

Impact du broyage des échantillons sur l'analyse isotopiques d13C, d15N et des teneurs en %C et %N

Note technique : C.ANTOINE (TR) avec le support de N.ANGELI (IR), L.LOUIS (IE)

Introduction : Le broyage pour les analyses isotopiques et élémentaires doit permettre d'obtenir une poudre très fine et homogène, qui permet de garantir une bonne combustion et une bonne représentativité de l'échantillon.

Il existe de très nombreux systèmes de broyage, la plateforme SilvaTech dispose de deux types de broyeurs pour les analyses d13C, d15N, %C et %N du bois, de tissus végétaux, de sol en abondance naturelle ou enrichie. Les broyeurs utilisés sont un vibro-broyeur Retsch MM400 et un broyeur à anneaux rotatif Sodemi CB2200 et SAM. L'objectif de cette note est d'étudier l'impact du broyage sur l'analyse isotopique et élémentaire, des différentes fractions obtenues après tamisage de la poudre d'un échantillon de feuilles de Peuplier.

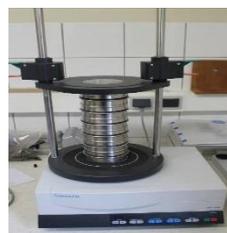
Matériel et Méthode : Broyage d'un échantillon de feuilles de Peuplier avec le broyeur Sodemi (bol de broyage 50 cm³, fréquence de rotation 50 Hz, durée de broyage 2 min) pour obtenir une poudre très fine. Après une nuit en étuve à 50°C, homogénéisation de la poudre obtenue à l'aide d'un mélangeur Turbula 2L (5 min), puis tamisage de 10 grammes de poudre avec le tamiseur automatique vibrant AS 200 Control de Retsch (10 min, amplitude d'oscillation de 1,20 mm en mode intervalle 60 sec), en superposant des tamis d'analyse de Ø 100 mm x 45 mm en acier inoxydable en toile métallique de dimension de mailles 500, 355, 250, 200, 100 et 50 µm. A la fin du tamisage, la fraction de poudre qui se trouve dans chaque tamis est récupérée dans un pilulier.



Broyeur Sodemi



Mélangeur



Tamiseur



Microbalance

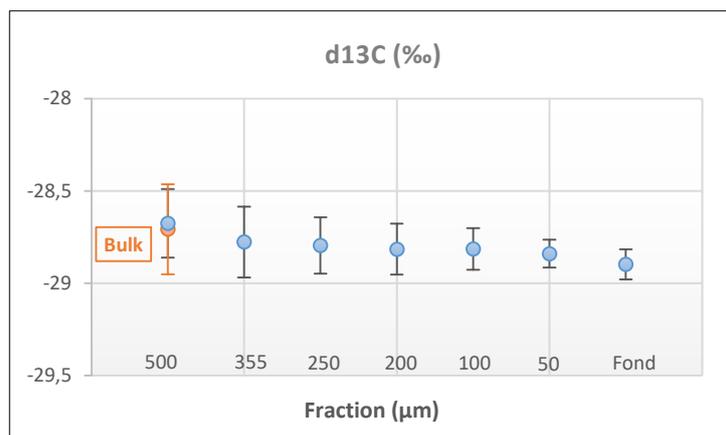
Lors de l'analyse en EA-IRMS, le carbone et l'azote d'échantillons solides finement broyés et micropesés dans des capsules en étain sont convertis en gaz simple et pur par combustion/réduction à haute température (950/650°C). Les gaz sont ensuite séchés, purifiés et séparés et quantifiés grâce à l'Analyseur Élémentaire (EA). Les gaz sont ensuite conduits à l'IRMS (ici Isoprime 100) par un gaz vecteur (Hélium) pour analyse isotopique. Chaque molécule de gaz est ensuite ionisée sous l'effet d'un courant haute-tension et les ions créés sont ensuite séparés sous l'influence d'un champ magnétique en fonction de leur masses.



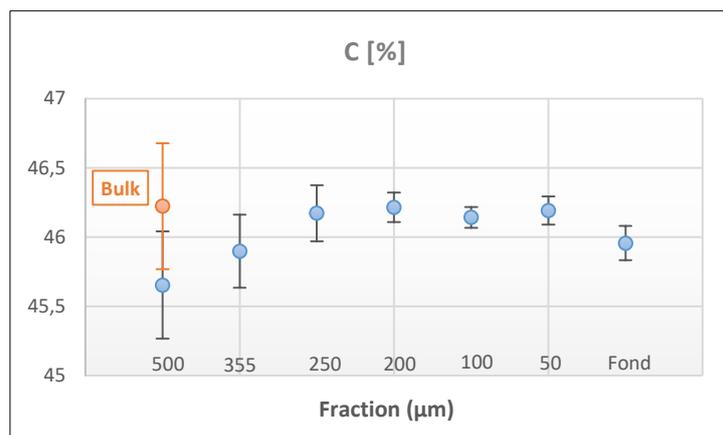
Résultats : Tableau de la moyenne des différentes fractions, fond récepteur ainsi que le bulk (fractions confondus) analysés avec EA-IRMS pour déterminer le d13C, d15N, et les teneurs en %C et %N de l'échantillon de feuilles de Peuplier.

Fraction (µm)	CARBONE				AZOTE			
	d13C (‰)		C [%]		d15N (‰)		N [%]	
	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type	Moyenne	Ecart-type
500	-28,68	0,19	45,65	0,39	3,78	0,35	1,94	0,05
355	-28,78	0,19	45,90	0,26	3,93	0,45	2,09	0,09
250	-28,80	0,15	46,17	0,20	3,86	0,30	2,02	0,06
200	-28,82	0,14	46,22	0,11	3,78	0,11	1,93	0,08
100	-28,81	0,11	46,14	0,08	3,64	0,18	1,87	0,08
50	-28,84	0,08	46,19	0,10	3,84	0,24	2,04	0,06
Fond	-28,90	0,08	45,96	0,12	3,89	0,19	2,21	0,06
Bulk	-28,71	0,24	46,22	0,45	3,64	0,66	1,98	0,06

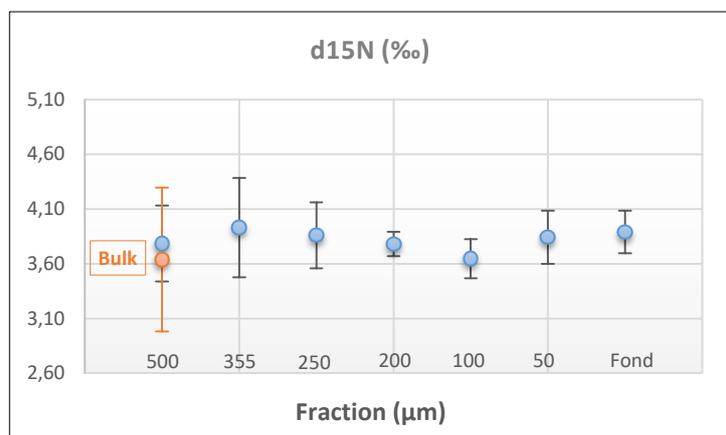
Les graphiques de 1 à 4 représentent la moyenne des différentes fractions 500, 355, 250, 200, 100, 50 μm et le fond récepteur, ainsi que le bulk analysés avec EA-IRMS.



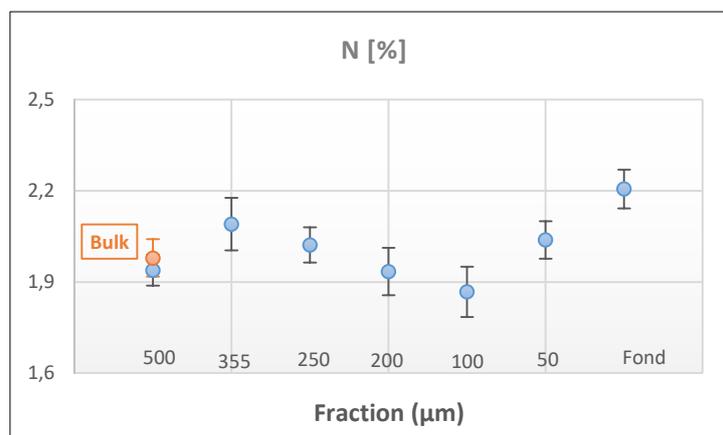
Graphique 1



Graphique 2



Graphique 3



Graphique 4

Les barres d'erreur des répliques effectués ($n=12$) nous permettent de mieux comprendre les différences significatives.

Discussion : Il n'existe pas de différences significatives entre la signature isotopique d13C ou d15N de chaque fraction et celle de l'échantillon moyen (bulk). De la même manière, nous ne notons pas de différences significatives entre les teneurs en C et N de chaque fraction et celle du bulk à l'exception du fond en N [%]. On note également que la répétabilité analytique s'améliore sur les fractions les plus fines pour le d13C comme pour le d15N. Lorsqu'on compare la signature isotopique et les teneurs en C et N du bulk à des valeurs simulées sur les bases des données de chaque fraction pondérée par la représentation de ses fractions, on trouve des résultats cohérents sans différence significative. Ainsi les fractions très majoritaires à 100 et 50 μm (88%) contribuent majoritairement aux signatures isotopiques et teneurs obtenues sur le bulk.

Conclusion : Il y a peu de différence significative entre les fractions isotopique et le bulk que ce soit pour le d13C et d15N, si l'on prend les fractions inférieure à 200 μm . Seul le fond en N [%] pose question et mériterait une analyse complémentaire afin de vérifier si cela est du à une erreur analytique. Si tel n'est pas le cas alors il faudra retirer le fond afin qu'il n'influe pas sur la valeur du N [%].

Plus la barre d'erreur est petite plus l'échantillon est homogène et répétable ce qui peut nous affranchir de réaliser plusieurs répétitions par analyse. Par conséquent, l'intérêt d'avoir des fractions les plus fines et les plus homogènes et ainsi démontré.