



La problématique du stockage des échantillons

Christian Mathieu

Université d'Artois

christian.mathieu@univ-artois.fr



Plan

- Types d'échantillon Norme ISO/DIS 18117
- Manipulation
- Stockage
- Transport



Types d'échantillon

- Norme Iso /DIS 18117
 - Surface chemical analysis
 - Handling of specimen Prior to Analysis
 - Norme adaptée
 - Spectrométrie d'électron Auger (AES)
 - Spectrométrie de photoélectron (XPS)
 - Spectrométrie de masse d'ions secondaire (SIMS)



Extension à nos techniques



Règles générales

- La zone à observer ou à analyser doit être préservée au maximum de tout contact



Type d'information recherché



Manipulation des échantillons

Stockage des échantillons

Transport des échantillons



3 types d'échantillon

○ Échantillon de type A

- Les informations requièrent l'intégrité de la couche d'extrême surface
 - Contamination de surface
 - Revêtement de surface organique
 - Biomatériaux



Il ne faut pas contaminer la zone à analyser lors de la manipulation et lors du stockage



3 types d'échantillon

- Échantillon de type B
 - Les informations proviennent d'une couche en dessous de la couche d'extrême surface.
 - Multicouche (profil)



Il faut éviter de la contamination au carbone et de particule à la surface qui peuvent dégrader la qualité des profils en épaisseur



3 types d'échantillon

- Échantillon de type C

- Les informations nécessitent une préparation de l'échantillon.

Fracture, polissage, attaque chimique



Il faut éviter la contamination de l'échantillon



Manipulation

- Source de contamination
- Précaution d'usage en fonction de la nature des échantillons



Source de contamination lors de la Manipulation d'échantillon

- Une main non protégée ne doit jamais tenir les échantillons même si la peau ne touche la zone d'intérêt. Les empreintes digitales et les crèmes contiennent des espèces mobiles qui peuvent migrer et contaminer la surface
- Les échantillons doivent être tenus avec des outils propres (lavés dans des solvants et séchés avant usage).
 - Si échantillon magnétique outil non magnétique



Source de contamination lors de la Manipulation d'échantillon

- Gants doivent être sans talc, silicone pour éviter toute contamination.
- Séchage avec source de gaz compressé peut être nécessaire pour enlever des particules
 - Choix du gaz (éviter les gaz qui contiennent de l'huile).
 - Pas de séchage avec la bouche

Précaution d'usage

Minimiser le potentiel de contamination

- Échantillon de type A Intégrité de l'extrême surface

- Outils lavés dans l'alcool isopropylique et séchés avant usage



- Main gant en polyéthylène



Précaution d'usage

- Échantillon de type B profil
 - Outils lavés dans l'alcool isopropylique et séchés avant usage
 - Main non recouverte par un gant mais la main ne doit jamais toucher l'extrémité de l'outil qui est en contact avec l'échantillon.
 - Gant en latex ou en polyéthylène pour tenir l'échantillon



Précaution d'usage

- Échantillon de type C
 - Outil propre
 - Papier qui ne peluche pas peut permettre de tenir les échantillons par les bords (pas de contact du papier avec la zone à analyser)
 - Pas de gant



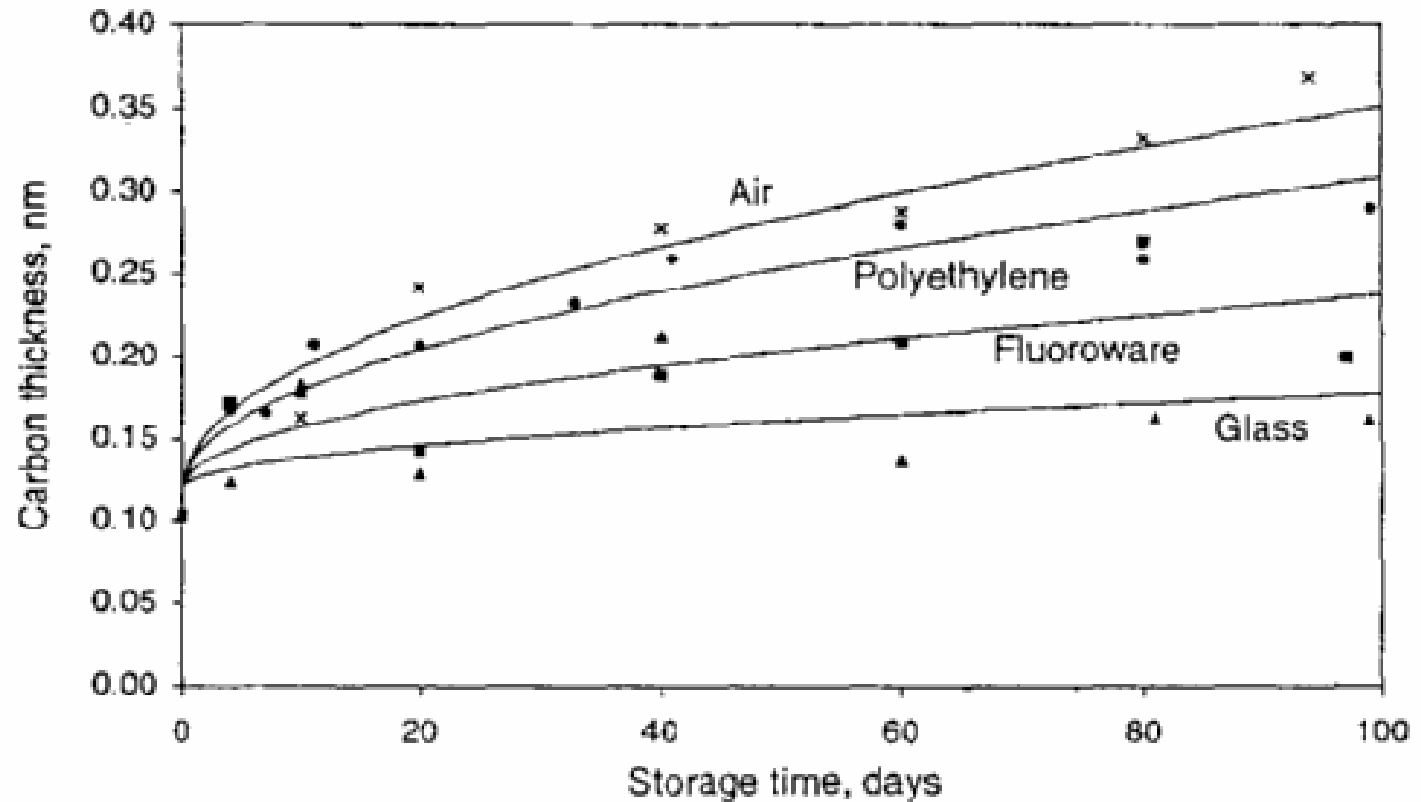
Stockage des échantillons

- Source de contamination
- Moyen de stockage
- Précaution d'usage pour le stockage



Source de contamination

- Le temps de stockage (longue ou courte durée)
- Une contamination peut être induite par les espèces volatiles qui peuvent être émises par le container et par les parois (pas de contact).



Carbon contamination as a function of storage time, (×) in laboratory air, (●) in polyethylene containers, (■) in Fluoroware polypropylene containers, and (▲) in glass containers.

Seah, M P Spencer S. J Journal of Vacuum Science and technology

Vol 21 n°2 p 345-352 (2003)



Source de contamination

- Risque de contamination croisé si plusieurs échantillons sont stockés ensemble.
- Basse Température risque de condensation sur la surface
- Stockage courte durée dessiccateur, boîte à gant



Moyen de stockage

- Dessiccateur
- Boite à gant
- Conservation par le froid



Dessiccateur

- Dessiccateur en verre
- Dessiccateur en plastique



Desséchant	Nature des vapeurs captées	Observations
H ₂ SO ₄ concentré	<ul style="list-style-type: none"> • eau • Vapeurs basiques • Grand nombre de vapeurs organiques 	<ul style="list-style-type: none"> • Danger • Ne pas transporter le dessiccateur (mobilité du liquide)
Pastilles de NaOH ou KOH	<ul style="list-style-type: none"> • eau • Vapeurs acides 	<ul style="list-style-type: none"> • Danger
CaCl ₂ anhydre	<ul style="list-style-type: none"> • eau 	
P ₂ O ₅	<ul style="list-style-type: none"> • eau • Vapeurs basiques 	<ul style="list-style-type: none"> • Danger • très efficace
Silicagel	<ul style="list-style-type: none"> • eau • Nombreux solvants organiques 	<ul style="list-style-type: none"> • Régénéré dans une étuve à 110°C • Le silicagel est généralement additionné d'un indicateur coloré au cobalt : il est bleu quand il est sec, rose quand il est saturé.
Paraffine	<ul style="list-style-type: none"> • Nombreux solvants organiques dont : <ul style="list-style-type: none"> ○ hydrocarbures ○ oxyde d'éthyle ○ solvants chlorés 	<ul style="list-style-type: none"> • Découper de minces copeaux, afin d'avoir une surface active importante

Les principaux agents desséchants

Dessiccateur Dispositif sous vide Thermostatique



**POUR TEMPERATURES REGLABLES DEPUIS
L'AMBIANCE+5 °C JUSQU'A 170 °C
STABILITE: ± 1 °C. RESOLUTION: 1 °C**



Boite à Gants

Contrôle du gaz



Conservation par le froid (échantillon biologique)



Température

Réfrigérateur

gamme de température

4 °C

Congélateur

gamme de température

- 86 °C, - 45 °C, - 20 -30 °C



Précaution d'usage

- Échantillon de type A intégrité de la couche d'extrême surface
 - Boite à gant sous gaz inerte
 - Boite en verre avec une fermeture en verre, téflon, film aluminium
 - Boite porte échantillon en polypropylène de haute qualité (il faut éviter les insert en polyéthylène).





Précaution d'usage

- Échantillon de type B Profil
 - Boite en polyéthylène

● ● ● | Précaution d'usage

- Échantillon de type C échantillon préparé
 - Papier sans peluche





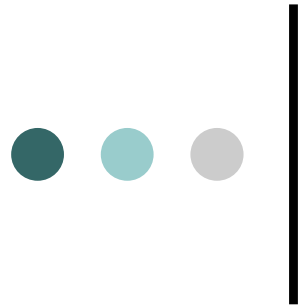
Transport

Possibilité de purge

Possibilité de mise sous vide

Possibilité de mise sous gaz inerte





Conclusion

- Le stockage peut aussi être une source de contamination de l'échantillon.
- Il faut aussi sensibiliser les propriétaires d'échantillon aux risques de dégradations lors du transport par des contact possibles sur les parois ou par un emballage inapproprié