



**GROUPE DE RECHERCHE  
EN PHYSIQUE ET TECHNOLOGIE  
DES COUCHES MINCES (GCM)**

## INFOLETTRE DU GCM

Août 2010  
Volume 1, Numéro 8

ÉCOLE  
POLYTECHNIQUE  
MONTRÉAL

Université   
de Montréal

### NOUVEAUX SERVICES EN DÉPÔT DE COUCHES MINCES ET EN MICROFABRICATION

Le GCM étend sa gamme de services à l'industrie en rendant disponibles toute une série d'appareils pour le dépôt de couches minces et la microfabrication.

Pour plus de détails, consultez : [www.gcmlab.ca/pdf/Thin\\_Film\\_Deposition.pdf](http://www.gcmlab.ca/pdf/Thin_Film_Deposition.pdf)

### LA PRÉPARATION D'ÉCHANTILLON : LA CLÉ POUR UNE ANALYSE RÉUSSIE

*En collaboration avec Suzie Poulin, associée de recherche au GCM*

Lors de la planification d'une analyse, on consacre souvent beaucoup de temps à choisir la technique d'analyse, mais on néglige souvent la préparation d'échantillon. Pourtant, dans plusieurs types d'analyses, une bonne préparation d'échantillon est critique pour obtenir des résultats fiables et reproductibles. Nous donnerons dans cette infolettre des conseils pour une bonne préparation d'échantillon en fonction du type d'analyse.

#### Représentativité de l'échantillon

La plupart des analyses offertes au GCM requièrent de faibles quantités de matière, de l'ordre de quelques grammes, voire milligrammes ou de quelques millilitres. En conséquence, les échantillons soumis pour analyse ne représentent souvent qu'une petite partie du produit ou du lot dont on désire connaître les propriétés. Pour un lot homogène, cela ne pose pas de contrainte particulière. Par contre, pour un produit inhomogène, on peut soit le brasser afin d'en augmenter l'uniformité dans le cas des liquides et des poudres, en autant que cela n'altère pas ses propriétés, soit faire l'analyse sur plusieurs quantités extraites du même produit ou sur plusieurs sections de l'échantillon dans le cas des autres solides.



#### Limitations physiques

Avant toute analyse, il importe de vérifier les dimensions d'échantillons admissibles dans les appareils. Certains appareils, comme les microscopes à force atomique (AFM) ou les spectromètres infrarouges à transformée de Fourier (FTIR), peuvent accepter des échantillons relativement gros de quelques dizaines de centimètres, alors que des appareils d'analyse de surface sont limités à des tailles de 1 cm x 1 cm x 6 mm d'épais dans le cas du XPS du GCM, et de 8 cm x 6 cm x 2 cm pour le TOF-SIMS du GCM.

Si la taille d'échantillon doit être réduite, on recommande de garder une zone complètement vierge pour l'analyse, ce qui veut dire sans aucun contact avec quelque autre surface que ce soit. Par exemple, pour une mesure par AFM, on pourra réduire la taille de l'échantillon à quelques cm de grosseur, en prenant bien soin de ne pas affecter une zone centrale de 100 µm x 100 µm qui sera utilisée pour l'analyse. Chaque technique a une zone d'analyse différente, il est donc important de s'informer avant de préparer les échantillons.

#### Groupe de recherche en physique et technologie des couches minces (GCM)

Pavillon J.-A.-Bombardier  
Campus de l'Université  
de Montréal  
2900 Édouard-Montpetit  
Montréal (QC) H3T 1J4

Téléphone : 514 340-4711, #7458  
Courriel : [jstasse@polymtl.ca](mailto:jstasse@polymtl.ca)

[www.gcmlab.ca](http://www.gcmlab.ca)





### Préparation d'échantillon pour des mesures mécaniques

Pour des analyses mécaniques de surface telles que celles offertes au GCM (microdureté, micro-rayures, test d'usure, etc), il suffit en général d'éviter que la surface à analyser soit en contact avec un produit chimique réactif pouvant occasionner une modification de la surface, comme de l'acide. Un contact accidentel avec un produit chimique ou un liquide peu réactif (comme l'eau) n'aura normalement pas d'impact sur la qualité de la mesure.

### Préparation d'échantillon pour des analyses chimiques

Les mesures chimiques requièrent presque toujours une préparation d'échantillon rigoureuse. Plus la concentration ou la profondeur faisant l'objet de l'analyse est faible, plus la manipulation devra être minutieuse afin de réduire au maximum les risques de contamination. On recommande en général d'éviter le contact avec les mains, car le gras des doigts vient augmenter la concentration de carbone, d'oxygène, de sodium et de calcium en surface de l'échantillon. Cette précaution est d'autant plus critique que la profondeur d'analyse est faible comme pour les analyses de surface par XPS ou TOF-SIMS. Il convient donc de manipuler les échantillons avec des gants sans poudre et des pinces propres afin d'éviter tout contact avec la surface à analyser.

Encore une fois la surface ne doit avoir aucun contact avec quelque autre surface que ce soit. Certaines techniques nécessitent que les échantillons soient placés dans une enceinte à très haut vide, il faudra donc en vérifier la compatibilité.

### Préparation d'échantillon pour de la microscopie électronique (MEB) ou microscopie à force atomique (AFM)

En général, les recommandations pour les analyses chimiques sont tout aussi valides pour les analyses par microscopie. Dans le cas de la microscopie électronique à balayage, on devra également vérifier la compatibilité au vide de l'échantillon, car plusieurs échantillons organiques ont tendance à dégazer dans la chambre du MEB. Pour éviter de contaminer la chambre de l'instrument, on aura recours à un MEB doté d'une chambre environnementale.

### Emballage

L'emballage idéal est un contenant qui n'affecte pas la composition de l'échantillon et qui est également insensible à la chaleur. Pour les échantillons solides, on suggère habituellement du papier d'aluminium (comme celui utilisé en cuisine) car il réagit très rarement avec les solides et il est remarquablement stable en température. En général, on proscriit les sacs en papier et en plastique de type « Ziploc » car ce type d'emballage, lorsqu'exposé à la chaleur, a tendance à coller à l'échantillon et peut ainsi en modifier les propriétés chimiques de surface. Pour les échantillons liquides ou les poudres, un contenant fermé de plastique ou de verre fera l'affaire tout en sachant que les contenants en fluoroware laissent une contamination de fluor détectable par XPS et TOF-SIMS par exemple.

## PENSE-BÊTE DE LA PRÉPARATION D'ÉCHANTILLON

- Est-ce que l'échantillon est d'une taille appropriée pour l'analyse?
- Quelle quantité d'échantillon dois-je envoyer?
- L'échantillon envoyé est-il représentatif de mon lot?
- La technique d'analyse est-elle une technique sous vide? Si oui, mon échantillon est-il compatible avec le vide?
- Ai-je manipulé l'échantillon de préférence avec des gants et des pinces pour éviter les risques de contamination?
- Ai-je placé mon échantillon dans un emballage approprié comme du papier d'aluminium pour des solides ou un contenant de plastique ou de verre pour une poudre ou un liquide?



**Suzie Poulin** a reçu son B.Sc en chimie de l'Université de Montréal en 1976 puis a continué en maîtrise dans le domaine de la cristallographie des

polymères à l'UQAM. Après deux ans comme agent de recherche dans le groupe de cristallographie de l'Université de Montréal, elle joint le département de physique de l'École Polytechnique, en 1980, pour travailler en résonance paramagnétique électronique (RPE). Après un an, elle s'occupe des mesures ERD et RBS pour le Groupe de recherche en physique et technologie des couches minces (GCM). En 1985, elle prend la charge du laboratoire d'analyse des surfaces qui ne comporte à cette époque que la technique XPS. Puis viennent se greffer au laboratoire un microscope AFM, deux systèmes FTIR et un TOF-SIMS sur lesquels elle développe son expertise sur différents matériaux solides.