  ****

**Annexe Cahier des Spécifications Techniques**

**« Diffractomètre à rayons X pour l’étude des matériaux »**

**Projet porté par :** Université de Poitiers

**Nom et qualité du responsable scientifique :**

* Grégory ABADIAS, Professeur des Universités, Directeur Adjoint du Département PMM à l’Institut Pprime et responsable scientifique de l’opération
* Patrick VILLECHAISE, Directeur de Recherche CNRS, Directeur Adjoint de l’Institut Pprime et responsable du programme AEROTRANS

1. **Objet du marché**

Le Département Physique et Mécanique des Matériaux (DPMM) de l’Institut Pprime souhaite acquérir un **diffractomètre à rayons X pour l’étude des matériaux** dans le cadre du projet AEOTRANS (programme CPER 2021/27).

Ce marché a pour objet la fourniture, la livraison, l’installation et la mise en service d’un diffractomètre à rayons X de dernière génération permettant l’étude structurale de matériaux sous forme de couches minces, échantillons massifs (de type céramique ou métallurgique), et poudres.

1. **Présentation du projet**

La diffraction de rayons X est une technique permettant la caractérisation de la structure des matériaux. Elle est largement utilisée au DPMM dans le cadre de nombreux projets scientifiques portant sur la synthèse et la caractérisation de matériaux nouveaux, ou bien encore dans un cadre plus fondamental de compréhension des propriétés physiques de la matière condensée. Les trois équipes de Physique au sein du département PMM disposent d’un parc de diffractomètres vieillissants, sujets à pannes récurrentes et à l’entretien de plus en plus difficile. Dans ce contexte, l’acquisition d’un diffractomètre à rayon X de nouvelle génération à l’Institut Pprime est nécessaire pour avancer et approfondir les études fondamentales et appliquées menées dans le département, ou bien réaliser des prestations vis-à-vis des industriels, à l’échelle locale voire nationale. Ce matériel sera utilisé essentiellement par les trois équipes (PPNA, PDP, et SIMAC) relevant du CNRS et de l’Université de Poitiers (UP). Il sera installé dans les locaux de l’Institut Pprime.

Le nouvel équipement devra être en mesure de répondre à un certain nombre de besoins permettant une étude microstructurale approfondie de matériaux inorganiques variés (alliages métalliques, oxydes, céramiques) et sous diverses formes :

* des *couches minces, nanostructures et multicouches*, polycristallines ou épitaxiées, d’épaisseur typique dans la gamme 10 à 500 nm, déposés sur substrats rigides (Si, saphir, etc..) ou souples (Kapton).
* des *matériaux massifs* polyphasés, ou présentant un gradient de propriétés structurales en profondeur (jusqu’à 10 microns) suite à un traitement de surface (type nitruration)
* des *matériaux divisés* sous formes de poudres, afin d’obtenir une analyse quantitative de mélange de phases

Ce nouvel appareil devra permettre d’enregistrer des diffractogrammes dans les différentes configurations envisagées avec une excellente précision et une très bonne reproductibilité. Plusieurs configurations seront nécessaires pour couvrir l’ensemble des études souhaitées. Plus spécifiquement, il devra fournir des informations sur les phases cristallines et leurs orientations préférentielles (texture), la microstructure (taille de grains, défauts) ainsi que l’état de contraintes résiduelles appliquées à des matériaux massifs, revêtements et jusqu’à des films minces nanométriques. Dans le cas de films minces et multicouches, des mesures par réflectométrie donneront accès à des informations morphologiques (épaisseur, rugosité et densité).

L’ajout de fonctionnalités originales (détecteur 2D, diffraction en mode « in-plane » et couplage avec un four haute température sous vide ou atmosphère contrôlée) permettra d’ouvrir de nouvelles perspectives d’étude sur les matériaux de basse dimensionalité (films ultra-minces, nano-objets) et de suivre les cinétiques de transformations structurales au cours d’essais *in situ* (recuit thermique, essais de traction mécanique, mesure de résistivité électrique).

L’équipement est souhaité modulable, ergonomique (facilité dans les changements de configurations) et évolutif. Une **attention particulière sera portée à la facilité de passage d’une configuration à l’autre** (changement de platine et environnement porte-échantillon, changement des optiques, etc…) tout en conservant une très bonne fiabilité et reproductibilité, ainsi qu’aux possibilités de pilotage des différentes mesures en mode automatique, et à la convivialité des logiciels de commande et de traitements de données.

L’ensemble du matériel sera neuf, de développement récent des équipements dans le domaine. Il devra être installé dans le laboratoire sans modification des accès et sans moyen de manutention lourd à fournir par le laboratoire. Le poids de l’appareil et toutes les dimensions devront être précisés.

1. **Solution de base**

L’équipement doit être modulable et permettre des mesures dans différents modes sur couches minces, échantillons massifs et poudres. Cet instrument devra intégrer un **réalignement automatique** des optiques lors des changements de configuration. Le candidat pourra préciser le temps nécessaire au réalignement lors d’un changement majeur de configuration.

L’équipement de base devra permettre de réaliser les mesures suivantes, et de traiter les données obtenues avec les logiciels adaptés :

- diffraction  pour la caractérisation de phases

- diffraction de rayons X sur couches minces polycristallines et échantillons orientés (texturés, épitaxiés) :

- en mode balayage en , encore appelé « rocking curves »

- en mode phi-scans,

- figures de pôles et mesures de textures sur échantillons massifs et films minces,

- diffraction en incidence rasante (GIXD), ou mode « in-plane »

- diffraction sur couches épitaxiées in plane et out-of-plane

- cartographies du réseau réciproque avec différentes possibilités de balayage,

- mesures de réflectivité sur des couches minces cristallines ou amorphes,

- mesures des contraintes résiduelles sur films polycristallins et sur films orientés

La présence ou non de la reconnaissance des différents éléments, dont les optiques, devra être précisée ainsi que le mode de reconnaissance.

Tout élément permettant de juger de la convivialité du système et des logiciels sera un atout.

Un des objectifs du nouvel équipement est de pouvoir coupler le diffractomètre avec une enceinte sous-vide (ou sous atmosphère contrôlée) et équipée d’un système de chauffage à haute température afin d’étudier les cinétiques de transformations de phase. Les spécificités concernant l’acquisition d’un **four sous vide** font partie de la solution de base et seront décrites à la **rubrique 3.10** (page 9).

Un second objectif est de pouvoir réaliser des mesures sur des nano-objets ou surfaces nanostructurées par diffusion des rayons X à petits angles en incidence rasante (GISAXS). Ce point fait l’objet de la PSE2, décrite page 11.

* 1. **Source de RX et environnement de travail**

L’équipement devra comprendre :

- une enceinte de protection homologuée CE selon la norme française NFC 74-100 contre le rayonnement X avec deux larges portes d’accès vitrées, équipée d'une coupure automatique de sécurité d’émission de rayons X en cas d'ouverture des portes, ainsi que d'un éclairage intérieur.

- un générateur de rayons X (***deux variantes possibles***)  
 **soit** un tube scellé de rayons X céramique, anticathode en cuivre, refroidi par eau (préciser la sécurité en cas de défaut(s) d’alimentation en eau), avec possibilité de faisceau linéaire ou ponctuel (préciser comment se fait le passage de l’un à l’autre), et d’une puissance minimale de 3 kW

**soit** une source de forte brillance (type anode tournante) fonctionnant avec anticathode de cuivre et garantie minimale de 3 ans.

L’offre devra préciser pour chacune des options le coût correspondant, la durée minimale de garantie de la source et la puissance (courant) correspondant.

L’appareillage de **plus forte puissance** sera privilégié par rapport aux besoins attendus.

Le candidat devra aussi décrire les solutions utilisées pour

- le chauffage programmable du tube de rayons X, avec un mode automatique et manuel, ou la procédure de mise en route dans le cas d’une anode tournante.

- le circuit de refroidissement : le laboratoire dispose d’un circuit d’eau glacée en boucle fermée dont la température est de 8°C.

- le système de pompage éventuel (privilégier l’utilisation de pompes dites « sèches »).

La mise à disposition de schémas techniques (schémas électriques, plans mécaniques) est demandée.

* 1. **Platine goniométrique et porte-échantillons**

❑ Le goniomètre comprendra un berceau 5 axes motorisés :

Déplacement des différents mouvements  X, Y, Z) et possibilité de mesures in plane, par moteurs continus ou pas ou pas (à préciser), avec lecture de la position par encodeur optique ou autre (à préciser).

Préciser pour chacun des mouvements l'écart garanti entre la position réelle et la position demandée par l'utilisateur.

La précision de positionnement absolue des différents axes devra être donnée.

Le candidat devra préciser le type de goniomètre proposé :

- type vertical (l’échantillon est positionné horizontalement sur la platine porte-échantillon) ;

- type horizontal (l’échantillon est positionné verticalement sur la platine porte-échantillon).

La procédure d’alignement du diffractomètre, en particulier le réglage du plan de référence de l’échantillon (positionnement en Z) devra être décrite, ainsi que les échantillons standards nécessaires à la vérification des réglages et alignements.

La fourniture de certains accessoires facilitant la procédure d’alignement ou de centrage de l’échantillon sera décrite soit dans l’offre de base.

❑ Platines porte-échantillons

Les platines proposées devront permettre de supporter un poids de 400 g (correspondant à un dispositif de traction mécanique de type Deben). Devront être précisés pour chaque platine porte-échantillons proposée :

- l’amplitude de chaque mouvement (translation X, Y et Z, rotation  dans le plan, tilt X et Y), en indiquant le cas échéant la limitation qui pourrait être engendrée par l’utilisation de certains porte-échantillons ou optiques par exemple

- les dimensions et poids maximum des échantillons, en indiquant le cas échéant une limitation qui pourrait être engendrée par l’utilisation de certains porte-échantillons, optiques, ou mouvement, par exemple.

Le système devra a minima permettre des analyses sur des échantillons de 80 mm de diamètre et de 15 mm de hauteur.

- le mode de maintien des échantillons

❑ Accessoires

- L’utilisation d’un couteau pourra être proposée pour les mesures en réflectivité, dans l’offre de base. La possibilité de rajouter des collimateurs limitant le bruit au plus près de l’échantillon devra être précisée.

- L’offre devra proposer la possibilité d’intégrer dans la solution de base les accessoires suivants

* un passeur automatique d’échantillons (s’il en existe compatible avec le système) (permettant le passage d’au moins 5 échantillons) pour la configuration « poudres » : indiquer le nombre d’échantillons admissibles
* un système de caméra pour faciliter le positionnement des échantillons sur le goniomètre, en particulier pour le centrage en Z, et visualiser la zone irradiée par le faisceau
* un écran fluorescent permettant d'observer la position et la largeur du faisceau de RX
* deux supports-échantillons monocristallins supprimant le fond continu lors d'une acquisition (dimensions à préciser).

Chaque accessoire listé ci-dessus devra être chiffré séparément.

❑ Informations complémentaires

Le mode de reconnaissance automatique, ou non, de chaque élément (optique, platine, etc…) et les conditions d’alignement nécessaires seront précisées. L’appareillage le plus ergonomique en termes de procédure d’alignement d’échantillons et facilité de pilotage des moteurs/optiques sera privilégié.

La proposition de chaque candidat devra faire apparaître la(les) platine(s) proposée(s) pour l’étude des couches minces, d’une part, et des poudres, d’autre part. Les mouvements associés et leurs caractéristiques seront indiqués (par exemple la plage maximale de balayage en 2…).

Les porte –échantillons, divers accessoires pour le réglage, et échantillons standards fournis dans l’offre de base seront listés et décrits (matériaux, dimensions, application visée…). Leur nombre sera indiqué.

* 1. **Optiques primaires et secondaires**

Le candidat devra préciser dans l’offre de base le type d’optique utilisée (monochromateur, fentes, collimateurs, filtres, etc…) pour la réalisation de mesures en configuration faisceau parallèle et faisceau divergent

❑ Optique primaire

Les réponses à l’appel d’offre devront décrire les solutions proposées pour travailler dans les conditions adaptées à chaque application de l’équipement, en particulier :

- pour l'analyse des couches minces : l'ensemble des éléments optiques nécessaires à l'analyse des couches, et leurs caractéristiques, incluant des échantillons de petites dimensions (typiquement 5 mm x 5 mm, voire plus petits) devra être décrite : miroir de Göbel, channel cut, fentes de Soller, jeu de fentes fixes, masques, collimateurs, …

- optiques pour mesures en incidence rasante et in-plane

❑ Optique secondaire

Les réponses à l’appel d’offres devront décrire les solutions proposées pour travailler dans les conditions adaptées à chaque application de l’équipement, en particulier :

- fentes anti-diffusion

- tout boîtier de fentes nécessaire au détecteur proposé

- optiques pour mesures en incidence rasante et in-plane

La proposition devra décrire chaque élément proposé et comprendre l’ensemble des supports mécaniques, cartes électroniques et accessoires nécessaires.

Il devra également être précisé si le système permet de reconnaître les éléments proposés pour un passage automatique d’une configuration à une autre, et si un alignement est nécessaire. Dans ce cas, les différentes étapes d’alignement devront être décrites en indiquant le temps typique nécessaire à prévoir.

Il devra être précisé si les éléments (exemple bloc de fentes) sont motorisés ou non.

* 1. **Détecteur**

Le détecteur devra permettre des analyses de haute qualité dans les différentes configurations :

Il s’agira d’un détecteur rapide haute résolution, permettant de travailler dans les différents modes 0D, 1D, 2D. Le candidat devra préciser le cas échéant les caractéristiques du détecteur ou fournir une documentation annexe de référence, les différents modes d'utilisation (0D -1D-2D, faible bruit/grande dynamique ou grande rapidité d’acquisition…)

Le détecteur devra avoir une bonne résolution en énergie (à préciser) afin de s’affranchir des effets de fluorescence de certains échantillons.

Les optiques secondaires associées au détecteur seront décrites (cf paragraphe 3.3).

* 1. **Configuration – mode diffraction (poudres et films minces)**

Le candidat devra préciser les solutions techniques (optiques, platines porte-échantillons, configuration du détecteur) proposées pour des mesures en configuration diffraction conventionnelle permettant l’analyse de phases de films minces, matériaux massifs ou divisés. Le candidat pourra transmettre ces informations sous forme d’un document pdf et/ou video.

* 1. **Configuration – mode réflectométrie**

Le candidat devra préciser les solutions techniques (optiques, platines porte-échantillons, configuration du détecteur) proposées pour des mesures en réflectométrie permettant l’analyse des films minces, en particulier la résolution atteignable en termes d’épaisseur maximale des couches analysées. Le candidat pourra transmettre ces informations sous forme d’un document pdf et/ou video.

* 1. **Configuration – mode in-plane**

Le candidat devra préciser les solutions techniques (optiques, platines porte-échantillons, configuration du détecteur) proposées pour des mesures de diffraction dans le plan (mode in-plane), et le couplage éventuel avec des mesures hors-plan. Le candidat pourra transmettre ces informations sous forme d’un document pdf et/ou video.

* 1. **Configuration – analyse de contraintes résiduelles et texture**

Le candidat devra préciser les solutions techniques (optiques, platines porte-échantillons, configuration du détecteur) proposées pour la réalisation de figures de pôles et d’analyses des contraintes résiduelles. Le candidat pourra transmettre ces informations sous forme d’un document pdf et/ou video.

La possibilité d’effectuer ce type de mesures en laissant l’échantillon en position horizontale serait un atout.

* 1. **Système informatique, ordinateur et logiciels**

❑ Ordinateur : L’ordinateur devra être adapté au bon fonctionnement de l’ensemble des logiciels de pilotage et traitements des données

Au minimum :

- Processeur de type intel core i9 avec 20 coeurs minimum

- Mémoire vive 64Go (RAM)

- Disque système de 512Go en technologie SDD

- Volume de stockage des données expérimentales construit avec un minimum de deux disques mécaniques (4 To mini chacun) agrégés en RAID-1 (tolérance de panne)

- Carte réseau 1Gbps avec connectivité RJ45 + option de passage en 10Gbps avec fibre optique (carte SFP avec transceiver monomode inclus)

- Carte vidéo supportant le double affichage sur deux écrans (bureau étendu) avec une résolution FullHD

- 2 écrans 24 pouces supportant une résolution FullHD (1920x1080)

- Clavier AZERTY et souris USB

- Lecteur optique (graveur DVD+/-RW)

- Système d’exploitation : au minimum Windows 10

* Volumétrie des données

Afin d’évaluer le besoin de stockage, le candidat devra préciser la volumétrie des données générées par l’appareil. Par exemple pour l’acquisition de données de diffraction utilisant le détecteur 2D (donner un ordre de grandeur en Go du fichier généré pour une gamme angulaire donnée), ou l’acquisition d’une courbe typique de réflectivité.

❑ Logiciels : L’offre de base devra comprendre les logiciels correspondant aux différentes applications listées. Typiquement au moins ce qui est indiqué ci-dessous (le candidat indiquera pour chaque logiciel proposé ses fonctionnalités au regard des applications visées dans cet appel d’offre) ; certaines fonctionnalités pourront le cas échéant se trouver regroupées dans un même logiciel (à préciser)

- logiciel(s) de pilotage du diffractomètre permettant la collecte des données dans toutes les configurations

Le candidat devra indiquer si les données collectées sont compatibles avec des logiciels de traitement disponibles sur le marché, en dehors des logiciels fournis par lui-même.

- logiciel de traitement des diffractogrammes permettant leur affichage et traitement graphique, l’analyse de phases (recherche automatique des phases, analyse semi-quantitative…) ; le logiciel devra être compatible avec les principales bases de données cristallographiques (ICDD, COD,…). Le candidat indiquera la(les) base(s) de données préconisée(s).

Licence pour au moins 10 postes dont 5 avec dongle permettant de travailler en déplacement

- logiciel de traitement **de texture** pour la représentation et l'interprétation des figures de pôles, la détermination des textures et fonctions de distribution d'orientation (ODF),

dont 5 dongle permettant de travailler en déplacement

- logiciel d’analyse par affinement Rietveld pour les échantillons de type poudre

- logiciel de traitement des mesures permettant d'obtenir les valeurs des **contraintes résiduelles** (films polycristallins et films orientés)

Licence pour au moins 10 postes

- logiciel de traitement des mesures en **réflectométrie** (tracés, simulation…)

Licence pour au moins 10 postes dont 5 dongle permettant de travailler en déplacement

- logiciel de traitement des analyses des structures épitaxiées et représentation et traitement des **cartographies du réseau réciproque**

Licences pour au moins 10 postes dont 5 dongle permettant de travailler en déplacement

- Logiciel de contrôle à distance de l'instrument permettant le diagnostic, contrôle, réparation si possible et formation à distance.

Tous les logiciels d'acquisition et traitements seront livrés avec une documentation de préférence en français, à défaut en anglais, en formats papier et électronique.

Les conditions de mise à jour de ces logiciels seront précisées par le candidat. Une attention particulière sera portée à la politique de mise à jour des logiciels.

* 1. **Four sous vide compatible avec le diffractomètre**

L’offre de base devra proposer une chambre haute température (pouvant atteindre au minimum 1000°C) et fonctionnant sous vide secondaire ou sous atmosphère contrôlée, compatible avec des mesures par diffraction afin de suivre les cinétiques d’évolution structurale lors de recuit thermique in situ.

Le candidat devra préciser

- le type d’enceinte et ses caractéristiques techniques en termes de chauffage et vide ultime, la possibilité de travailler ou non sous atmosphère inerte ou réactive (type de gaz), la vitesse de montée en température, le système de refroidissement, le système de pilotage et contrôle de la température

- les accessoires associés à la platine chauffante pour qu’elle soit directement utilisable avec le système de diffraction proposé (exemple pompe à vide si nécessaire).

L’équipement permettant d’atteindre le meilleur niveau de vide sera privilégié.

* 1. **Livraison, Formation et Garantie**

❑ Livraison

Le matériel devra être livré dans un délai maximum de **8 mois** à compter de la notification du marché. Pour des raisons de montage budgétaire, ce délai est impératif. Le candidat devra explicitement renseigner dans l’offre la durée sur laquelle il s’engage à livrer l’appareillage.

❑ Formation : L’offre de base comprendra la formation des utilisateurs dans les locaux de l’UP en deux temps, avec au moins :

- Formation initiale de prise en main à l’issue de la période d’installation sur site de 2 jours pour 5 utilisateurs maximum, comprenant l’utilisation courante du diffractomètre dans les différentes configurations, la formation au passage d’une configuration à une autre, l’utilisation des outils de contrôle et de première maintenance

- Formation complémentaire de 3 jours par un expert applications dans les locaux de l’UP, pour former les utilisateurs en mode avancé aux différentes applications.

La période et le programme précis seront déterminés entre le fournisseur et les utilisateurs (5 au maximum par application). Cette seconde partie de la formation aura lieu dans les six mois suivant l’installation.

❑ Garantie et SAV :

La **garantie sera au minimum de 3 ans** (36 mois), pièces, main-d’œuvre et déplacements à partir de l’admission technique du matériel. Elle devra couvrir l’ensemble du matériel fourni, y compris le matériel informatique

Le cas échéant, les garanties spécifiques, notamment supérieures à 3 ans, correspondant à certains éléments de l’équipement seront précisées.

Le candidat fera une proposition chiffrée d’une extension de garantie éventuelle, décrite en PSE1, page 11.

Le candidat devra décrire explicitement les conditions de la garantie et l’organisation de son service après-vente :

-Le personnel (nombre, localisation), francophone ou non

-Le taux horaire d’intervention hors contrat

-Les frais fixes d’intervention

-Les délais contractuels d’intervention

-Les horaires d’intervention

-Les horaires de disponibilité de la hotline

- la possibilité ou non d’avoir une assistance technique en hotline sans coût supplémentaire, sans contrat de maintenance, pendant et après la période de garantie

Toute année de garantie supplémentaire et/ou de contrats de maintenance sera appréciée.

Le candidat devra décrire sa politique de reprise de tubes de rayons X usagés, le cas échant.

1. **Prestations supplémentaires éventuelles (PSE)**
   1. **Extension de garantie (PSE2) - obligatoire**

L’offre devra proposer, sous la forme d’une prestation supplémentaire éventuelle obligatoire, une extension de garantie de 1 an, 2 ans et 3 ans, en plus de la garantie initiale de 3 ans.

Il conviendra de préciser le montant associé pour chaque année supplémentaire de garantie, et le type de garantie (préventive ou curative)  
- avec pièces incluses (précisées lesquelles)  
- sans pièces incluses

* 1. **Mesures en mode GISAXS (PSE2) - optionnelle**

L’offre devra proposer, sous la forme d’une prestation supplémentaire éventuelle optionnelle, la solution proposée pour effectuer des mesures en mode GISAXS afin d’analyser la morphologie de nano-objets. Il s’agira de décrire la configuration utilisée (optique, collimateur, fentes, platine porte-échantillon, détecteur), le type de beam-stop (motorisé ou non), les caractéristiques du faisceau pour ce type de mesures, et le logiciel d’analyse associé.

1. **Clauses particulières**

Les prestations de livraison, d’installation, de raccordement électrique et de mise en service du diffractomètre sur le site de l’Institut Pprime seront comprises dans le prix global de l’équipement. Elles devront être détaillées dans la proposition et seront assurées en totalité par le titulaire du marché. Ce dernier est réputé connaître les contraintes liées à la livraison. Le candidat devra indiquer dans la réponse au présent appel d’offres les tests qu’il réalisera lors de la mise en service.

**Adresse de livraison** :

INSTITUT PPRIME

UPR 3346 CNRS - UNIVERSITE de POITIERS - ENSMA

Département de Physique et Mécanique des Matériaux

11 Bd Marie et Pierre Curie

86360 Chasseneuil Futuroscope

France

La livraison de l’appareillage et des équipements associés ci-dessus mentionnés devra intervenir dans un **délai maximum de 8 mois** à compter de la notification du marché.

**Les critères de sélection** seront les suivants, par ordre d’importance décroissant :

- Valeur technique de l’offre 60 % (voir sous-critère ci-après)

- Coût 30 %

- Qualité du service après-vente 5 %

- Délai d’exécution 5 %

**Modalités de règlement**

30 % du montant total HT sera versé à la commande.

Sous-critères techniques

* Puissance de la source à rayons X : 20%
* Modularité du diffractomètre : 10%
* Performance du détecteur : 5%
* Ergonomie et interface machine/utilisateur : 15%
* Spécificités du four : 10%

**Contacts**

Gregory Abadias

Tel: +33 5 49 49 67 48

[gregory.abadias@univ-poitiers.fr](mailto:gregory.abadias@univ-poitiers.fr)

Bruno Lamongie

Tel: +33 5 49 49 67 41

[bruno.lamongie@univ-poitiers.fr](mailto:bruno.lamongie@univ-poitiers.fr)