



UNIVERSITÉ D'ARTOIS

# *Manipulation, fixation, transport et stockage des échantillons.*

---

Christian Mathieu

[christian.mathieu@univ-artois.fr](mailto:christian.mathieu@univ-artois.fr)

# Plan

- Introduction
- Fixation
- Contamination
- Bonnes pratiques pour la manipulation, le stockage et la manipulation d'échantillon

# Introduction : Préparer son échantillon



Quelle méthode choisir pour bien préparer son échantillon avant observation ou analyse



Pourquoi ?

Quel est le but de l'observation et de l'analyse

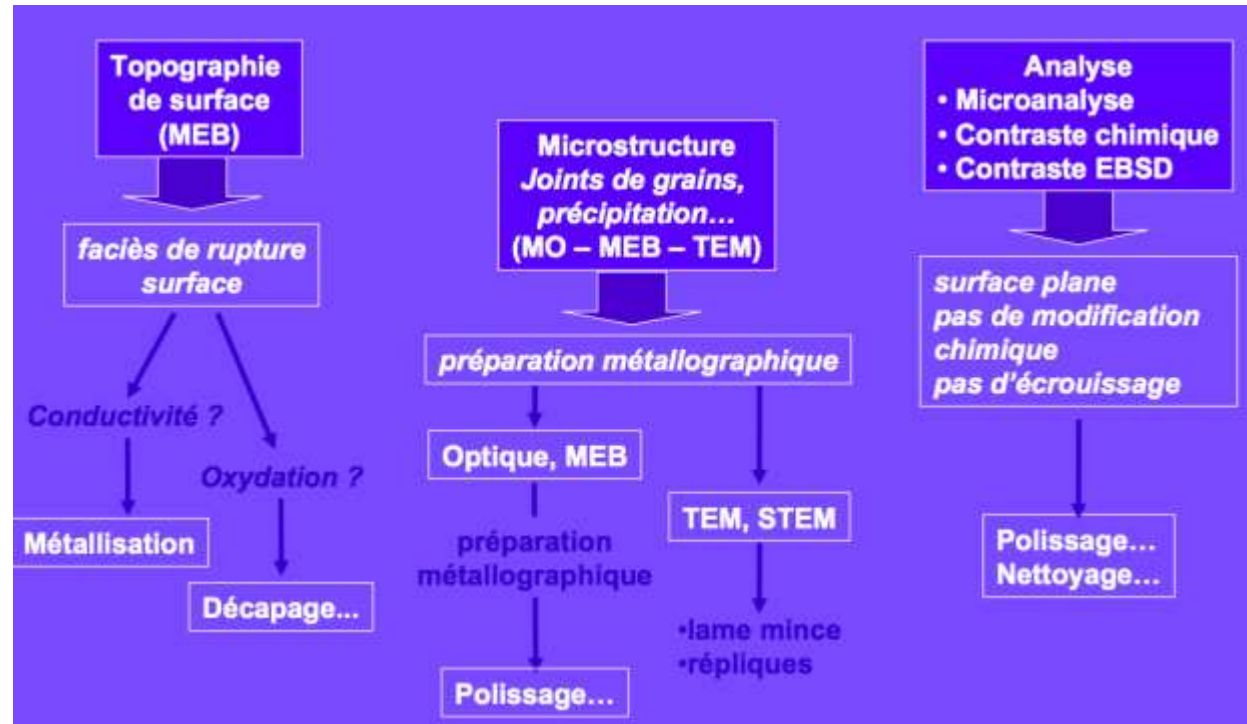


Comment ?

Choix de la méthode

Le choix de la méthode de préparation va dépendre

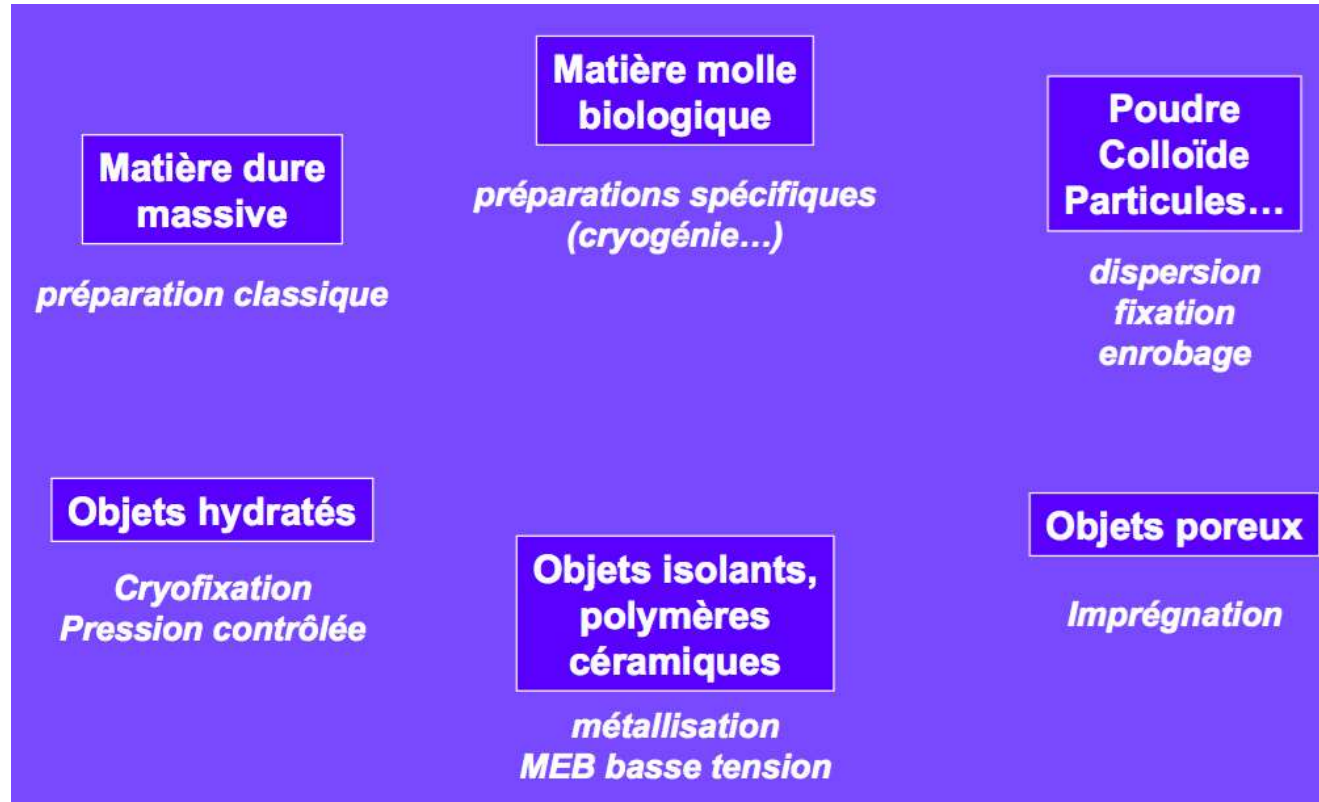
- de la nature des informations recherchées



Source J. Ruste GNMEBA 2007

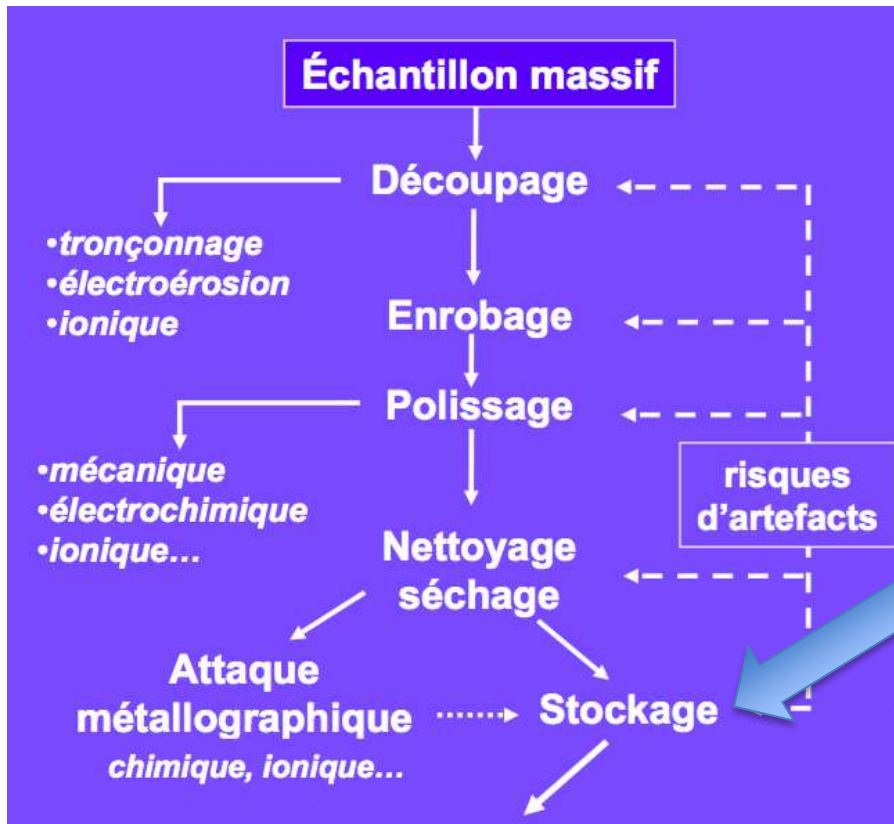
Le choix de la méthode de préparation va dépendre

- de la nature de l'échantillon



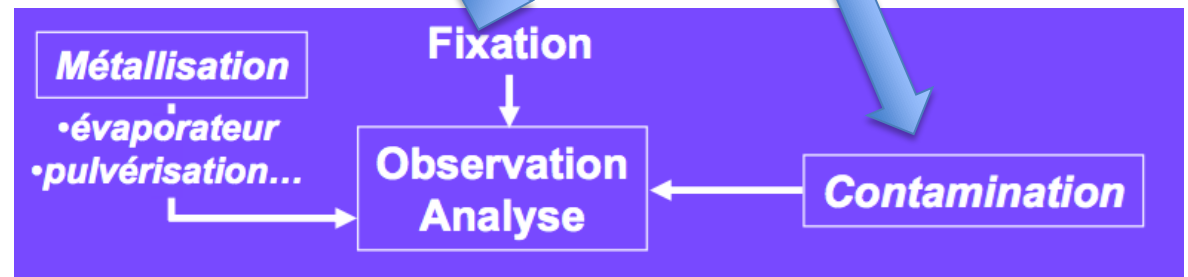
Source J. Ruste GNMEBA 2007

# Préparation classique (exemple de la préparation métallographique)



Focus sur la manipulation des échantillons.

Focus



Source J. Ruste  
GNMEBA 2007

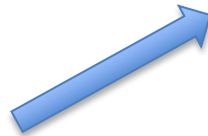
## Fixation des échantillons

La contrainte principale



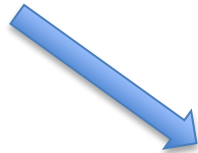
Avoir un bon contact électrique entre l'échantillon et la masse pour éviter les problèmes de charge

Le choix du type de fixation



de la morphologie de l'échantillon

- massif
- poudre
- mince



du type d'observation / analyse

- observation/ topographie (surface brute)
- surface polie ( analyse, EBSD)
- observation en MEB/STEM

Surface brute

Échantillon massif

Porte échantillon

+

moyen de fixation

simple

Pastille de carbone

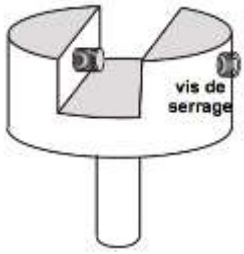
Laque conductrice (Ag, carbone)



Dégazage important  
Risque de contamination

Incliné

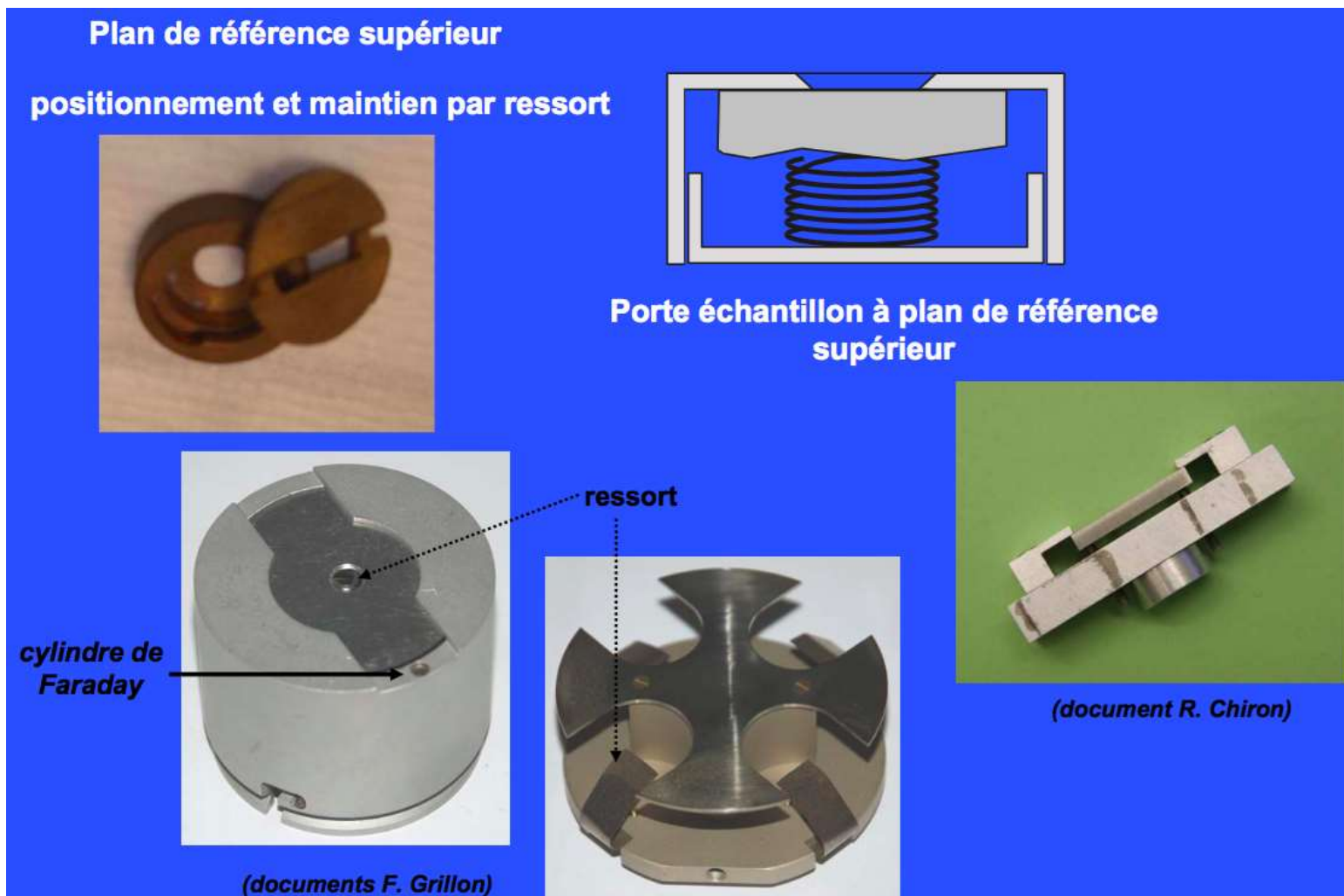
Ruban adhésif double face



Mécanique

Source J. Ruste  
GNMEBA 2007

# Échantillon massif poli pour la microanalyse



Source J. Ruste  
GNMEBA 2007

# Échantillon mince MEB STEM

**pour MEB-STEM**



*lame mince*

*détecteur STEM*



*(documents F. Grillon)*

**Exemple de porte échantillon (lame mince) pour MEB-STEM**



**portoirs pour lame mince (EBSD et STEM)**

*(documents R. Chiron)*

Source J. Ruste  
GNMEBA 2007

# Contamination

## Nature de la contamination – Famille de contaminants

Selon la norme NF EN ISO 14644

**"Toute entité particulaire, moléculaire, non particulaire ou biologique  
SUSCEPTIBLE DE PRODUIRE UN EFFET INDESIRABLE  
sur le produit ou le procédé"**

Usuellement classés en trois catégories :

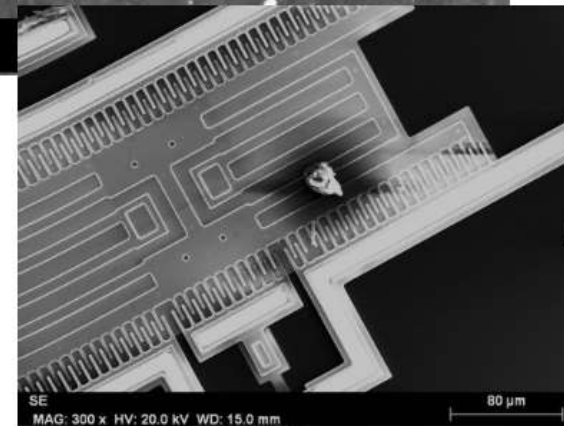
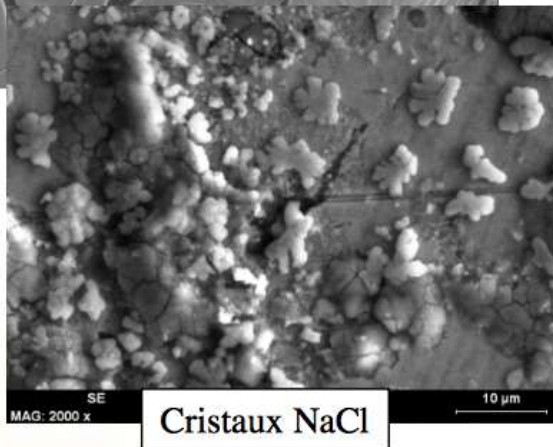
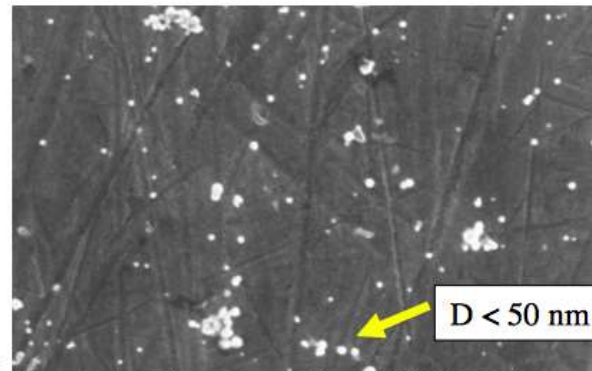
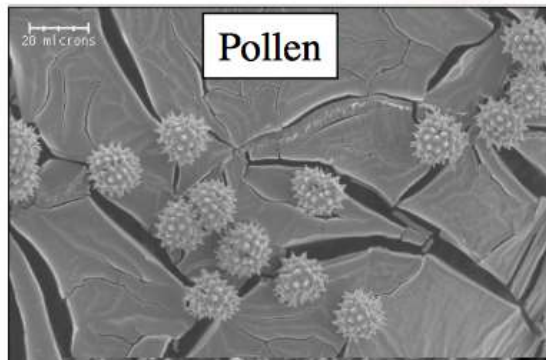
- |  |                                      |
|--|--------------------------------------|
| •Particules <b>INERTES</b>                     | <b>Contamination Particulaire</b>    |
| •Molécules <b>REACTANTES</b>                   | <b>Contamination Moléculaire</b>     |
| •Particules <b>VIABLES</b> ou micro-organismes | <b>Contamination Microbiologique</b> |

Le caractère "Contaminant" dépendra de la sensibilité de l'échantillon à cette particule ou molécule.

Source F. Charlot et al  
GNMEBA 2007

# Contamination

## Exemples de contaminants particuliers



Nature chimique des particules : Métallique, minérale, organique, ...

Source F. Charlot et al  
GNMEBA 2007

# Contamination

## Contaminants Moléculaires.

Espèces Moléculaires **NON** Particulaires

Contamination moléculaire aéroportée (AMC)

À l'état de gaz, vapeur,

Contamination moléculaire surfacique (SMC)

Présence à l'état adsorbée sur une surface

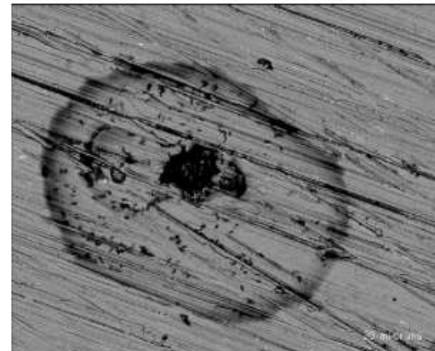
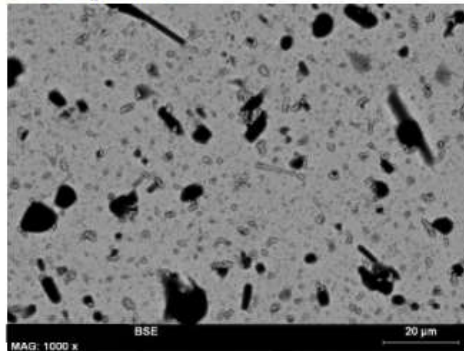
→ **Film en surface**

### Exemples de contamination moléculaire :

#### ■ Hydrocarbures $C_nH_pO_m$

Organique

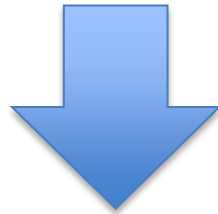
Condensable



Source F. Charlot et al  
GNMEBA 2007

## Objectif

La zone à observer ou à analyser de l'échantillon doit être préservée au maximum de tout contact



Bonnes pratiques ?

Comment bien tenir son échantillon pour éviter de le contaminer ?

Comment le stocker ?

Comment le transporter ?

# 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

La norme définit trois catégories d'échantillon en fonction du type d'information recherchée et de la sensibilité à la manipulation.

### Echantillon A

les analyses requièrent l'intégrité de la couche d'extrême surface.

ex : analyse film sur la surface

### Echantillon B

les analyses requièrent une préparation de la surface pour éliminer la couche la plus externe (contamination;..) avant/dans l'introduction dans la chambre d'analyse.

ex multimatériau ligne de profil

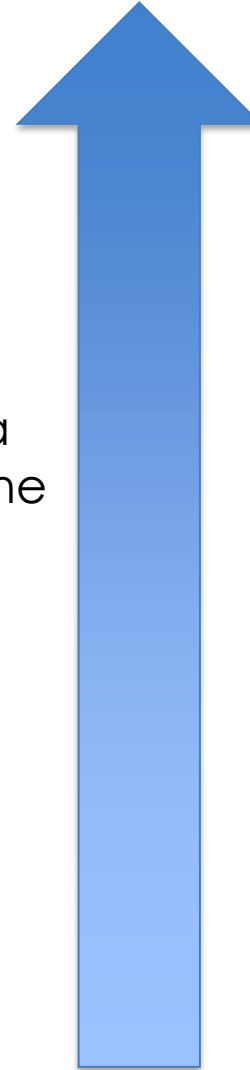
### Echantillon C

les analyses requièrent une préparation (externe) de l'échantillon

ex faciès de rupture échantillon massif  
échantillon métallurgique poli

Eviter la contamination

sensibilité à  
la manipulation



## Manipulation de l'échantillon

### Sources de contamination possibles

→ Une main non protégée ne doit jamais tenir les échantillons même si la peau ne touche pas la zone d'intérêt.

→ Les empreintes digitales et les crèmes contiennent des espèces mobiles qui peuvent migrer et contaminer la surface

→ Gants: doivent être sans talc, silicone pour éviter toute contamination

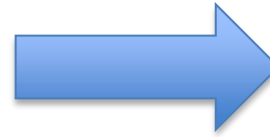
→ Séchage avec source de gaz comprimé peut être nécessaire pour enlever des particules  
Choix du gaz (éviter les gaz qui contiennent de l'huile).

→ Pas de séchage avec la bouche

Manipulation de l'échantillon

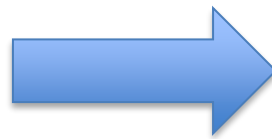
Eviter la contamination

Echantillon A  
intégrité de la  
couche  
d'extrême  
surface.



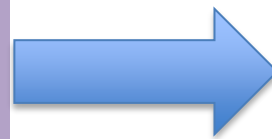
- Main gant en polyéthylène
- Outils lavés dans l'alcool isopropylique et séchés avant usage

Echantillon B  
préparation  
de la surface



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

Echantillon C  
préparation de  
l'échantillon



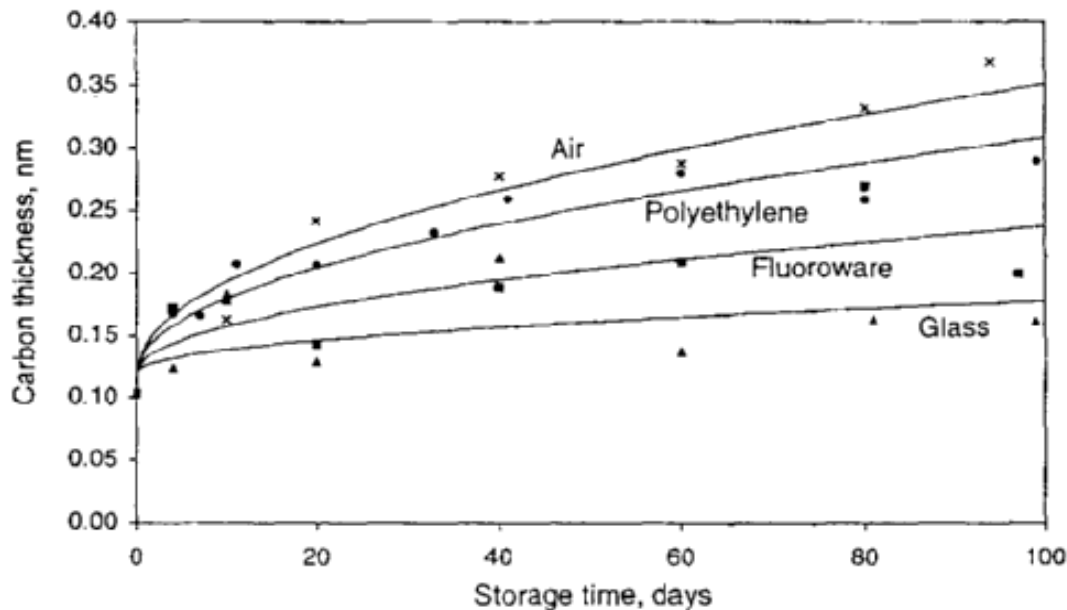
Outil propre  
Papier qui ne peluche pas peut permettre de tenir les échantillons par les bords (pas de contact du papier avec la zone à analyser).  
Pas de gant

## Stockage de l'échantillon

### Sources de contamination possibles

→ Une contamination peut être induite par les espèces volatiles qui peuvent être émises par le container (parois) en lien avec la nature du matériau constituant du container

→ Le temps de stockage (courte ou longue durée)



Seah, M P Spencer S.

J Journal of Vacuum Science and technology

Vol 21 n° 2 p 345-352 (2003)

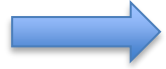
Carbon contamination as a function of storage time, (x) in laboratory air, (●) in polyethylene containers, (■) in Fluoroware polypropylene containers, and (▲) in glass containers.

## Stockage de l'échantillon

### Sources de contamination possibles

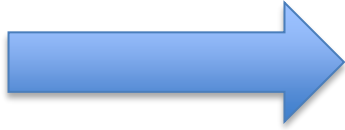


Risque de contamination croisée si plusieurs échantillons sont stockés ensemble.

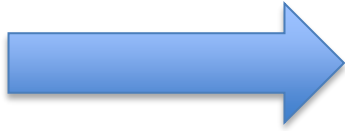


Basse Température risque de condensation sur la surface

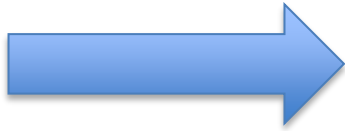
# Moyen de stockage



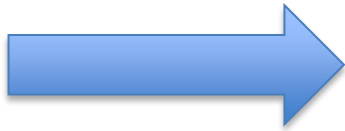
Boite de stockage



Dessicateur



Boite à gant



Conservation par le froid

# Boite de stockage

- Stockage individuel
- Stockage collectif



En matière plastique

polystyrène, polypropylène,

# Dessicateur

Dessicateur classique en (verre, plastique)

Stockage courte durée



Desséchant	Nature des vapeurs captées	Observations
$H_2SO_4$ concentré	<ul style="list-style-type: none"><li>• eau</li><li>• Vapeurs basiques</li><li>• Grand nombre de vapeurs organiques</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Danger</li><li>• Ne pas transporter le dessicateur (mobilité du liquide)</li></ul>
Pastilles de NaOH ou KOH	<ul style="list-style-type: none"><li>• eau</li><li>• Vapeurs acides</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Danger</li></ul>
$CaCl_2$ anhydre	<ul style="list-style-type: none"><li>• eau</li></ul>	
$P_2O_5$	<ul style="list-style-type: none"><li>• eau</li><li>• Vapeurs basiques</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Danger</li><li>• très efficace</li></ul>
Silicagel	<ul style="list-style-type: none"><li>• eau</li><li>• Nombreux solvants organiques</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Régénéré dans une étuve à 110°C</li><li>• Le silicagel est généralement additionné d'un indicateur coloré au cobalt : il est bleu quand il est sec, rose quand il est saturé.</li></ul>
Paraffine	<ul style="list-style-type: none"><li>• Nombreux solvants organiques dont :<ul style="list-style-type: none"><li>○ hydrocarbures</li><li>○ oxyde d'éthyle</li><li>○ solvants chlorés</li></ul></li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Découper de minces copeaux, afin d'avoir une surface active importante</li></ul>

Les principaux agents desséchants

# Dessiccateur sous vide



Stockage longue durée

Échantillon placé sous vide

Contrôle de la température

# Boite à gants

Contrôle de  
la qualité 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

## stockage de l'échantillon

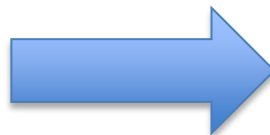
## Eviter la contamination

Echantillon A  
intégrité de la  
couche  
d'extrême  
surface.



- Boite à gant sous gaz inerte
- Boite en verre avec fermeture en verre, téflon, feuille d'aluminium
- Boite porte échantillon en polypropylène de haute qualité (il faut éviter les insert en polyéthylène).

Echantillon B  
préparation  
de la surface



- Boite en polyéthylène
- Feuille d'aluminium

Echantillon C  
préparation de  
l'échantillon



Papier sans acide et sans peluche

# Transport

Éviter tout contact entre la zone d'intérêt de l'échantillon et le container lors du transport

Possibilité de mise sous vide

Possibilité de mise sous gaz inerte



## Transport de l'échantillon

## Eviter la contamination

Echantillon A  
intégrité de la  
couche  
d'extrême  
surface.

container sous  
atmosphère inerte.

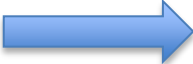
Echantillon B  
préparation  
de la surface

- Échantillon dans une feuille d'aluminium puis placé dans une boîte pour le transport
- Échantillon placé dans un sac en polyéthylène avec fermeture hermétique puis placé dans une boîte pour le transport

Echantillon C  
préparation de  
l'échantillon

Echantillon placé dans un Papier sans acide et sans peluche puis placé dans une boîte pour le transport

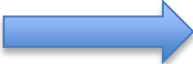
# Conclusion



La zone à observer ou à analyser de l'échantillon doit être préservée au maximum de tout contact avec la main et les parois des boîtes pour le stockage et le transport



La manipulation, le stockage et le transport peuvent aussi être des sources de contamination de l'échantillon



Il est important de bien avoir conscience qu'un emballage inapproprié lors du transport risque de dégrader l'échantillon avant observation et/ ou analyse

Merci pour votre  
attention