

Version : 2023

Date de création : 1er février 2008

Date de dernière modification : 11 Janvier 2023

Détermination de la concentration en Matière En Suspension (MES)

Rédigé par :

Isabelle Billy
Henri Etcheber
Nicolas Savoye

Evolutions/Corrections :

Aurore GUEUX
Nicole GARCIA

Visé par :

Philippe PINEAU,
responsable qualité national
Le : 31 Janvier 2023



I - Introduction

On distingue en hydrologie le « matériel en suspension » (ou matériel particulaire ou MES ou seston) des substances dissoutes, la distinction étant faite par une coupure arbitraire de taille à environ $0,5 \mu\text{m}$

La définition des matières en suspension (Norme NF EN 872 Afnor 2005) indique qu'il s'agit des « matières éliminées par filtration ou centrifugation dans des conditions définies ». En Océanographie, on considère comme dissous ce qui passe au travers d'un filtre dont la porosité est d'environ $0,5 \mu\text{m}$ (Strickland & Parsons, 1972).

Par conséquent, les MES seront déterminées par pesée avant et après filtration au travers de filtres GF/F (porosité environ $0,7 \mu\text{m}$) en filtrant un volume d'eau suffisant pour avoir 0,5 à 1 mg de matériel déposé sur le filtre.

Les concentrations en MES sont exprimées en mg.l^{-1}

II - Précautions particulières

Une attention particulière sera apportée au problème de la quantité de sel déposée sur le filtre lors de la filtration d'échantillons d'eau de mer. Un rinçage abondant et minutieux du filtre au formiate d'ammonium ou à l'eau milli-Q sera fait après la filtration, sans oublier de rincer délicatement la couronne de filtre pincée entre l'entonnoir et le support fritté.

III - Matériel utilisé

[Indiquer où se trouve chaque matériel : bâtiment, étage, salle, placard si nécessaire]

- ✓ Bouteille Niskin
- ✓ Flacons de prélèvement
- ✓ Filtres Whatman GF/F de diamètre 25 mm ou 47 mm (adapté à la station)
- ✓ Pincettes de préférence à bouts plats
- ✓ Support de filtration
- ✓ Boîtes de conditionnement
- ✓ Balance de précision au centième de milligramme
- ✓ Etuve
- ✓ Dessiccateur
- ✓ Rampe de filtration
- ✓ Pompe à vide muni d'un manomètre
- ✓ Pissette d'eau milliQ
- ✓ Papier d'aluminium

IV - Préparation du formiate d'ammonium

Préparer une solution de formiate d'ammonium à 68g/l isotonique à l'eau de mer : mélanger 68g de formiate d'ammonium (HCOONH_4 , n° du CAS 540-69-2) dans une fiole de 1 litre, compléter avec de l'eau déminéralisée.

ATTENTION : l'utilisation du Formiate doit être TRES SURVEILLÉE car apporte une pollution importante et certaine pour les dosages NH_4 (si les analyses se font dans la même pièce) et la filtration NOP (si sur la même rampe) : apport massif d'azote dans les deux cas.

V - Préparation des filtres

Calciner les filtres GF/F au four à 500°C pendant 4h dans du papier aluminium. Rincer les filtres à l'eau déionisée en les plaçant sur le support de filtration, sans l'entonnoir sous un vide très léger.

Placer les filtres dans une boîte sur du papier aluminium ou dans une boîte de pétri en verre, et les laisser sécher dans une étuve à 50-70°C pendant au moins 6h avec le couvercle entre-ouvert.

Sortir les filtres de l'étuve, refermer les boîtes et les laisser revenir à température ambiante de la salle de pesée, dans un dessiccateur dans lequel ils resteront jusqu'au moment de la pesée.

Avant la pesée, contrôler la balance en pesant le ou les poids de référence (cf annexe 1). Peser chaque filtre avec son papier aluminium et le replacer aussitôt dans sa boîte à l'abri de la poussière. On obtient le poids P1 = tare.

VI - Prélèvement et conditionnement des échantillons

Les prélèvements d'eau de mer sont réalisés à l'aide de bouteilles Niskin. L'eau est collectée dans des flacons opaques rincés au moins 1 fois avec l'échantillon. Les échantillons d'eau de mer sont conservés au frais et à l'abri de la lumière.

Les concentrations en MES pouvant varier de quelques centièmes à des centaines de milligrammes par litre entre les milieux côtiers et estuariens, le volume d'eau à filtrer sera adapté au milieu.

La rampe de filtration est reliée à une pompe à vide munie d'un manomètre permettant d'avoir une dépression de filtration de 0,2 bar. Le vide pourra être poussé à 0,5 bar en cas de colmatage afin d'atteindre le minimum de pesée requise et en cas de très faible quantité de phytoplancton dans l'eau (e.g. stations amont de l'estuaire de la Gironde).

Placer le filtre sur la base de filtration à l'aide d'une pince à bouts plats. Placer l'entonnoir de filtration. Homogénéiser la bouteille de prélèvement par quelques retournements. Attention si le même flacon de prélèvement sert aussi à d'autres analyses sensibles comme la chlorophylle à ne pas agiter trop brutalement.

Filtrer entre 0,1 l et 2 l (volume mesuré à l'éprouvette), en fonction des caractéristiques du milieu. Couvrir les entonnoirs et l'éprouvette, par exemple par du papier aluminium, pendant la filtration.

Après filtration, rincer minutieusement le filtre et la couronne du filtre à l'eau milli-Q ou au formiate d'ammonium. Fermer la vanne de vide ; rincer la tulipe de filtration et laisser quelques millimètres de la solution de rinçage en contact avec le filtre pendant au plus une minute. Ouvrir la vanne de vide, laisser la solution s'écouler puis enlever délicatement la tulipe de filtration.

Rincer abondamment mais minutieusement la couronne du filtre à l'aide d'une pissette (faire doucement sept fois le tour de la couronne du filtre en faisant attention de ne pas éliminer les particules - Voir annexe 2). L'utilisation du formiate d'ammonium peut s'avérer utile en cas de forte proportion de biomasse phytoplanctonique, dans ce cas, s'assurer de ne pas polluer les autres filtrations (NOP, COP, isotopes) en utilisant une tulipe et une étuve de séchage exclusivement réservées aux MES. Cette étape nécessite environ 40 ml d'eau ou de formiate pour être efficace.

Replacer le filtre dans sa boîte identifiée aux caractéristiques de l'échantillon (date, numéro...)
Placer la boîte dans une étuve entre 50 et 70°C pendant au moins 6h avec le couvercle entre-ouvert.

VII - Conservation et stockage des échantillons

Retirer les filtres de l'étuve, remettre les couvercles et les placer dans un dessiccateur le temps de les laisser se stabiliser à la température ambiante de la salle de pesée.

VIII - Pesée des échantillons :

Les filtres conservés dans un dessiccateur, à l'abri de la poussière, sont pesés une seconde fois dans les mêmes conditions que la première (pesée avec le papier d'aluminium, même balance, idéalement même taux d'humidité...). On obtient le poids P2.

IX- Calcul de la concentration en MES des échantillons :

Soit :

P1	Poids du filtre sec avant filtration (mg)
P2	Poids du filtre sec après filtration (mg)
V	volume de l'eau de mer filtré, [l]

La concentration en MES est donnée par l'expression :

$$\text{MES (mg.l}^{-1}\text{)} = (\text{P2} - \text{P1}) / \text{V}$$

X - Critères qualités - Conformité

Pour l'étalonnage, les valeurs de la masse certifiée (*exemple* : pour la station de Brest masse de 200mg) avec calcul de la moyenne et écart-type sont archivées (*exemple* : pour la station de Brest : 0.2 ± 0.00001 g). La conformité est vérifiée si l'écart entre la pesée du jour et la moyenne des pesées archivées est inférieur ou égal à l'écart-type établi (*exemple* : pour la station de Brest 0.00001).

Pour la répétabilité, les valeurs de [MES] de replicas d'échantillonnage, avec calcul de la moyenne et écart-type sont archivées. Leur conformité est vérifiée si l'écart-type est inférieur ou égal à la moyenne des écart-types archivés dans la station (*exemple* : pour la station de Brest : 0.065 mg/L).

XI - Erreur Maximale Tolérée EMT- Incertitude

L'Erreur Maximale Tolérée est représentative de l'écart de reproductibilité de la mesure. Elle est estimée, à partir de la moyenne « des écart-types des replicas d'intercomparaison archivés », étendue ensuite d'un facteur 2 ou t-Student (si $n < 30$):

EMT	= Moyenne(Ecart-types archivés) * 2	si $n > 30$
EMT	= Moyenne(Ecart-types archivés) * t-Student	si $n < 30$

(*exemple* : pour la station de Brest $\text{EMT} = 0.235$ mg/L).

L'incertitude (U), n'ayant pas fait l'objet d'une étude exhaustive, est estimée en considérant la variabilité aléatoire maximale de l'EMT, étendue par un facteur 2. Elle est assimilable à la capacité de la méthode.

$U = 2 * EMT$

(exemple : pour la station de Brest U = 0.470 mg/L).

XII - Entretien du matériel :

Rincer le système de filtration, l'éprouvette et les bouteilles de prélèvement à l'eau déionisée. Effectuer un dernier rinçage à l'eau déionisée.

XIII - Bibliographie :

Aminot A., Kérouel R., 2004. Hydrologie des écosystèmes marins. Paramètres et analyses. Méthodes d'analyse en milieu marin, Ed. Ifremer, 336p.

Afnor, 1999. Qualité de l'eau. Dosage des matières en suspension. Méthode par filtration sur filtre en fibre de verre. Norme NF EN 872. Qualité de l'eau, 2, 113-122.

Strickland J.D.H., Parsons T.R., 1972. A practical handbook of sea water analysis. Bull. Fish. Res. Board Can., 167, 311p.

Annexe 2 : Atelier Marseille 2022

Le détail du déroulement de cet atelier est à consulter sur l'intranet : *Intercomparaisons Somlit → Marseille 2022 → Atelier.*

Quelques extraits :

Les étapes clé de la mesure des MES

Etape	Sous-étape	précaution	risque
Prélèvement	Niskin -> bidon	Prélèvement rapide	Sédimentation dans la Niskin
	Bidon -> éprouvette	Homogénéiser le bidon	Sédimentation dans le bidon
		Homogénéiser le bidon en douceur	Éclatement des cellules phytoplanctoniques*
Filtration	filtration	Vide modéré	Reste de sel
	Rinçage	Rincer le filtre avec précaution	
Manipulation du filtre		Utiliser des pinces à bout plat	Perte de fibres de verre

Le but de l'atelier 2022 : importance du rinçage du filtre

Chaque station effectuera 3 filtrations sur des filtres GF/F 25mm calcinées et pré-pesés par la station de Marseille.

Filtre 1 : 2 litres filtrés et PAS de rinçage.

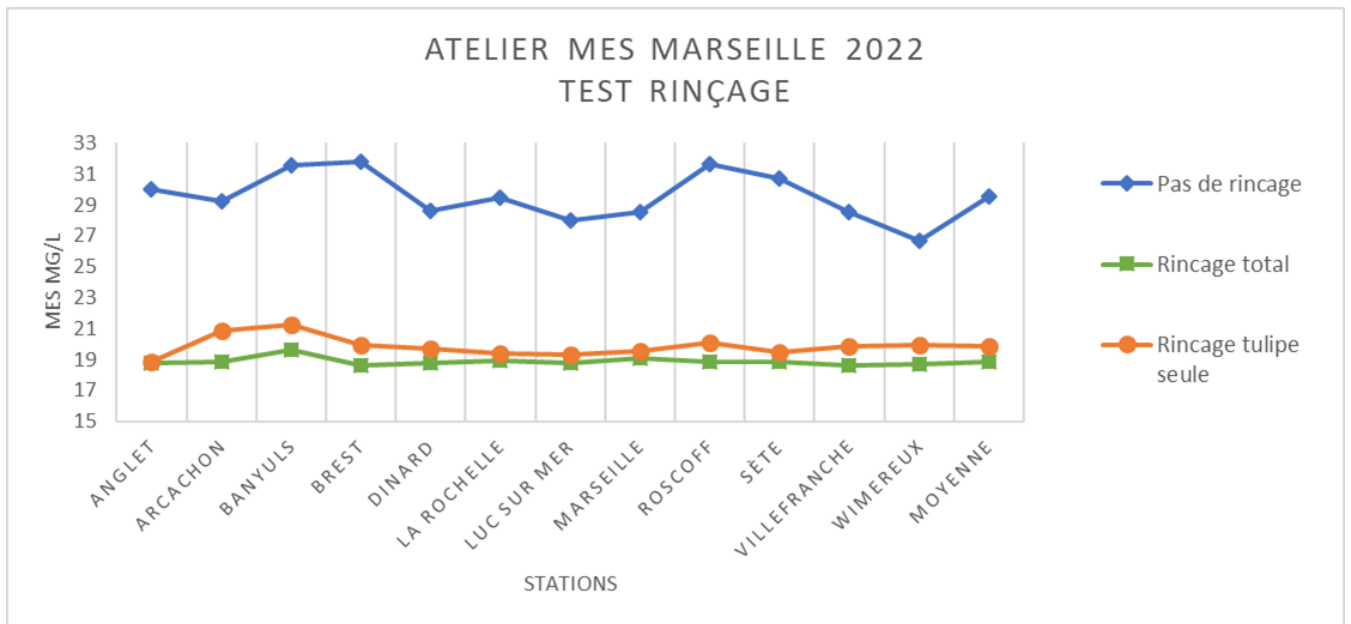
Filtre 2 : 2 litres filtrés et rinçage UNIQUEMENT des parois de la tulipe.

Filtre 3 : 2 litres filtrés et rinçage TOTAL. Les parois de la tulipe et le filtre directement après avoir enlevé la tulipe (partie blanche).

Ces filtres seront mis à sécher à l'étuve 50° puis repeser afin de déterminer les quantités de MES.

Résultats : Le rinçage de la tulipe et du tour de filtre est indispensable pour enlever tout le sel.

Si cela n'est pas fait la MES est surestimée de 5%. Aucun commentaire dans le cas où le filtre n'est pas rincé.



Annexe 3 : Fiche sécurité du formiate d'ammonium

Pour les fiches de sécurité, consulter le site de l'Institut National de Recherche et de Sécurité :
<http://www.inrs.fr>