réfrigérateur (maximum 24 heures).

*Adresse de renvoi de flacons suspects: Alain Aminot, IFREMER, Laboratoire DEL/EC-EB, BP 70, 29280 PLOUZANÉ, France.