



Les plateaux techniques d'UPPA Tech

I³ Imagerie, Isotopie, Inorganique

Importance des éléments traces et des isotopes
dans l'industrie et la recherche

29 avril 2021



PROGRAMME DU WEBINAIRE

NanoSIMS: Imagerie chimique à l'échelle nanométrique.
Technique et applications en biologie et toxicologie. - Dirk Schaumlöffel

Nanobjets, nanoparticules, nanofibres : déterminer leurs caractéristiques et leurs propriétés - Gaëtane Lespes

Traçabilités isotopiques et élémentaires par ablation laser.
De la lutte contre la contrefaçon à l'archéologie - Christophe Pécheyran & Fanny Claverie.
(présentation non disponible dans ce document, voir le site internet <https://uppatech.univ-pau.fr/fr/plateaux/i-imagerie-isotopique-inorganique.html> pour des informations sur les applications)

Suivi isotopique de composés d'intérêt (carbone, hydrogène, azote, soufre,...) pour les sciences environnementales. - Marie Larregieu



Présentation d'UPPA Tech

Centre de services instrumental de l'UPPA

Objectifs :

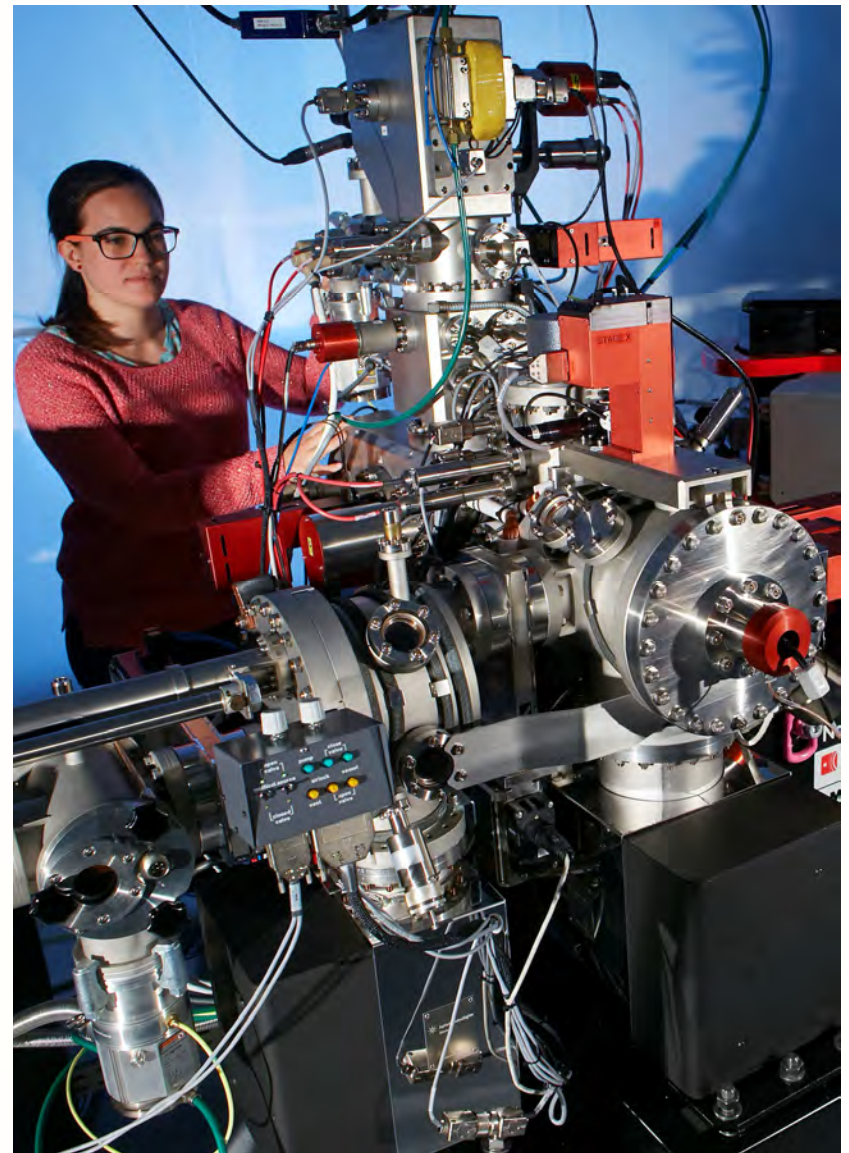
- Regrouper et coordonner la puissance instrumentale de l'UPPA
- Participer au déploiement de la politique de Recherche de l'UPPA via ses moyens expérimentaux et compétences associées

Action du projet **I-SITE E2S (Energy and Environment solutions)**

Création 2018

Effectif :

26 personnes dont 22 déployées sur les plateaux (support E2S)



Les 5 ambitions d'UPPA Tech :

1. **Professionaliser et harmoniser** les pratiques en respectant les spécificités intrinsèques des ressources expérimentales
2. **Offrir des moyens expérimentaux de pointe**, maintenus et opérés par des personnels techniques de haut niveau pour une recherche d'excellence, aux chercheurs de l'UPPA, aux organismes de recherche extérieurs nationaux et internationaux ainsi qu'aux entreprises et centres R&D privés
3. **Développer les partenariats** autour des équipements pour l'innovation, **mettre en commun les moyens expérimentaux** des plateaux composant UPPA Tech avec ceux des centres de R&D privés pour afficher une puissance instrumentale plus large, complémentaire et accessible aussi pour les ETI-PME
4. Intégrer l'offre UPPA Tech dans des **réseaux nationaux et européens** de grands instruments pour un rayonnement et une attractivité accrus
5. **Développer la formation initiale**, tout au long de la vie et personnalisée au sein des plateaux en lien avec les besoins socio-économiques



Les 3 missions d'UPPA Tech :

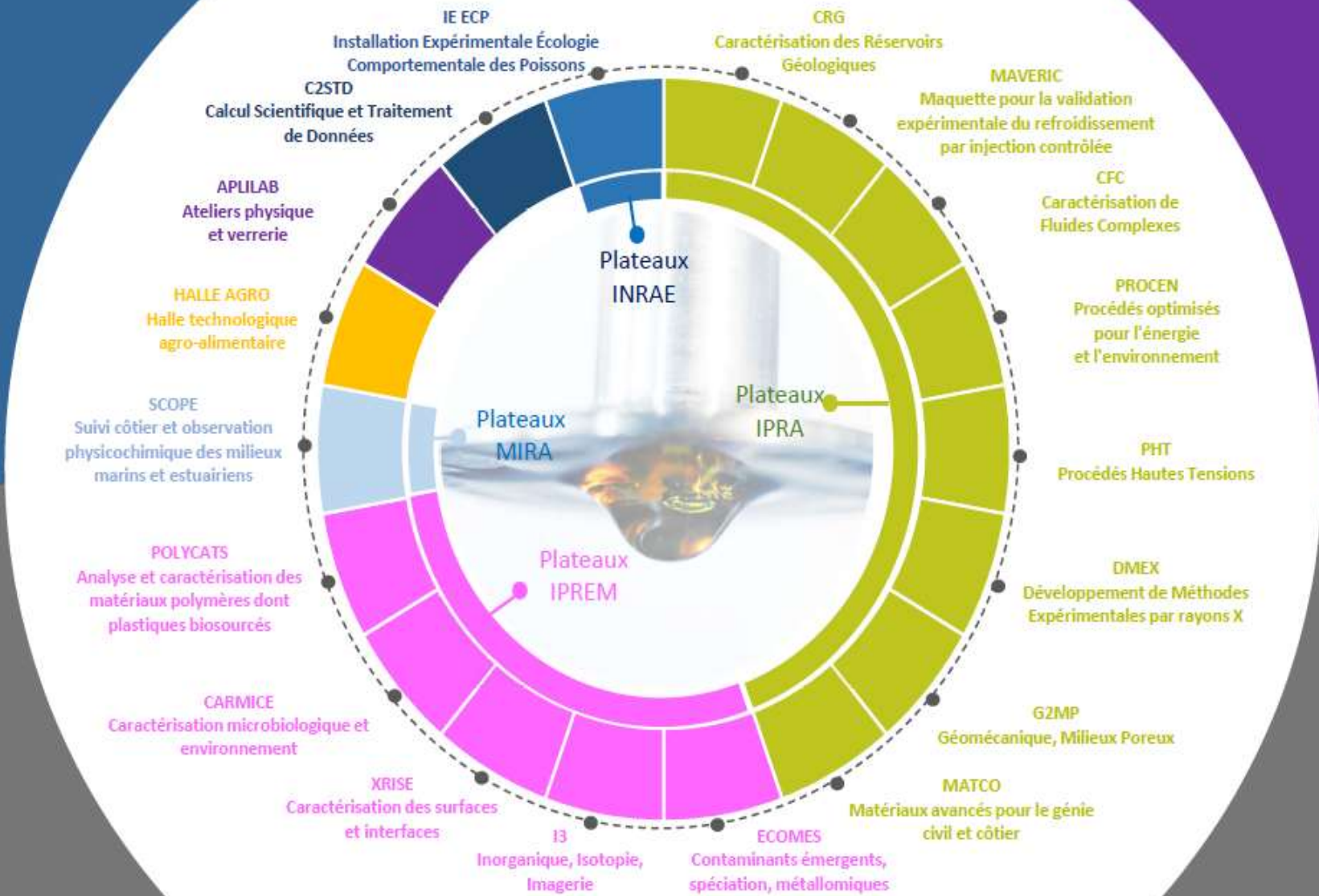
1. GESTION ET PILOTAGE FINANCIER
2. PROMOTION ET VALORISATION
3. APPUI & ACCOMPAGNEMENT (gestion des équipements, coordination des demandes d'équipements, ressources humaines, formations)

Objectif : certification ISO 9001 en 2021



ENVIRONNEMENT
ET GÉOSCIENCES

ÉNERGIE
ET PROCÉDÉS



MATÉRIAUX
ET BIOMIMÉTISME

AGRO-ALIMENTAIRE
ET SANTÉ

Pour plus d'informations :

Contact : Hervé GARRAUD

uppatech@univ-pau.fr

<https://uppatech.univ-pau.fr>



Pour les entreprises du territoire :



<https://www.univ-pau.fr/cepya>

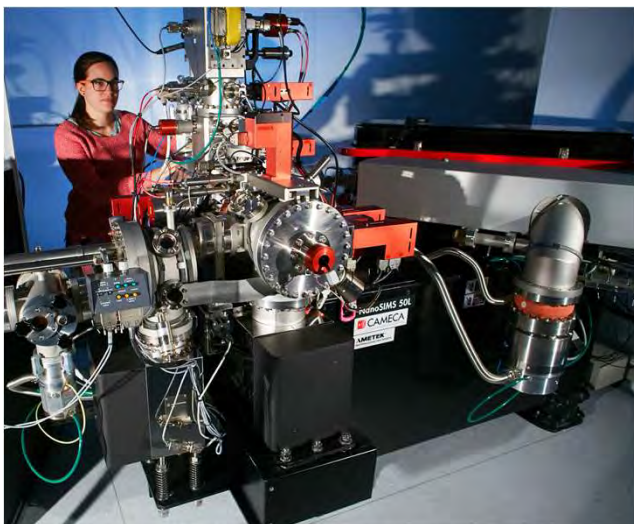
Club d'Entreprises a pour objectif de faciliter l'accès aux services et compétences de l'Université de Pau et des Pays de l'Adour.

NanoSIMS: Imagerie chimique à l'échelle nanométrique. Technique et applications en biologie et toxicologie

Dirk Schaumlöffel et Maria Angels Subirana

Université de Pau et des Pays de l'Adour / CNRS

Institut des Sciences Analytiques et de Physico-Chimie
pour l'Environnement et les Matériaux (IPREM), UMR 5254, Pau, France



Les Webinaires d'UPPA Tech

Le plateau technique I³ : Importance des éléments traces et des isotopes dans l'industrie et la recherche

Jeudi, 29 avril 2021

Chemical imaging

How to obtain element (or molecule) specific signals in each pixel of an image?

Interest:

The determination of the spatial element/isotope distribution in a sample has important applications in many scientific fields:

material sciences,
geology/geochemistry,
environment,
biology
and medicine ...

Fine layers in catalysts, batteries

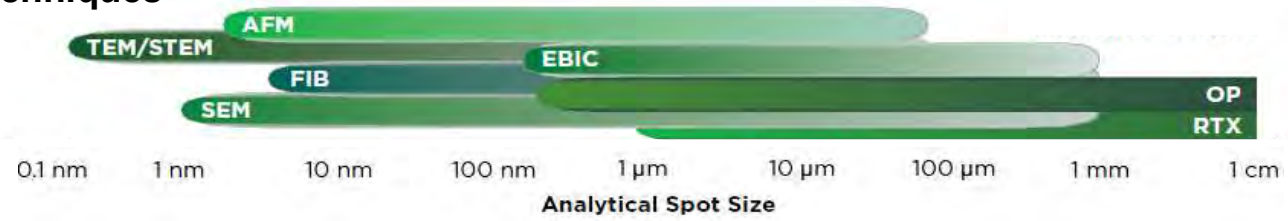
Isotope distribution, age dating

Contaminants in organisms

Essential and toxic elements in cells

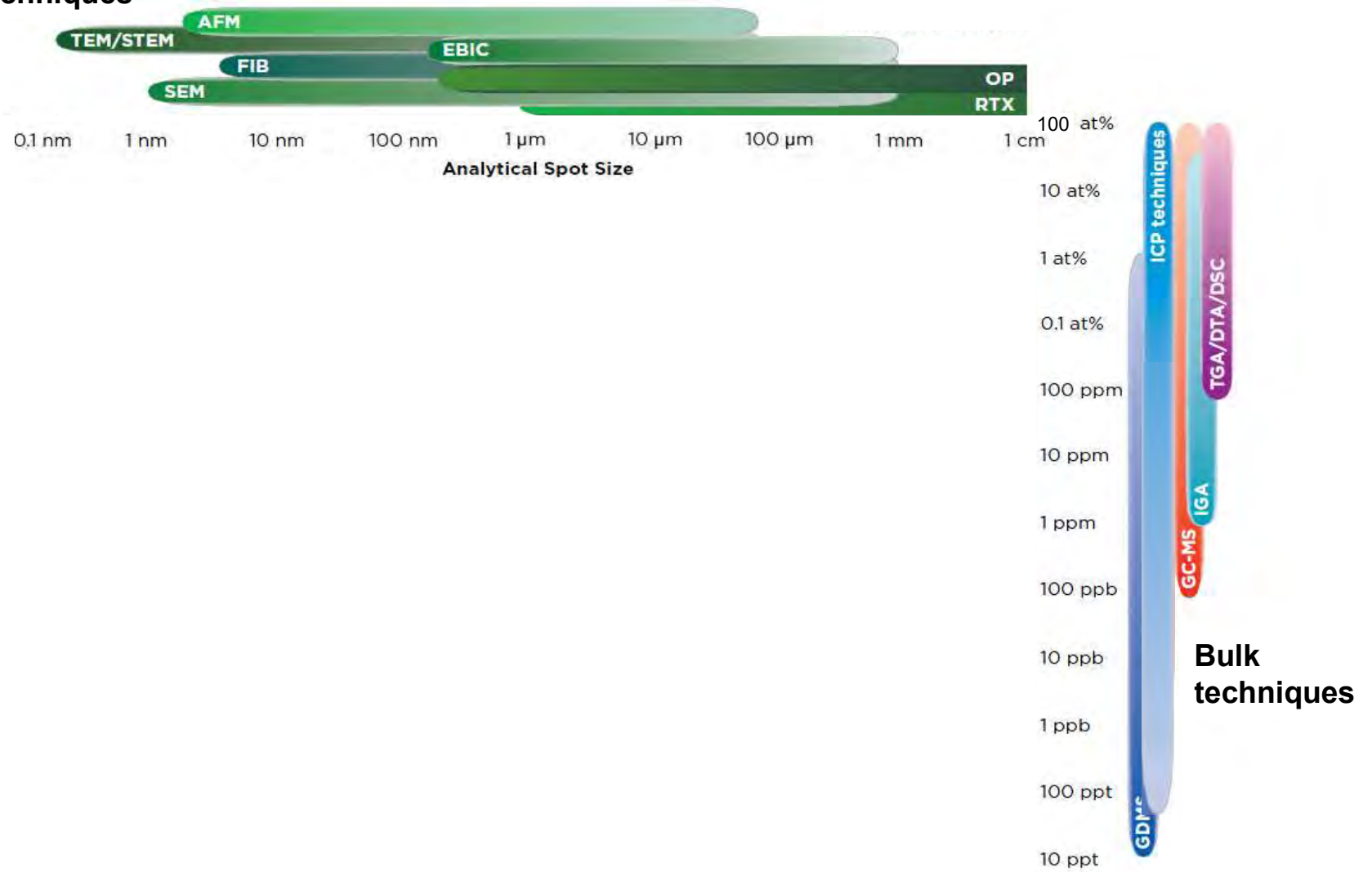
Combining microscopy/imaging with ...

Imaging techniques



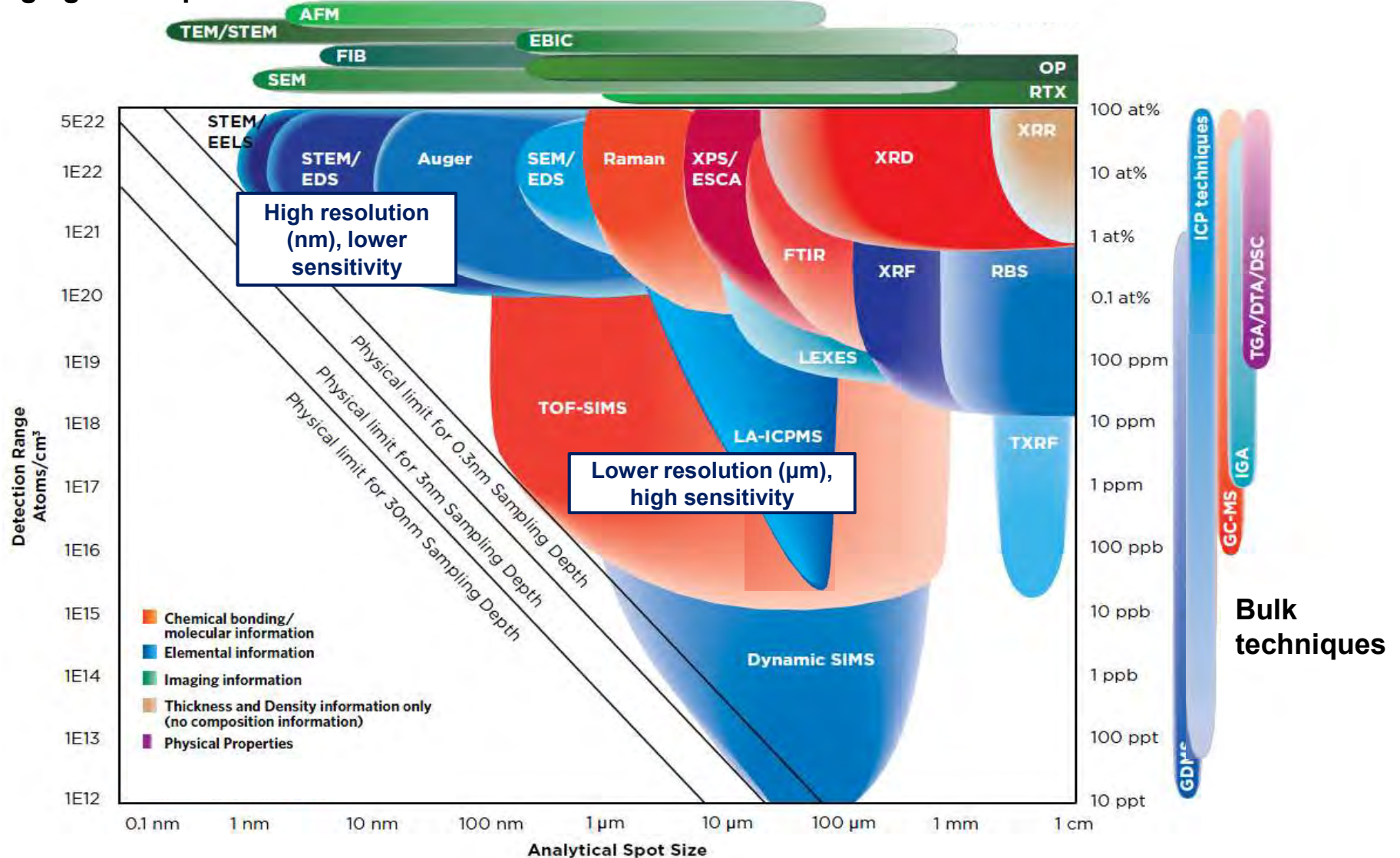
Combining microscopy/imaging with element/molecule specific techniques

Imaging techniques



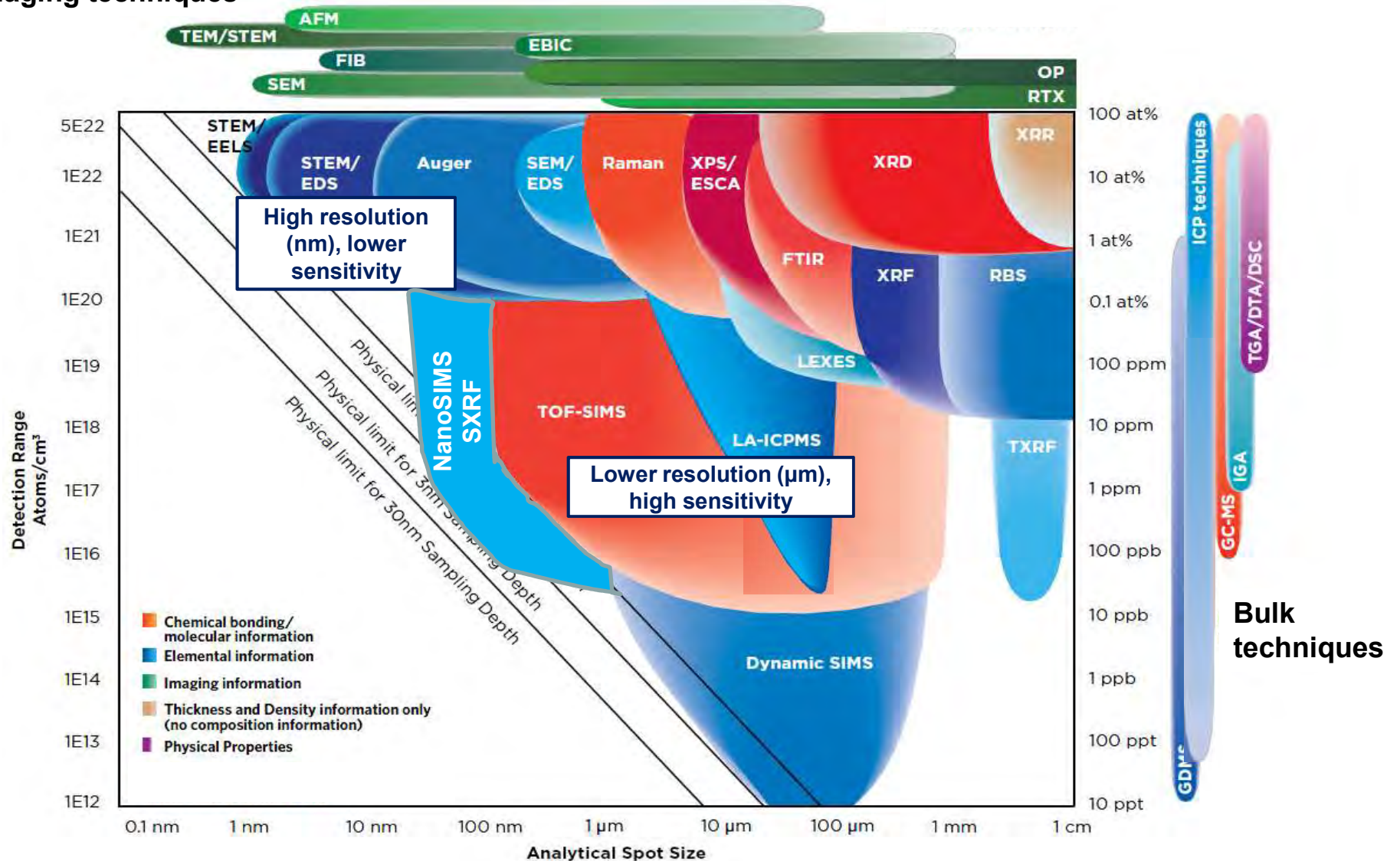
Combining microscopy/imaging with element/molecule specific techniques

Imaging techniques

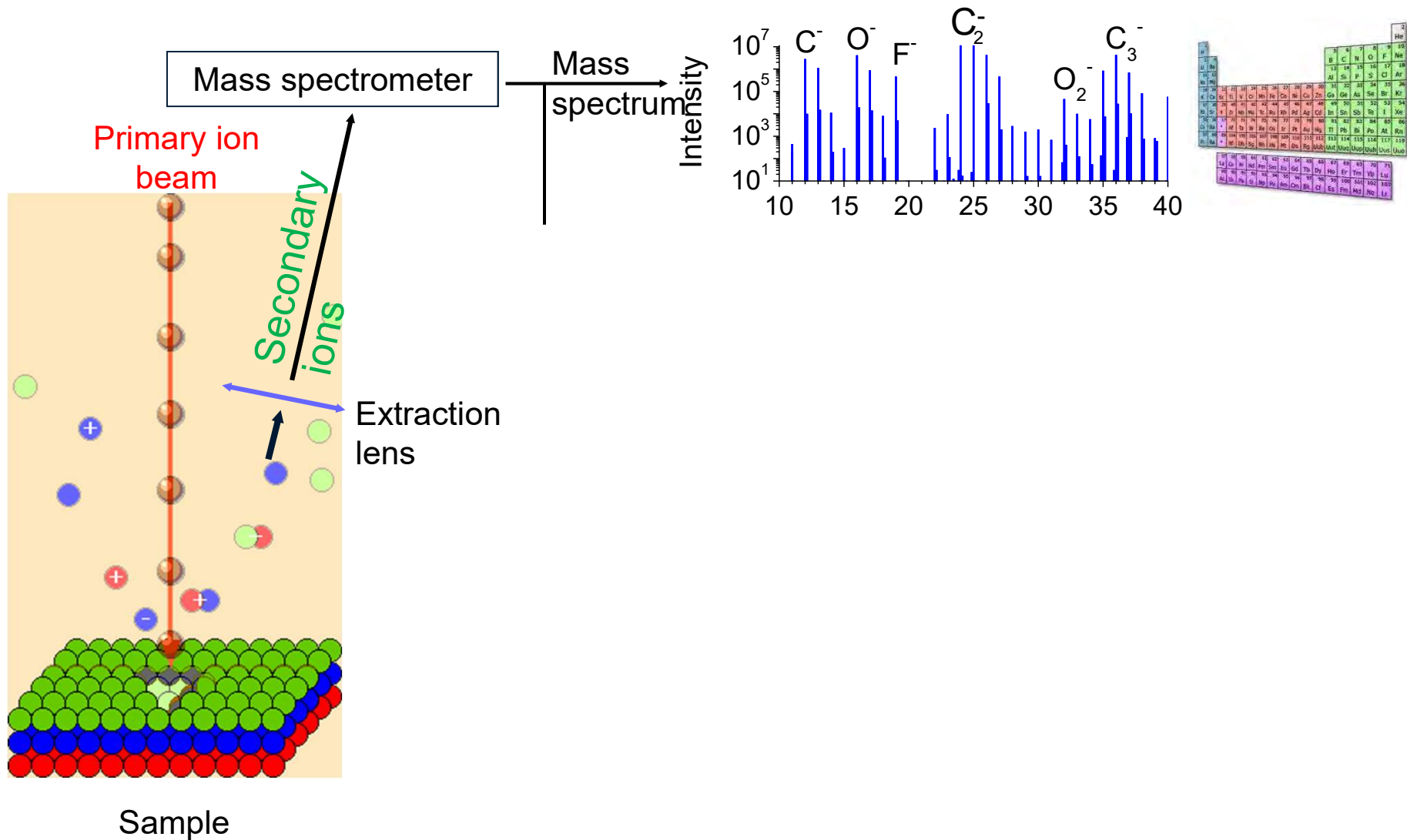


Combining microscopy/imaging with element/molecule specific techniques

Imaging techniques



SIMS : Secondary Ion Mass Spectrometry



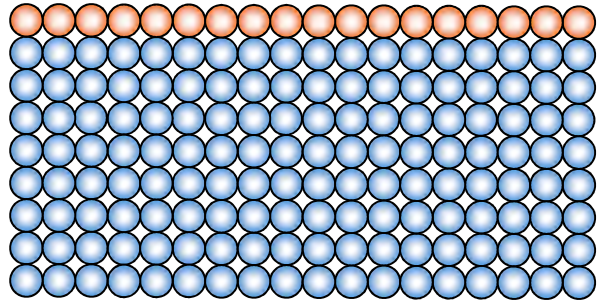
Dynamic SIMS: High energy, high density primary ion beam (e.g. NanoSIMS)

Static SIMS: Low energy, pulsed primary ion beam (TOF-SIMS)

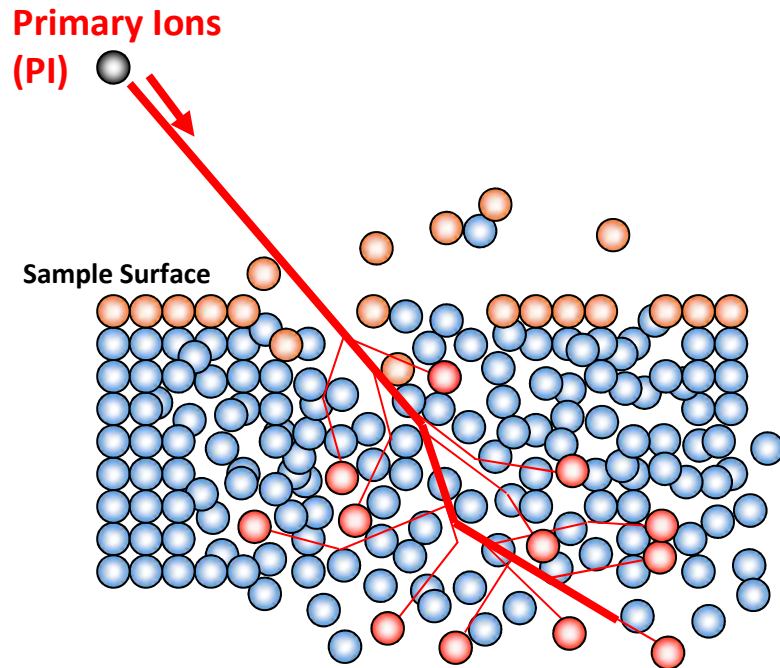
Ionization process in dynamic SIMS

- Samples analyzed under **ultra high vacuum (UHV)**

Sample Surface

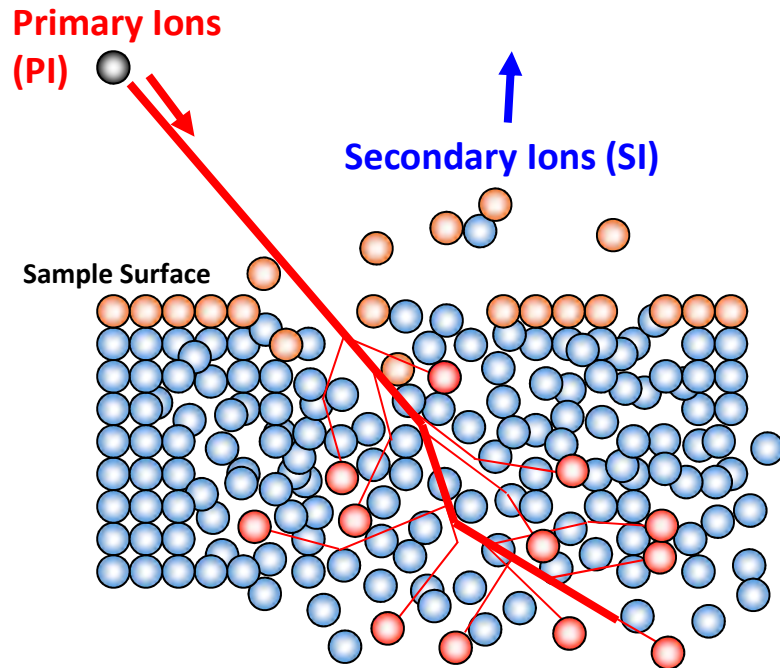


Ionization process in dynamic SIMS



- Samples analyzed under **ultra high vacuum** (UHV)
- **Bombardment** by focused **Primary Ions (PI)**:
 - **Collision cascade** (10-20nm depth) with simultaneous Implantation and Sputtering.
- **All molecules are broken**, single atoms and clusters are ejected.

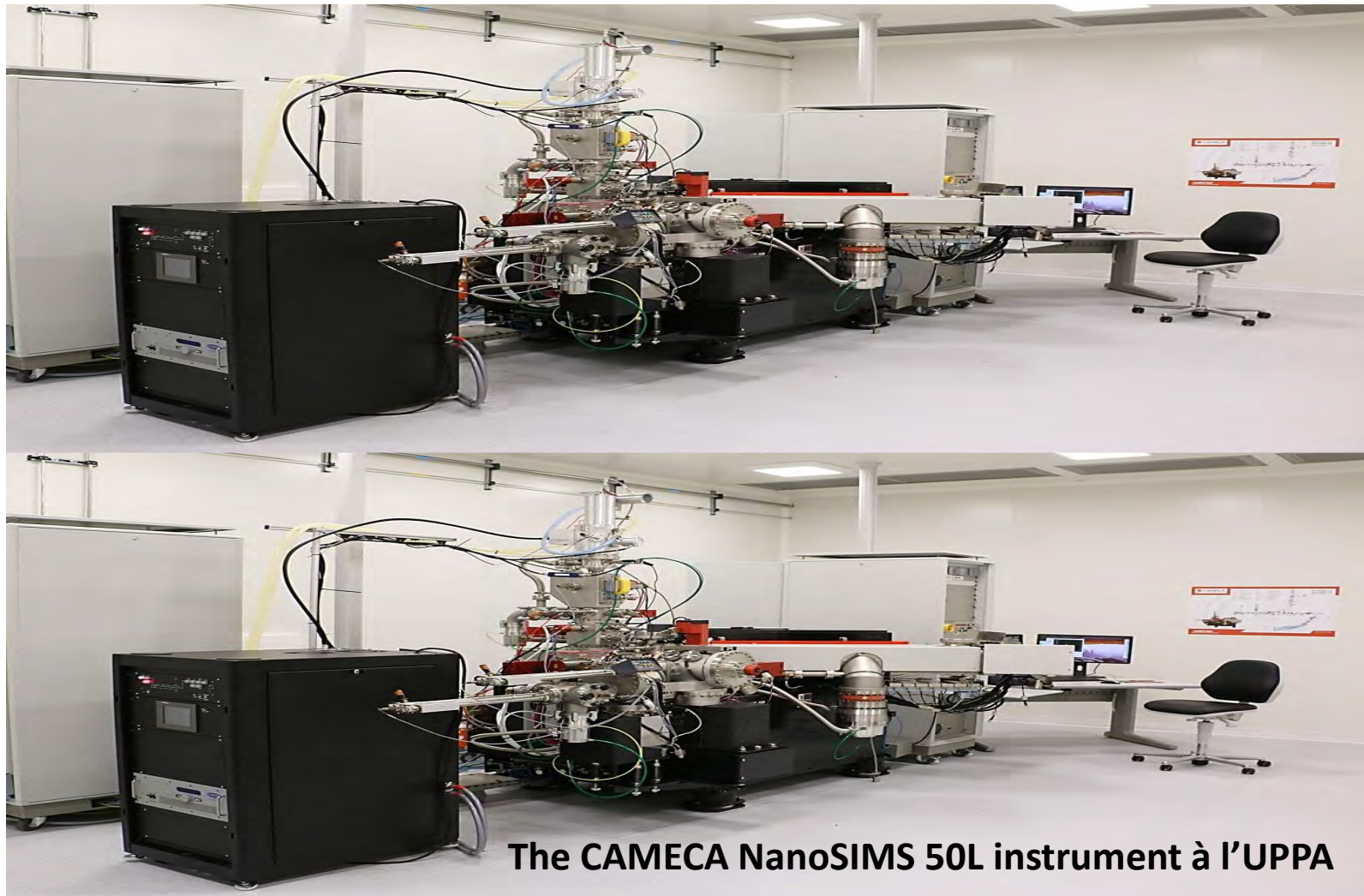
Ionization process in dynamic SIMS



- Samples analyzed under **ultra high vacuum (UHV)**
- **Bombardment** by focused **Primary Ions (PI)**:
 - **Collision cascade** (10-20nm depth) with simultaneous Implantation and Sputtering.
- **All molecules are broken**, single atoms and clusters are ejected.
- A **small fraction is ionized** (+ or - charge):
Secondary Ions (SI) available for **Mass Spectrometry**.

Consequences for analysis: samples must be stable in ultra high vacuum and flat!

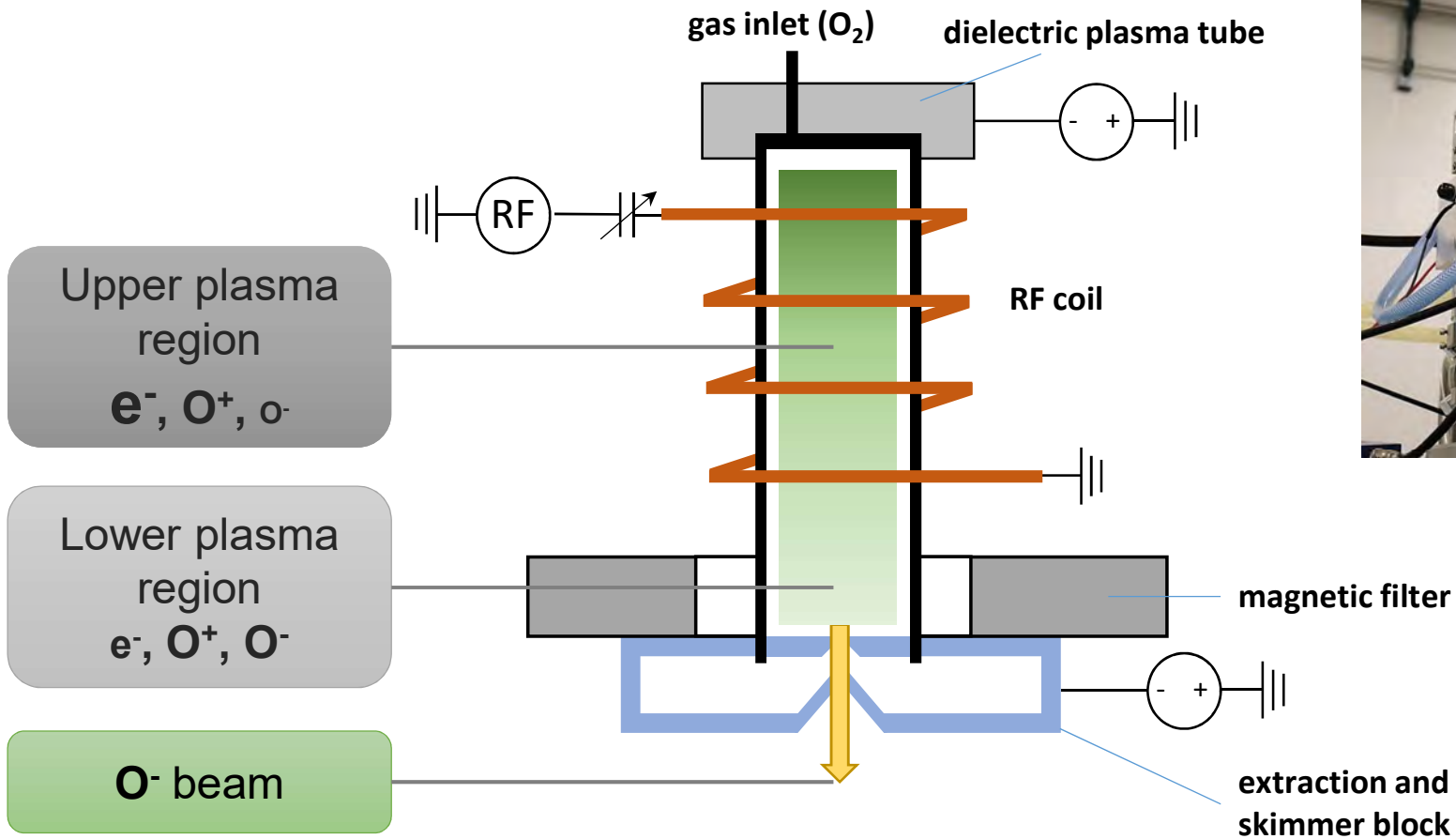
Nano Secondary Ion Mass Spectrometry (NanoSIMS)



The CAMECA NanoSIMS 50L instrument à l'UPPA

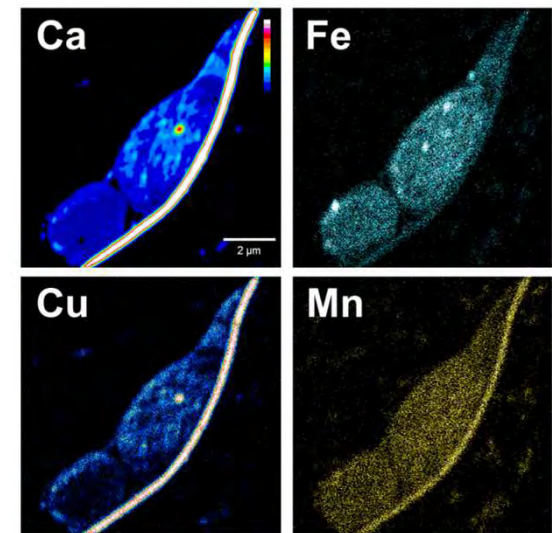
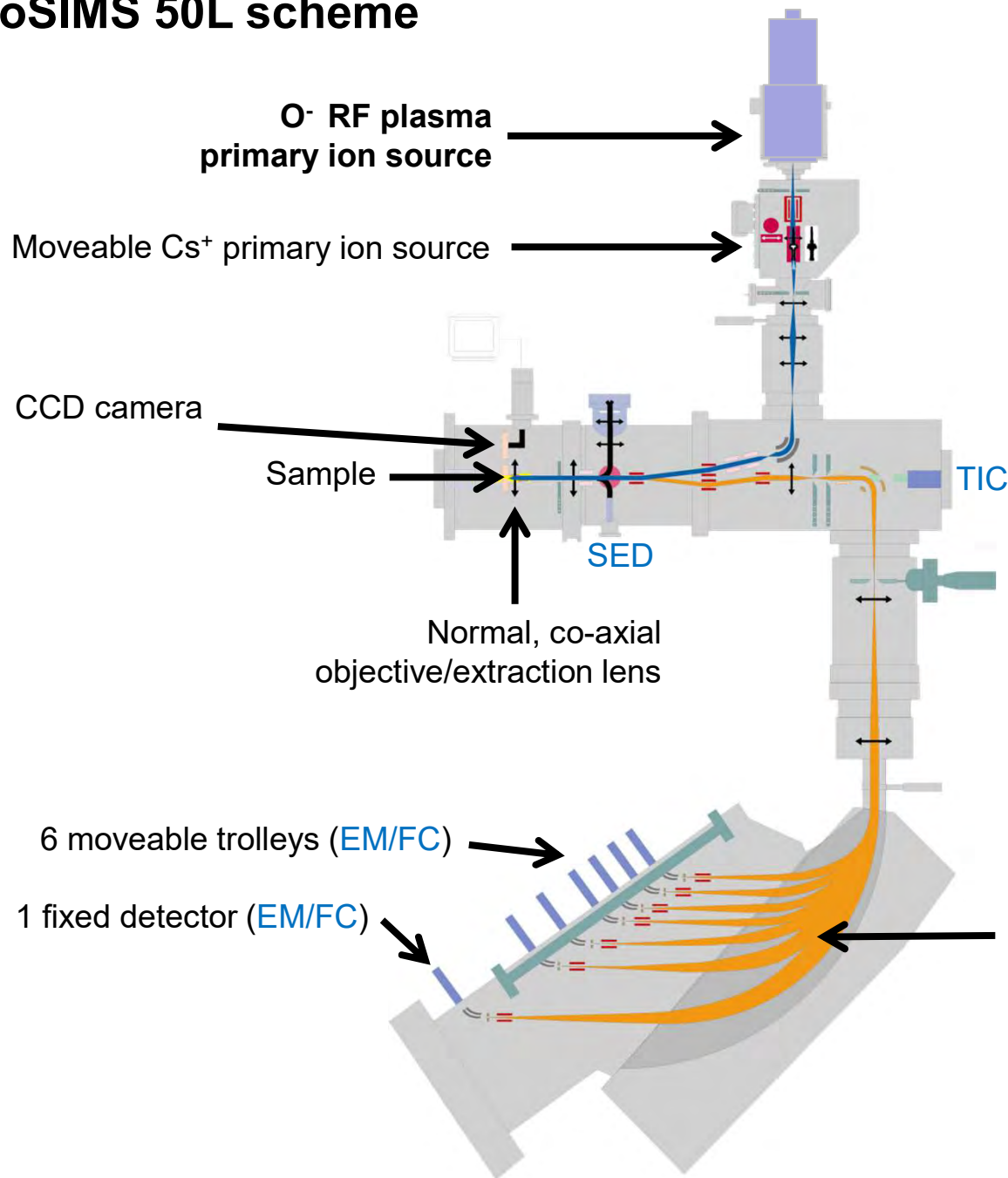
- High lateral resolution: 50nm in Cs⁺, 40nm in O⁻
- High Sensitivity together with High Mass Resolution and small spot size
- Parallel Detection: 7 masses

New O⁻ RF plasma primary ion source on NanoSIMS



- **Higher beam density** = better sensitivity for (trace) metals (Ca, Fe, Cu, Mn....)
- **Higher lateral resolution : 40 nm**
= sharper images enabling the observation of smaller details
- **Long term stability** – less maintenance

NanoSIMS 50L scheme



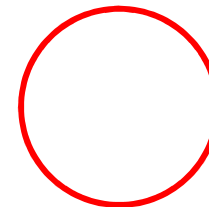
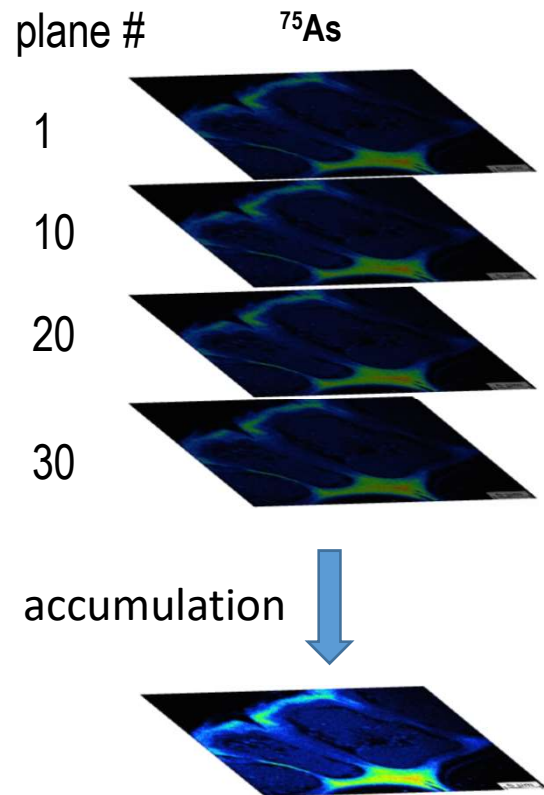
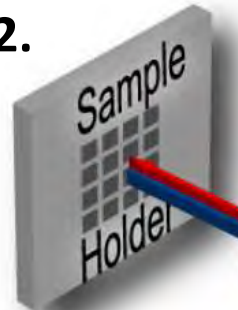
Essential trace metals in a chloroplast (*A. thaliana*)

The NanoSIMS: a scanning Ion Microprobe with a multicollection mass spectrometer

1. Observation with CCD camera



2.



Primary Ion Beam - Secondary Ion Yields

H																		He
Li	Be											B	C	N	O	F		Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl		Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br		Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I		Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At		Rn
Fr	Ra	Ac																

O⁻ primary ions
 positive secondary ions

Cs⁺ primary ions
 negative secondary ions

Cs⁺ primary ion source

Classic NanoSIMS applications :

C, N (via CN⁻), **O, S, P, Se** and their stable isotopes for tracer studies.

O⁻ primary ion source

Detection of metals :

Ca, Mg, Al, Mn, Cr, Cu, Fe, Ni ...

Characteristics of NanoSIMS



- **Allmost all Elements** (from H, D, T,... up to Pu), but with different sensitivity (secondary ion yield)
- **High Sensitivity:** down to ppb in spot analysis, ppm in imaging
- **High resolution imaging:** down to **40** nm lateral resolution
- **Isotopic analysis:** e.g. metabolic pathways and activity in biology



- **Quantification difficult:** matrix effects
- **Sample preparation is challenging:** ultra flat samples required, stable in vacuum: polishing for geological or material samples; fixation and dehydration for biological samples

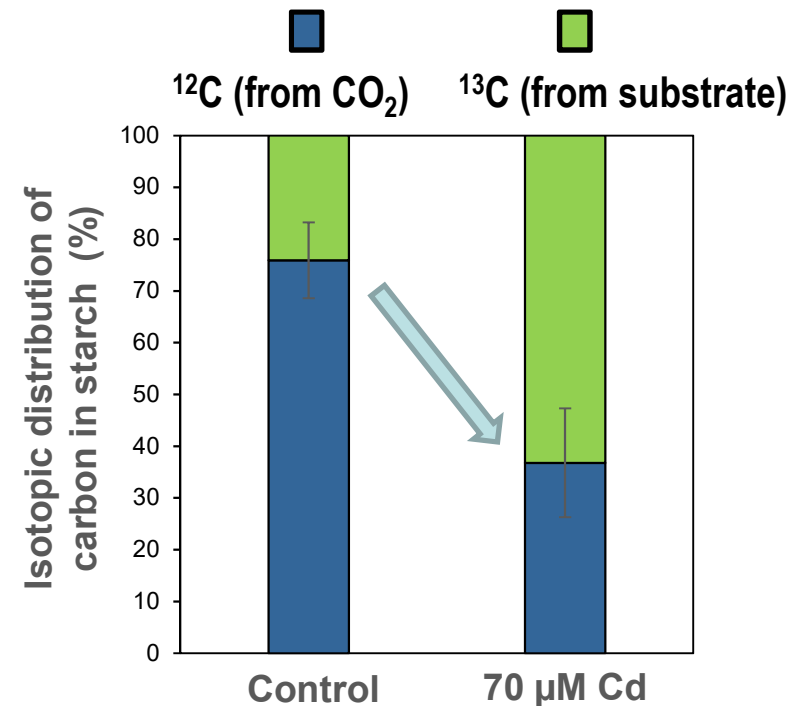
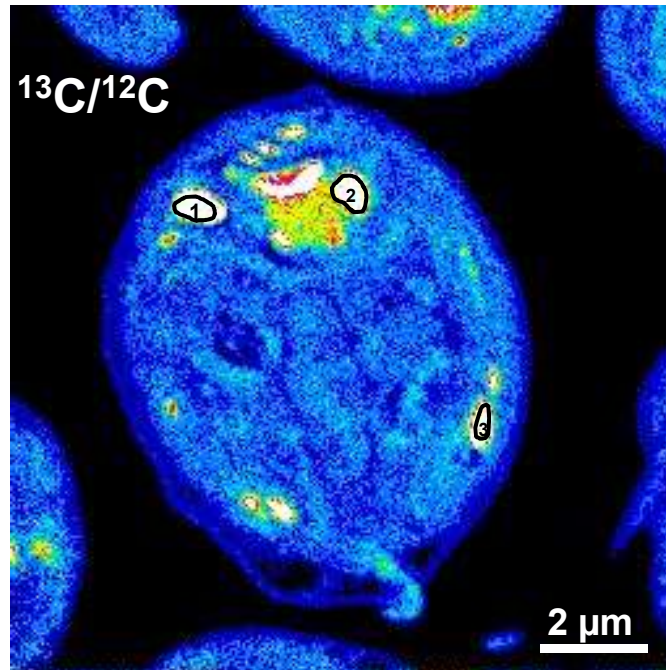
How cadmium in algae alters the carbon cycle

In collaboration with : Florent Penen (PhD thesis), Marie-Pierre Isaure, Julien Malherbe, Hiram Castillo, Etienne Gontier, Philippe Le Coustumer, Dirk Dobritzsch

Exposure of freshwater green algae *Chlamydomonas reinhardtii* to Cadmium (70 μ M, 48h)

- Organic substrate was labelled with ^{13}C to follow metabolic pathways.

Cs^+ source

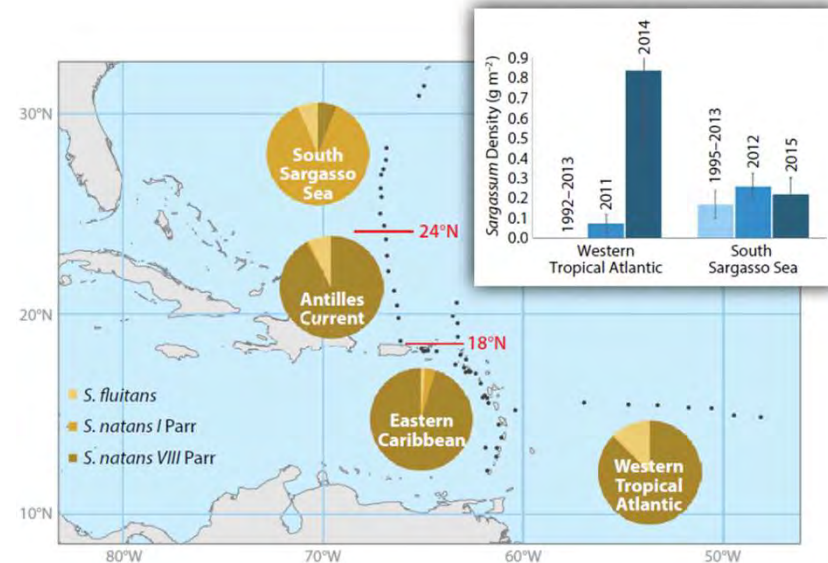


- CO_2 fixation is limited during cadmium exposure
- The alteration of CO_2 fixation by toxic metals could contribute to the unbalance of the biogeochemical carbon cycle

How arsenic accumulates in the brown algae *Sargassum*

In collaboration with : **Christophe Mouvet, Patrick Ollivier et al.**, BRGM, Orléans
Fabienne Séby, Véronique Vacchina, UT2A, Pau
Etienne Gontier, BIC, Bordeaux

ANR project SargAs



Schell, J.M. et al., *Oceanography* 28(3):8-10

Blooming and beaching of the brown algae *Sargassum* at Caribbean beaches, an ecological and economic disaster

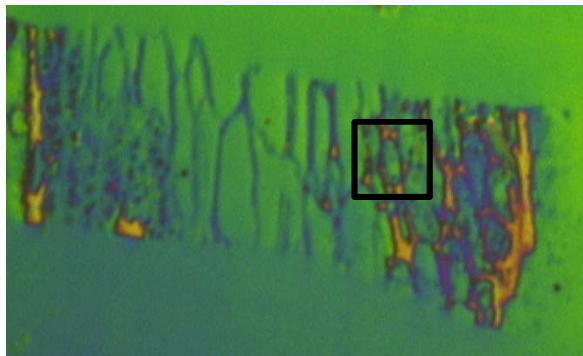
- High arsenic accumulation
 - Investigation of stems and leaves by NanoSIMS
- Samples from Guadeloupe



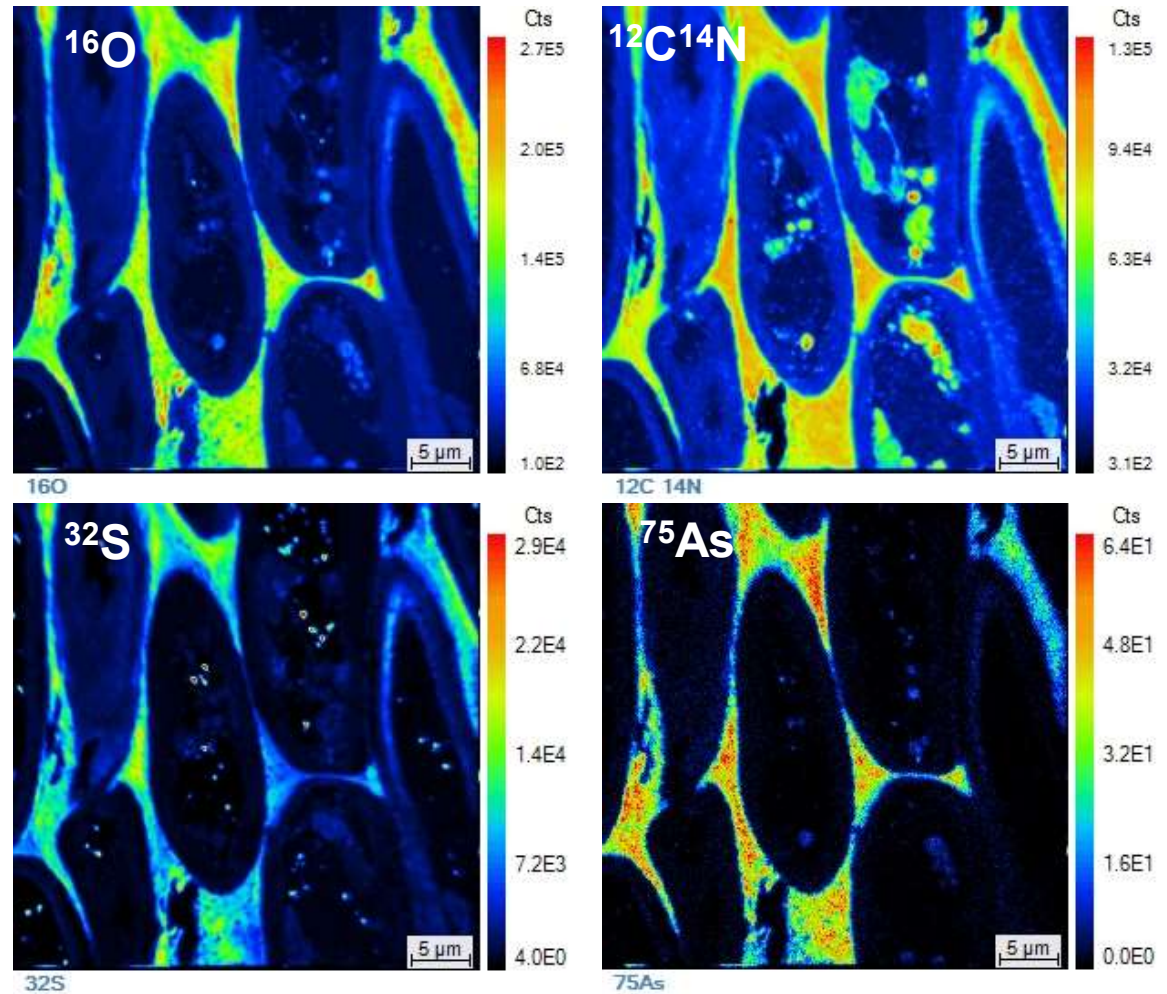
How arsenic accumulates in the brown algae *Sargassum*

NanoSIMS
imaging of a
Sargassum stem

Cs^+ source



CCD camera overview of the sample

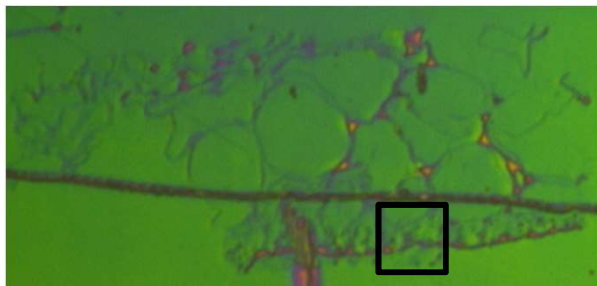


- High arsenic accumulation in cell walls
- Colocalization with oxygen, nitrogen, and sulfur

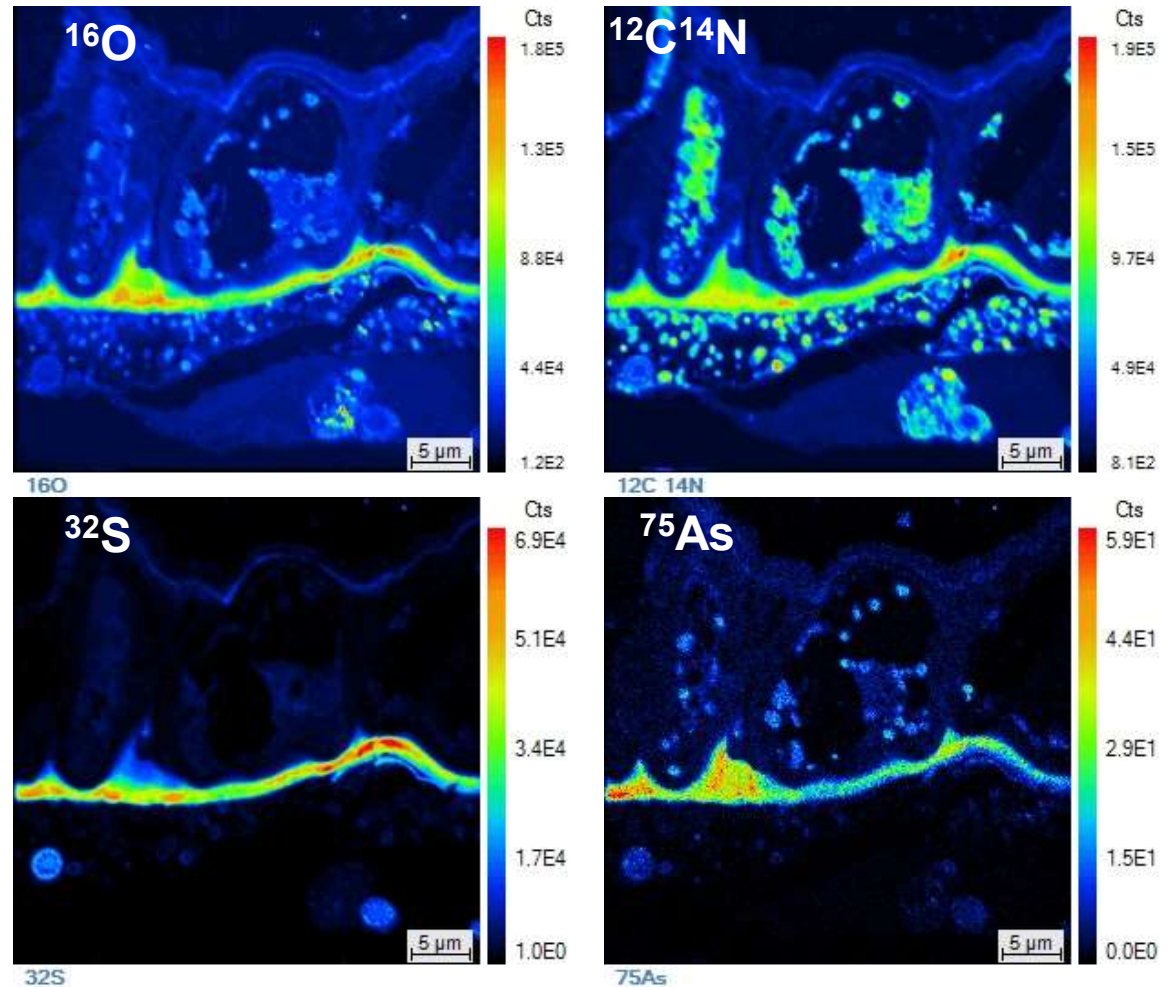
How arsenic accumulates in the brown algae *Sargassum*

NanoSIMS
imaging of a
Sargassum leaf

Cs⁺ source



CCD camera overview of the sample



- High arsenic accumulation in cell walls, especially in the epidermis
- Colocalization with oxygen, nitrogen, and sulfur

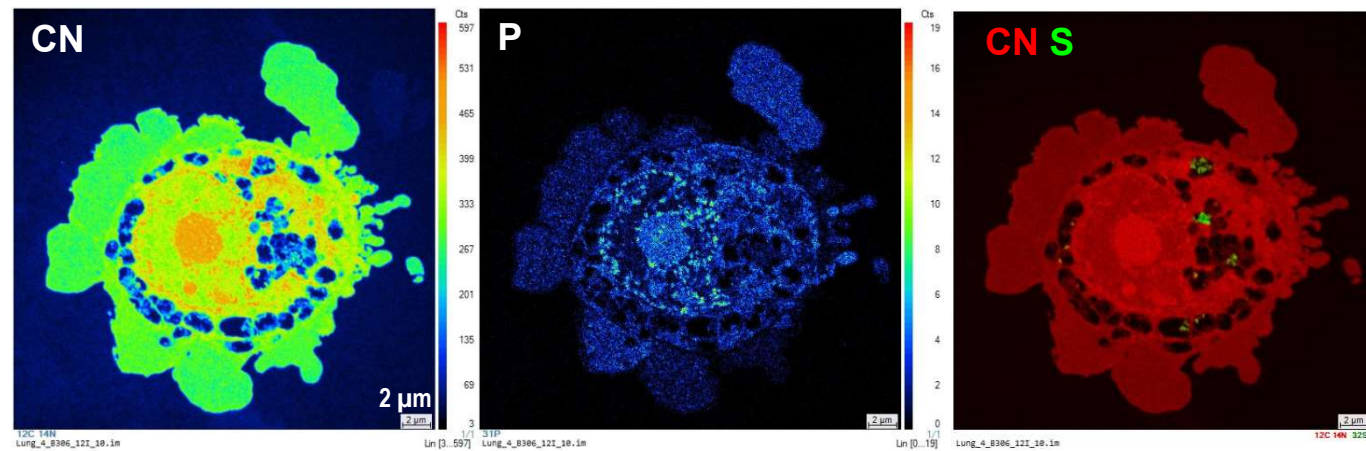
How nanoparticles accumulate in human lung cells

In collaboration with : **Sarah Thomas, Felix Glahn, Gerd Hause, Martin Herzberg, Dirk Dobritzsch**
Martin-Luther Universität Halle-Wittenberg, Germany

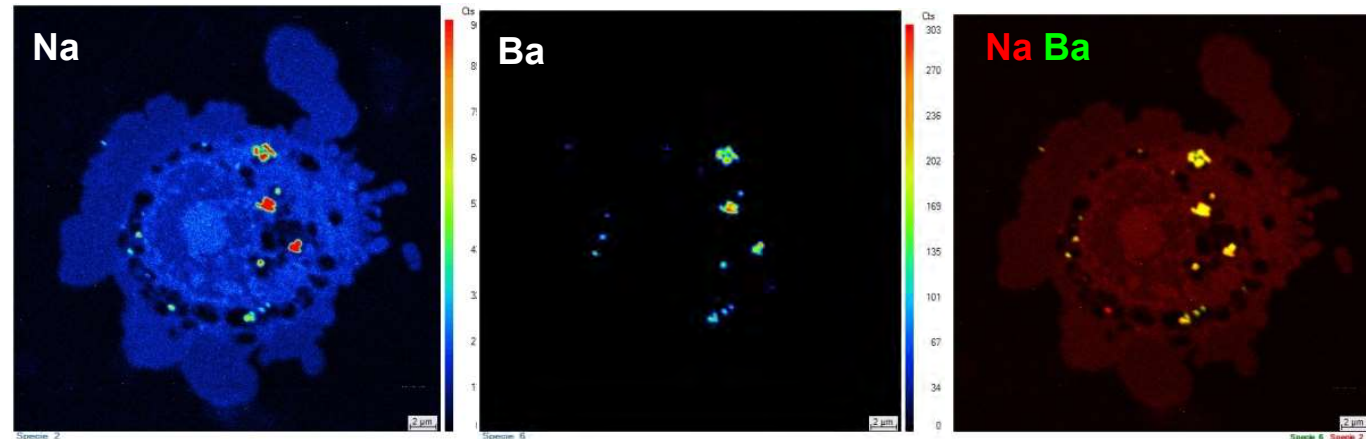
Exposure of cultured normal human bronchial epithelial cells (NHBE) to BaSO₄ nanoparticles

- Human bronchial cells were exposed to 0.1 mg/ml BaSO₄ nanoparticles for 72 hours.

Cs⁺ source



O⁻ source



Images 35 x 35 µm
Acquisition 45 min
512x512 pixel

- Nanoparticles accumulate in the cytosol, but do not enter the cell nucleus

Outlook: Creation of a joint laboratory – ANR LabCom SPECIMAN

Partner : **ANIMINE SAS, Annecy**

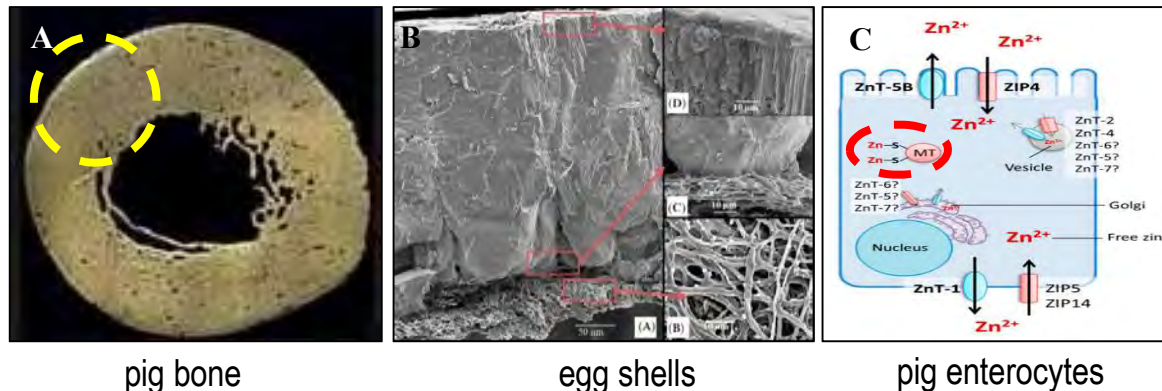
Context: Trace elements (in particular Zn, Cu, Mn) with high added value for animal nutrition are added to feed to meet physiological needs and / or to improve the digestive health of farm animals



Objective: Better characterize the physicochemical properties of Animine's innovative products and their bioavailability in order to refine the recommendations for inclusion and to reduce their concentration in animal faeces

Examples of futurs applications of NanoSIMS elemental imaging

- Incorporation of different sources of manganese in laying hen egg shells
- Incorporation of different sources of zinc in pig bone, interaction with manganese and calcium
- Spatial distribution of zinc and copper in pig enterocytes supplemented with zinc and copper



pig bone

egg shells

pig enterocytes

Thank you for your attention



« Nano caractérisation »

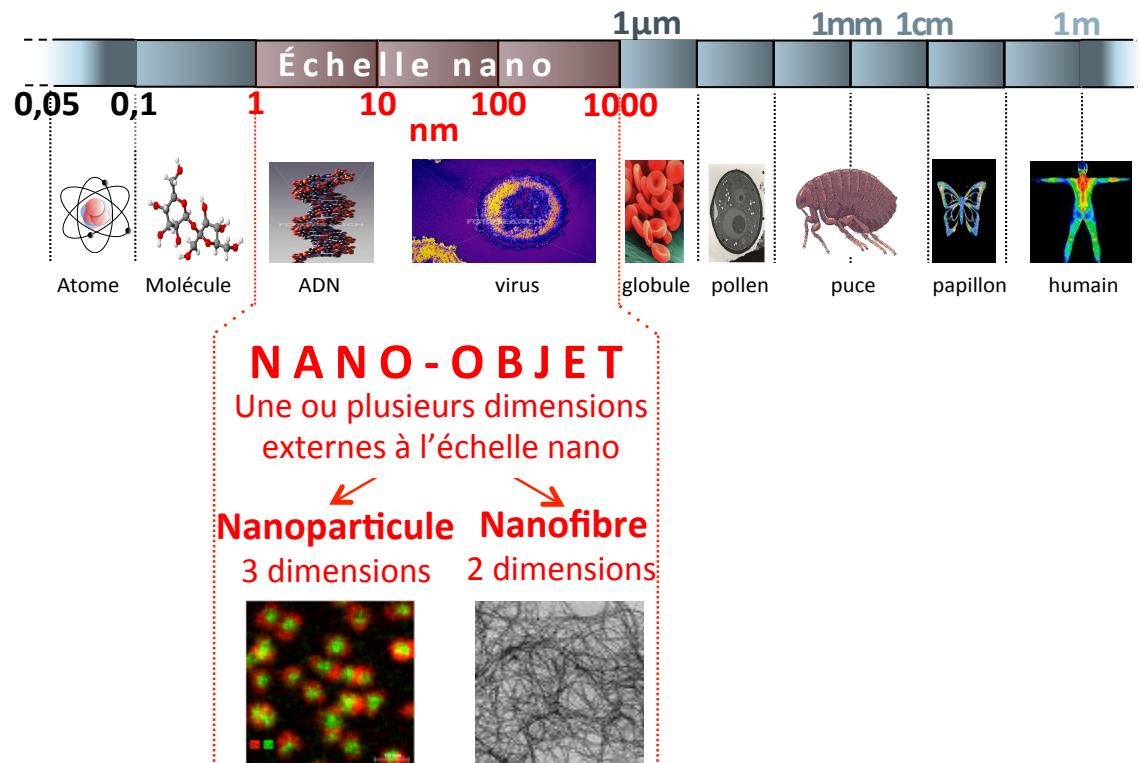
Responsable: Gaëtane Lespes
gaetane.lespes@univ-pau.fr

Objectifs:

Analyse de milieux et de produits contenant
Caractérisation multidimensionnelle
Expertise dans les domaines concernés par

des nano-objets, naturels et / ou manufacturés
et des éléments associés

➔ Développement et validation de méthodes
Conception de systèmes séparatifs et de caractérisation « sur mesure »



Milieux concernés :

- eaux (de ressources, de percolation, effluents...)
- milieux poreux (sols, sédiments, boues d'épuration, colis de déchets...)
- semi-liquides, matière molle (pâtes, fluides, tissus, cellules ...)
- solides type « nanopoudres »

...

Quelles informations, quelles réponses à quelles questions?

Détermination des caractéristiques: taille,

forme, structure,

charge électrique de surface,

distributions en fonction de la taille ou de la charge électrique,
concentration,

composition chimique élémentaire,

selon le référentiel LNE de caractérisation des nanoparticules

Détermination de la distribution élémentaire du dissous au particulaire, concentrations en (ultra)traces

Exemple de questions scientifiques (*contrats d'étude ou collaborations de recherche*):

- stabilité de préparations colloïdales
- origine et nature de nano-objets présents dans un effluent
- caractérisation multidimensionnelle de nano-fibres cellulosiques, de nanotubes de carbone, de tout type de nanoparticules (non-enrobées, enrobées, de type cœur-coquille; par exemple Fe_3O_4 , TiO_2 , Ag, Au, Au@Ag, quantum dots,...)
- transport colloïdal de contaminants dans les eaux et les sols



Compréhension du comportement de nano-objets (mobilisation depuis une phase solide, sorption / désorption, transport / migration / diffusion, agrégation, solubilisation...), et spéciation des éléments constitutifs ou associés à ces nano-objets

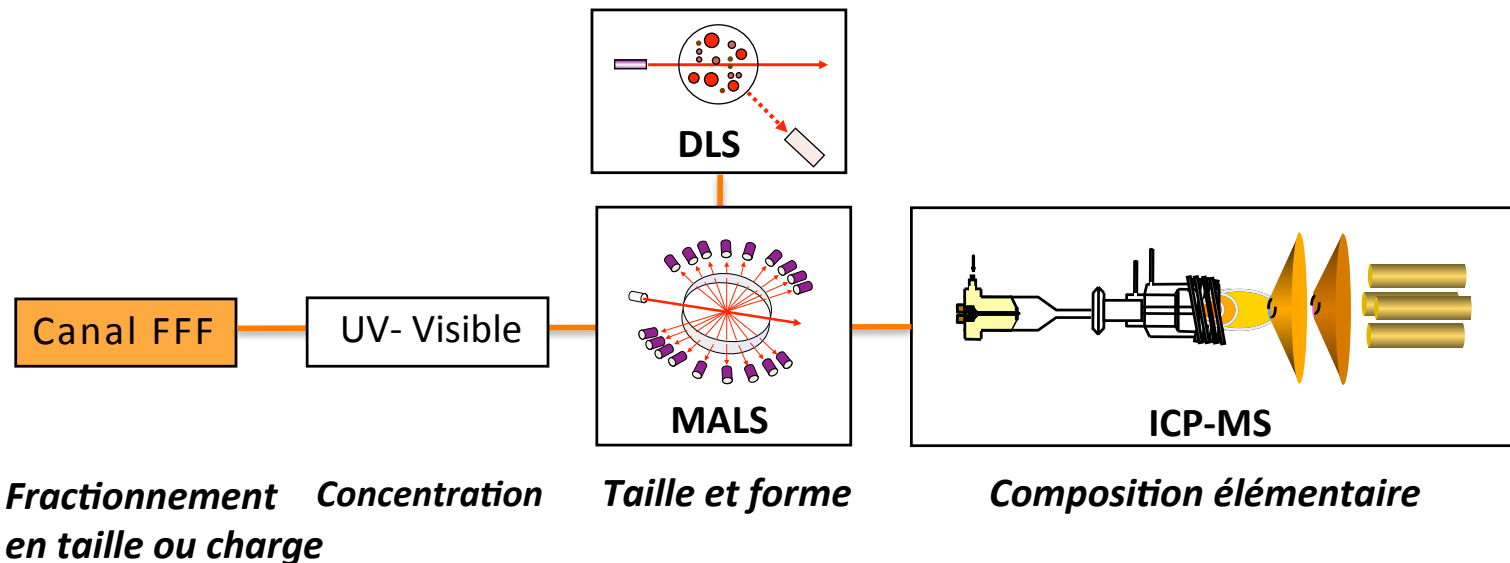
Instrumentation:

Systèmes séparatifs préparatifs par ultrafiltration

Systèmes séparatifs analytiques par Fractionnement Flux-Force (FFF), dans un canal: Asymétrique (AF4)
Electrique (EIFFF)

Détecteurs dimensionnels, à diffusion de lumière dynamique (DLS) et statique (MALS)

Détecteurs de concentration: UV-Visible et Spectromètre de masse atomique (ICP-MS)

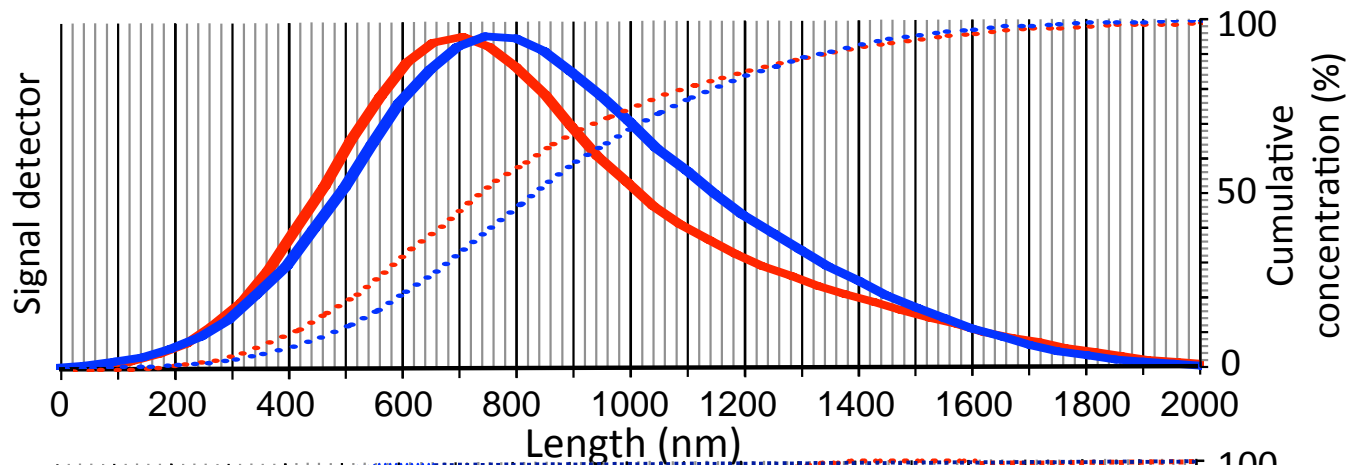


Stratégie de caractérisation par couplage :

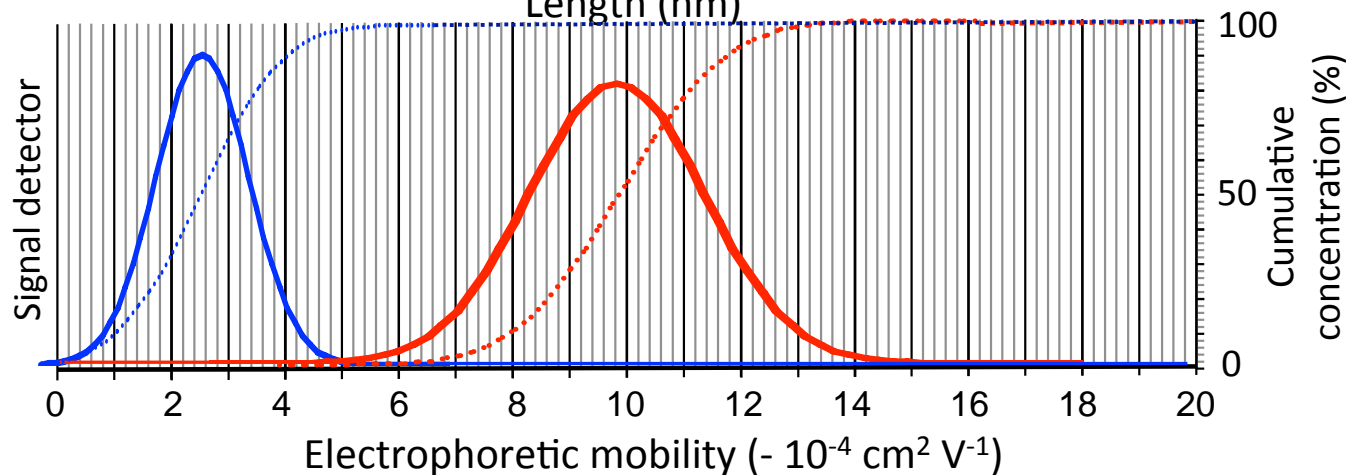
- ➔ **Mesure réalisée sans approximation ou hypothèse concernant les nanoparticules**
- Fiabilité de mesure du fait de la séparation préalable à la détection**
- Large gamme de taille (du nanomètre au micromètre), grande résolution**
- Adaptée aux nano-objets à très forts facteurs de forme (par ex. nanofibres)**
- Information**
 - multidimensionnelle = *plusieurs caractéristiques déterminées conjointement au cours d'une seule analyse*
 - multiélémentaire

Exemple d'application: Nanotubes de carbone simple paroi

2 lots différents: SWCNT1 vs SWCNT2⁽¹⁾



➔ Distributions en taille proches



➔ Distributions dépendant de la charge électrique de surface différentes

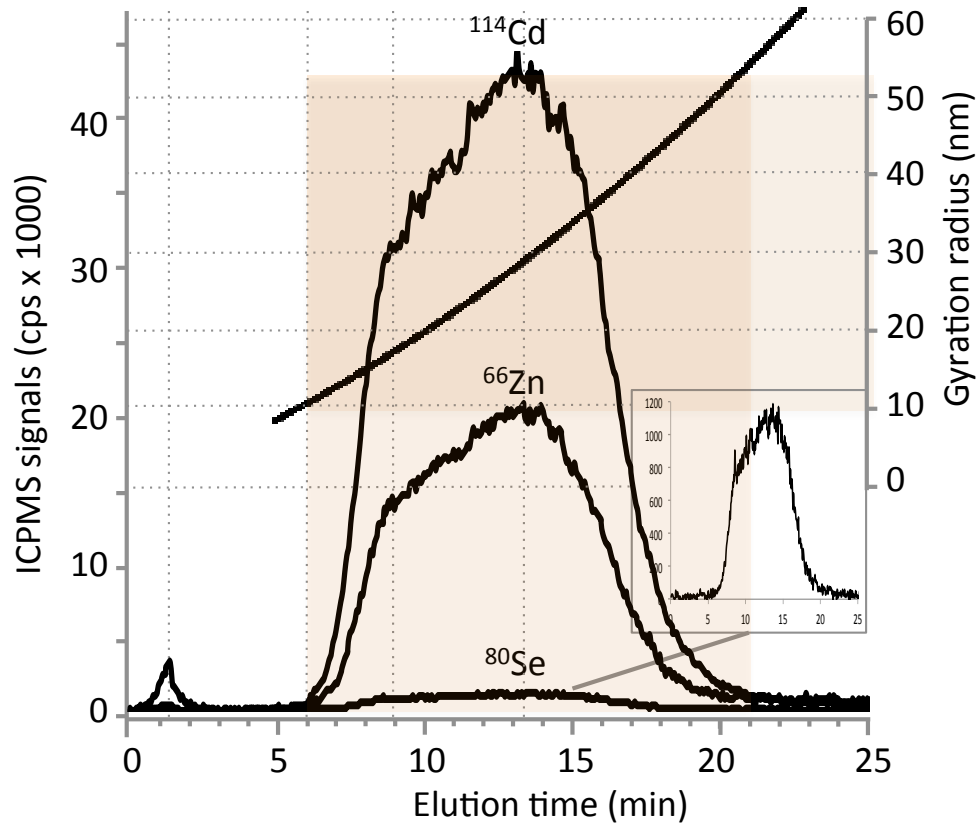
➔ Cette différence est attribuée à la différence de configuration structurale des feuillets de graphène des nanotubes, qui modifie leurs propriétés de conduction électrique, leur charge électrique de surface et leur mobilité sous un champ électrique

⁽¹⁾ Gigault J, Gale BK, Le Hecho I, Lespes G, Anal Chem, 2011, 83: 6565-6572

Exemple d'application: Quantum dots

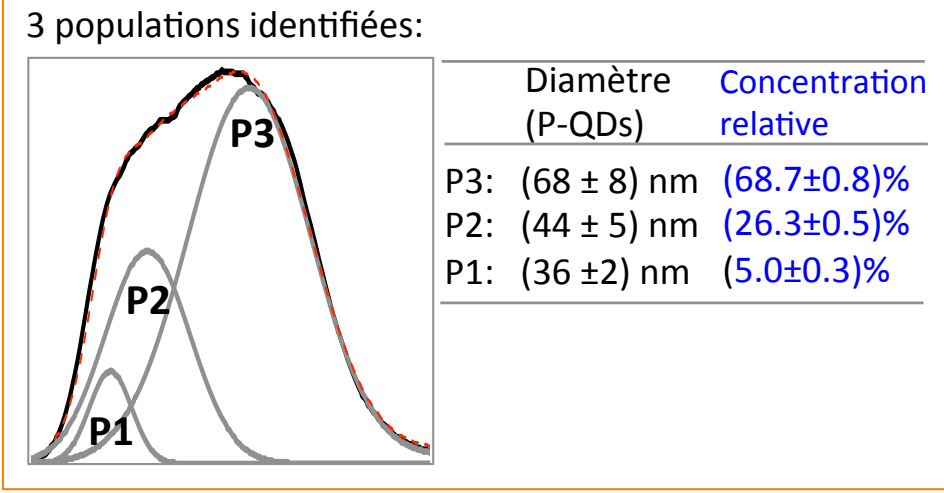
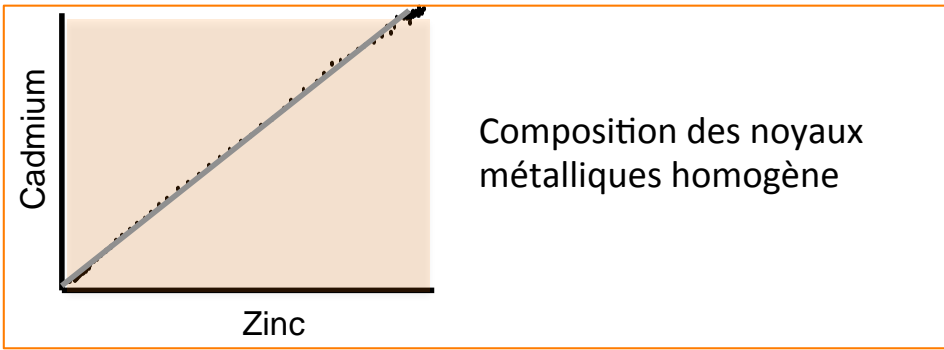
= nanoparticules coeur CdSe/ coquille ZnS, enrobées de polymère (P-QDs) ⁽¹⁾

➔ Carte d'identité



[Zn] = $(450 \pm 10) \mu\text{g L}^{-1}$
 [Cd] = $(144 \pm 4) \mu\text{g L}^{-1}$
 [Se] = $(77 \pm 3) \mu\text{g L}^{-1}$

Gamme de taille (avec l'enrobage) : $\approx 20\text{-}100 \text{ nm} \geq 15$ ⁽²⁾



Diamètre du noyau métallique : $(6.0 \pm 0.1) \text{ nm}$ **6.8**
 Diamètre du coeur: $(3.2 \pm 0.1) \text{ nm}$ **3.2**
 Epaisseur de la coquille: $(1.36 \pm 0.05) \text{ nm}$ **1.8** *(moyen)*

(1) Faucher S, Charon G, Lützen E, Le Coustumer P, Sivry Y, Lespes G, Anal Chim Acta, 2018, 1028: 104-112

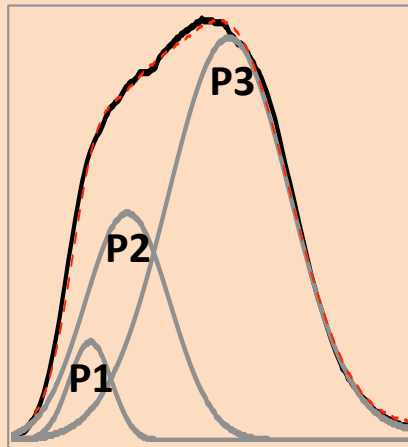
(2) En rouge: caractéristiques attendues selon les conditions de synthèse

Exemple d'application: Quantum dots

= nanoparticules coeur CdSe/ coquille ZnS, enrobées de polymère (P-QDs) ⁽¹⁾

Carte d'identité

Gamme de taille avec l'enrobage (P-QDs) : $\approx 20- 100 \text{ nm} \geq 15$ ⁽²⁾



Diamètre (P-QDs)	Concentration relative
P3: $(68 \pm 8) \text{ nm}$	$(68.7 \pm 0,8)\%$
P2: $(44 \pm 5) \text{ nm}$	$(26.3 \pm 0,5)\%$
P1: $(36 \pm 2) \text{ nm}$	$(5.0 \pm 0,3)\%$

Composition des noyaux métalliques homogène

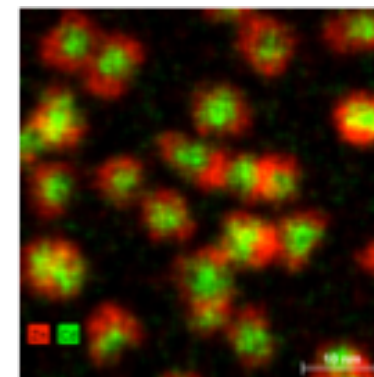
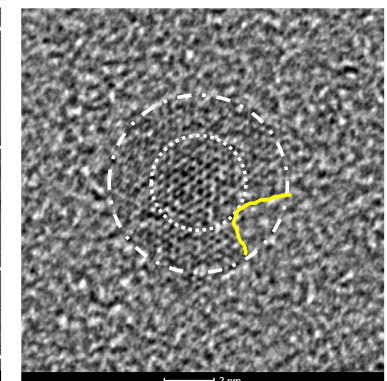
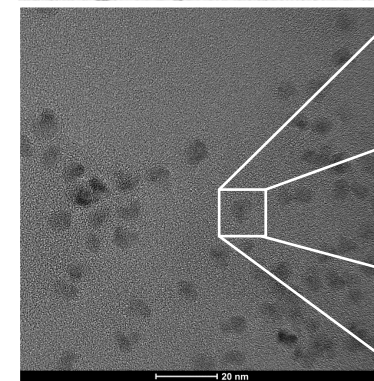
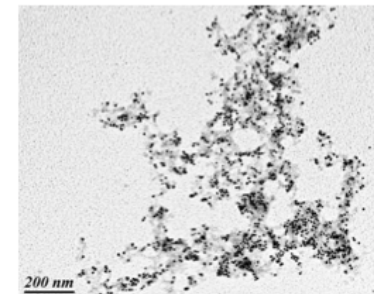
Diamètre du noyau métallique : $(6.0 \pm 0.1) \text{ nm}$ 6.8
Diamètre du coeur: $(3.2 \pm 0.1) \text{ nm}$ 3.2
Epaisseur de la coquille: $(1.36 \pm 0.05) \text{ nm}$ 1.8 (moyen)

Coquille non homogène

Enrobage d'épaisseur variable

→ Protection moins importante du cœur

→ Risque d'altération des propriétés de fluorescence



Images STEM/X-EDS :
Dr Ph. Le Coustumer
(Bordeaux Imaging
Centre (BIC))

Diamètre moyen des
noyaux :
entre 5 et 8 nm

→ Confirmation structurale et dimensionnelle

(1) Faucher S, Charon G, Lützen E, Le Coustumer P, Sivry Y, Lespes G, Anal Chim Acta, 2018, 1028: 104-112

(2) En rouge: caractéristiques attendues selon les conditions de synthèse

Nos partenaires:

Laboratoire National de Mesure et d'Essais (LNE) , Bordeaux Imaging Center (BIC),
Commissariat à l'Énergie Atomique et aux énergies alternatives (CEA),
Institut National de Recherche pour l'Agriculture, l'Alimentation et l'Environnement (INRAE),
Bordeaux Sciences Agro



Contact:

G. Lespes

gaetane.lespes@univ-pau.fr

NanoACE Analyse, Caractérisation
et Expertise





Suivi isotopique de composés d'intérêt (carbone, hydrogène, azote, soufre, ...) pour les sciences environnementales

**Webinaire UPPA Tech
29 avril 2021**

Marie Larregieu

marie.larregieu@univ-pau.fr

Plateau I³ – Centre expertise Isolégers



Isotopes stables légers

Principaux éléments constituant les molécules organiques naturelles sont sous forme de plusieurs isotopes stables → Chaque molécule organique présente des rapports fixes d'isotopes stables ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, ...)

Élément	Isotopes stables	Abondance naturelle moyenne (%)
Hydrogène	^1H	99,9844
	^2H	0,0156
Carbone	^{12}C	98,891
	^{13}C	1,108
Oxygène	^{16}O	99,759
	^{17}O	0,037
	^{18}O	0,204
Azote	^{14}N	99,635
	^{15}N	0,365
Soufre	^{32}S	95,0396
	^{33}S	0,7486
	^{34}S	4,1972
	^{35}S	0,0146

Fractionnement isotopique

Modification des rapports isotopiques sous l'influence de réactions physiques, chimiques ou biologiques.

Spectromètre de masse à rapports isotopiques (IRMS) → abondance relative des différents isotopes d'un échantillon donné

Signature isotopique: unique et dépend de l'origine et de l'histoire de la substance



Spectromètre de masse à rapports isotopiques: EA/GC-IRMS - THERMO

Passeur d'échantillons : TriPlus™

Spectromètre de
masse MS : série ISQ™

Analyseur élémentaire
EA Isolink™ CNSOH

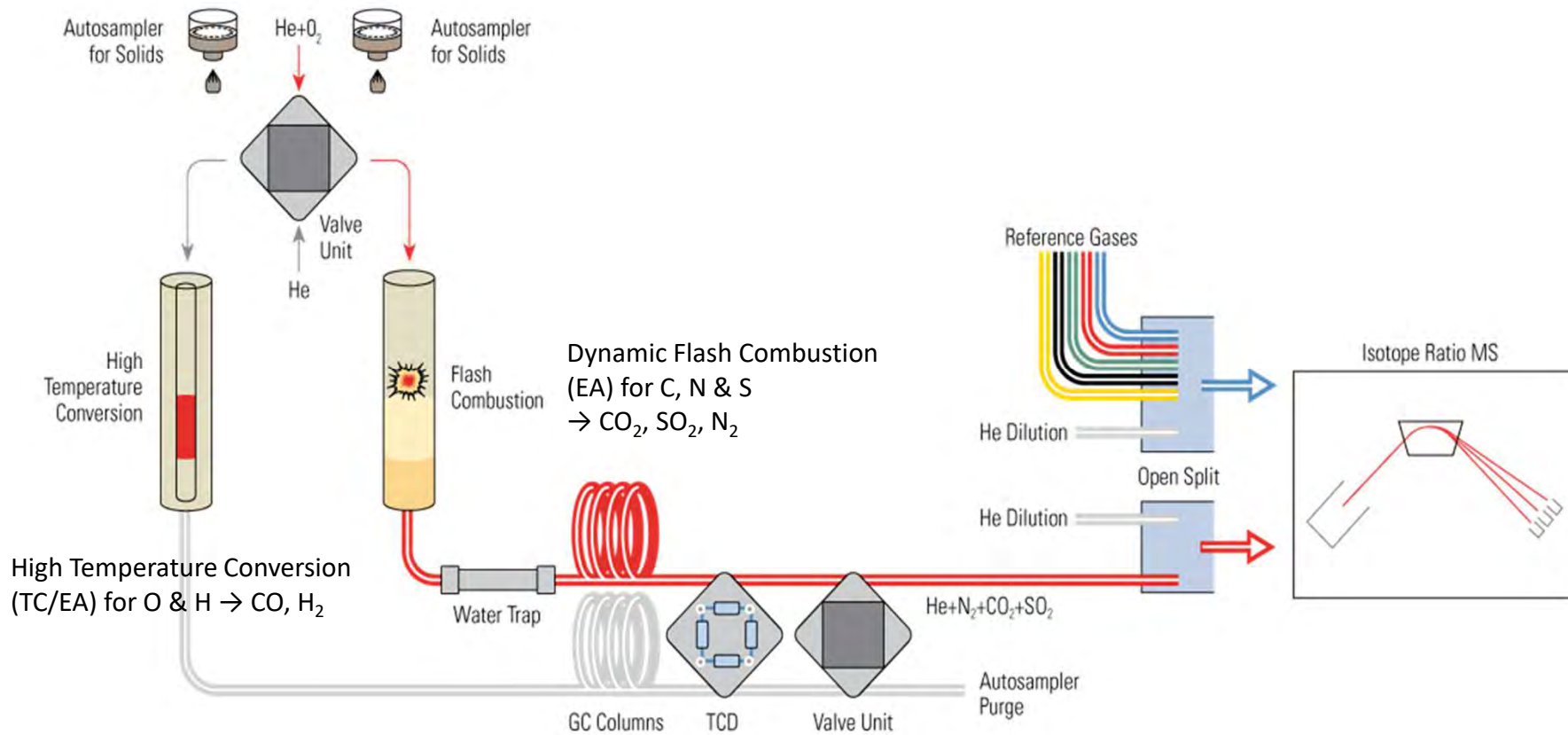


Chromatographie
gazeuse GC
TRACE 1310™

Spectromètre de
masse à rapports
isotopiques IRMS
Delta V™

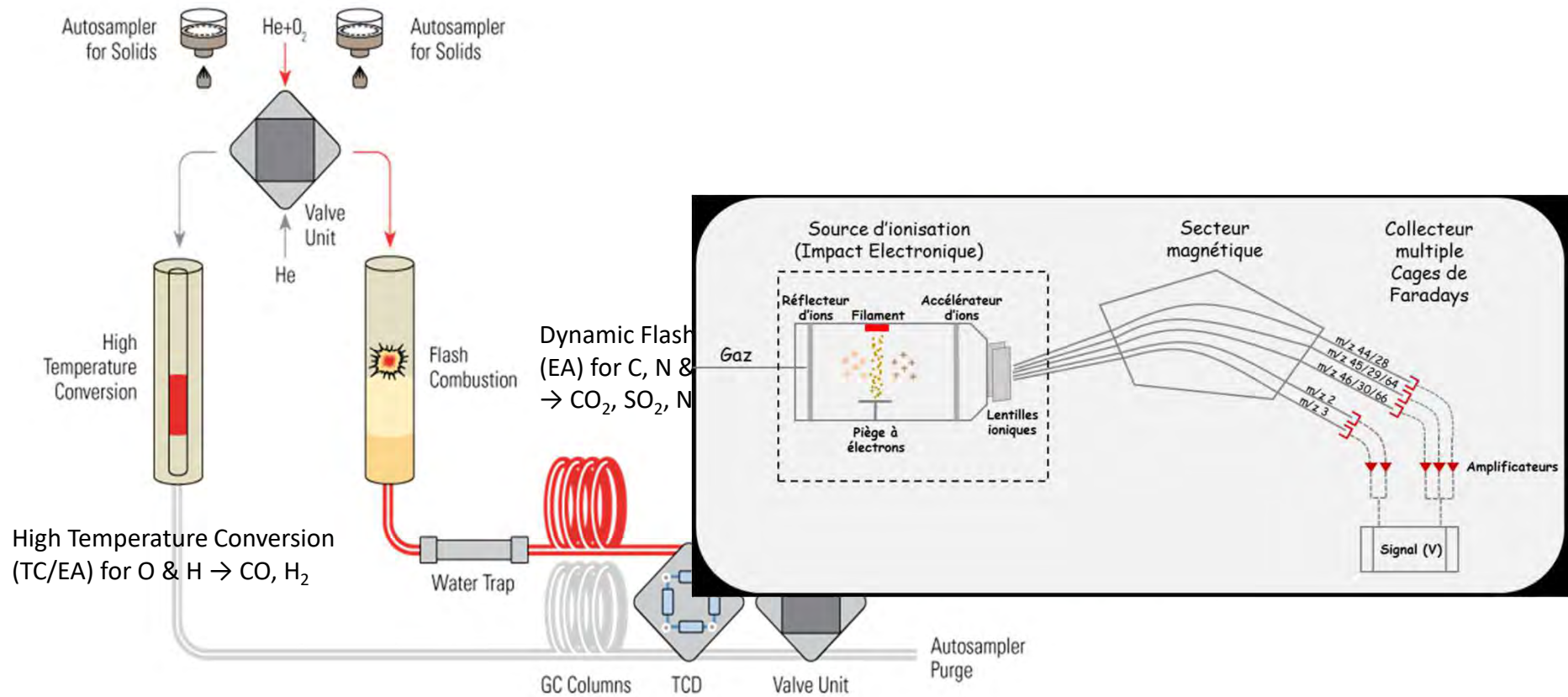


EA-IRMS: Instrument – Analyseur Élémentaire



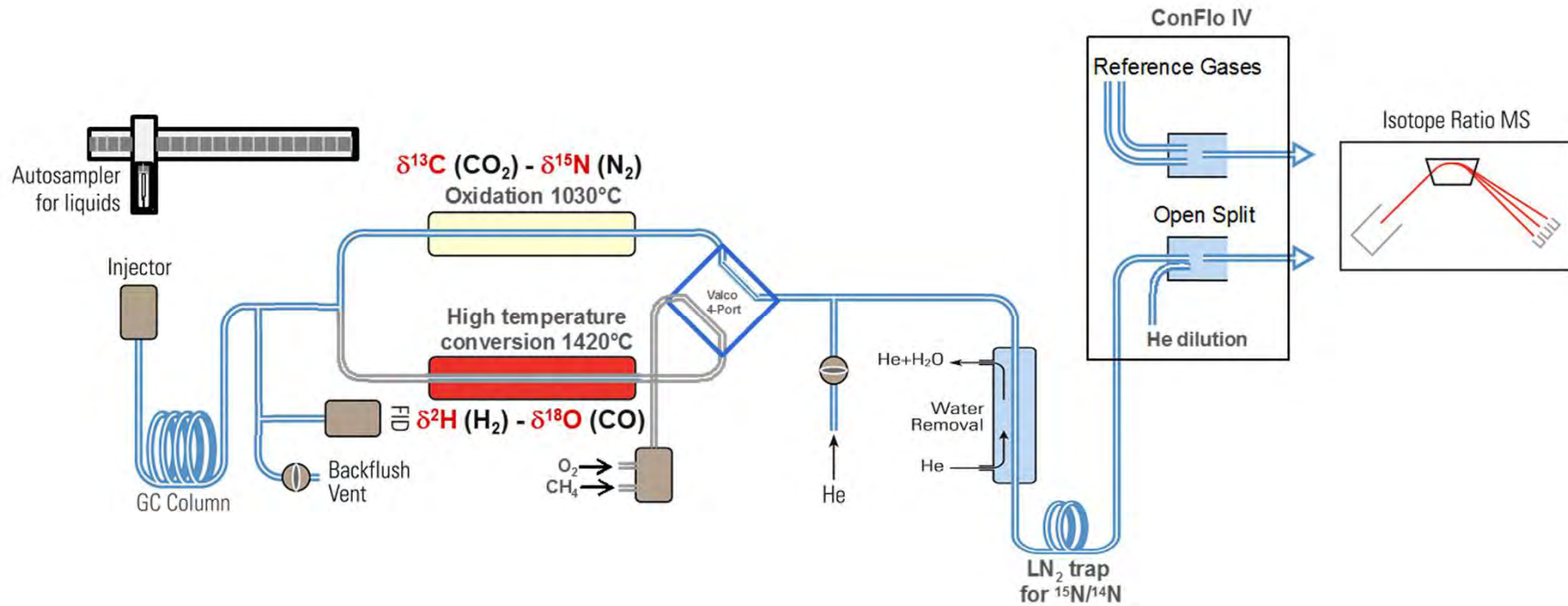


EA-IRMS: Instrument – Analyseur Élémentaire





GC-IRMS: Instrument – Chromatographie Gazeuse



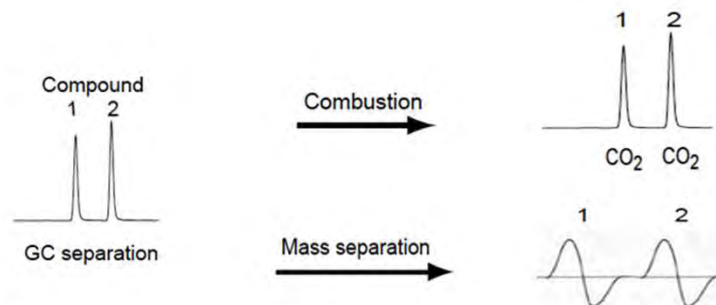


Analyse Isotopique de composés spécifiques(CSIA) par SPME –GC-MS/GC-IRMS

Détection/quantification/mesure isotopique dans une même séquence

1. Séparation des composés d'intérêt par chromatographie en phase gazeuse
2. Combustion pour assurer la conversion quantitative du carbone en CO₂ (oxydation)
3. Introduction du CO₂ provenant de chaque composé dans le spectromètre de masse

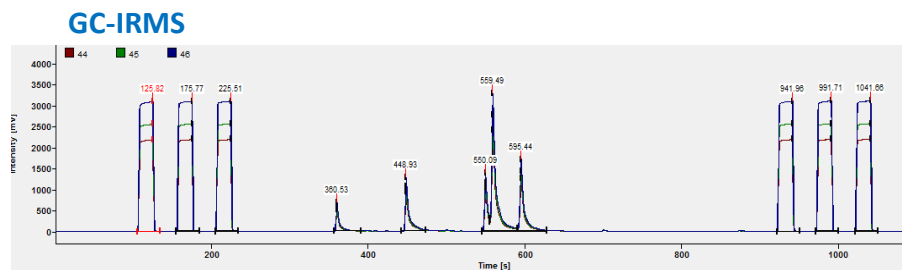
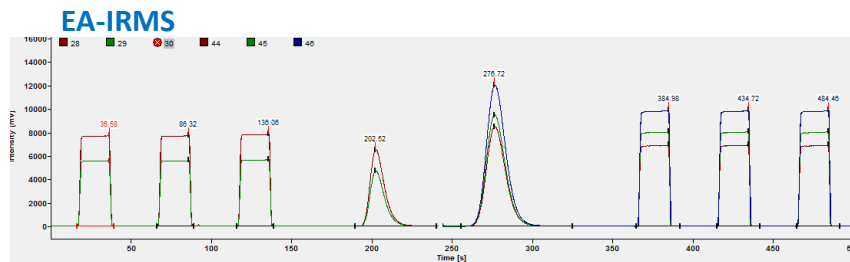
mesure directe de la concentration et du rapport isotopique de chaque composés de l'échantillon





Spectromètre de masse à rapports isotopiques: IRMS

Chromatogrammes



Références internationales

	Couple	δ	Référence internationale
O	$^{18}\text{O} - ^{16}\text{O}$	$\delta^{18}\text{O}$	SMOW (Standard Mean Ocean Water)
H	$^2\text{H} - ^1\text{H}$	$\delta^2\text{H}$	SMOW
C	$^{13}\text{C} - ^{12}\text{C}$	$\delta^{13}\text{C}$	PDB (Pee Dee Belemnite)
N	$^{14}\text{N} - ^{13}\text{N}$	$\delta^{14}\text{N}$	Atmosphère
S	$^{34}\text{S} - ^{32}\text{S}$	$\delta^{34}\text{S}$	V-CDT (Vienna-Cañon Diablo Troilite)

Rapport isotopique $\delta = 1000 \times \left(\frac{R_{\text{échantillon}} - R_{\text{référence}}}{R_{\text{référence}}} \right)$ avec $R = \frac{\text{abondance isotope lourd}}{\text{abondance isotope léger}}$

Fractionnement isotopique
(entre deux phases A et B) $\alpha_{A-B} = \frac{R_A}{R_B}$

Facteur d'enrichissement $\Delta_{A-B} = (\alpha - 1) \times 1000$



Spectromètre de masse à rapports isotopiques: IRMS

- **Précision** (de l'ordre de 0,02 - 0,1 ‰)
- **Sensibilité** (LD de l'ordre de quelques dizaines de ng/L (GC-IRMS) et quelques dizaines de µg de l'élément (EA-IRMS))
- **Linéarité** (Std Déviation \approx 0,02 - 0,04‰)
- **Stabilité** (Std Déviation \approx 0,01‰)



Résultats analytiques avec une bonne précision, sensibilité, dans une large gamme d'applications de recherche



- Traçage des sources: réservoirs
- Identification
- Détermination de processus
- Pas de datation



❖ Géosciences

- Estimation de l'atténuation naturelle des BTEX et optimisation pour la quantification et l'isotopie de composés d'intérêt ([Collaboration TEREGA](#))
- Suivi de la biodégradation de BTEX par des analyses isotopiques des échantillons de gaz et d'eau d'aquifères de stockage géologique de gaz naturel ([Collaboration STORENGY](#))

❖ Sciences environnementales

- Identification des nanoparticules de plastiques (NPT) en faisant varier le type de polymères, et le type et le taux d'enrichissement ([Thèses R. Danquigny, C. Le-Juge](#))
- Spéciation et isotopie du soufre inorganique en milieux aqueux ([Thèse M. Martinez](#))

❖ Sciences biologiques

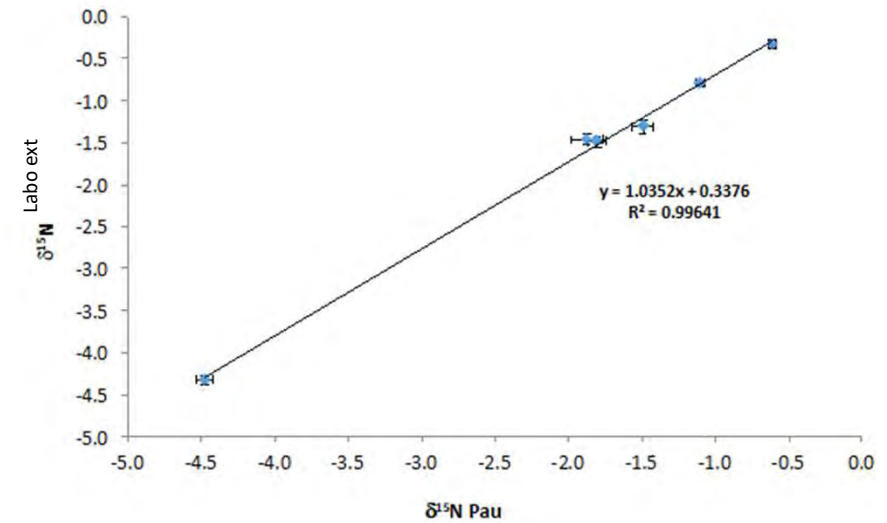
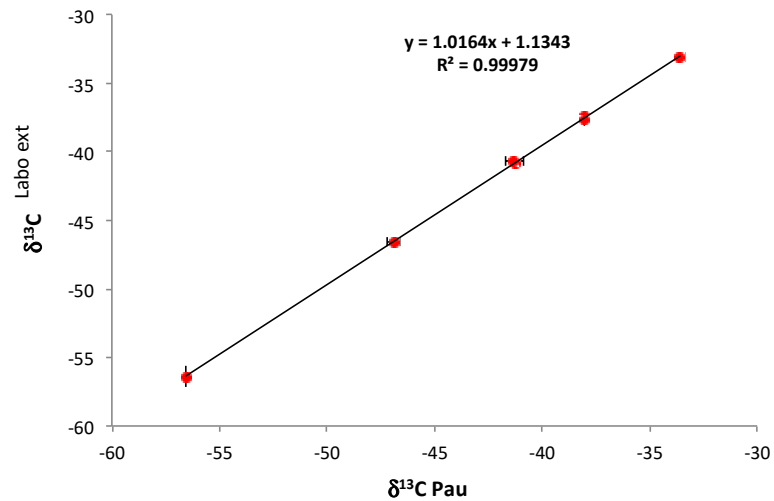
- Utilisation des isotopes stables du carbone et de l'azote sur des composés spécifiques (acides aminés) pour étudier l'assimilation des nutriments par les alevins de truite arc-en-ciel ([Collaboration INRA](#))

❖ Sciences médico-légales

- Validation de méthode d'analyse isotopique pour le traçage de composés énergétiques



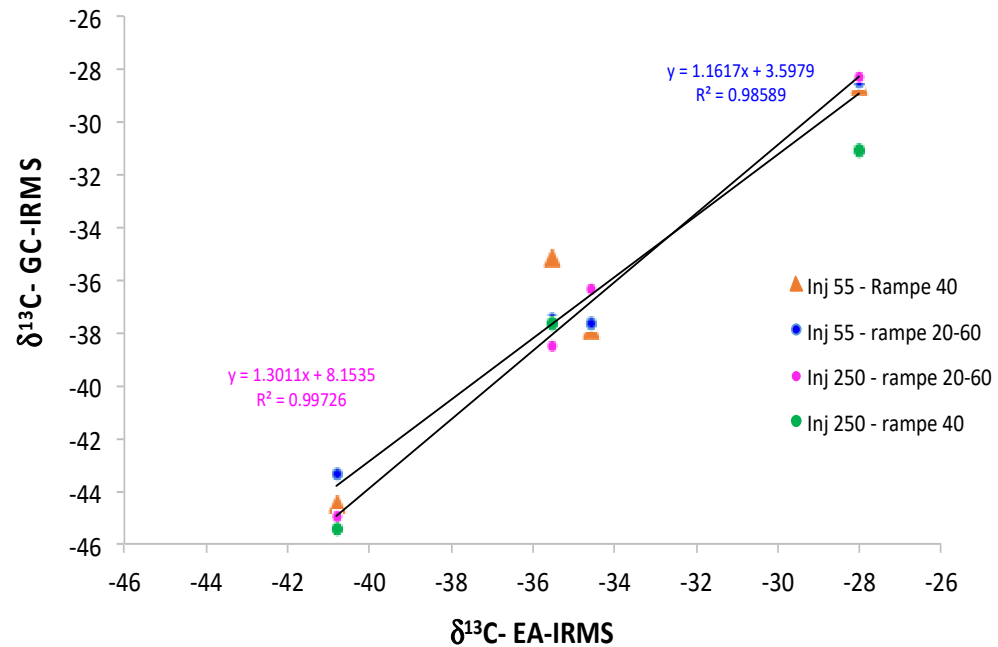
Application 1: Validation de méthode d'analyse isotopique pour le traçage de composés énergétiques



Validation de la méthode d'analyses isotopiques à l'IPREM en EA-IRMS en comparant les valeurs obtenues à celles d'un laboratoire externe



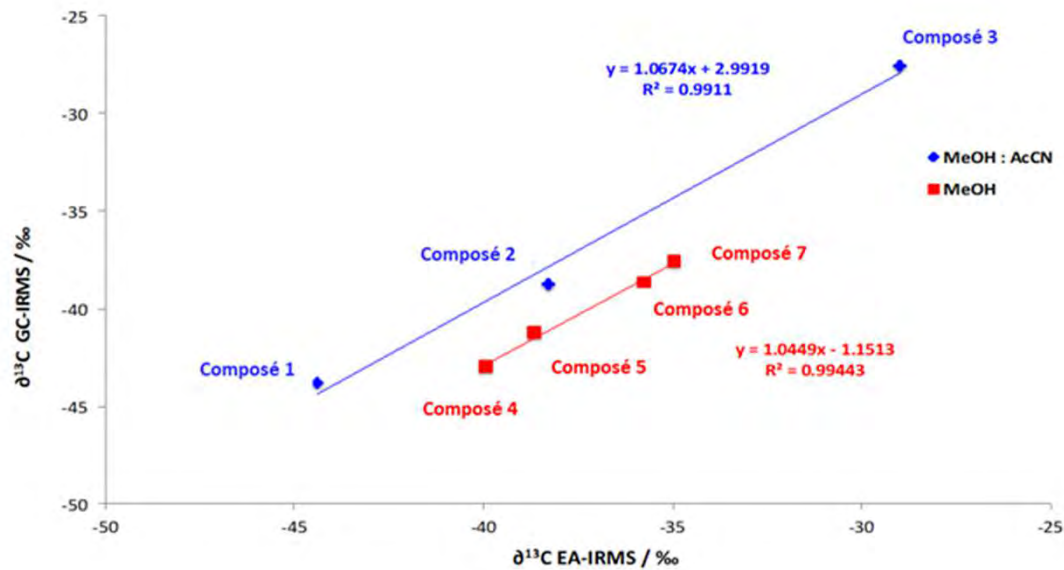
Application 1: Validation de méthode d'analyse isotopique pour le traçage de composés énergétiques



Optimisation de notre méthode injection directe en GC-IRMS en faisant varier les températures d'injection et les rampes de température



Application 1: Validation de méthode d'analyse isotopique pour le traçage de composés énergétiques



Application aux composés fournis par le laboratoire externe

Validation de la méthode GC-IRMS en comparaison avec la méthode EA-IRMS avec différents solvants

- Séparation des différents composés énergétiques et signatures isotopiques distinctes
- Capacité de les distinguer dans un mélange plus complexe

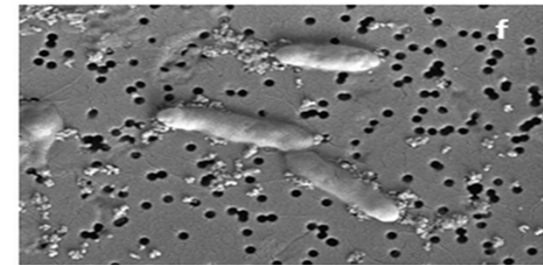
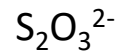
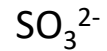
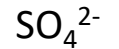


Application 2: fractionnement isotopique du soufre

Thèse M. Martinez

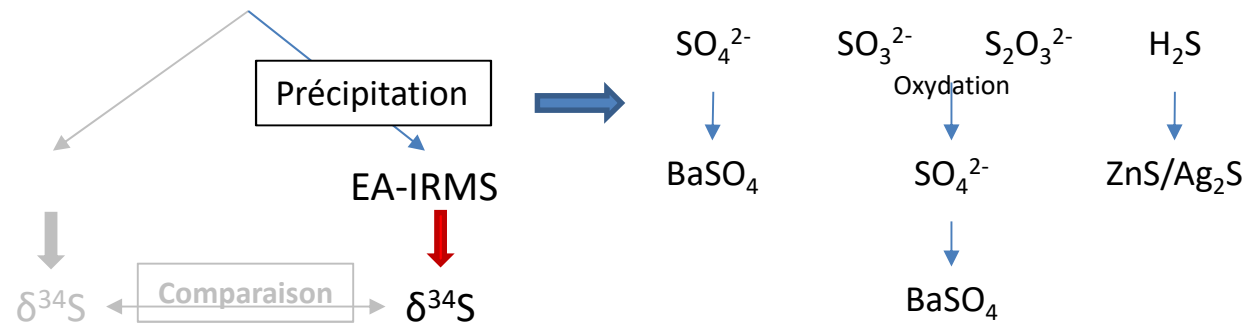
Application à des eaux souterraines où ont lieu des réactions de biodégradation par des bactéries sulfato-réductrices

→ Différentes sources de soufre :



Desulfotomaculum spp.

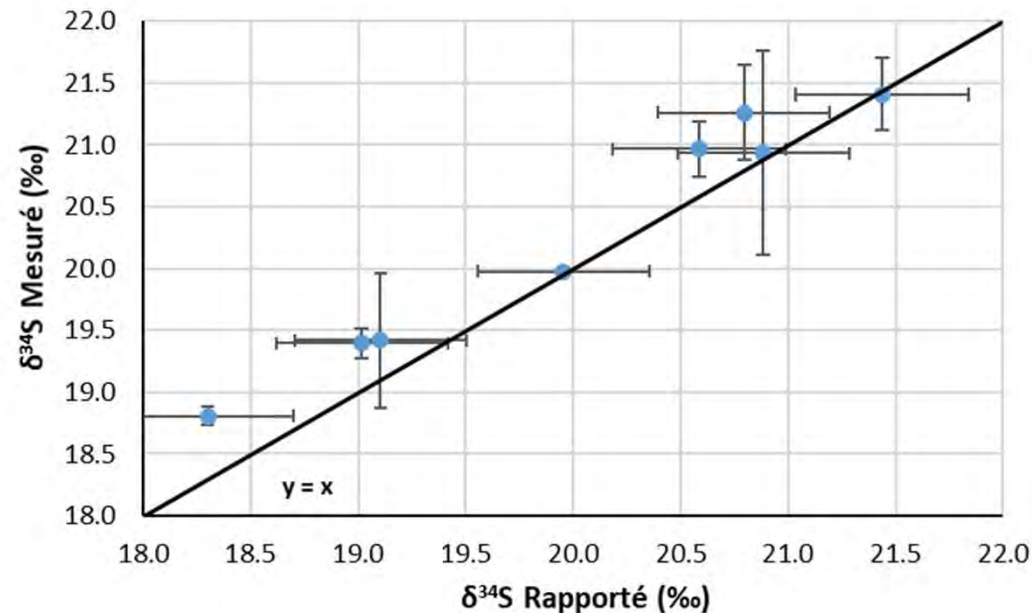
Chromatographie anionique





Application 2: fractionnement isotopique du soufre

Valeurs de $\delta^{34}\text{S}$ déterminées au laboratoire pour la série d'eaux naturelles en fonction des valeurs de $\delta^{34}\text{S}$ déterminées par un autre laboratoire (Pichat et al., 2018)

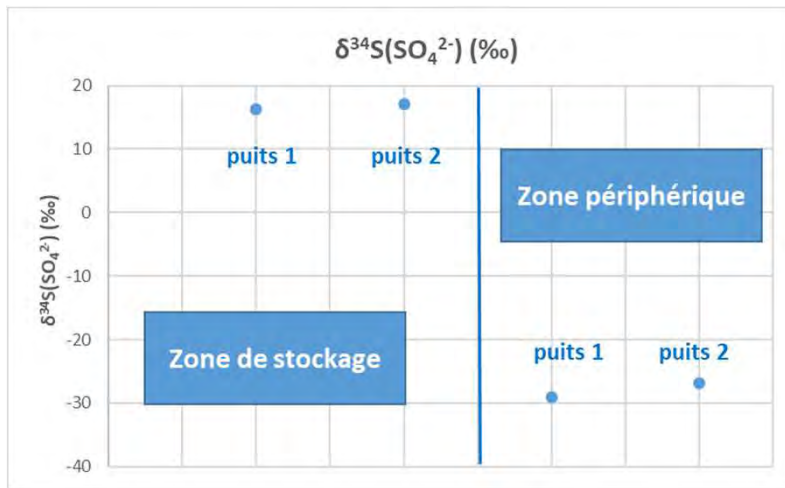


Validation de la méthode de préparation et de mesure de $\delta^{34}\text{S}$ mise au point pour des échantillons liquides dont la salinité varie de 1 % à 43 % en masse



Application 2: fractionnement isotopique du soufre

Valeurs de $\delta^{34}\text{S}$ des sulfates et des sulfures des eaux souterraines.



Mise en évidence de différences significatives entre les $\delta^{34}\text{S}$ des eaux situées en zone de stockage de gaz et les eaux périphériques

Fractionnement isotopique entre sulfates et sulfures: activité de sulfato-réduction bactérienne observée dans un échantillon d'eau situé dans la zone de stockage de gaz



Technique

- Grande précision
- Reproductible,
- Analyse de tout type d'échantillon
- Complexe et coûteuse



IRMS

- Corrélation EA-IRMS et GC-IRMS → Validation méthode
- Développement de l'analyse isotopique de composés spécifiques (CSIA) → Mesure simultanée de la concentration et du rapport isotopique de chaque composé

Applications

- Pas de datation
- Traçage des sources: réservoirs
- Identification
- Détermination de processus



Domaines:

- Des géosciences
- Des sciences environnementales
- Des sciences biologiques
- Des sciences médico-légales



MERCI

POUR VOTRE ATTENTION