

# Charte de fonctionnement de la Plateforme d'ANalyse des ISotopes Stables (PANISS) du CEREGE

*Merci à toute personne utilisatrice des instruments de la plateforme PANISS de lire et signer la charte de fonctionnement. Pour les stagiaires, doctorants et post-doctorants, cette charte doit aussi être signée par leur responsable-permanent au CEREGE.*

## 1. Présentation

La plateforme d'analyse des isotopes stables du CEREGE (PANISS) se partage en 5 applications analytiques : 1)  $\delta^{18}\text{O}$  et  $\delta^{13}\text{C}$  des carbonates ; 2)  $\delta^{18}\text{O}$  et  $\delta^{17}\text{O}$  des silicates et oxydes ; 3)  $\delta^{18}\text{O}$ ,  $\delta^{17}\text{O}$  et  $\delta\text{D}$  de l'eau et de la vapeur d'eau ; 4)  $\delta^{15}\text{N}$ ,  $\delta^{13}\text{C}$  et  $\delta\text{D}$  des composés organiques ; et 5)  $\Delta 47$  et  $\Delta 48$  (isotopes 'clumped') des carbonates.

Les données acquises alimentent principalement les recherches du CEREGE sur les paléoclimats, les cycles de l'eau et du carbone, l'archéologie et la planétologie. PANISS répond aussi aux demandes d'analyses en collaboration, ou en prestation, de la part d'organismes académiques français et étrangers. La plateforme développe une activité de formation importante.

## 2. Équipements et mesures réalisées

### 2.1- Analyses $\delta^{18}\text{O}$ et $\delta^{13}\text{C}$ des carbonates (pièces 366 et 372)

- Spectromètre de masse à introduction double DI-IRMS (**Delta V Plus**, Thermo Scientific) couplé à une ligne de préparation automatisée des carbonates (**Keil IV Carbonate Device**, Thermo Scientific) : mesures  $\delta^{13}\text{C}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  sur microéchantillons de 20-150  $\mu\text{g}$ .
- Spectromètre laser IRIS (**Delta Ray** avec URI Connect, Thermo Scientific) : mesures  $\delta^{13}\text{C}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  sur échantillons  $\geq 500 \mu\text{g}$  et du  $\text{CO}_2$  en continu, mesures  $\delta^{13}\text{C}$  sur Carbone Inorganique Dissous de l'eau.

### 2.2- Analyses $\delta^{18}\text{O}$ et $\delta^{17}\text{O}$ des silicates (pièce 366)

- Spectromètre de masse à introduction double DI-IRMS (**Delta V Plus**, Thermo Scientific) couplé à une ligne manuelle d'extraction de l'oxygène des silicates, avec  $\text{BrF}_5$  et laser Infra-Rouge à  $\text{CO}_2$  (**CO2-laser 30W**, Merchanteck) : mesures du  $\delta^{18}\text{O}$  et  $\delta^{17}\text{O}$  sur échantillons de 0,3 – 1,6 mg.
- Ligne de déshydratation sous flux d'azote et à très haute température (1100°C) : déshydratation et déshydroxylation des échantillons de silice amorphe hydratée.

### 2.3- Analyses $\delta^{18}\text{O}$ , $\delta^{17}\text{O}$ et $\delta\text{D}$ de l'eau (pièce 372)

- Spectromètre de masse à introduction double DI-IRMS (**Delta Plus**, Thermo Scientific) couplé à une ligne automatisée d'équilibration des échantillons d'eaux (**H/Device**, Thermo Scientific) : mesures  $\delta\text{D}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  sur échantillons de 3- 5 ml.
- Spectromètre laser CRDS (Cavity Ring-Down Spectroscopy, **Picarro L2140-i**) : mesures  $\delta\text{D}$ ,  $\delta^{17}\text{O}$  et  $\delta^{18}\text{O}$  sur échantillons d'eau de 2 ml et sur vapeur d'eau.

### 2.4- Analyses $\delta^{15}\text{N}$ , $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta\text{D}$ des composés organiques (pièce 357)

- Spectromètre de masse à flux continu CF-IRMS (**Delta Plus**, Thermo Scientific) relié par une interface **ConFlo III** aux équipements suivants :
  - Analyseur élémentaire (**Flash EA**, Thermo Scientific) équipé d'un passeur automatique d'échantillons : mesures %C, %N,  $\delta^{13}\text{C}$  et  $\delta^{15}\text{N}$  sur poudres totales.

- Spectromètre de masse à flux continu CF-IRMS (**Delta V Plus**, Thermo Scientific), relié par une interface **ConFlo IV** aux équipements suivants :
  - Analyseur élémentaire (**Flash EA IsoLink CN**, option SmartEA, Thermo Scientific) équipé d'un passeur automatique d'échantillons : mesures %C, %N,  $\delta^{13}\text{C}$  et  $\delta^{15}\text{N}$  sur poudres totales.
  - Chromatographe en phase gazeuse (**GC 1310-Isolink II**, Thermo Scientific) équipé d'un passeur automatique d'échantillons (**Triplus RSH**, Thermo Scientific), et d'un détecteur FID : mesures  $\delta\text{D}$ ,  $\delta^{13}\text{C}$ ,  $\delta^{15}\text{N}$  sur molécules organiques séparées par chromatographie en phase gazeuse.

## 2.5- Analyses $\Delta 47$ et $\Delta 48$ (isotopes 'clumped') dans les carbonates (pièce 362)

- Spectromètre de masse à introduction double DI-IRMS (**MAT 253+**, Thermo Scientific) couplé à une ligne automatisée de préparation des carbonates (**Kiel IV Carbonate Device**) : mesures des isotopes clumped  $\Delta 47$  et  $\Delta 48$  ainsi que  $\delta^{13}\text{C}$  et  $\delta^{18}\text{O}$ .

## 3. Fonctionnement de la plateforme et contacts

La plateforme est sous la responsabilité technique et scientifique de Corinne Sonzogni (ingénieure CNRS) et Anne Alexandre (chercheuse CNRS), respectivement. De plus, David Au Yang (ingénieur IRD) est le responsable technique de l'application silicates et intervient aussi sur la partie Eaux. Anne-Lise Jourdan (ingénieure CNRS) est la responsable technique de la partie Clumped et intervient aussi sur la partie Composés Organiques. Les 3 ingénieurs gèrent le planning des analyses, les installations, la maintenance et les réparations, la gestion des commandes, les visites et la formation, ainsi que les développements analytiques, en collaboration avec les référents scientifiques des applications (Tableau 1).

Ingénieurs et chercheurs référents s'assurent de l'usage adéquat des équipements par rapport aux objectifs scientifiques affichés, procèdent aux développements méthodologiques nécessaires et valident les données fournies.

**Les projets d'analyses doivent être discutés avec le référent scientifique de l'application concernée. Les analyses se font dans le cadre d'une collaboration avec le chercheur référent ou le binôme chercheur-ingénieur référent, ou dans le cadre d'une prestation de service, dans la mesure des moyens humains et analytiques disponibles.** Les formations diplômantes (Doctorat et Master en particulier) sont prioritaires, dans la mesure où le projet dans lequel s'intègre la formation, le nombre (approximatif) d'analyses nécessaires et la période d'obtention des échantillons a été préalablement discuté avec l'équipe référente.

Les utilisateurs fournissent des échantillons prêts à être analysés (contacter les référents pour les détails) et s'engagent à régler le coût d'analyses sur la base des tarifs fournis.

**Tableau 1 : Contacts des ingénieurs, référents scientifiques et utilisateurs-permanents de la plateforme**

| Analyses   | Nom   | Statut                          | Fonction PANISS   | e-mail   |
|--|---|---------------------------------|---|--|
| Toutes analyses  | Corinne Sonzogni  | IR CNRS                         | Resp. technique PANISS  | sonzogni@cerege.fr   |
| $\delta^{18}\text{O}$ , $\delta^{13}\text{C}$<br>Carbonates              | Laurence Vidal<br>Clara Bolton<br>Jean-Charles Mazur      | Prof AMU<br>CR CNRS<br>IE CNRS  | Référente scientifique<br>Utilisatrice permanente<br>Ingénieur  | vidal@cerege.fr  |
| $\delta^{18}\text{O}$ , $\delta^{17}\text{O}$<br>Silicates               | Anne Alexandre<br><br>Florence Sylvestre<br>David Au Yang | DR CNRS<br><br>DR IRD<br>IR IRD | Resp. scientifique PANISS<br>et référente scientifique<br>Utilisatrice permanente<br>Ingénieur PANISS | alexandre@cerege.fr<br><br>sylvestre@cerege.fr<br>auyang@cerege.fr |
| $\delta^{18}\text{O}$ , $\delta^{17}\text{O}$ , $\delta\text{D}$<br>Eaux | Christine Vallet-Coulomb<br>David Au Yang                 | MCF AMU<br>IR IRD               | Référente scientifique<br>Ingénieur PANISS  | vallet@cerege.fr<br>auyang@cerege.fr                               |
| Organiques   | Guillaume Leduc<br>Yannick Garcin                         | CR CNRS<br>CR IRD               | Référent scientifique<br>Utilisateur permanent  | leduc@cerege.fr<br>garcin@cerege.fr                                |
| Isotopes clumped<br>Carbonates   | Alexis Licht<br>Anne-Lise Jourdan                         | CR CNRS<br>IR CNRS              | Référent scientifique<br>Ingénieure PANISS  | licht@cerege.fr<br>jourdan@cerege.fr                               |

#### 4. Horaires d'utilisation des équipements de la plateforme

Les utilisateurs non permanents (étudiants, doctorants et post-doctorants) sont accueillis sur la plateforme de 9H à 17H. Pour des raisons de sécurité, en dehors de cette plage horaire, ils doivent avoir l'autorisation d'un référent pour venir y travailler.

#### 5. Contrôle qualité

Environ 1/3 du temps de fonctionnement des spectromètres de masse est consacré à des tests ou des calibrations.

Des standards internationaux et des standards de laboratoire sont analysés en même temps que les échantillons. Ils permettent de vérifier le bon fonctionnement de toute la chaîne analytique, la justesse et la précision des résultats exprimés en ‰ vs PDB pour les carbonates, ‰ ou per meg vs V-SMOW pour les eaux et les silicates, et ‰ vs air, PDB ou V-SMOW pour les composés organiques.

**Tableau 2 : standards utilisés par applications**

| Applications   | Carbonates | Silicates                                    | Eaux                          | Organiques                | Clumped                 |
|--|------------|--|-------------------------------|---------------------------|-------------------------|
| Nb standards/nb d'échantillons                               | 1/3        | 1/2  | 1/4                           | à définir                 | à définir               |
| Standards IAEA ou internationaux<br>Standards de laboratoire | NBS19      | NBS28<br>Boulangé, MSG60,<br>UWG, San Carlos | VSMOW, SLAP2<br>Ice, Tap, Sea | n-alcanes,<br>Acetanilide | ETH, NBS19,<br>IAEA-603 |

Chaque maintenance (changement de filament, modification des réglages de source, changement de bouteille de gaz de référence ...) est suivie de tests et de calibrations par rapport aux standards de référence de l'IAEA.

Pour chacune des applications, les opérations d'analyse ou de maintenance sont consignées dans un cahier de laboratoire.

#### 6. Validation des résultats

Les résultats d'analyses sont corrigés/normalisés/validés par l'équipe référente avant d'être envoyés aux utilisateurs.

#### 7. Sécurité

**En cas de problème ou de doutes sur une marche à suivre, les utilisateurs doivent prévenir les ingénieures de la plateforme PANISS, Corinne Sonzogni (bureau 359), David Au Yang (Bureau 355) et Anne-Lise Jourdan (bureau 251) ou le responsable scientifique de l'application (tableau 1), pour une prise en charge.**

- Lors de la manipulation d'azote liquide il est obligatoire de porter blouse, gants et lunettes pour éviter les brûlures.
- En cas de brûlure chimique ou à l'azote liquide, rapidement mettre la zone brûlée sous flux d'eau froide puis prévenir.
- Les salles de la plateforme sont équipées de détecteurs de fuites. Dans le cas où l'alarme d'un détecteur sonne, les utilisateurs doivent rapidement quitter la salle de travail et prévenir.
- Une trousse de secours est à disposition près de la ligne de déshydratation des silicates, salle 366.
- La ligne d'extraction de l'oxygène des silicates comprend du BrF<sub>5</sub> (toxique, nocif, corrosif et explosif) et un laser IR de classe IV, dont les utilisations sont dangereuses. Les utilisateurs ne sont pas autorisés à manipuler sur la ligne sans la présence à proximité de Corinne Sonzogni, David Au Yang, Florence Sylvestre ou Anne Alexandre. Avant toute utilisation de la ligne, une formation sécurité est dispensée par l'équipe référente. La fiche des données de sécurité du BrF<sub>5</sub> ainsi que le protocole à suivre en cas de fuite de BrF<sub>5</sub> sont affichés à l'entrée de la salle 366-silicates.

Utilisation de BrF<sub>5</sub> (toxique, nocif, corrosif et explosif)



E - Explosif



T+ - Très toxique



Xn - Nocif



G - Corrosif

Utilisation d'un laser classe IV



Date et Signature de l'utilisateur

Signature de l'encadrant (permanent CEREGE)