



**Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO UMR 8214)**

Université Paris Saclay

Bâtiment 520, rue André Rivière

91405 ORSAY Cedex

## **CAHIER DES CLAUSES TECHNIQUES PARTICULIERES C.C.T.P.**

Acquisition, livraison, installation, mise en service et formation d'un appareil de Microscopie à Sonde Locale d'occasion récente (microscope à force atomique—AFM, microscope à effet tunnel—STM) spécialement conçu pour être placé sur un microscope optique inversé pour l'ISMO du CNRS.

Table des matières :

<b>1) Contexte général et objectifs de l'acquisition.....</b>	<b>3</b>
<b>2) Exigences techniques des équipements et prestations à fournir .....</b>	<b>3</b>
2.1) Description sommaire .....	3
2.2) Performances et caractéristiques des instruments recherchés.....	4
2.2.1) <i>Spécifications techniques de l'électronique de contrôle et de traitement</i> .....	<a href="#">4</a>
2.2.2) <i>Spécifications techniques de la tête de mesure AFM</i> .....	4
2.2.3) <i>Spécifications techniques de la détection optique AFM</i> .....	6
2.2.4) <i>Spécifications techniques pour des mesures STM et conductivité AFM</i> .....	6
2.2.5) <i>Spécifications techniques pour des mesures mécaniques</i> .....	6
2.2.6) <i>Spécifications techniques du logiciel</i> .....	7
2.3) Conditions de réalisation et environnement .....	<a href="#">8</a>
2.4) Livraison et installation sur site.....	8
2.5) Recette technique .....	9
2.6) Garantie.....	9
2.7) Formation .....	9
2.8) Documentation.....	9
<b>3) Délais d'exécution .....</b>	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>

## 1) Contexte général et objectifs de l'acquisition

La thématique « Nano-optique sous pointe » de l'équipe Nanophysique et Surfaces à l'ISMO exploite le courant électrique entre la pointe d'un microscope à sonde locale et un échantillon conducteur pour étudier les phénomènes d'émission de lumière induite par ce courant électrique. Dans le cas des mesures optiques combinées à des mesures de microscopie à force atomique (AFM), le laser de contrôle servant à mesurer la déflexion du levier doit être éteint, ce qui nuit à la qualité du résultat (voir par ex. *ACS Photon.* **10**, 2641 (2023)). Afin de résoudre ce défaut, nous souhaitons acquérir un système de microscopie à sonde locale pouvant facilement être combiné à un microscope optique inversé. La tête AFM doit être équipée d'un laser de contrôle émettant en-dehors du domaine spectral utile pour nos expériences, c'est à dire émettant à une longueur d'onde supérieure à 970 nm, et incluant un système optique ou autre qui rendrait l'intensité de la lumière résiduelle du laser sur l'échantillon négligeable à des longueurs d'onde inférieures à 900 nm. Ceci est dans le but de pouvoir réaliser des mesures optiques fines simultanément aux mesures AFM, sans devoir éteindre le laser de contrôle de l'AFM.

Equipement d'occasion : L'équipement aura maximum 5 ans à compter de l'année de fabrication, reconditionné usine avec et remise à neuf.

## 2) Exigences techniques des équipements et prestations à fournir

### 2.1) Description sommaire

L'équipement désiré correspond à un microscope à force atomique (AFM) :

- AFM de conception en pointe balayée. La solution échantillon balayé ne sera pas acceptée.
- L'AFM doit être proposé avec un couplage optique droit (vue de dessus) et doit pouvoir se monter sur un microscope optique inversé (des objectifs de forts grossissements avec des ouvertures numériques élevés doivent pouvoir être utilisés). La solution microscope droit et microscope optique inversé doit pouvoir être utilisé simultanément
- Balayage de 100  $\mu\text{m}$  x 100  $\mu\text{m}$  x 15  $\mu\text{m}$  avec utilisation de capteurs de position (closed loop) en X, Y et Z.
- La solution proposée doit intégrer également un déplacement piézoélectrique de l'échantillon en XY avec des amplitudes d'environ 100 $\mu\text{m}$  x 100 $\mu\text{m}$ .
- La solution doit intégrer la possibilité de réaliser des mesures mécaniques en spectroscopie locale avec des fonctions avancées permettant de réaliser des scripts complexes et de réaliser des cartographies rapides de propriétés mécaniques et adhésives. La possibilité d'acquérir simultanément d'autres données (par ex. la conductivité AFM) est impérative.
- L'instrument doit être équipé des modes STM et AFM conducteur (C-AFM).
- Le laser de contrôle servant à mesurer la déflexion du levier dans la tête AFM doit émettre à une longueur d'onde supérieure à 970nm. Au niveau de l'échantillon, toutes les longueurs d'onde inférieures à 900 nm doivent être éliminées au maximum.

L'installation de cet ensemble sera effectuée dans les locaux de l'Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO-UMR 8214) à Orsay au sein de l'équipe Nanophys (Nanophysique et Surfaces).

## 2.2) Performances et caractéristiques des instruments recherchés

### *2.2.1) Spécifications techniques de l'électronique de contrôle et de traitement*

Le contrôleur doit être numérique, complet, haute performance et à faible bruit. Il doit permettre une capture des données à grande vitesse et présenter les caractéristiques suivantes :

- L'électronique de contrôle doit être entièrement digitalisée et basée sur la technologie FPGA (fréquence >500 MHz)
- Possibilité d'un canal d'acquisition rapide échantillonné à au moins 800 k Samples
- Disposer d'au moins quatre ADC haute vitesse (exemple : 16 bits/échantillonnage de l'ordre de 60 MHz)
- Disposer de plus de dix ADC avec échantillonnage standard (exemple : 18 bits avec échantillonnage à 800 kHz)
- Disposer de plus de six DAC standard (exemple 18/20 bit avec échantillonnage à 800 kHz)
- Deux détections synchrones haute vitesse (par exemple : 60 MSamples/sec)
- Une détection synchrone de vitesse standard (800 kSamples/sec)
- 6 canaux faible bruit pour contrôle de « closed loop » (capteur capacitif ou autre)
- Six canaux d'acquisition très haute vitesse 14 bit (échantillonnage à plus de 100 MHz)
- Calibration du cantilever par la méthode de bruit thermique jusqu'à 3,25 MHz
- Sortie analogique avec préamplificateur avec +/-15V et +/-5V
- Au moins six entrées analogiques et 10 sorties pour synchronisation pixel et ligne
- Deux canaux « gated photon counting »
- Connexion rapide au PC de contrôle (par exemple Gigabit LAN)
- Accès par BNC aux signaux externes et internes
- Livré avec un PC complet équipé d'un écran de >30" TFT
- CE compliant

### *2.2.2) Spécifications techniques de la tête de mesure AFM*

La tête de l'AFM sera de type balayage par la pointe ce qui permettra une grande flexibilité dans les configurations possibles. Elle présentera les caractéristiques suivantes :

- Une résolution atomique en *stand alone* ou sur microscope inversé dans des conditions environnementales appropriées (avec système anti-vibrations et caisson acoustique)
- Un bruit de déflexion du cantilever < 2pm RMS
- Les modes d'imagerie AFM (à l'air ou en liquide) suivants : mode contact, mode contact avec force latérale, modes Tapping, contraste de phase, la cartographie de force, la cartographie de force rapide et à haute résolution
- L'instrument sera également livré avec un mode d'imagerie ayant les caractéristiques suivantes :
  - Mode imagerie en oscillation rapide hors résonnance (courbe approche-retrait)
  - Doit permettre à l'air des mesures de topographie à haute résolution avec un temps d'acquisition classique (< 10 minutes pour des images 512 x 512 pixels)
  - Doit permettre un contrôle direct de la force d'interaction pointe / surface de l'échantillon et de la force d'appui avec un asservissement en boucle fermée (une simple détection de seuil n'est pas acceptée) et avec une force < 50pN.
  - Doit permettre une utilisation simple à l'air
- Trois moteurs de précision pour une approche automatique du cantilever sur l'échantillon et la correction automatique de l'inclinaison des échantillons
- Caractéristiques du scanner :
  - Contrôle en boucle fermée avancé (niveau de bruit faible et prévention des effets de sur balayage et d'oscillation)
  - Axe Z découplé mécaniquement du scanner XY

- Fonctionnement en boucle fermée avec capteurs de position capacitifs sur les trois axes
- Taille du scan en XY : balayage de 100  $\mu\text{m}$  (bruit < 100pm RMS en boucle fermée)
- Amplitude en Z : 15  $\mu\text{m}$  (niveau de bruit en feedback < 50pm RMS en boucle fermée)
- Utilisation d'un laser IR faible cohérence avec incidence verticale. Longueur d'onde >970 nm demandée. La lumière résiduelle de la tête AFM arrivant sur l'échantillon à des longueurs d'onde inférieures à 900 nm doit être négligeable. Dans le cas où le produit standard ne remplit pas ce critère, la tête AFM doit être équipée avec un système optique ou autre qui empêche l'illumination de l'échantillon à des longueurs d'onde inférieures à 900 nm (un taux de transmission de <  $10^{-3}$  à ces longueurs d'onde est exigé). Cette évolution éventuelle ne doit pas engendrer de dégradation des performances de la mesure AFM.
- Bande passante de la détection de la déflexion du cantilever : 8 MHz
- Calibration du cantilever par la méthode de bruit thermique jusqu'à 3,25 MHz
- Taille maximale de l'échantillon diamètre 140 mm et hauteur 18 mm
- Tête AFM totalement étanche pour protéger l'électronique de la vapeur et des liquides
- Conçu pour une intégration sur un microscope droit ou inversé, compatible avec la fluorescence
- Accès optique en transmission par le haut et par le bas pour l'éclairage du condenseur et la visualisation optique
- Alignement *in situ* des photodiodes et du laser sur le cantilever, sans besoin d'outils supplémentaires
- Porte-cantilever transparent avec fixation intégrée : facile à nettoyer avec des détergents, certains solvants et les bains à ultra-son
- Accès physique à la zone du cantilever par tous les côtés (par ex : pour insertion d'une fibre optique)

### **Jeu d'accessoires de mise en fonctionnement :**

Le système doit être fourni avec un ensemble d'accessoires permettant une prise en main rapide. Ce jeu d'accessoires doit comprendre notamment des cantilevers pour différents modes AFM (contact et contact intermittent, AFM conducteur...) ainsi que les pinces permettant le changement de pointe, accessoires de nettoyage, etc.

### **Couplage optique :**

L'instrument doit être conçu pour être placé sur un microscope optique droit ou inversé.

Le microscope optique inversé sera fourni par le laboratoire (Nikon Eclipse Ti2). L'instrument proposé devra être compatible avec ce dernier.

La compatibilité avec des objectifs de fort grossissement (100X à immersion à l'huile) est indispensable.

La solution sera livrée avec un microscope optique droit, utilisable simultanément avec le microscope optique inversé et ayant les caractéristiques suivantes :

- Illumination par Coaxial Köhler et source LED par anneau
- Zoom manuel >10x
- Ajustement manuel de la focale et bras rotatif (pour amener l'optique en position vue de dessus sur l'AFM).
- Résolution demandée <4  $\mu\text{m}$
- Doit inclure une caméra couleur CMOS USB3.0

### **Platine porte échantillon et déplacement XY :**

- Le déplacement fin en XY de la platine sera réalisé par déplacement piézoélectrique
- Déplacements XY par transducteurs piézoélectrique  $\geq 100\mu\text{m}$  avec un niveau de bruit inférieur à 250 pm en boucle ouverte et de moins de 350 pm en boucle fermée
- Un déplacement manuel XY par vis micrométriques de course  $> 15\text{mm}$  doit être également présent

### **Approche pointe/ échantillon :**

L'approche pointe échantillon doit être automatique et motorisé.

Pour les besoins de l'expérience la pointe doit être maintenue dans l'axe optique du microscope lors de cette approche.

#### *2.2.3) Spécifications techniques de la détection optique AFM*

Utilisation d'un laser IR faible cohérence avec incidence verticale. Longueur d'onde  $> 970\text{ nm}$  demandée. La lumière résiduelle de la tête AFM arrivant sur l'échantillon à des longueurs d'onde inférieures à 900 nm doit être négligeable. Dans le cas où le produit standard ne remplit pas ce critère, la tête AFM doit être équipée avec un système optique ou autre qui empêche l'illumination de l'échantillon à des longueurs d'onde inférieures à 900 nm (un taux de transmission de  $< 10^{-3}$  à ces longueurs d'onde est exigé). Cette évolution éventuelle ne doit pas engendrer de dégradation des performances de la mesure AFM.

#### *2.2.4) Spécifications techniques pour des mesures STM et AFM-conducteur (C-AFM)*

La solution doit disposer de ces deux modes avec les caractéristiques suivantes :

Mode STM :

- Support de pointe STM avec circuit amplificateur de courant intégré
- Support de pointe pour sondes à fil de 0,25 mm ou 0,5 mm
- Tension de polarisation  $\pm 10\text{ V}$
- Plage de courant :  $\pm 100\text{ nA}$ ,  $\pm 10\text{ nA}$
- Gain :  $100\text{ V}/\mu\text{A}$
- Possibilité de feedback en mode linéaire ou logarithmique

Mode AFM conducteur :

- Support de pointe AFM avec circuit amplificateur de courant intégré
- Tension de polarisation  $\pm 10\text{ V}$
- Plage de courant :  $\pm 10\text{ nA}$
- Gain :  $1\,000\text{ V}/\mu\text{A}$
- Limite de bruit 100 fA RMS compatible imagerie (bande passante)

Un porte échantillon spécifique permettant d'appliquer une tension sur la surface de l'échantillon sera inclus.

#### *2.2.5) Spécifications techniques pour des mesures mécaniques*

### **Courbes d'approche/ retrait et spectroscopie :**

L'instrument permettra de réaliser des expériences d'approche / retrait quantitatives. À ce titre il intégrera :

- Une mesure de la constante de raideur des leviers par analyse du bruit thermique.
- Un logiciel spécifique d'acquisition et de traitement intégrant :

- La possibilité d'enregistrer les différents paramètres en fonction du temps.
  - La possibilité de piloter des fonctions complexes en Z (sous forme de "scripting" par exemple).
  - Possibilité d'une consigne d'arrêt automatique.
  - Une interaction à l'image de type "point and shoot" afin de permettre de relier un évènement à une position clairement définie sur l'image.
  - Une compensation automatique de la hauteur par les moteurs de la tête de l'AFM
- Contrôle asservi du mouvement en Z (à l'aide du capteur Z). Ce contrôle permettra entre-autre de piloter effectivement la vitesse de déplacement, de garder une position Z prédéfinie, etc.

### **Cartographie de propriétés mécaniques :**

On doit disposer d'un mode d'imagerie grande vitesse permettant l'enregistrement simultané de la topographie, de la cartographie du module élastique et de l'adhésion.

On doit pouvoir effectuer des mesures de force avec un contrôle complet de la force d'interaction pointe-échantillon à chaque pixel de l'image afin d'obtenir des informations sur les interactions de l'échantillon localement avec une résolution spatiale élevée. Il permettra au moins 256 x 256 x 512 points de mesure. La solution intégrera une cartographie de force avancée ou 'quantitative force mapping' qui permettra de faire des images de la surface et des mesures des propriétés mécaniques simultanément. L'AFM devra obtenir simultanément des cartes des propriétés mécaniques ainsi que des images de topographie haute résolution. La cartographie des forces doit permettre de calculer le module de Young, la force et l'énergie d'adhésion, et la rigidité.

Les mesures de force devraient fonctionner sur une plage assez large, d'entre le kPa au GPa pour le module de Young et de 10 pN à plusieurs  $\mu$ N pour l'adhésion permettant la caractérisation de différents types d'échantillons.

Ce mode permettra donc d'obtenir à la fois des images topographiques et des cartographies des propriétés de surface de l'échantillon. Il présentera les caractéristiques suivantes :

- Basé sur les mesures de force (courbe de force) avec des fréquences d'excitation possible jusqu'à 1kHz
- Fonctionne en liquide dans toutes les gammes de rigidité y compris des échantillons mous et fortement adhérents
- Calcul en temps réel de la constante de raideur et de l'adhésion
- Acquisition simultanée de données externe (par exemple de la conductivité AFM)

#### *2.2.6) Spécifications techniques du logiciel*

L'instrument doit offrir un logiciel permettant le pilotage de l'instrument et un logiciel de traitement des données.

La solution doit intégrer un logiciel de macro-langage (scripting) permettant le pilotage avancé de l'instrument.

Sur ce dernier l'exportation des mesures et sortie des données *via* un tableur de traitement des données standard (cf. Excel, Origin) doit être possible. Le logiciel doit aussi offrir l'analyse pour obtenir les paramètres d'imagerie, images 3D et analyser les propriétés mécaniques à l'aide de modèles mécaniques bien connus pour calculer l'adhésion et le module de Young.

Outre un logiciel AFM intégrant les fonctionnalités classiques, l'instrument devra intégrer un logiciel permettant de supporter directement des caméras CCD de haute performance pour une utilisation en fluorescence. Des mesures optiques obtenues simultanément à des mesures AFM doivent pouvoir être





affichées dans le logiciel AFM.

On favorisera les spécifications certifiées par des mesures réalisées et fournies par le constructeur.

Obligation de résultat : les valeurs mentionnées ci-dessus doivent obligatoirement être atteintes par les instruments proposés et elles devront être constatées comme atteintes lors de la recette technique de ces instruments. A défaut, le marché pourra être résilié.

**3) Prestation alternative éventuelle (PAE) :** Fournir l'équipement d'occasion identique au descriptif du CCTP sauf pour les articles 2.2.2 à 2.2.6, ces équipements seront neufs.

#### **4) Livraison et installation sur site**

L'instrument sera installé dans le bâtiment (520) de l'Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay au niveau R-1, dans la salle S.L, pièce régulée en température à 20°C +/- 1°C. Il sera positionné sur une table optique à amortissement (dimensions 1,8 m x 1,2 m) fourni par le laboratoire.

Cet instrument sera livré à l'adresse suivante :

Université Paris Saclay  
Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay  
Bât 520 – rue André Rivière  
91405 ORSAY Cedex

Pour accéder à la pièce expérimentale au R-1, deux possibilités : soit par l'entrée principale du bâtiment en RDC avec l'utilisation d'un monte-charge de dimension (L x l x H : 2 x 1.6 x 1.90 m<sup>3</sup>), soit directement par le parking souterrain situé au R-1 si le véhicule de transport ne dépasse pas les 3 m de haut.

Le titulaire du marché s'assurera que le mode de livraison puisse s'adapter à l'une de ces deux possibilités. Pour ce faire, le titulaire pourra à sa demande, visiter les locaux avant d'effectuer la livraison du matériel. En cas d'omission, contrainte à la livraison ou pour effectuer la mise en service de l'équipement, le titulaire sera tenu responsable et prendra à ses frais les moyens pour y remédier.

#### **5) Recette technique**

L'ISMO disposera d'un délai 8 semaines à compter de la validation par l'ISMO de la réalisation de l'ensemble des prestations dû par le titulaire hormis la garantie pour procéder aux opérations de vérification qualitative et de service régulier de l'instrument au regard des caractéristiques techniques et performances stipulées par le marché.

#### **6) Garantie**

La durée de garantie de l'équipement est de 24 mois, couvrant l'ensemble des déplacements, l'ensemble de la main d'œuvre et l'ensemble des pièces détachées à l'exception des consommables, (les consommables sont définis comme des composants ayant une durée de vie inférieure à 12 mois). Le nombre d'interventions sur place est illimité. Délai d'intervention maximum accepté si intervention sur site nécessaire : 5 jours ouvrés à compter de la prise de contact de l'ISMO avec le titulaire par téléphone ou par mail, 2 jours ouvrés si intervention à distance.





Il est rappelé que les composants optiques, mécaniques, électroniques et informatiques, ainsi que la main d'œuvre et les frais de déplacement sur site, sont inclus dans la garantie contractuelle sans limite de montant.

## **7) Formation**

Le titulaire assure une formation pour les utilisateurs de l'appareil sur site avant de prononcer la mise en service (4 personnes au total). Pendant cette formation, les thèmes suivants seront enseignés (avec mise en pratique—liste non-exhaustive) :

- Comment mettre une pointe dans le porte-pointe
- Comment calibrer un levier par la méthode du bruit thermique
- L'imagerie en modes AFM contact, contact intermittent, cartographie, conducteur, STM
- La spectroscopie en modes AFM contact, contact intermittent, cartographie, conducteur, STM
- Fonctionnement du logiciel de pilotage
- Fonctionnement du logiciel d'analyse
- Fonctionnement du « scripting »

## **8) Documentation**

Le titulaire fournit toute la documentation permettant de faire fonctionner l'équipement de manière optimale et d'en assurer la maintenance courante. Il informera l'ISMO sur les vérifications réglementaires à effectuer via la documentation fournie.

## **9) Délai d'exécution**

Le délai maximum de livraison, d'installation, de mise en service et de formation de l'appareil de microscopie est de 42 semaines maximum à compter de la date de notification du marché.