

ESRF

**Experiment title:**

**Consequence of the bioalteration precesses of the organic matter on the speciation and biodisponibility of heavy metals in soils (case of Cd)**

**Experiment number:  
Fame commissioning**

**Beamline:**

BM30B  
FAME

**Date of experiment:**

from: July 10 th to 15 th

**Date of report:**

23-09-02

**Shifts:**

**commissioning**

**Local contact(s):**

Olivier Proux

*Received at ESRF:*

**Names and affiliations of applicants (\* indicates experimentalists):**

Jerôme ROSE\*<sup>1</sup>, Anne BENARD\*<sup>1</sup>

<sup>1</sup>CEREGE, Physico-chimie des interfaces Europôle de l'Arbois BP 80 13545 Aix-en-Provence France

**Report:**

Durant la période de test de la nouvelle ligne XAS FAME (juillet 2002), des échantillons naturels de matières organiques contaminées en cadmium ont été analysés. La configuration de la ligne ne se prêtait pas vraiment à l'enregistrement de spectres XAS à haute énergie, car à l'heure actuelle seuls les cristaux Si(111) existent. Néanmoins, et malgré des conditions angulaires du monochromateur très défavorables, il a été possible d'obtenir une tache focale tout à fait satisfaisante de l'ordre de 200x200 µm. Malheureusement des problèmes d'instabilité thermique du monochromateur, à l'origine de la vibration du faisceau, n'ont pas permis d'analyser convenablement les échantillons de matière organique de sols. En effet le système de refroidissement des cristaux du monochromateur utilise l'azote liquide du réseau de l'ESRF. Hors la pression n'est pas stable et des dégazages d'azote se produisent périodiquement. Les brusques modifications de pression engendrent des vibrations sur le premier cristal. Différentes configurations ont été testées afin de diminuer au maximum ces vibrations mais sans succès. Cet échec est lié principalement aux conditions angulaires des cristaux Si(111) à 27 KeV. La moindre instabilité du premier cristal perturbe fortement le signal XAS enregistré. Ainsi le rapport signal/bruit des spectres était très faible. La figure suivante présente le coefficient d'absorption d'un échantillon de Cadmium acétate (composé de référence). Malgré un temps d'acquisition de 6 secondes en fin de spectre, la qualité du signal reste assez mauvaise. La mise en place d'un séparateur de phase sur le circuit d'azote liquide, en amont du monochromateur améliorera sans aucun doute la stabilité thermique du monochromateur ainsi que sa stabilité mécanique.

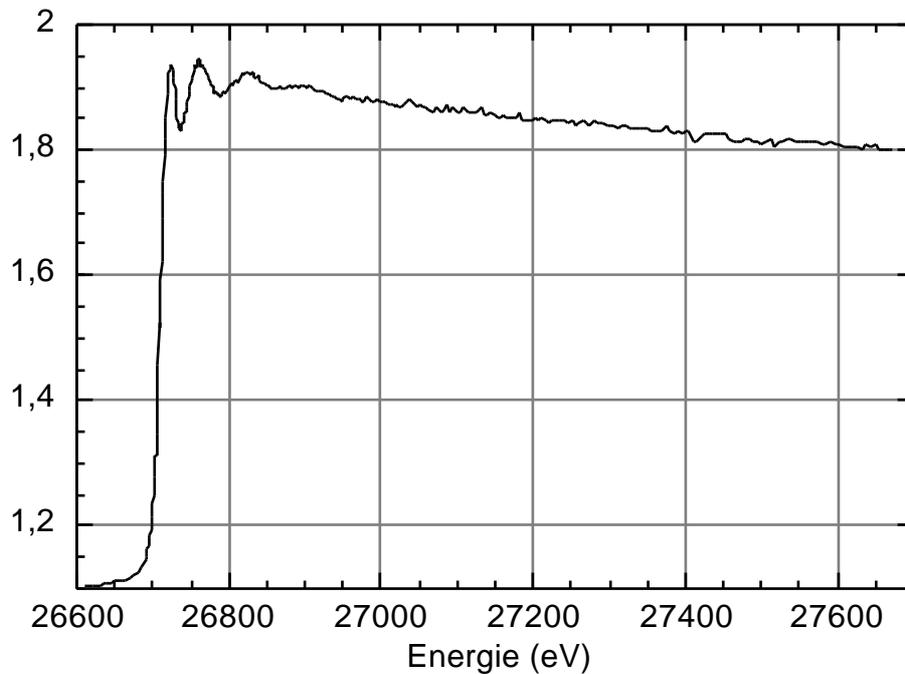


Figure 1 : coefficient d'absorption de Cd-acetate

La figure suivante correspond au coefficient d'absorption d'un échantillon de matière organique dont la teneur en cadmium est de 200 ppm.

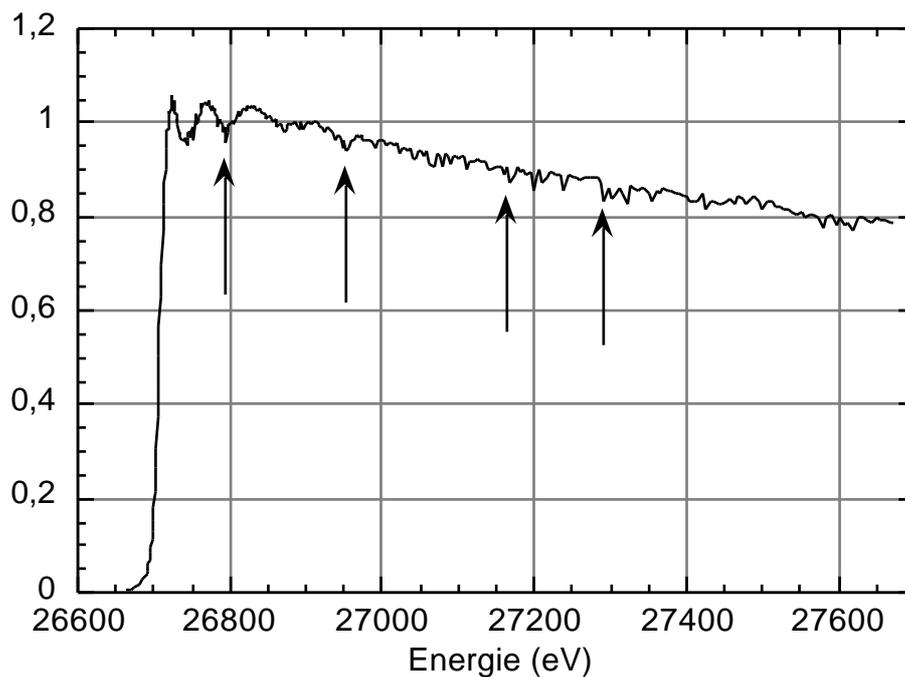


Figure 1 : coefficient d'absorption de Cd-acetate

Toutes les zones pointées par les flèches correspondent à des accidents thermiques assez brutaux. Durant des périodes de bonne stabilité thermique, la qualité du signal était excellente. Malheureusement ces périodes de courte durée ne permettait pas d'enregistrer un spectre dans sa totalité. En revanche la sensibilité de la ligne pour des échantillons ayant des teneurs très faibles en élément cible, est 3 fois supérieure à celle obtenue sur la précédente ligne BM 32. Cette amélioration permet d'envisager de nombreuses applications notamment en sciences de l'environnement.