

## Plateforme de Spectrométrie Isotopique de LIENSs

### Annexe 1 : Equipements disponibles

#### 1. Equipements analytiques (salle B106/107)

##### Spectromètre de rapports isotopiques (IRMS) Delta V Advantage

Le **Delta V Advantage** (Thermo Scientific, Brême, Allemagne) a été acquis grâce à un financement CPER Poitou-Charentes 2007-2013, et installé en avril 2008. Il est équipé d'un triple collecteur universel (N<sub>2</sub>, CO, NO, O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>O et SO<sub>2</sub>) et des collecteurs optionnels pour H/D.



##### Caractéristiques du Delta V en mode Flux Continu

Sensibilité : 1500 M/I Molécules CO<sub>2</sub> / masse 44  
(linéarité 0,02 ‰ / nA)  
Gamme de masses 1 – 80 Dalton à 3 kV  
Résolution 110m/ Δ m (10 % valley)  
Stabilité < 10 ppm  
Facteur H<sub>3</sub>+ < 10 ppm / nA  
Stabilité du facteur H<sub>3</sub>+ < 0,03 ppm / nA / h  
Niveau de bruit < 50 dB(A)  
Précision externe (spécifications) : <0,15 ‰ (CO<sub>2</sub>) ;  
<0,20 ‰ (N<sub>2</sub>)

Comme sur tout spectromètre de masse, les mesures sont faites sur des gaz. La plupart des échantillons étant des solides ou des molécules dissoutes, des équipements périphériques sont nécessaires pour les transformer en gaz : analyseur élémentaire ou à pyrolyse, CPG etc...

Le Delta V peut être connecté simultanément à une grande variété de périphériques (jusqu'à 3 périphériques et 5 gaz de référence simultanément) par l'interface universelle **ConFlo IV**. Cette dernière permet de contrôler facilement la dilution des gaz de référence, et associée à l'option Smart-EA, de détecter et d'ajuster automatiquement au même niveau les gaz des échantillons et les gaz de référence.



## Spectromètre de rapports isotopiques (IRMS) Delta V Plus

Le **Delta V Plus** (Thermo Scientific, Brême, Allemagne) a été acquis sur des crédits FEDER/CPER Poitou-Charentes 2007-2013 et doit être installé en mars-avril 2013. Il est équipé d'un triple collecteur universel (N<sub>2</sub>, CO, NO, O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>O et SO<sub>2</sub>).



UE/EU - FEDER/ERDF



### Caractéristiques du Delta V Plus en mode Flux Continu

Sensibilité : 1100 M/l Molécules CO<sub>2</sub> / masse 44  
(linéarité 0,02 ‰ / nA)  
Gamme de masses 1 – 96 Dalton à 3 kV  
Résolution 110m/ Δ m (10 % valley)  
Stabilité < 10 ppm  
Niveau de bruit < 50 dB(A)  
Précision externe (spécifications) : <0,15 ‰ (CO<sub>2</sub>) ;  
<0,20 ‰ (N<sub>2</sub>)

Le Delta V plus est connecté aux périphériques par une interface universelle **ConFlo IV**.

### Périphériques :

- **L'Analyseur Élémentaire Flash EA 1112** (Thermo Scientific, Milan, Italie) permet la combustion complète d'échantillons sous forme de poudre (placée dans des capsules d'étain ou d'argent) et la mesure précise des gaz produits, avant leur introduction dans le spectromètre de masse pour la mesure des isotopes de C, N et S.

La mesure des isotopes C et N est faite sur le même échantillon, le soufre est analysé à part et nécessite un changement des réacteurs et de la colonne CPG de l'analyseur.

Cet analyseur est couplé à l'IRMS Delta V Advantage.

Le passeur d'échantillons et l'accessoire NoBlank d'origine ont été remplacés en octobre 2009 par un passeur d'échantillons Zero Blank (Costech, Milan, Italie) sur lequel peuvent être installés soit un plateau à 50 positions (servant essentiellement pour les échantillons de sédiments ou sur filtres) soit un plateau à 100 positions (pour les tissus végétaux ou animaux).

Les échantillons sont analysés en même temps que des standards (2 tous les 20 échantillons) et chaque série est précédée de l'analyse de 3 blancs.



L'analyseur élémentaire est équipé de l'option SmartEA qui, en conjugaison avec l'interface ConFlo IV, permet la dilution automatique des gaz échantillons pour les ajuster au niveau des gaz de référence, pour chaque élément. Une gamme de poids assez large peut être analysée grâce à la dilution automatique, mais un minimum de 10 µg de C et de N est nécessaire pour avoir une bonne précision.

Compte tenu des temps nécessaires à la mise en œuvre (changement d'insert, mise en place des échantillons, purge à l'hélium, tests de stabilité), de 65 à 120 échantillons par jour peuvent être analysés (C & N) en fonction de leur type et du plateau utilisé.

La précision obtenue sur l'acétanilide est sur le long terme de 0,04 ‰ pour C et de 0,07 ‰ pour N.

- **L'Analyseur Élémentaire Flash EA 2000** (Thermo Scientific, Milan, Italie) a les mêmes caractéristiques que le Flash EA 1112. Il est aussi équipé d'un passeur ZeroBlank Costech et d'une option SmartEA, et il est couplé à l'IRMS Delta V Plus.



- Le système **GC-Isolink** couple une **CPG TRACE Ultra™** au DELTA V pour la détermination des rapports isotopiques (C, N) de composés biochimiques spécifiques dans des mélanges complexes. Il est actuellement utilisé pour des analyses d'acides gras.



- une **ligne de préparation manuelle de carbonates** couplée au Delta V permet la détermination des isotopes (C, O) sur des microéchantillons (10-300 µg) de carbonates. Elle est composée d'un réacteur, d'une ligne de piégeage des gaz, d'une vanne d'introduction, d'une colonne Poraplot Q Varian, et d'un système de vide élevé TPS-Compact Varian.

La précision obtenue est sur les standards < 0,1 ‰ pour le carbone et de 0,1 ‰ pour l'oxygène.

- **L'analyseur thermo-chimique TC/EA** Thermo Scientific (installation fin 2010) est destiné à la mesure des isotopes de l'oxygène et de l'hydrogène de l'eau, des substances organiques et de certains nutriments (nitrates, sulfates, phosphates).

La précision est de 2 ‰ pour H/D et 0,2 ‰ pour l'oxygène sur l'eau et de 3 ‰ pour H/D et 0,4 ‰ pour l'oxygène sur les autres matrices.



### Environnement analytique :

La pièce B106/107 est climatisée par un groupe Daikin 10 KW réglé pour maintenir une température de  $22 \pm 1^\circ \text{C}$ .

L'alimentation centralisée en air comprimé (7 bars) est doublée d'un compresseur type JF-Air.

Chaque spectromètre et ses périphériques sont protégés des coupures de courant par des alimentations ininterrompibles de 10 KW permettant d'assurer une autonomie d'environ 15 minutes.

## 2. Préparation des échantillons

- **Lyophilisateur Christ Alpha 1-4** (salle B109): pour sécher les échantillons avant broyage. Pour une meilleure efficacité du broyeur à billes, les échantillons sont ensuite placés une nuit dans un dessiccateur sur  $\text{P}_2\text{O}_5$  sous vide afin d'obtenir un séchage maximal.

- **Vibrobroyeur à billes Retsch MM400** (salle B111): les échantillons pour l'analyse isotopique doivent être réduits en poudre très fine (de granulométrie proche de la farine) afin de faciliter leur combustion et d'avoir une meilleure représentativité de l'aliquote analysée par rapport à l'échantillon total.

Le broyage est généralement très rapide (1 à 3 minutes).

Différents bols de broyage sont disponibles : 10 et 25 ml en inox, 35 ml en zirconium, ainsi que des supports pour 20 microtubes 2 ml.



- **Agitateurs rotatifs (x2)** pour la délipidation de 2 x 20 échantillons (salle B108)



- **Centrifugeuse Jouan / Thermo CR4i** (salle B109) pour les centrifugations réalisées pendant la délipidation

- **Bains à sec** (Salle B108) pour le séchage des échantillons délipidés (a) et l'évaporation de l'HCl après décarbonatation (b). Ce dernier est équipé d'une rampe d'injection d'air filtré qui permet d'accélérer le séchage.



- **Microbalance Sartorius ME5** (salle B107) : dédiée spécifiquement à la pesée des échantillons pour analyses isotopiques, sa précision est de  $\pm 1 \mu\text{g}$ .



- **Ionisateur AD-1683** (A & D Company) (salle B107) : Cet appareil permet d'éliminer l'électricité statique et facilite la pesée de certains échantillons. Il suffit de passer le tube contenant l'échantillon pendant environ 15 secondes dans une zone comprise entre 10 et 30 cm de l'appareil pour réaliser l'opération.



- **Étuves ventilées Froilabo** (x2) (salle B111): la petite (50 L) est spécifiquement destinée au séchage des accessoires du broyeur, la grande (240 L) au séchage de la verrerie ordinaire.

**Ces étuves ne doivent pas être utilisées pour sécher des échantillons.**



- **Étuve non ventilée Memmert** (Salle B111) :

Cette étuve est spécifiquement dédiée au séchage d'échantillons (particulièrement à l'évaporation de l'alcool d'échantillons conservés ainsi).

